

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

**Vyvinutí technologie tváření velmi malých součástí
v tixotropním stavu**

Autor: Ing. David Aišman
Vedoucí práce: Prof. Dr. Ing. Bohuslav Mašek

Plzeň, 2014

PODĚKOVÁNÍ

Touto cestou bych rád poděkoval vedoucímu disertační práce prof. Dr. Ing. Bohuslavu Maškovi a konzultantce Dr. Ing. Haně Jirkové Ph.D za cenné rady, které mi poskytli během realizace této práce. Mé poděkování patří také všem kolegům z Výzkumného centra tvářecích technologií. Dále bych rád poděkoval pracovníkům katedry materiálu a strojírenské metalurgie, zaměstnancům TU-Chemnitz, doc. RNDr. Márii Behúlové, CSc. z MTF Trnava, pracovníkům COMTES F.H.T a všem dalším, kteří se přímo či nepřímo podíleli na vzniku této práce.

ANOTACE

Pomocí inovativních technologických postupů lze získávat i u konvenčních a léta používaných materiálů atypické struktury se specifickými mechanickými a fyzikálními vlastnostmi. Různé technologie tváření v semi-solid stavu představují právě takový dynamicky se rozvíjející obor. Mezi jednu z těchto inovativních metod patří, v rámci této disertační práce, vyvinutý mini-thixoforming. Tato technologie je ojedinělá a doposud nebyla ve světové literatuře nikým popsána. Protože je zaměřena na produkty velmi malých rozměrů, lze při ní, oproti klasickým postupům tixoformingu dosahovat vedle mimořádně strmých gradientů ohřevu i extrémně vysoké rychlosti solidifikace a chlazení. Tyto podmínky pak zásadně ovlivňují vývoj vznikajících struktur a materiálových vlastností. Navíc lze stejně jako u konvenčního tixoformingu dosáhnout tvarově komplikovaných součástí s vysokou přesností, a to pouze v jediném tvářecím kroku.

Práce vycházela z literární rešerše, která byla zaměřena v úvodu na problematiku tixotropního chování, jeho podstatu a podmínky vzniku. V následující kapitole jsou nastíněny možnosti simulací a modelování těchto procesů a jejich omezení. Dále byly analyzovány možnosti využití různých materiálů vhodných pro zpracování v semi-solid stavu. Protože byl experiment zaměřen výlučně na zpracování ocelí, jsou v jedné z kapitol podrobně popsány jejich materiálové parametry, které ovlivňují chování materiálu v semi-solid stavu. Jedná se především o vliv jednotlivých chemických prvků na šíři teplotního intervalu pro tixoforming, které determinují vhodnost vybraných materiálů pro zpracování v semi-solid stavu. Další kapitola popisuje základní rozdíl mezi tixo a rheoprocesy a věnuje se přípravě polotovarů a možnostmi jejich ohřevu do semi-solid stavu. V rešerši jsou rovněž stručně popsány principy konkrétních technologií semi-solid zpracování a technické požadavky na nástroje. Závěrečná část je věnována klasifikaci nejčastějších vad, které se vyskytují při semi-solid zpracování.

Protože většina dosavadních prací v oblasti semi-solid zpracování byla zaměřena buď na náhradu zápuštkového kování, nebo na zpracování polotovarů z nízkotavitelných slitin, byl experimentální program zaměřen na vyvinutí nové technologie pro výrobu malých ocelových součástí tzv. mini-tixoforming. Tím tato technologie otevírá novou oblast zpracování za velmi vysokých teplot.

V první fázi vývoje bylo nutno zvolit vhodný experimentální materiál, který splňuje podmínky pro zpracování v semi-solid stavu. Ukázalo se, že vhodným kandidátem může být nástrojová ocel X210Cr12 s vysokým podílem uhlíku a chrómu. Ta byla ve výchozím stavu nejprve analyzována pomocí světelné a elektronové mikroskopie. Kromě toho byly provedeny simulační výpočty v programu ThermoCalc a JMatPro. Tyto výpočty sloužily pro přibližnou predikci chování materiálu v semi-solid stavu. Jednotlivé vypočtené parametry pak byly ověřeny praktickým experimentem při ohřevu na různé teploty a poté i v modelovém procesu s deformací v semi-solid stavu. Na základě pilotního experimentu byla s podporou simulačního software ANSYS navržena dutina formy pro mini-tixoforming. Následoval konstrukční návrh celého zkušebního zařízení. Forma byla vyrobena z titanové slitiny. Po sérii úvodních experimentů, při kterých byly nalezeny a optimalizovány vhodné podmínky procesu, byla dále upravována. Tím byla rozšířena tvarová variabilita výsledných produktů a zlepšena a zjednodušena manipulovatelnost. Těmito úpravami se podařilo dosáhnout celé řady tvarových demonstrátorů s tloušťkou 1,9 mm a délkou 5 – 25 mm.

Výsledná struktura po mini-thixoformingu byla tvořena austentickými polyedrickými zrny obklopenými jemným karbidickým sít'ovím. Pomocí RTG difrakce byl podíl austenitu stanoven na 96%. Protože austenitická struktura není u tohoto typu oceli stabilní fází, byla zkoušena i tepelná a mechanická stabilita výsledných struktur. Ta prokázala teplotní stabilitu

prakticky až do 500°C. Nad touto teplotou došlo k počátkům rozpadu austenitu. Proto byl v návazném experimentu odzkoušen přechod přes semi-solid stav s následným termomechanickým zpracováním. Díky vložené deformaci se podařilo rozdrobit karbidické síťoví a docílit zjemnění austenitických zrn na velikost až 3 μm . V závěrečné fázi experimentu se podařilo tepelným zpracováním získat nekonvenční martenziticko-austenitickou strukturu s tvrdostí dosahující 800 HV30. Popuštěním této struktury navíc dojde k rozpadu zbytkového austenitu na martenzit a k precipitaci jemných karbidů ve struktuře a tím k dalšímu nárůstu tvrdosti až na 840 HV30.

Hlavním cílem a výsledkem práce bylo vytvoření nové technologie mini-tixoformingu, která byla postupným výzkumem zdokonalována a optimalizována tak, že je v současné době plně funkční a umožňuje experimentální produkci malých, tvarově složitých produktů z různých typů ocelí.

Klíčová slova: thixoforming, minini-thixoforming, semi-solid zpracování, X210Cr12, metastabilní austenit, zbytkový austenit

ANNOTATION

Thanks to innovative processing sequences, even conventional materials which have been around for years can be treated so that novel and unconventional microstructures with specific mechanical and physical properties are obtained. This also holds for semi-solid forming, which is a dynamically developing process. One of such innovative methods is the mini-thixoforming process developed in the present dissertation. It is a unique process which has not yet been described by any author. As it focuses on very small products, it offers steep heating curves and extremely high solidification and cooling rates, unlike conventional thixo-forming. These process features have profound impact on the evolution of microstructure and the resulting properties of the product. As in the conventional thixo-forming process, complex-shaped products can be manufactured with high precision using a single forming step.

The dissertation draws on a literature search which focuses in its introduction on the thixotropic behaviour, its basis and the conditions for its occurrence. The next chapter outlines the simulation and modelling capabilities and limitations in regard to thixotropic processes. The potential of various materials for semi-solid processing is analysed. As the present experiments were aimed exclusively on the processing of steels, one of the chapters gives detailed descriptions of their characteristics which impact on their behaviour in semi-solid state. These characteristics included namely the effects of various chemical elements on the temperature interval available for thixo-forming, as their effects govern the suitability of the material for semi-solid processing. Another chapter defines the fundamental differences between thixoprocesses and rheoprocesses and deals with the preparation and heating of feedstock to the semi-solid region. The literature search also briefly presents the principles of various semi-solid processing technologies and the requirements for tooling. The final section gives the classification of the most common defects which occur during semi-solid processing.

As a majority of studies on semi-solid processing to date have focused on either replacing closed-die forging or processing of feedstock of low-melting alloys, the present experimental programme aimed at developing a new process for manufacturing small parts of steels: mini-thixoforming. This new process opens a new field of high-temperature processing.

At the first stage of the development, an experimental material suitable for semi-solid processing had to be chosen. The X210Cr12 tool steel with high carbon and chromium levels was identified as an adequate candidate. Its initial condition was studied using optical and electron microscopy. In addition, simulations in ThermoCalc and JMatPro programs were conducted to predict the behaviour of the material in semi-solid state. The parameters were then verified in trials which involved heating to various temperatures and semi-solid forming. Based on the pilot experiment, the mould cavity for mini-thixoforming was designed with the aid of the ANSYS simulation tool. Then the design of the entire experimental device was developed. The mould was made of a titanium alloy. After the initial trials, during which suitable processing parameters were sought and optimized, the design was updated. It led to an expanded range of final products and to improved and simple handling. Thanks to the changes, a number of shaped demonstration products were obtained with the thickness of 1.9 mm and lengths between 5 and 25 mm.

The final mini-thixoformed microstructure consisted of polyhedral austenite grains embedded in fine carbide network. The austenite volume fraction was measured using X-ray diffraction and was found to be 96 %. As austenite is not a stable phase in this type of steel, the thermal and mechanical stability of the resulting microstructure was tested. The structure

showed effective thermal stability up to 500 °C. Above this temperature, the austenite decomposition started. This is why a follow-on experiment was carried out, in which the material underwent a transition through semi-solid state with subsequent thermomechanical treatment. The applied deformation successfully disintegrated the carbide network and refined the austenite grains to the size of 4 μm. At the final stage of the experiment, the heat treatment produced an unconventional martensite-austenite microstructure with a hardness of more than 800 HV30. Tempering caused the retained austenite to decompose into martensite and fine carbide precipitates with the resulting increase in hardness up to 840 HV30.

The main goal of the dissertation was to develop a new process, mini-thixoforming. The process was improved and optimized through continuous research and became a fully functional technology for experimental production of small complex-shaped products of various types of steels.

Keywords: thixo-forming, mini-thixoforming, semi-solid processing, X210Cr12, metastable austenite, retained austenite

Obsah

1	Úvod	9
2	Tixotropní stav.....	9
2.1	Modelování tixotropního chování	10
2.1.1	Rozdělení kapalin a jejich vlastnosti	11
2.1.2	Využití tixotropního chování při tváření kovů	14
2.2	Materiály používané pro tixotropní tváření.....	15
2.2.1	Slitiny hliníku	15
2.2.2	Slitiny hořčíku	15
2.2.3	Oceli	16
2.3	Vhodnost ocelí pro semi-solid zpracování	16
2.3.1	Vliv chemického složení na tixotvařitelnost	17
2.4	Parametry ovlivňující zpracování materiálu v tixotropním stavu	19
2.4.1	Materiálové parametry	19
2.4.2	Vlastnosti ocelí se zvýšeným obsahem uhlíku a tvorba karbidů.....	22
2.4.3	Technologické parametry	24
3	Technologie tváření materiálu v semi-solid stavu.....	24
3.1	Příprava polotovaru pro tixo-procesy.....	25
3.1.1	Přímé odlévání s ochlazováním (Direct chill casting)	26
3.1.2	Ohřev polotovaru do semi-solid stavu	27
3.1.3	Kombinovaný vysokofrekvenční odporově – indukční ohřev	29
3.2	Jednotlivé technologie zpracování v semi-solid stavu	29
3.2.1	Rheocasting	29
3.2.2	Tixocasting	30
3.2.3	Tixomolding	31
3.2.4	Thixoforging (Tixokování).....	31
3.2.5	Thixo lateral extrusion	32
3.2.6	Thixoextrusion	32
3.2.7	Thixorolling.....	33
3.3	Požadavky na nástroje	33
3.4	Vady	34
4	Motivace a cíle práce.....	35
5	Experimentální část	36

5.1	Použitý software, přístroje a metody	37
5.2	Volba materiálu	38
5.2.1	Stanovení fyzikálních vlastností oceli X210Cr12	40
5.2.2	Odzkoušení okrajových podmínek tixoforingu	42
5.3	Numerická simulace tixoforingu	49
5.4	Konstrukce experimentálního zařízení	51
5.4.1	FEM simulace ohřevu zápustky	54
5.5	Tváření ve formě	56
5.5.1	Zkušební těleso pro tixoforing	56
5.5.2	Ohřev zkušebního polotovaru bez formy	56
5.5.3	Tixotváření ve formě s dutinou ve tvaru přímé drážky	57
5.5.4	Inovace tvářecí formy	60
5.5.5	Vývoj mikrostruktury při mini-tixoforingu	62
5.5.6	Stabilita metastabilního austenitu	67
5.5.7	Stanovení mechanických vlastností	70
5.5.8	Stanovení lokálních vlastností jednotlivých fází	73
5.6	Možnosti modifikace struktur	75
5.6.1	Vliv rychlosti ochlazování ze semi-solid stavu a doby výdrže na vývoj struktury	75
5.6.2	Vliv deformace po přechodu přes semi-solid stav	78
5.6.3	Vliv deformace a následného tepelného zpracování	79
6	Diskuze výsledků	85
7	Závěr	88
8	Seznam zkratk	89
9	Seznam použité literatury	91
10	Seznam publikací	97
11	Přílohy	99

1 ÚVOD

Z důvodu zvyšujících se požadavků na materiálové vlastnosti jsou vyvíjeny nové technologie zpracování kovových i nekovových materiálů. Díky těmto technologiím a inovativním postupům je možné dosáhnout zcela nových fyzikálních, mechanických a chemických vlastností, a to i na materiálech, vyráběných dosud konvenčními způsoby. U kovových materiálů je možné pomocí těchto metod dosáhnout zcela odlišné mikrostruktury materiálů. Postupným vývojem vznikla skupina netradičních kovových materiálů a ocelí se zvláštními vlastnostmi. Do této skupiny materiálů lze zahrnout vysokopevné a ořezuvzdorné oceli, amorfni kovové materiály, superplastické kovové materiály, slitiny s tvarovou pamětí, supravodivé slitiny, některé kompozitní materiály a další. Jednou z progresivních metod pro dosažení těchto atraktivních vlastností je zpracování materiálu v semi-solid stavu. Tato technologie otevírá široké možnosti k dosažení netradičních mikrostruktur. Touto technologií lze rovněž zpracovávat některé těžko tvařitelné materiály. Tváření probíhá v jednom, nebo několika málo tvářecích krocích, což představuje významnou úsporu času a přispívá i k cenové výhodnosti. Navíc je možno dosáhnout velmi členitého a komplikovaného tvaru.

Technologie mini-tixoformingu je oproti klasickým metodám tváření v semi-solid stavu náročnější. Kvůli velmi malým objemům materiálů je zde nutno přesně řídit teplotní i deformační průběhy procesu. Při ochlazování jsou dosahovány extrémní rychlosti ochlazování, mimo jiné především díky velmi malé tloušťce stěny.

V první fázi výzkumu byl vybrán vhodný experimentální materiál, který splňuje zásadní požadavky na tváření v semi-solid stavu. Jednalo se o nástrojovou ocel X210Cr12. V následujícím kroku bylo přistoupeno ke stanovení vysokoteplotního chování tohoto materiálu a to jak pomocí numerické simulace a tak i praktickými experimenty tváření v semi-solid stavu. Na základě získaných výsledků byl proveden návrh formy pro vlastní experiment tváření. Postupně byly optimalizovány jednotlivé parametry procesu tak, aby byly získány produkty s dostatečnou povrchovou a tvarovou kvalitou. Jednalo se především o rozměry produktu, rychlost ohřevu polotovaru, tvářecí sílu a rychlost deformace. Vyhodnocení získaných struktur bylo provedeno pomocí světelné, laserové konfokální i řádkovací elektronové mikroskopie. Materiálové vlastnosti byly zjišťovány měřením tvrdosti.

Hlavním cílem práce bylo vyvinutí originální technologie tváření oceli v semi-solid stavu a získání ojedinělých polotovarů velmi malých rozměrů.

Experimentální program této práce byl zpracován s podporou projektu 1M 06032 Výzkumné centrum tvářecích technologií FORTECH a dalších projektů GAČR a SGS.

2 TIXOTROPNÍ STAV

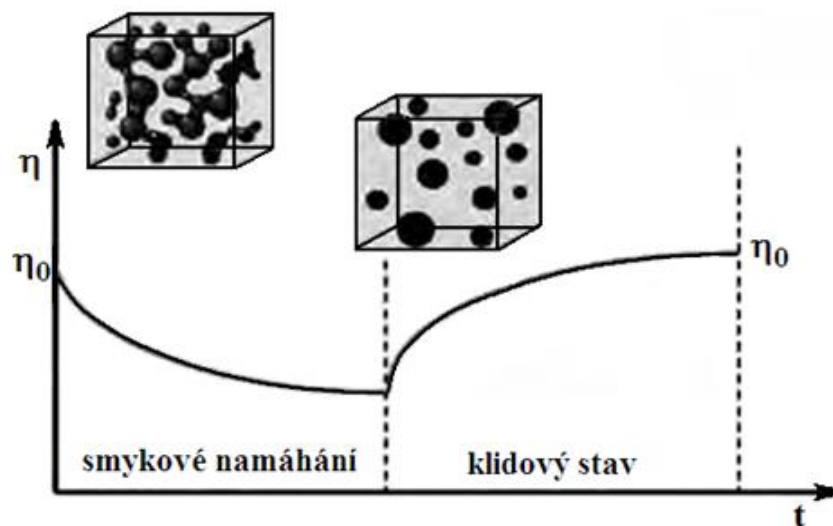
První experimenty zpracování materiálu v semi-solid stavu se datují to 70. let minulého století, kdy bylo poprvé popsáno tixotropní chování kovů a to na slitině olova a cínu, a okamžitě se dostalo do popředí vědeckých týmů na celém světě [1].

Základní vlastností, která je v těchto technologiích využívána, a která je hlavní podstatou tváření materiálů v semi-solid stavu, je tixotropie. Tento jev byl poprvé pozorován a popsán v r. 1923 na vodném roztoku oxidu železitého [2]. Termín tixotropie poprvé použil ve svém článku T. Peterfi který toto slovo složil s řeckého Thixos (míchání, třepání) a Trepo (změna)

Tixotropie je reologická vlastnost některých pseudoplastických a plastických systémů, které jeví v klidovém stavu vysokou viskozitu. Jsou-li však tyto systémy podrobeny smykovému namáhání (míchání, třepání apod.), viskozita s časem postupně klesá. Při ponechání systému v klidu dochází k opětovnému růstu viskozity, která se asymptoticky blíží původní hodnotě (Obr. 1). To je způsobeno tím, že v klidovém stavu mají sferoidické částice tendence ke shlukování se a spojování do větších celků, a tím dochází k růstu viskozity. Při smykovém namáhání dojde k rozdrobení těchto konglomerátů a tím i k poklesu viskozity systému [3].

„Zřetelné tixotropní vlastnosti jsou pozorovány u některých gelů reverzibilních i ireverzibilních s fyzikálními vazbami. Jsou-li síly poutající původní disperzní částice do síťovité struktury velmi slabé, je možno gel více nebo méně prudkým protřepáním převést opět na roztok - mechanickými účinky se ruší slabé vazby mezi částicemi. Zůstane-li ztekucený roztok stát v klidu, vazby se pomalu obnovují a dochází k nové gelaci a viskozita postupně nabude původní hodnoty“ [4].

Tixotropie je běžně využívána např. v průmyslu barev (je žádoucí, aby barva byla tekutá pouze při natírání), v kosmetice, potravinářství, farmacii apod. Nově se tato vlastnost využívá i v oblasti tváření kovů.



Obr. 1: Časová závislost tixotropního chování [3]

2.1 Modelování tixotropního chování

Modelování semi-solid procesů patří mezi velmi obtížné úlohy, protože do procesu vstupují okrajové podmínky, jako je proměnná viskozita, velikost konglomerátů, velikost jednotlivých natavených pevných částic, proměnná teplota, smykové napětí, napětí v kapalině a další. Ideální model pro popis tixotropního chování by měl vycházet z toho, že reologické a fyzikální vlastnosti jsou proměnné v čase, tato změna však není okamžitá a je nelineární [5]. Pro porozumění této problematice je nejprve nezbytné uvést elementární rozdělení kapalin a jejich chování.

2.1.1 Rozdělení kapalin a jejich vlastnosti

2.1.1.1 Newtonské kapaliny

Pro ideální viskózní kapalinu platí v případě tečného napětí Newtonův zákon (Obr. 2):

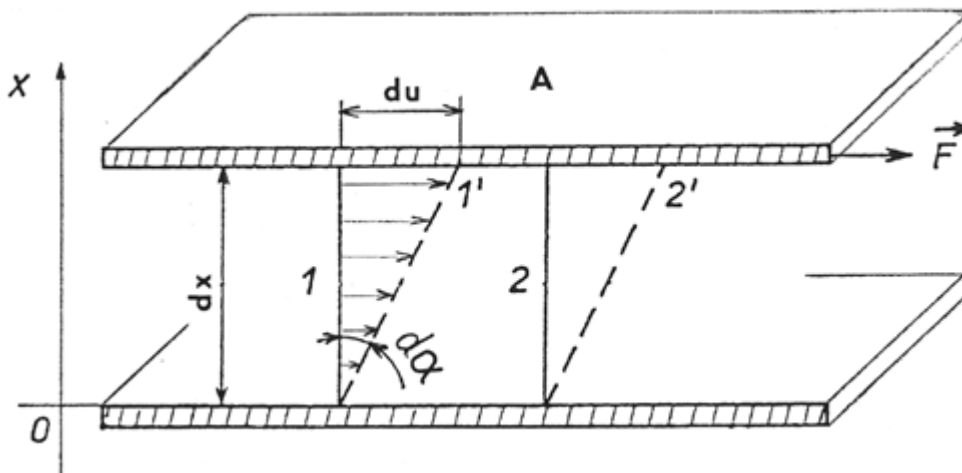
$$\tau = \eta \cdot \frac{du}{dx} = \eta \cdot \dot{\gamma} \quad (1)$$

kde: τ - tečné napětí [Pa]

η - dynamická viskozita [s^{-1}]

$\dot{\gamma}$ - gradient rychlosti [$P \cdot s$]

Dynamická viskozita je látkovou charakteristikou, která charakterizuje vnitřní tření v newtonovské kapalině, hodnota závisí pouze na okamžité teplotě a tlaku. V technické praxi se často využívá kinematická viskozita, což je podíl viskozity a hustoty kapaliny [4]. Tekutiny podléhající tomuto zákonu se nazývají Newtonovské. Obvykle se jedná o nízkomolekulární látky [6].



Obr. 2: Rychlostní profil toku v kapalině mezi nepohyblivou a pohybující se deskou [6].

2.1.1.2 Neneutronské kapaliny

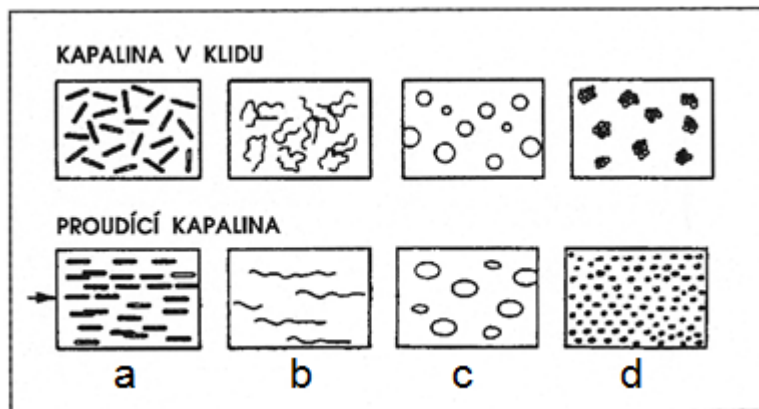
Newtonským kapalinám vyhovuje mnoho reálných kapalin, na druhou stranu existuje celá řada dalších reálných kapalin, jejichž vlastnosti nelze popsat lineárním modelem. Ty se nazývají neneutronské a spadá mezi ně i chování materiálu v tixotropním stavu. Pro tyto kapaliny platí analogicky s Newtonovým zákonem rovnice

$$\tau = \eta_z \cdot \dot{\gamma} \quad (2)$$

kde: η_z - zdánlivá viskozita [s^{-1}]

$\dot{\gamma}$ - gradient rychlosti [$P \cdot s$]

η_z je ovšem tzv. zdánlivá viskozita, která není látkovou konstantou, ale závisí na dalších faktorech, jako je rychlost deformace, smyková rychlost kapaliny okrajové a počáteční podmínky anebo také na historii předchozí deformace kapaliny. (Obr. 3) [6].



Obr. 3: Vliv toku na uspořádání částic v newtonské kapalině, a) orientace, b) napřímení, c) deformace d) rozmělnění [6].

Rozdělení tříd newtonských kapalin

1) **Časově nezávislé** - Jedná se o takové kapaliny, u kterých je rychlost smyku v každém časovém okamžiku jednoznačnou funkcí pouze smykového napětí.

2) **Časově závislé** - Jedná se o komplexní systémy (kapaliny), u kterých vztah mezi smykovým napětím a rychlostí smyku závisí na čase, po který byla kapalina zatížena příslušným smykovým namáháním, anebo je tento vztah funkcí historie předchozí deformace kapaliny.

3) **Viskoelastické kapaliny** - Jedná se o takové komplexní systémy, které vykazují nejen vlastnosti poddajných těles, ale rovněž tak i tokové vlastnosti kapalin. Tyto systémy se tedy po provedené deformaci a následném odlehčení částečně elasticky zpětně přetvoří, tj. v rámci elastických přetvoření se přiblíží k původní konfiguraci [7].

1) **Časově nezávislé kapaliny** můžeme rozdělit do 4 skupin

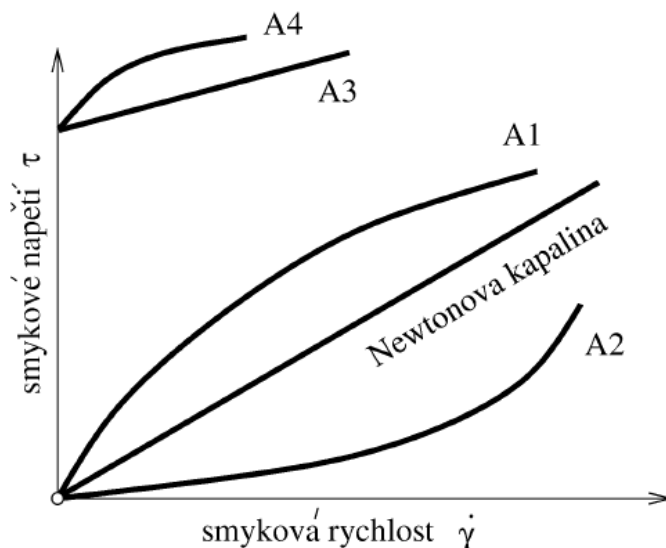
- pseudoplastická kapalina
- dilatantní kapalina,
- Binghamova plastická kapalina,
- Cassonova plastická kapalina.

a) **Pseudoplastické kapaliny** (strukturně viskózní, nebo také strukturně viskózní, „smykově“ řidnoucí), jejichž zdánlivá viskozita se s rostoucím gradientem rychlosti zmenšuje (Obr. 4). Podle průběhu tokové křivky se někdy rozlišují dvě podskupiny: pravé pseudoplastické kapaliny a strukturně viskózní kapaliny, u nichž lze stanovit dvě limitní hodnoty zdánlivé viskozity.

b) Dilatantní kapalina, která má stejně jako pseudoplastická kapalina nulovou mez tečení, ale její zdánlivá viskozita se se vzrůstající smykovou rychlostí zvyšuje ($n > 1, = 0, \tau$). (Obr. 4). Toto chování je poměrně řídké a bylo pozorováno v některých vysoce koncentrovaných suspenzích (např. v PVC plastisolech).

c) Binghamské kapaliny, jsou kapaliny s plastickou složkou deformace, u nichž dochází k toku až po překročení určitého prahového smykového napětí, tzv. meze toku (kluzu) τ_k (Obr. 4). Mezi tyto kapaliny můžeme řadit olejové barvy, zubní pasty, bláto, bahno atd. V klidovém stavu je tato kapalina „seskupena“ do 3D odporu schopné struktury, která nevykazuje žádné měřitelné deformační pohyby až do té doby, dokud napětí v kapalině nedosáhne kritického smykového napětí. Po dosažení této kritické hodnoty napětí, resp. po překročení hodnoty napětí τ_y , začne kapalina téci a systém vykazuje „newtonské“ smykové napětí. Naznačený pokles smykového napětí o hodnotu τ_y bývá obvykle vyvolán celkovou makroskopickou restrukturalizací neneutronské kapaliny.

d) Cassonova plastická kapalina, je charakterizována materiálovými parametry s hodnotami $n < 1, > 0, \tau$ (Obr. 4). Typickým představitelem této třídy kapalin je např. krev a synoviální kapaliny.



Obr. 4: Tokové křivky (křivky tečení) kapalin, A1 – pseudoplastická kapalina, A2 – dilatantní kapalina, A3 – Binghamova kapalina, A4 – Cassonova kapalina)[7]

2) Časově závislé kapaliny můžeme rozdělit:

Látky tixotropní, u nichž zdánlivá viskozita klesá s prodlužující se dobou působení napětí. Toto chování vykazuje materiál v semi-solid stavu, pokud je smyková síla dostatečná na rozbití vzniklých konglomerátů částic.

Látky reopektické, jejichž zdánlivá viskozita během smykového namáhání s časem roste. Na rozdíl od tixotropie se s tímto chováním můžeme setkat jen zřídka (např. u suspenzí bentonitu).

Tixotropní časové závislé chování však vykazují i některé látky ze skupiny **1)**, např. pseudoplastické kapaliny, u kterých není zanedbatelný čas nutný k přechodu na stacionární viskozitu prostřednictvím odpovídajících relaxačních procesů (např. efekty přeorientování a nového uspořádání molekul u makromolekulárních substancí). Podobně některé kapaliny, většinou kapaliny s malými smykovými rychlostmi, vykazují jistou korespondenci s diletantní nebo reopektickou kapalinou, která může v jejich strukturách gradovat až v průběhu smykového zatížení [7].

3) Viskoelastické nenewtonské kapaliny vykazují jak elastické vlastnosti těles, tak i viskózní vlastnosti kapalin. Rovněž tyto kapaliny nelze popsat jednoduchou reologickou konstitutivní rovnicí typu $\gamma = f(\tau)$. Někteří autoři pak sestavují modely pro tixotropní chování právě na základu viskoelastického modelu [8].

2.1.1.3 Stanovení viskozity při tixotropním chování

Pro modelování semi-solid procesů je klíčový parametr viskozita tvářeného materiálu. Pro nenewtonské kapaliny není viskozita dána konstantním parametrem, proto je nutné měřit takzvanou tokovou křivku neboli reogram. Pro stanovení této křivky se nejčastěji používají rotační viskozimetry [9]. Transfer výsledků měření do modelování semi-solid procesů komplikuje rychlost měření. Zatímco u současných viskozimetrů trvá ustálení na konstantní hodnoty řádově desítky sekund, procesy semi-solid tváření trvají řádově desítky sekund. Po té již dojde k chladnutí taveniny a tím i změně viskozity. Viskozita však také záleží i na dalších parametrech, jako je smykové napětí v daném místě, rychlost proudění, teplota atd. To vše je ovlivněno konkrétní technologií a konstrukcí tvářecího zařízení, proto je velmi obtížné postihnout všechny tyto parametry v laboratorních podmínkách.

2.1.2 Využití tixotropního chování při tváření kovů

Až v polovině minulého století bylo detailněji popsáno tixotropní chování i u kovů. Tixotropie kovů je tedy deformační chování, které je definováno poklesem viskozity s nárůstem smykového poměru a času smyku v semi-solid stavu. Aby slitiny kovů v polotuhém stavu vykazovaly tixotropní chování, musí mít vhodnou mikrostrukturu, nejlépe tuhé částice globulárního tvaru obklopené tekutou maticí.

Následkem smykových napětí a deformací, které působí na polotuhý materiál během tváření, dochází k poklesu viskozity materiálu a potřebná tvářecí síla je relativně malá, v porovnání se silou nutnou pro konvenční proces. Teploty tixotváření jsou však obvykle podstatně vyšší než při konvenčním procesu tváření, čím se zvyšuje teplotní namáhání formy.

K dosažení teoreticky optimálního stavu tixotropního chování by po ohřevu do polotuhého stavu měl být podíl tuhé fáze mezi 10 - 60% v závislosti na konkrétní technologii zpracování v semi-solid stavu [3]. Z tohoto důvodu jsou pro tixotváření vhodnější slitiny s nízkou citlivostí k podílu tuhé fáze, protože je u nich méně pravděpodobná nežádoucí solidifikace při ochlazení během plnění formy. Tím lze během procesu snáze regulovat teplotu. Materiály pro tixotváření musí splňovat i některé další zvláštní požadavky. Jedná se především o mikrostrukturní vlastnosti, vztahující se k velikosti zrna, tvarovému faktoru a požadavky související s povrchem.

Při tváření kovů v semi-solid stavu jsou kladeny vysoké požadavky na nástroje, a to zejména při tixotváření ocelí, kde tváření probíhá při vysokých teplotách. Jedná

se zejména o nízkou teplotní citlivost, odolnost vůči teplotním šokům a odolnost vůči opotřebení.

2.2 Materiály používané pro tixotropní tváření

Zpracování kovů v semi-solid stavu umožňuje rozšíření škály využití různých kovů. Ve srovnání s odléváním a běžným tvářením může být kvalita konečného výsledku lepší a s menším výskytem vad. Hlavními skupinami materiálu pro tixotropní tváření jsou v současnosti slitiny hořčíku, slitiny hliníku a oceli. V poslední době je experimentováno i se speciálními materiály jako kombinace kovu a keramiky, oceli vyrobené práškovou metalurgií, niklové slitiny a jiné.

2.2.1 Slitiny hliníku

Jsou vůbec nejrozšířenějším materiálem používaným pro semi-solid procesy. Pro tixotropní tváření jsou využívány zejména slitiny na bázi Al-Si. Hliník a křemík tvoří jednoduchou binární eutektickou soustavu s eutektickým bodem na 12,2 at. % při teplotě 577°C. Při vyšším obsahu křemíku vzrůstá bod tavení slitiny. Křemík je jeden z mála slitinových prvků, který nezvyšuje hustotu slitiny.

Nadeutektické slitiny hliník – křemík nabízejí možnosti původních kompozitů (křemík ve funkci výplňové fáze), které jsou dobré pro aplikace v automobilovém průmyslu. Tyto slitiny vykazují velmi specifické a zajímavé vlastnosti jako je vysoká pevnost a tvrdost a nízký koeficient tepelné roztažnosti. Díky velmi tvrdým křemičitým částicím rozptýleným v základním materiálu je odolnost proti opotřebení slitin Al - Si velmi vysoká. Proto jsou používány pro těžké opotřebení, často za zvýšených nebo středních teplot jako například na písty, bloky motoru, a klimatizační kompresory.

Nicméně je jejich použití vždy znevýhodněné několika problémy. Konvenční lící techniky mají za následek růst křemičitých částic v tavenině. Tyto částičky pak nepříznivě ovlivňují mechanické vlastnosti. Primární krystaly křemíku značně hrubnou, především v důsledku širokého rozmezí tuhnutí této slitiny, a zhoršují lomovou houževnatost odlitku. Jestliže obsah křemíku převyšuje 18 hm. % je hrubnutí křemíku a pokles tekutosti významnější a je téměř nemožné při konvenční rychlosti ochlazování lítí docílit dobrou kvalitu odlitku.

Tixofforming umožňuje, aby byly z nadeutektické slitiny Al – Si obsahující 40-50 % podílu tekuté fáze, tvářeny tvarově čisté součásti, které nechávají velikost křemičitých částic docela jemnou.

2.2.2 Slitiny hořčíku

Pro zpracování v semi-solid stavu jsou o něco méně rozšířené než slitiny hliníku. V posledních letech se dostávají do popředí zájmu zejména díky své příznivé měrné hmotnosti. Jejich nízká teplota tavení je však příznivá pro zpracování v semi-solid stavu, neboť neklade tak vysoké nároky na materiál zápusky a nástrojů, jako např. oceli. Mezi jedny z nejrozšířenějších patří slitiny Mg-Al-Zn (AZ), Mg-Al-Mn (AM), Mg-Al-Si (AS). Nejčastěji používané slitiny hořčíku představuje typ Mg-Al-Zn, obsahující 3 – 9% Al, 0,2 – 1,5 % Zn a 0,15 – 0,5 % Mn (hm. %). Hliník zvyšuje podstatně pevnost, tvrdost a též zlepšuje slévatelnost, zinek zvyšuje rovněž pevnostní vlastnosti, příp. i houževnatost, mangan zvyšuje odolnost proti korozi a svařitelnost. Mikrostruktura hořčíkových slitin je tvořena tuhým roztokem přísady v hořčíku a intermediálními fázemi, vyskytujícími se v kompaktní formě

nebo jako součást segregáčního eutektika [7]. Dalším důležitým prvkem v hořčíkových slitinách je mangan, který zvyšuje pevnost a zejména korozivzdornost a svařitelnost. Jeho rozpustnost je silně závislá na teplotě. Při 645°C se rozpouští asi 3,4 hm. % Mn, při 200°C je rozpustnost manganu prakticky nulová. Obsah manganu v současných slitinách nepřesahuje 2 hm. %, přičemž se dosahuje optimální korozivzdornosti a svařitelnosti. Nevýhodou binárních slitin Mg - Mn je velmi hrubé zrna v litém stavu, takže jejich tváření je obtížné. Pro zjemnění zrna se používá přísada vápníku nebo ceru [12].

2.2.3 Oceli

Dalším materiálem, který je pro tixotropní tváření využíván, jsou oceli. Zpracování slitin železa nad teplotou solidu se většinou omezovalo pouze na odlévání tvárných nebo šedých litin a oceli vhodné k odlévání. Tixotváření však dokáže skloubit výhody odlitku (nízké náklady i při tvarově složitém výrobku) s vynikajícími mechanickými vlastnostmi. Díky svému speciálnímu deformačnímu chování přináší tixotváření, v porovnání s konvenčními metodami využívajícími uzavřených forem, výhody jako jsou: vysoká geometrická flexibilita a tím možnost výroby i tvarově složitých součástí, výroba konečného tvaru na jeden krok a tím snížení počtu závěrečných operací a především zpracování vysoce pevných ocelí nízkou tvářecí silou. V potaz musí být však brány i nevýhody, mezi něž patří zejména úzký interval zpracování (teplota, rychlost, ...) potřebný pro zabezpečení kvality výrobku. Pokud není tento interval dodržen, hrozí u výrobku částečně nižší mechanické vlastnosti. Další nevýhodou jsou vysoké tvářecí teploty. Navíc je ocel velice náchylná k vysokoteplotní korozi a nevytváří se u ní ochranná povrchová vrstva tak jako u hliníku, což má za následek růst okují. Tyto okuje ovlivňují mechanické vlastnosti konečných součástí a mohou se stát iniciačním místem ke vzniku trhlin. Aby se zabránilo růstu okují na povrchu ingotu, provádí se ohřev ingotů na tvářecí teplotu a tvářecí operace v ochranné plynové atmosféře.

2.3 Vhodnost ocelí pro semi-solid zpracování

Pro proces zpracování v semi-solid stavu je jedním z nejdůležitějších parametrů podíl solidu a liquidu. Z počátku se pro stanovení tohoto podílu používal fázový diagram dané oceli. Na základě šířky mezi solidem a liquidem pak byla určována vhodnost materiálu pro zpracování v semi-solid stavu. Z tohoto důvodu se nejprve používali vysokolegované oceli s vysokým obsahem uhlíku, protože nízkouhlíkové mají úzký teplotní interval tváření, a tím i vysokou citlivost na změnu podílu tekuté fáze v závislosti na teplotě. Čím nižší je tato citlivost, tím je snazší řídit ohřev a kontrolovat poměr solidu a liquidu v tvářeném materiálu [13]. Tato závislost není bohužel lineární, proto ji nelze určit z fázového diagramu. V současnosti se pro stanovení vhodnosti materiálů používají nejčastěji diferenční termická analýza (DTA) a diferenční skenovací kalorimetrie (DSC) analýza v kombinaci s termodynamickým výpočtovým software [14].

Obecně by měl materiál splňovat následující kritéria:

- Teplota solidu a liquidu T_L a T_S by měla ležet co nejnižže
- Teplotní interval $T_L - T_S$ musí být co nejširší
- Musí být dostatečně široký interval $T_{60\%} - T_S$, v této oblasti leží technologické okno pro tixofoming

- Strmost křivky v intervalu 10 – 60 % liquidu $(df/dT)_{10\%}$ a $(df/dT)_{60\%}$ by měla být co nejmírnější pro zajištění nízké citlivosti na změnu teploty

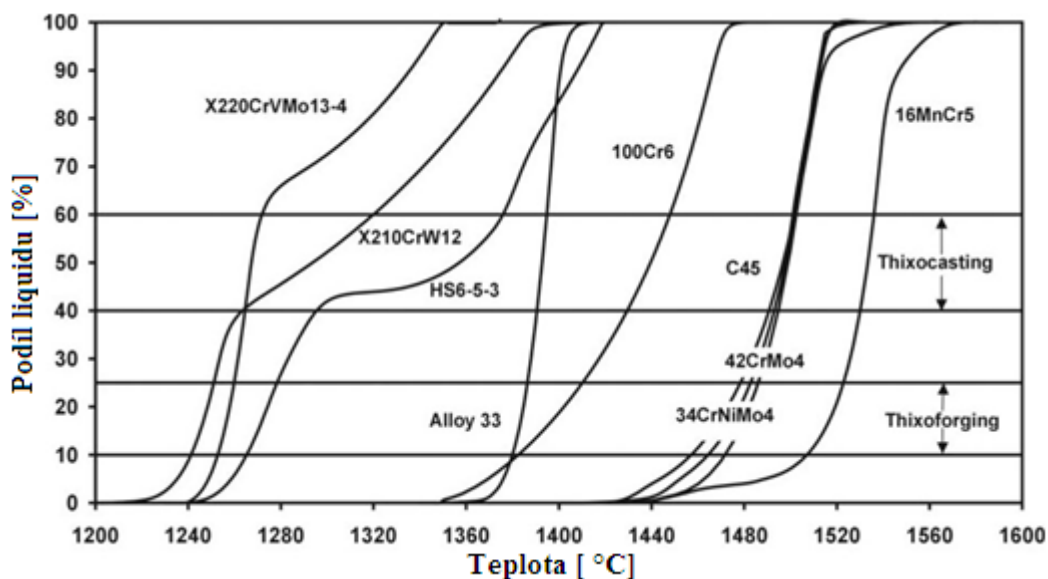
2.3.1 Vliv chemického složení na tixotvařitelnost

U ocelí má velký vliv na teplotu solidu a liquidu chemické složení. Vlivem jednotlivých prvků se zabývala celá řada experimentálních studií [15]. Podobné studie byly provedeny pro nízkouhlíkovou ocel pomocí MT Date software [16] (dostupný v národní fyzikální laboratoři UK). Tento software má bohužel tu nevýhodu, že dokáže spočítat vliv prvků pouze při rovnovážných podmínkách. Pro stanovení vlivu jednotlivých prvků je to však dostatečné. Mezi základní legovací prvky s výrazným vlivem na teplotu solidu a liquidu patří C, Mn, Si, Cr, a P (Tab. 1). Tyto legující prvky mají však i vliv na fyzikální a tím i mechanické vlastnosti. Například Si zvyšuje mez kluzu a odolnost proti oxidaci, zatímco Mn pozitivně ovlivňuje mechanické vlastnosti, ale také na druhou stranu urychluje tuhnutí taveniny. Obecně všechny přísady snižují elektrickou a tepelnou vodivost.

Prvek	TS	T50%	TL	$(df/dT)_{10\%}$	$(df/dT)_{50\%}$	T50% - TS
C	↓	↓	↓	↓	↓	↑
Mn	↓	↓	↓	↓	↑	↑
Si	↓	↓	↓	↑	↓	↑
Cr	↑	≈	≈	↑	↑	↓
P	↓	↓	≈	↓	↓	↑

Tab. 1: Vliv jednotlivých prvků na vlastnosti ocelí v semi-solid stavu [8], TS a TL- teplota solidu a liquidu, TS50% - vyrovnaný podíl pevné a tekuté fáze, df/dT - derivace podílu tekuté fáze podle teploty [17]

Čisté železo a eutektické slitiny mají silné omezení pro použití v semi-solid stavu stejně jako slitiny blížící se tomuto svým chemickým složením. To je dáno tím, že mají konkrétní bod tavení (popř. velmi úzký interval semi-solid stavu), a proto nevykazují komplexní chování při tavení. Široký teplotní interval vykazují zejména vysoce legované oceli. Tím jsou méně citlivé na změnu teplot a nejsou tolik náročné na přesné řízení teploty (Obr. 5). Nejvýhodněji se jeví oceli s obsahem uhlíku mezi 1 – 2,5 % s vyšším obsahem legujících prvků (Tab. 2). V těchto ocelích pak vznikají komplexní karbidy, které rozšiřují semi-solid interval.



Obr. 5: Spočtené křivky tavení pro vybrané materiály[20]

Druh oceli	Chemické složení											ppm
	hmotnostní %											
	C	Si	Mn	Cr	Mo	N	Cu	Co	V	W	Fe	
X210CrW12	2.085	0.41	0.30	11.57	0.07	0.21	0.04	n.d.	n.d.	0.74	84.5	251
100Cr6	1.031	0.28	0.27	1.51	0.04	0.13	0.16	n.d.	n.d.	n.d.	96.6	88
Alloy 33	0.007	0.21	0.49	33.49	1.86	30.6	0.52	n.d.	n.d.	n.d.	32.4	3916
42CrMo4	0.379	0.29	0.91	0.95	0.19	0.24	0.26	n.d.	n.d.	n.d.	96.8	87
C45	0.491	0.31	0.71	0.18	0.01	0.19	0.23	n.d.	n.d.	n.d.	97.7	80
16MnCr5	0.175	0.16	1.13	1.2	0.02	0.10	0.20	n.d.	n.d.	n.d.	97.0	124
X220CrVMb13-4	2.508	0.58	0.30	12.8	1.1	0.11	0.05	n.d.	4.30	n.d.	79.3	533
HS 6-5-3	1.246	0.27	0.25	3.79	4.60	0.36	0.19	0.45	2.73	6.69	78.9	294
34CrNaMo4	0.352	0.15	0.67	1.44	0.22	1.44	0.17	n.d.	n.d.	n.d.	95.5	137

Tab. 2: Příklady chemického složení ocelí vhodných pro zpracování v semi-solid stavu [21]

Například u oceli HS6-5-3 je díky vysokému podílu legujících prvků vysoký obsah komplexních karbidů s různou teplotou tavení (Tab. 3). Tento materiál vyniká širokým intervalem semi-solid stavu. Rozsah pro zpracování v semi-solid stavu je více než 100°C, což dává dobrou možnost řízení teplotního pole polotovaru.

Oblast	Teplotní rozsah [°C]	Přítomné stabilní fáze	Podíl liquidu [obj. %]
1	1150 – 1243	A+MC+M ₆ C	0
2	1243 – 1246	L+A+MC+M ₆ C	0 – 4
3	1246 – 1290	L+A+M ₆ C	4 – 26
4	1290 – 1321	L+A	26 – 36
5	1321 – 1363	L+A+F	36 – 60
6	1363 – 1420	L+F	60 – 99
7	> 1420	L	100

Tab. 3: Fázové složení oceli HS6-5-3 v teplotním intervalu mezi solidem a liquidem[22].

2.4 Parametry ovlivňující zpracování materiálu v tixotropním stavu

Parametrů ovlivňující tváření v semi-solid stavu je celá řada. Většina z nich má rozhodující vliv na finální produkt bez ohledu na konkrétní použitou technologii zpracování. Je možné je rozdělit do dvou základních skupin a to na materiálové a technologické parametry.

2.4.1 Materiálové parametry

Při výběru materiálu pro zpracování v semi-solid stavu musí být brány v úvahu specifika daného materiálu. Pro stabilní průběh celého procesu tváření v tixotropním stavu má rozhodující vliv na výsledný výrobek rozložení pevných částic v tekutém kovu [3]. To je jeden z důvodů, proč jsou požadovány zejména materiály s širokým semi-solid intervalem a nízkou teplotou zpracování, což však není splněno zejména u nízkouhlíkových ocelí, které mají zcela opačnou charakteristiku. Další z důvodů požadavku širokého intervalu semi-solid stavu je řízení teplotního pole během procesu tváření. Při velmi úzkém intervalu, může mít již malá změna teploty, řádově se může jednat o jednotky °C, výrazný vliv na podíl liquidu a solidu, což může vést k nižší kvalitě produktu, popř. k výrobě zmetku. Závislost podílu liquidu k podílu solidu v závislosti na čase se nazývá teplotní citlivost S . V intervalu mezi solidem a liquidem se může teplotní citlivost měnit. Je však obecně nezávislá na metodě zpracování materiálu (tixofforming, rheocasting, atd.). Matematicky lze vyjádřit následovně [19]:

$$S^* = \frac{df_{L/s}}{dT} \quad (3)$$

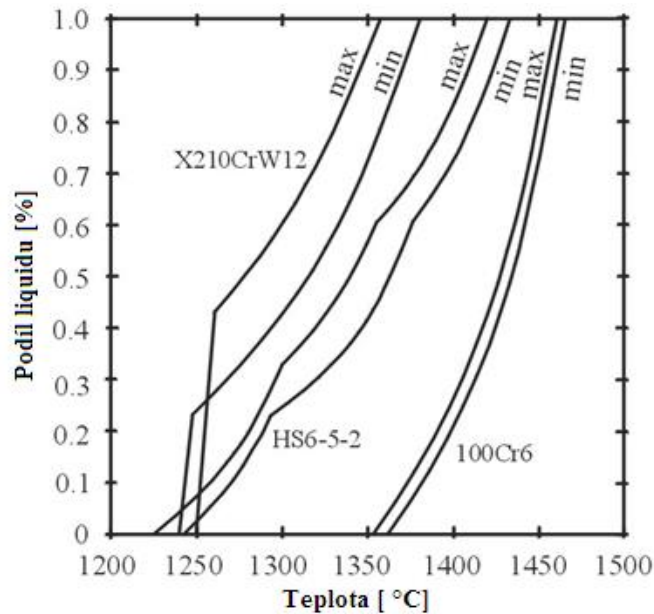
kde:

S^* - je teplotní citlivost materiálu

$f_{L/s}$ - podíl tuhé a tekuté fáze

T [°C] - teplota

Rozsah semi-solid intervalu a teplotní citlivost je silně závislá na chemickém složení materiálu. Je nutno brát v úvahu, že výrobci ocelí garantují chemické složení materiálu v určitém intervalu, který může být v některých případech poměrně široký. V rámci těchto mezí se díky odchylkám jednotlivých taveb mohou výrazně lišit vlastnosti jednoho materiálu při konkrétní teplotě. Tato nežádoucí závislost se projevuje výrazněji u vysoce legovaných materiálů (Obr. 6).



Obr. 6: Změna podílu tekuté fáze v závislosti na teplotě pro maximální a minimální podíl legujících prvků daných normou [23]

Jako příklad byly vybrány 3 oceli, X210CrW12, HS6-5-3 a 100Cr6, o různém chemickém složení a obsahu legujících prvků (Tab. 2). Pro tyto oceli byly spočítány křivky liquidu pro minimální a maximální obsah jednotlivých prvků specifikovaných normou ISO[24]. Změna chemického složení vede k rozdílnému chování během tavení u oceli HS6-5-3 a X210CrW12, u oceli 100Cr6 dochází pouze k posunu křivky liquidu. Změna tvaru křivky je dána rozdílnou stabilitou karbidů, která je dána jejich složením (Obr. 6). Optimální podíl tekuté fáze, které je nutné dosáhnout pro tváření, se liší v závislosti od následné metody tváření. DTA analýza ocelí prokázala, že šířka semi-solid intervalu je závislá zejména na obsahu uhlíku a rozpouštění karbidů. Aby bylo dosaženo dostatečně širokého intervalu semi-solid stavu byl doporučen obsah uhlíku vyšší než 1% [24].

Vedle podílu tuhé a tekuté fáze má velký vliv na výsledný tok materiálu během plnění formy i morfologie mikrostruktury. Pro detailní popis mikrostruktury v semi-solid stavu je třeba znát objem, velikost, tvar a rozložení pevných částic. Získat tento komplexní popis struktury v semi-solid stavu je však velmi obtížné, proto jsou parametry běžně stanovovány na plně ztuhlém povrchu pomocí metalografických technik [25]. 2D analýza obrazu poskytuje uspokojivé výsledky pro stanovení velikosti frakce, ale nedává uspokojivý obraz o komplexním 3D rozložení clusterů [25].

Tvar zrna je charakterizována jeho kruhovitostí je možné ji popsat kruhovým faktorem [27]:

$$F = 4\pi \frac{A}{U^2} \quad (4)$$

kde:

F – kruhový faktor

A [mm²] - je plocha zrna

U [mm] - obvod

V případě kruhového tvaru zrna se $F=1$, ve všech ostatních případech se hodnota pohybuje mezi 0 a 1. V některých případech se používá převrácená hodnota F. V tom případě má ideálně kruhové zrno hodnotu jedna, ostatní nepravidelné a dendritické struktury mají hodnotu větší než 1. Pokud nejsou zrna dostatečně globulární, tixotropní chování nemůže být dosaženo, protože dochází ke shlukování zrn a není možné dosáhnout laminární proudění. K popisu stavu shlukování nebo propojení pevných částic je rozhodující tzv. dotkový faktor pevné fáze C_{fs} (contiguity of the solid phase). Tento dotkový faktor pevné fáze je definován jako [29]:

$$C_{fs} = \frac{2S_v^{ff}}{2S_v^{ff} + S_v^{fs}} \quad (5)$$

kde:

S_v^{ff} - rozhraní pevné fáze

S_v^{fs} - rozhraní kapalně fáze

Pokud je C_{fs} roven nule, všechny pevné části jsou kompletně obklopeny tekutou fází. Úplný počet shluklých částic pevné fáze je dán objemovým dotykem pevné fáze [30]:

$$C_{sfs} = V_s \cdot C_{fs} \quad (6)$$

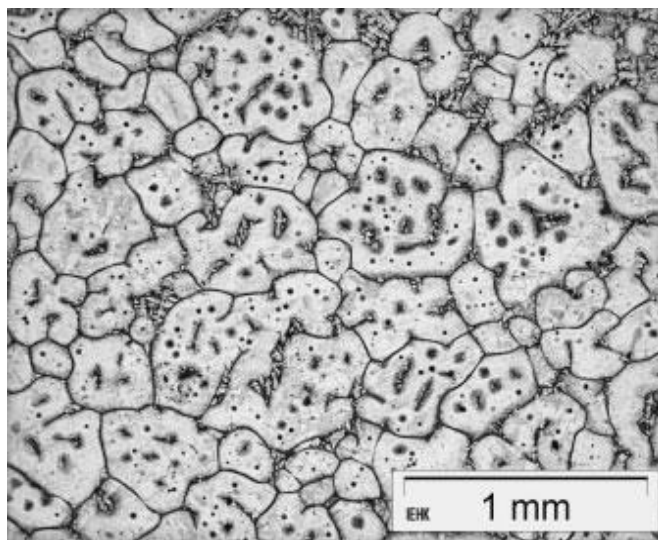
kde:

V_s - je podíl pevné fáze

C_{fs} – dotkový faktor pevné fáze

Pokud objemový dotyk pevné fáze překročí hodnotu 0,3, nemůže být dosaženo tixotropního chování a materiál se chová jako pevné těleso [31]. Pokud je součinitel objemového dotyku menší než 0,1, tuhá fáze v objemu kovu nedokáže předejít vlastní deformaci materiálu před samotným tvářením, což sníží zpracovatelnost materiálu.

Dalším důležitým mikrostrukturním parametrem je tekutá fáze zachycená uvnitř zrna. Tekutá fáze uzavřená uvnitř pevného zrna svým podílem nijak nepřispívá k celkové viskozitě nataveného materiálu [32]. Podíl uvězněné fáze lze pozorovat i po ztuhnutí uvnitř jednotlivých zrn (Obr. 7). K tomuto jevu negativně přispívá délka výdrže na teplotě v semi-solid stavu. S rostoucí délkou se podíl fáze uvězněné uvnitř zrn, popř. uvnitř spojených shluklých zrn zvyšuje, proto by měla být doba výdrže na dané teplotě co nejkratší. Další z možných příčin tohoto jevu může být vyřádkování karbidů u nástrojových ocelí válcovaných za tepla [33] [34].



Obr. 7: Mikrostruktura oceli po tixoformingu. Tmavé oblasti uvnitř zrn jsou pozůstatky nataveného kovu uvězněného uvnitř zrna během zpracování [35]

Pro celkovou kvalitu produktu je také důležitá odolnost proti vysokoteplotní oxidaci. Pokud by docházelo k výraznému oxidování povrchové plochy, mohlo by dojít při následném tváření k uvěznění zoxidovaných částí uvnitř produktu. Tyto zoxidované vměstky pak mohou sloužit jako iniciační místa vzniku trhlin a tím zhoršovat mechanické vlastnosti.

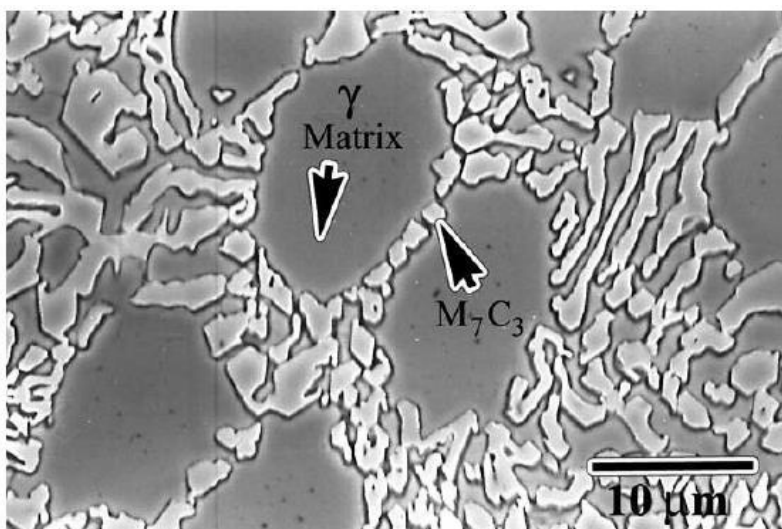
2.4.2 Vlastnosti ocelí se zvýšeným obsahem uhlíku a tvorba karbidů

V současné době je naprostá většina ocelí zpracovávaných tixoformingem nadeutektoidní s vysokým podílem legujících prvků. Pro porozumění celého procesu je nutné porozumět podstatě tuhnutí a fázového přechodu přes semi-solid stav. Nejčastější a typickou legurou je chrom. Vzniklé chromové karbidy jsou pak závislé od jeho obsahu a od obsahu dalších legujících prvků. Při jeho nižším obsahu vznikají nejčastěji karbidy typu $M_{23}C_6$, který se v austenitu zcela rozpouští. Při vyšším obsahu chromu přes 13% se jedná o chromové ledeburitické oceli. V tomto případě vzniká karbid M_7C_3 jako chromový karbid s vyšším obsahem uhlíku, s tvrdostí 1600 - 1800 HV. V chromových ledeburitických ocelích se někdy může nacházet současně s fází $M_{23}C_6$. Při semi-solid zpracování však nedochází ke vzniku soliterních karbidů dispergovaných v matici, nýbrž ke vzniku karbidického síťoví. To snižuje houževnatost materiálu a ten se stává velice křehkým. Průmyslová aplikace těchto slitin se tedy omezuje pouze na využití jejich vysoké oteřuvzdornosti a odolnosti proti dynamickému rázovému periodickému zatěžování. Z těchto důvodů je mnoho prací zaměřeno na rozbití karbidického síťoví např. pomocí různých legujících prvků. Tyto pokusy zatím nebyly příliš

úspěšné. Důležitou oblastí výzkumu pro správné pochopení celé problematiky je i schopnost správné detekce jednotlivých strukturních složek během solidifikace. [36]

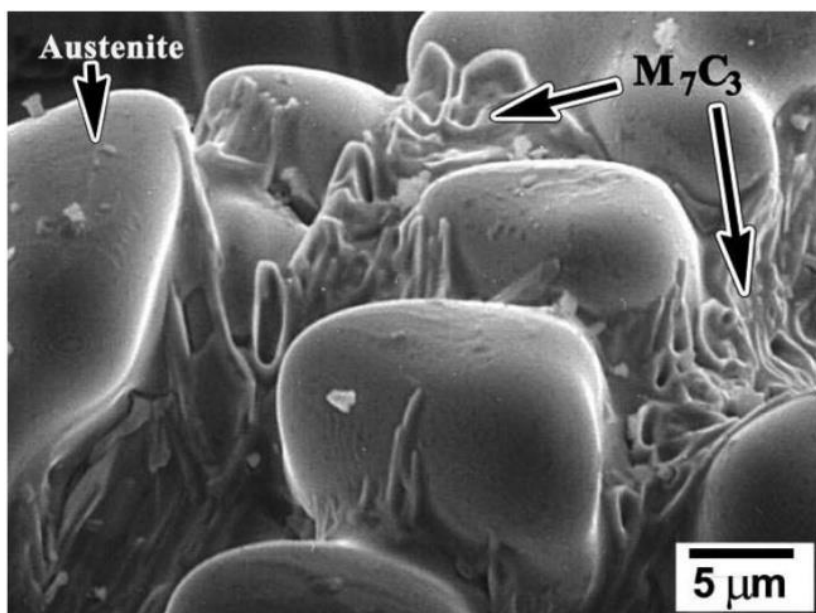
2.4.2.1 Nukleace karbidů M_7C_3 během procesu solidifikace

Při obsahu chromu vyšším než 12% se eutektické karbidy mění z M_3C na M_7C_3 a struktura karbidického eutektika je zásadně závislá na obsahu chromu. [37] Pro oba typy těchto karbidů platí, že při zvýšení obsahu chromu se zvyšuje obsah karbidů a zároveň i jejich tvrdost. Jejich struktura byla donedávna považována za nesouvisle rozloženou v podobě tyčového či deskového rozložení, což bylo způsobeno faktem, že se jedná o vyleštěný a leptaný povrch (Obr. 8). Při hlubokém leptání a odstranění matrice se pomocí SEM pozorování však ukázalo, že 3D struktura karbidů není zcela oddělena. Karbidy, které se zdály na povrchu oddělené, mohou být spojeny a většina karbidických latí je dutého hexagonálního uspořádání a rostou preferenčně ve směru $[0001]$. Velikost karbidických latí je mezi 1 a $4\mu m$ [37].



Obr. 8: Austenitická matrice s eutektickými karbidy [38]

Pokud je chemické složení materiálu nadeutektoidní, při poklesu teploty a nárůstu solidifikace, primární austenitická zrna vylučují uhlík a chrom do zbytkové taveniny. Díky nárůstu množství rozpuštěných prvků se meziaustenitické prostory stávají vhodnými pro nukleaci karbidů, zejména mezi přilehlými sekundárními rameny. Nastává eutektická reakce a velmi rychlá izolovaná nukleace karbidického eutektika. Některé části však mohou být tak blízko u sebe, že se během růstu spojí a jsou spojeny sekundárními rameny. Další vhodná místa pro nukleaci karbidů mohou být také v místech dutin v hlavních dendritických ramenech [37]. Izolované zárodky pravděpodobně rostou jako latě ve směru $[0001]$. Má-li však již formovaný zárodek blízké sousedy, kteří expandují laterálně přednostně před preferovaným směrem růstu, vytváří dlouhý zárodek a je pravděpodobné, že růst zárodku bude postupovat v desce nikoli v lati. Toto je původ dvou struktur eutektických karbidů nalezených ve vysocechromových slitinách, kde je karbid M_7C_3 prezentován jako lat' vyrůstající z izolované částice anebo deska vznikající z propojení se několika zárodků. Desky mohou být také formovány srůstáním jednotlivých desek. Během eutektické solidifikace u většiny vysokochromových ocelí, se může objevit iniciace zárodku karbidu tak spontánní, že se najednou zformuje kompletní propojená síť této fáze v celé zbývající tekuté fázi v mezidendritických prostorech předtím, než karbidy začnou růst v přednostním směru jako latě či desky (Obr. 9).



Obr. 9: Karbidické síťoví po hlubokém leptání [38]

2.4.3 Technologické parametry

Mezi technologické parametry patří zejména způsob ohřevu materiálu do semi-solid stavu a vstupní mikrostruktura.

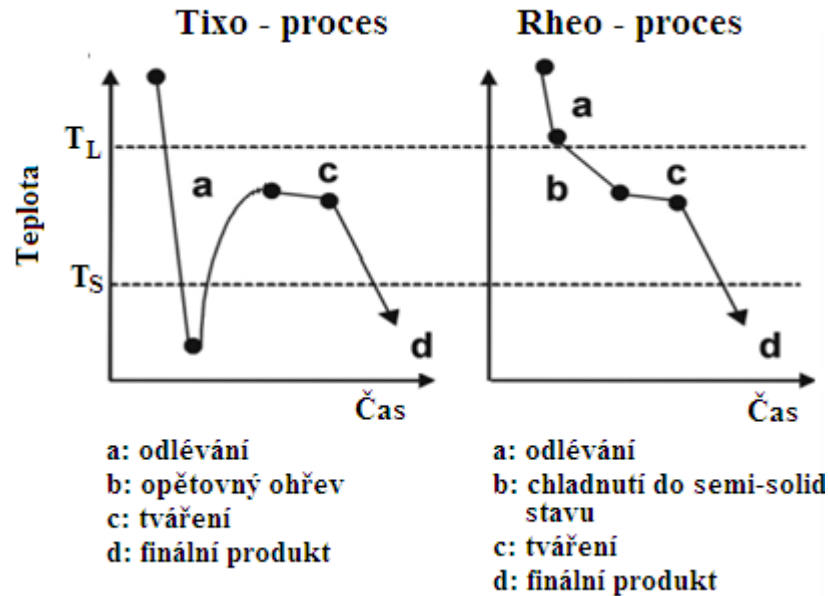
3 TECHNOLOGIE TVÁŘENÍ MATERIÁLU V SEMI-SOLID STAVU

V průběhu uplynulých let bylo vyvinuto mnoho technologií pro zpracování materiálu v semi-solid stavu. Některé s nich se opírají o konvenční technologie zpracování materiálu, jiné vznikly výhradně pro zpracování materiálu v semi-solid stavu. Pro zpracování materiálu v semi-solid stavu je známo několik procesních cest s ohledem na tepelnou historii, integraci procesu do výroby a vlastní podstaty. S ohledem na teplotní historii procesu je možné tyto technologie rozdělit na 2 základní skupiny:

Tixo-procesy

Rheo-procesy

Tixo-proces znamená, že materiál je nejprve odlit a plně solidifikován a po té znovu ohřát do semi-solid stavu, kde je tvářen. U rheo-procesu je materiál ochlazen do semi solid stavu přímo po odlití materiálu a následně tvářen (Obr. 10) [39]



Obr. 10: Schematické znázornění tixo a rheo procesu [40]

Jako vstupní materiál pro tixo-procesy je použit materiál v pevném stavu. Tento polotovár může být získán různými způsoby v závislosti na materiálu, požadavcích na něj, a způsobem jeho přípravy. Stupeň integrace procesu do výroby je v těchto případech relativně nízký, příprava polotovaru a následné zpracování jsou kompletně oddělené, to však může v některých případech představovat určitou výhodu.

Výhodou procesů rheo-castingu a rheo-formingu je výrazná úspora nákladů oproti předchozímu způsobu. Úspora je dána zejména zredukováním počtů operačních kroků materiálu v pevném stavu a v neposlední řadě i absencí nutnosti opětovného ohřevu na vysokou teplotu. Roztavený kov je odléván do kokily, kde je ochlazen na požadovanou teplotu a po té tvářen. V tomto případě je proces integrace nepoměrně vyšší, a to i ve srovnání s konvenčními způsoby tvářeni kovů. Vstupní polotovár i výsledný produkt jsou vyrobeny v souvislém výrobním procesu

3.1 Příprava polotovaru pro tixo-procesy

Pro vývoj mikrostruktury a nekomplikovaný průběh zpracování materiálu v semi-solid stavu je velmi důležitý charakter vstupní mikrostruktury polotovaru. Proto je nezbytné splnit několik požadavků. Vstupní polotovár pro tixo-procesy by měl být jemnozrný s rovnoměrným rozložením jednotlivých fází. Zcela nevhodná je dendritická struktura materiálu. Pokud je vstupní polotovár tvořen dendritickou strukturou, dojde při jeho ohřevu nejprve k natavení fází vyplňující prostor mezi dendrity, které však zůstanou zachovány. Při vlastním procesu tvářeni se pak neprojeví reologický efekt a materiál nemá požadovanou viskozitu potřebnou pro vyplnění dutiny formy. Dendritické odmíšení má bohužel tendence vznikat u materiálů s širokým semi-solid intervalem, čím je semi-solid interval širší, tím je tento efekt výraznější.

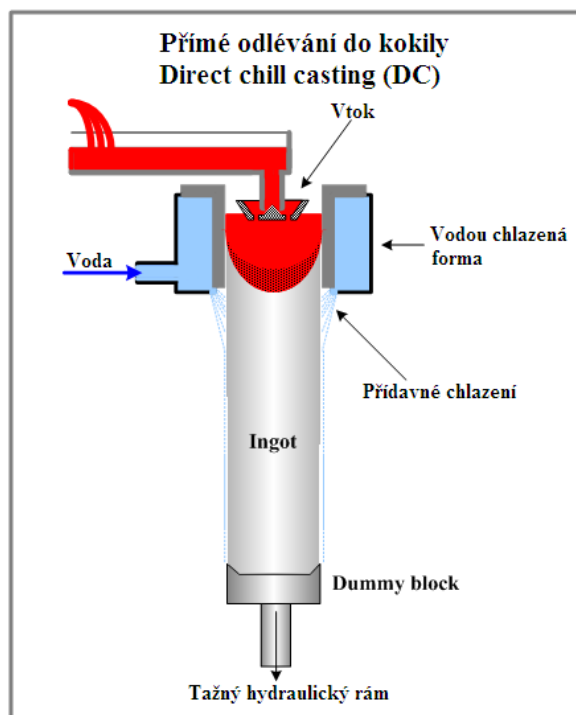
Negativní dopad na výslednou mikrostrukturu má také příliš hrubé zrno. Teplotní historie materiálu totiž zůstává při částečném natavení zachována. Pokud by byl vstupní

polotovar hrubozrnný, tento jev by se přenesl i do výsledného produktu, což by se projevilo nepříznivými mechanickými vlastnostmi.

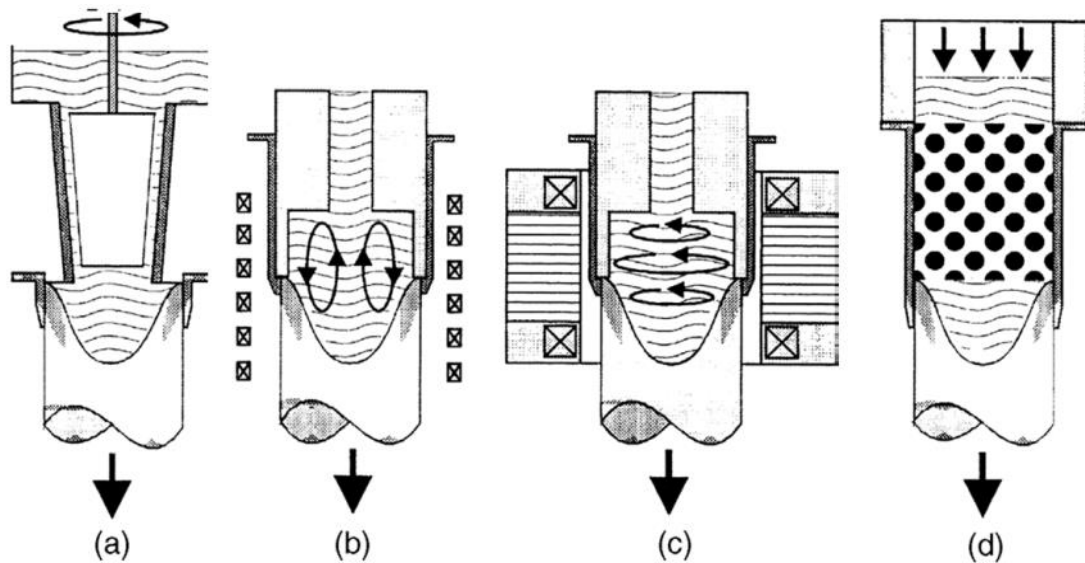
Pro zabránění těchto negativních jevů je nutno věnovat pozornost již samotné přípravě polotovarů. Jelikož je pro semi-solid procesy vhodný široký interval, je nezbytné potlačit vznik dendritické struktury a to již při samotném procesu odlévání.

3.1.1 Přímé odlévání s ochlazováním (Direct chill casting)

Přímé odlévání do chlazené kokily je zavedeným výrobním postupem, využívaným zejména při výrobě sochorů hliníku pro následné kování, lisování a válcování (Obr. 11) [41]. Pro získání globulární jemnozrnné struktury pro potřeby následného zpracování v semi-solid stavu bylo nezbytné tento proces nejprve modifikovat. Při odlévání a následném tuhnutí je nezbytné míchání, aby se zabránilo vzniku výrazných dendritických struktur. Zprvu bylo využíváno přímé mechanické míchání taveniny (Obr. 12a), které se však ukázalo jako nepříliš účinné. Proto bylo přistoupeno k magnetohydrodynamickému míchání, které může být prováděno vodorovně, svisle popř. kombinací obou způsobů (Obr. 12b, Obr. 12c) [54]. Alternativou k tomu může být takzvané pasivní míchání a chemické zjemnění zrna. V pasivním míchání dochází k protékání tekutého kovu skrz systém překážek (např. keramických kuliček) a zároveň k ochlazování do semi-solid stavu. (Obr. 11d). Smykové napětí generované tímto nuceným prouděním zabrání vytvoření shluku hrubých dendritů.



Obr. 11: Znárodnění procesu přímého odlévání do chlazené kokily [41]



Obr. 12: Znáznornění jednotlivých metod pro zjemnění zrna:

a) mechanické míchání

b) vertikální magnetohydrodynamické míchání

c) horizontální magnetohydrodynamické míchání

d) pasivní míchání

3.1.1.1 Termomechanické zpracování polotovaru

V některých případech je před vlastním tixo-zpracováním nutné tepelné, popř. termomechanické zpracování polotovaru. Jedná se zejména o materiály, které nebyly primárně určeny pro zpracování v semi-solid stavu. Obvyklé přípravné operace zahrnují tváření pro zjemnění zrna a homogenizaci chemického složení s následným rekrystalizačním žháním.

Pro hliníkové slitiny se někdy používá speciální metoda pro zjemnění zrna tzv. SIMA–strain inductet melt activated [54]. Tímto postupem lze dosáhnout výrazného zjemnění zrna, ekonomicky však tato metoda nemůže soupeřit s magnetohydrodynamickým mícháním, prováděným při vlastním odléváním.

3.1.2 Ohřev polotovaru do semi-solid stavu

Ohřev polotovaru patří mezi klíčové činnosti při tixo-procesech. V této fázi se již rozhoduje o parametrech finální mikrostruktury, a z toho vyplývající výsledné mechanické vlastnosti. Způsobem a parametry ohřevu lze ovlivnit velikost tuhých částic v tavenině, jejich rozložení, podíl stejně jako homogenitu jednotlivých fází. Současně s tím může docházet i k nežádoucím jevům, jako je vyloučení křehkých tvrdých vměstků [42]. Důležité parametry při ohřevu jsou konečná teplota a její přesné dodržení, rychlost jejího dosažení, následná výdrž na této teplotě a homogenita teplotního pole. V závislosti na těchto parametrech je pak dána velikost zrna, vyloučení jednotlivých fází a jejich morfologie. S ohledem na tyto účinky musí být ohřev polotovaru:

- rychlý, aby se zabránilo přílišnému růstu zrn
- přesně řízený, aby bylo dosaženo požadovaného podílu tuhé a kapalné složky
- homogenní v celém objemu, aby se zabránilo gradientu mechanických vlastností
- reprodukovatelný

Výdrž na požadované teplotě představuje důležitou charakteristikou, např. u ohřevu hliníkové slitiny AlSi7Mg alloy (A357) dochází k rozpouštění hrubých Si inkluzí, které jsou poměrně tvrdé a křehké. Pokud je výdrž na teplotě příliš krátká, nedochází k úplnému rozpouštění těchto částic a to se negativně projevuje snížením celkové tažnosti [43].

3.1.2.1 Strategie ohřevu v peci

Ohřev v peci patří k základním způsobům ohřevu polotovaru. Je stále ještě velmi využíván, i když bývá často nahrazován indukčním ohřevem. Teplo v tomto případě vzniká průchodem elektrického proudu odporovými topnými členy, na ohřívané těleso se přenáší prouděním, při teplotách nad 400°C se více uplatňuje sálání. Ohřev v peci je zpravidla využíván u masivnějších součástí. Mezi jeho výhody patří příznivá cena, robustnost, spolehlivost a možnost automatizace. Rovněž lze využít možnosti ohřevu v inertní atmosféře nebo vakuu, což zabrání oxidaci povrchu během ohřevu. Na druhou stranu nevýhodou je časová náročnost ohřevu, což je ještě umocněno nutností další manipulace s materiálem. S tím souvisí i další nevýhoda, což je nezbytnost přehřátí tvářeného polotovaru nad požadovanou teplotu, neboť během přenosu z pece do tvářecího zařízení dochází k jeho chladnutí.

Pokud se jedná o technologii tixocastingu, může být tvářený polotovar natolik měkký, že je manipulace bez poškození nataveného polotovaru prakticky nemožná. Proto je ohřev v peci vhodnější spíše pro technologie tixotváření, kde je podíl liquidu obvykle do 30 % a soudržnost a pevnost polotovaru je vyšší.

3.1.2.2 Indukční ohřev

Indukční ohřev představuje rovněž typický způsob ohřevu v tixo-procesech. Je používán pro svoji rychlost a flexibilitu. V porovnání s ohřevem v peci je rychlejší, neboť je teplo generováno vířivými proudy uvnitř ohřívajícího polotovaru. Při vysokofrekvenčním ohřevu dochází však k takzvanému skin efektu. To znamená, že proudová hustota je největší na povrchu tělesa a středem k ose tělesa klesá. Tento jev je tím výraznější, čím je vyšší frekvence proudu. Na druhou stranu, při nízké frekvenci dochází k nežádoucímu nárůstu sil působících na těleso, což může být kritické, pokud se již ohřívající polotovar nachází v semi-solid stavu. Z experimentů vyplývá, že pro ohřev tyčí o průměrech 76 – 150 mm je vhodné používat frekvenci v rozsahu 250 – 1000 Hz [45].

Homogenní ohřev patří mezi základní požadavky pro tixo-procesy, což je však v rozporu s principem indukčního ohřevu. Rychlý ohřev vyžaduje vysoce výkonné zdroje, což má za následek radiální teplotní gradient. Typicky se povrch rychle ohřeje na požadovanou teplotu, po té je snížen výkon na hodnotu, aby byly eliminovány ztráty radiací a ochlazováním povrchu a zároveň docházelo k prohřátí jádra. Nežádoucí účinky skin efektu na koncích polotovaru mohou být do určité míry potlačeny speciální konstrukcí cívek [46].

3.1.2.3 Odporový ohřev

Odporový ohřev je elektrický způsob ohřevu, při kterém vzniká teplo v důsledku Joulova jevu ve vodivém pevném prostředí. Tento druh ohřevu není při zpracování v semi-solid stavu příliš rozšířen. Teplo zde vzniká přímo ve zpracovávaném materiálu v důsledku odporu průchodu elektrického proudu. Rychlost ohřevu je dána použitými parametry zdroje a odporem daného materiálu. S rostoucí vodivostí výrazně klesá generované množství tepla, proto je např. pro hliníkové slitiny velmi obtížné dosáhnout vysokých teplot. V omezené míře lze tento princip použít pro vysocelegované oceli, které mají již dostatečný el. odpor. V tomto případě je však nutný dokonalý elektrický styk mezi elektrodami a ohřívaným materiálem.

3.1.3 Kombinovaný vysokofrekvenční odporově – indukční ohřev

Další možností ohřevu představuje vysokofrekvenční ohřev, který spojuje odporový a indukční způsob ohřevu.

Pro odporový ohřev praxi se používají převážně zdroje pracující na síťové frekvenci 50 Hz. Při použití této frekvence je však nezbytné použít vysoce výkonný zdroj pro dosažení požadované strmosti ohřevu a maximální dosažitelné teploty. To je možné eliminovat použitím spínaného zdroje. Ten může pracovat se stejnosměrným nebo střídavým proudem. Při ohřevu stejnosměrným proudem vycházejí vzhledem k velmi malému odporu vzorku velké ztráty na výstupním usměrňovači a účinnost zdroje se pohybuje hluboko pod hranicí 50 %. Při ohřevu střídavým proudem odpadají ztráty na usměrňovači. Navíc s rostoucí frekvencí roste vlivem skin efektu efektivní odpor vzorku, a tedy klesá hodnota proudu potřebného pro ohřev a roste maximální dosažitelná účinnost zdroje. Při pracovní frekvenci 50 kHz mají tyto zdroje účinnost kolem 80% při schopnosti dosažení vysokých teplot za krátkou dobu [47].

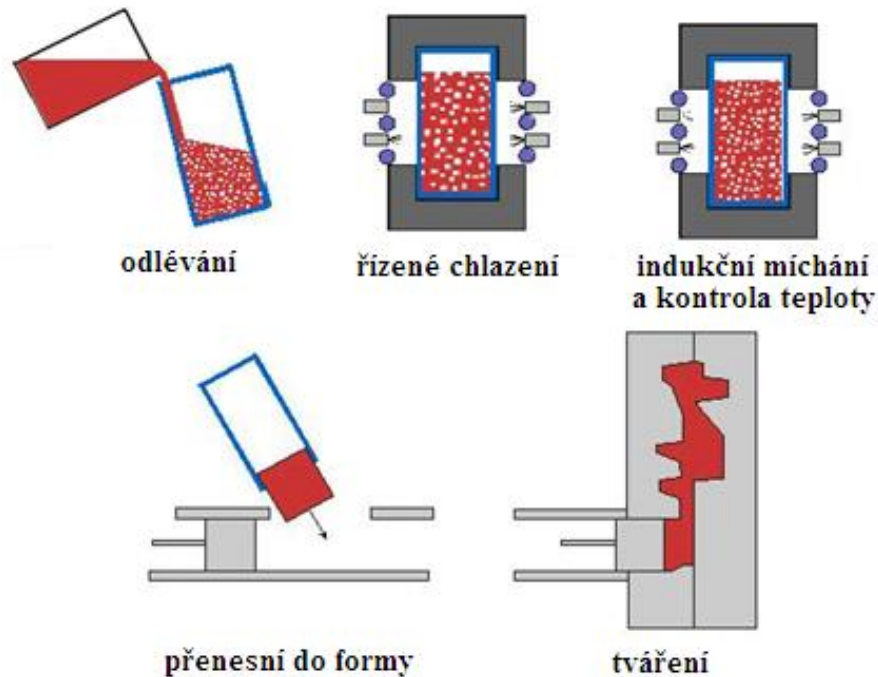
3.2 Jednotlivé technologie zpracování v semi-solid stavu

Technologie zpracování v semi-solid stavu zahrnuje širokou paletu různých metod. Pro jejich souhrnné označení se ve světové literatuře vžilo označení SSM – semi solid metal forming. Technologie s vysokým podílem natavené fáze při zpracování jsou známé pod názvy rheocasting, tixocasting a tixomolding. Pro zpracování v semi solid stavu s nižším podílem natavené fáze je možné použít pojem tixofforming. To zahrnuje thixoextrusion, thixo lateral extrusion, thixorolling, thixofforming.

3.2.1 Rheocasting

Rheocasting je jedna z nejstarších technologií zpracování v semi-solid stavu. Její počátky spadají do 60 let minulého století, kdy však ještě nebylo povědomí o tixotropním chování kovů a tato technologie se vyvíjela při hledání nových způsobů odlévání [48]. Během rheocastingu probíhá tváření tuhnucího materiálu přímo z taveniny a podíl liquidu se pohybuje mezi 40 – 60 % [3]. Byla provedena modifikace této technologie, která se nazývá new rheocasting, při které dojde k nalití roztaveného kovu do kelímku, kde probíhá řízené tuhnutí za stálého mechanického nebo indukčního míchání. Tím se dosáhne jemné globulitické fáze. Po dosažení požadované teploty a homogenizační výdrži je obsah přelit do odlévací komory a následně vtlačěn pístem do dutiny formy, kde pod tlakem utuhne (Obr. 13) [49]. Tento proces je podobný vysokotlakému lití. I v tomto případě je požadována

vysoká rychlost plnění. Proto musí být forma vybavena odvzdušňovacími kanály. V tomto procesu je velice důležité plnění formy, a proto je nezbytné, aby proudění probíhalo laminárně.

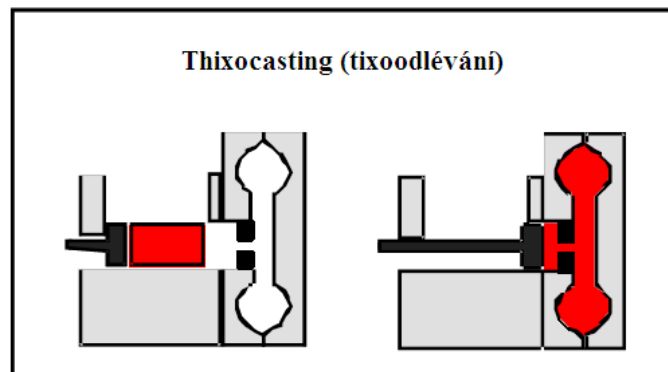


Obr. 13 Schematické znázornění new-rheocastingu [49]

3.2.2 Tixocasting

Tixocasting, tedy tixoodlévání, se skládá z tří základních kroků: příprava polotovaru, ohřev na požadovanou teplotu a vlastní proces tvářeni. Přípravou polotovaru může být v některých případech jen nákup, někdy však vlastní odlévání nebo tepelné zpracování.

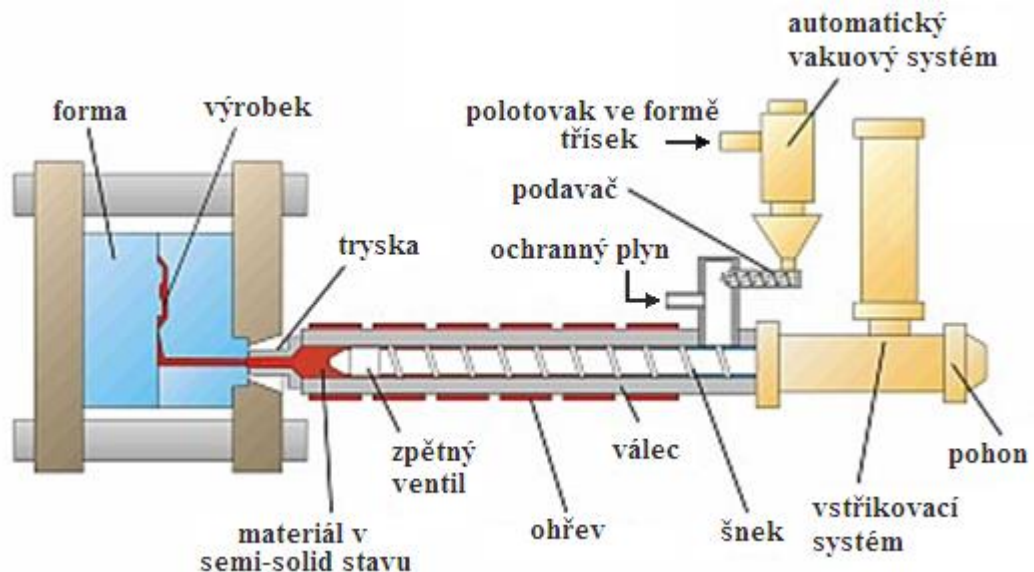
Princip zařízení pro tixocasting je pak stejný jako pro rheocasting. Podíl tekuté fáze se také pohybuje mezi 40 – 60 %. Celý proces je možné provést na stroji pro vysokotlaké odlévání s teplou komorou adaptovanou na polotovar v semi-silod stavu.



Obr. 14: Schematické znázornění tixocastingu

3.2.3 Tixomolding

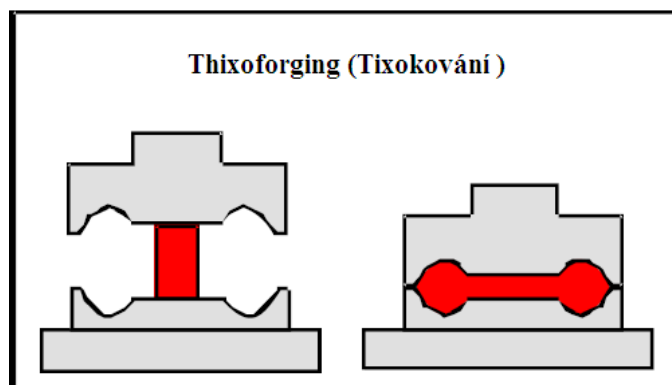
Během tixomoldingu dochází k vstřikování nataveného kovu do formy a nejčastěji je používán pro hořčíkové slitiny [50]. Materiál může být dodán i ve formě třísek a odpadních kusů. Před vlastním procesem je však nezbytné materiál rozemlít na malé kusy. Následně je protlačován šnekovým lisem, kde dojde k jeho indukčnímu ohřevu, homogenizaci a promíchání. Podíl pevné fáze může v tomto případě činit až 65 %. Připravený materiál je následně vstříknut do dutiny formy (Obr. 15). Tímto procesem se získávají výrobky s vysokou povrchovou jakostí, rozměrovou přesností a nízkým stupněm pórovitosti, který se pohybuje mezi 1 – 2 % [51].



Obr. 15: Zařízení pro tixomolding [51]

3.2.4 Thixoforging (Tixokování)

Tixokování je proces podobný kování v uzavřené zápustce. V porovnání s ním jsou však pro tváření potřebné velmi malé síly. Na druhou stranu zde dochází k většímu teplotnímu namáhání zápustky. Podíl nataveného kovu by se měl pohybovat mezi 10 – 35 %. Pro ohřev polotovaru je nejčastěji využíván indukční ohřev. Po ohřevu na požadovanou teplotu je polotovar umístěn mezi dvě otevřené poloviny zápustky a stlačován pohyblivým horním kovádkem. Tváření by mělo probíhat co nejrychleji, neboť je ingot intenzivně ochlazován v místě dotyku se zápustkou. Kvůli ochlazení pak narůstá síla potřebná pro tvářecí proces. Při tixokování však není žádoucí tváření na bucharech, neboť při prudkém dopadu kovádkla na ingot by došlo k rozstříku nataveného kovu. Tento odstříknutý zoxidovaný kov by byl následně zakován zpět do povrchu výrobku, a tím výrazně snížil jeho povrchovou kvalitu. I po vyplnění celé dutiny zápustky je ještě nějakou dobu udržován tlak ve formě, než dojde k plné solidifikaci tvářeného kusu. Tím je částečně eliminována poróznost daná smrštěním výrobku během chlazení [52].

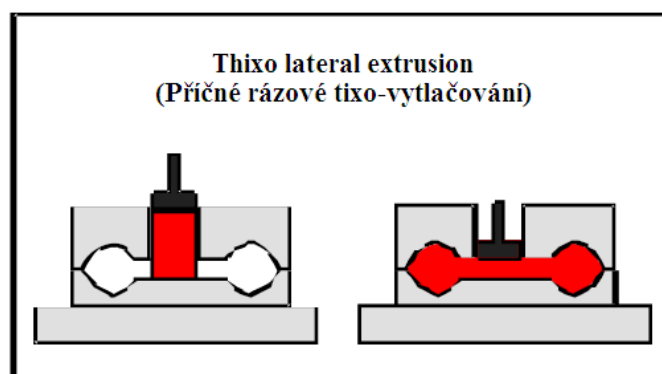


Obr. 16: Schematické znázornění tixokování [24]

3.2.5 Thixo lateral extrusion

Thixo lateral extrusion, tedy příčné tixo-vytlačování lze přirovnat k lití, neboť bylo zjištěno, že tlakové poměry jsou u obou technologií velmi podobné.

Zápustka je před plněním formy uzavřena a materiál je do ní vtlačován bočně z vtokové soustavy. Horní razník je nehybný, řízený proti přetížení rázem. Spodní pohyblivý razník se posouvá, dokud není forma zaplněna. Tekutá fáze slitiny umožňuje na chvíli dosáhnout konstantní tlak v součásti. Objem materiálu vyráběné součásti je přesně přizpůsoben tak, aby přebytečný materiál zůstal ve vtokové soustavě zápustky. Geometrie vyráběných součástí je tedy stálá.



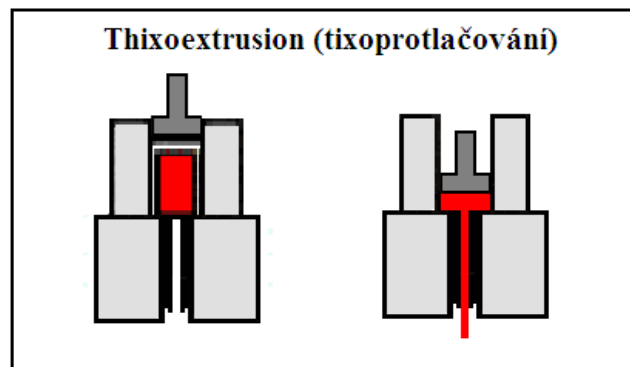
Obr. 17: Schematické znázornění příčného rázového tixo-vytlačování [24]

3.2.6 Thixoextrusion

Další variantou je thixoextrusion tedy dopředné tixoprotlačování. Počátky této technologie spadají do r. 1979, kdy byly prováděny experimenty na slitinách olova a hliníku [53]. Při tomto tvářecím procesu je ohřátý polotovar vložen do komory lisu a po té protlačován zúženým tvářecím kanálem, který zároveň slouží jako nástroj. Podle konceptu nástroje lze tixoprotlačování rozdělit na izotermální a neizotermální protlačování. Pro izotermální protlačování se používají keramické nástroje vzhledem ke kombinaci vysokého teplotního a mechanického namáhání a z důvodu menší teplotní vodivosti. Během procesu je teplota tvářeného polotovaru konstantní, obvykle je pro její udržení nutné použít indukční dohřev přímo v nástroji a chladnutí nastává až po výstupu z formy. V druhém případě nastává

ochlazení povrchu polotovaru do pevného stavu již záhy po kontaktu s protlačovací maticí, přičemž se utvoří pevná skořepina v místě kontaktu s maticí. Díky ochlazování v uzavřené dutině nástroje, nedochází k intenzivní oxidaci povrchu a i oxidy vzniklé na povrchu se nedostanou do velké hloubky pod povrch tvářeného polotovaru z důvodu nižší teploty polotovaru oproti předchozí variantě. Při protlačování s průběžným ochlazováním povrchu polotovaru přímo v průtlačné matici, je nezbytná její větší délka, aby došlo k utužení polotovaru i v jeho podélné ose. V některých případech jsou používány chlazené nástroje.

V praxi se obvykle protlačují nejčastěji materiály z lehkých slitin, kde je dosahováno vysoké povrchové kvality, mechanických vlastností a to při dlouhé životnosti nástrojů. Ve srovnání s tím je proces tixoprotlačování u ocelí rozšířen podstatně méně a je spíš předmětem výzkumu. To je dáno tím, že jsou zapotřebí vysoké teploty, při kterých dochází k rychlému opotřebení nástrojů.



Obr. 18: Schematické znázornění tixo-protlačování [24]

3.2.7 Thixorolling

Tixo-válcování představuje asi nejméně rozšířenou metodou zpracování v semi-solid stavu. Je využívána spíše pro experimenty a laboratorní účely, v praxi zatím není využívána.

3.3 Požadavky na nástroje

Důležitým prvkem pro rozvoj semi-solid procesů je volba materiálů pro nástroje a také vlastní provedení nástrojů potřebných pro semi-solid procesy. Zejména nástroje a formy pro tixofforming a tixocasting ocelí musí odolávat vysokým teplotám, zatížením, teplotním šokům a navíc vykazovat vysokou otěruvzdornost a korozivzdornost. V podstatě se vývoj nástrojů ubírá 2 hlavními směry a to dle použitých materiálů na:

- metalické nástroje, s povlaky i bez nich
- keramické nástroje

O důležitosti tohoto tématu svědčí i vypsání evropský projekt “Improvement of steels and tools for thixofforming of complex structural parts” (Thixocomp), který se zabýval třemi vybranými kovovými materiály a jejich vhodnost pro tixofforming [42]. Jednalo se o materiály:

- X38CrMoV5-3
- X15CrNiSi25-20

- NiCr20TiAl

Ocel X38CrMoV5-3 byla vybrána jako materiál pro nástroje při tváření v semi-solid stavu díky své vysoké pevnosti, odolnosti proti opotřebení za tepla a odolnosti proti popuštění. Tento materiál vyniká také dobrou houževnatostí a odolností proti teplotním šokům [56]

Materiál X15CrNiSi25-20 je žáruvzdorná ocel s obdobnými vlastnostmi jako předchozí materiál a jako poslední byla zvolena niklová superslitina NiCr20TiAl známá pod názvem Nimonic. Tento materiál je vyráběn pro vysoké teploty a zatížení.

Na nástrojích z těchto materiálů byly testovány dva typy tvrdých povlaků odolných proti opotřebení a to ZrO_2+MgO , a $CrC+NiCr$. U uvedených materiálů byla testována odolnost proti oxidaci při $1000^\circ C$, odolnost proti otěru a to na povlakovaném i nepovlakovaném nástroji. U povlakovaných nástrojů byla navíc sledována odolnost proti odlupování vrstvy. Z experimentů vyšla nejlépe slitina NiCr20TiAl s povlakem $CrC+NiCr$, kde ani po 100 cyklech tepleného zatížení nebyly zjištěny známky výraznějšího opotřebení. Druhé dva materiály s povlakem nevykazovaly tak dobré výsledky a již po 50-ti zatěžovacích cyklech byla pozorována destrukce obou typů vrstev a tím docházelo k destrukci nástroje. Zcela nejhorší výsledky vykázaly samotné nástroje bez povlaků a bylo zjištěno, že bez povlakování nejsou tyto materiály vhodné pro výrobu nástrojů vystavených podmínkám během tixotropního tváření. Např. ocel X38CrMoV5-3 vykazovala od $700^\circ C$ známky plastické deformace a povrchové trhliny [57].

Další zkoumanou skupinou nástrojů představují nástroje keramické. Keramické nástroje vykazují vysokou odolnost proti abrazivnímu opotřebení, ale jejich největší slabinou je cyklické teplotní namáhání. U některých keramických nástrojů byly již po několika málo cyklech objeveny povrchově trhlinky. V této oblasti je nutno pokračovat v intenzivním vývoji.

Kromě těchto materiálů lze pro speciální aplikace použít i jiné materiály, jako například titanové nebo měděné slitiny a jejich kombinace. Tyto materiály umožňují například ovlivnit odvod tepla a tím významně modifikovat strukturu.

3.4 Vady

Stejně jako u ostatních tvářecích technologií i během tváření v semi-solid stavu vznikají různé typy vad a defektů.

Vady při semi-solid procesech lze rozdělit na makroskopické a mikroskopické. Typické makroskopické vady představuje zejména nedostatečné vyplnění dutiny formy špatná povrchová jakost výrobku a dutiny a řediny uvnitř produktu [58]. Pokud není brána do úvahy nevhodná konstrukce formy, jsou nejčastější příčiny těchto vad následující:

Separace tekuté a tuhé fáze

Separace tekuté a tuhé fáze, která se objevuje jako tzv. efekt houby v polotekutých materiálech. Efekt houby je popisován jako vytlačení tekuté fáze z pevné matrice. K tomuto jevu dochází obvykle během tváření při nízkém obsahu tuhé frakce nebo při selektivním rozpadu tuhé fáze, která vzniká jako důsledek nehomogenního rozložení teplot uvnitř polotovaru. Dalšími důvody vzniku tohoto defektu mohou být teplotní heterogenity, nepřizpůsobení se materiálu polotekuté struktury, příliš nízká teplota deformace, nebo příliš velký rozsah teplot mezi solidem a likvidem apod.

Neúplné vyplnění formy

Neúplné vyplnění formy, způsobené neúplným zatečením kovu je taktéž velmi častým nedostatkem, způsobeným předčasným tuhnutím, které nastává po kontaktu polotekutého materiálu se studenou formou. Efekt tuhnoucí povrchové vrstvy nastává zejména při indukčním ohřevu a manipulaci s polotekutým materiálem, tento jev je ve většině případů doprovázen oduhlíčením povrchové vrstvy.

Dutiny a díry

Dutiny a díry mají podobný původ, jako neúplné vyplnění zápustky, tedy předčasné tuhnutí, díry a dutiny se pak většinou objevují na konci produktu.

Trhliny a praskliny

Rovněž může docházet ke vzniku trhlin a prasklin na povrchu produktu. Tyto vady mají dvojí příčinu a to smršťování během ochlazování a změna objemu vlivem fázové transformace.

Mikroskopické vady

Z mikroskopických vad jsou nejčastější póry a díry. Vznikají kvůli předčasnému zpevnování působením klesající teploty a nelaminárnímu proudění v průběhu plnění formy.

Nekovové vměstky

Typickým představitelem nekovových vměstků jsou oxidy na povrchu, které se mohou objevit v důsledku indukčního ohřevu. Vměstky mohou vstupovat do kovu z rozpadajících se okujů a to zejména, pokud není povrch chráněn ochranným plynem.

Mikroskopické chemické segregace vznikají obohacením tekuté fáze různými prvky a následně pomalé difúzi v pevném stavu. Problém způsobuje nerovnovážený stav daný odlišným složením pevných částic a tuhnoucí fáze.

Mikroskopická porozita

Mikroskopická porozita je nejproblémovější a hojně se vyskytující mikroskopický defekt. Je způsobena smrštěním při tuhnutí v inter-granulárním prostoru, kde se vytváří lokální nedostatek tekuté fáze.

Vady povrchu

Vady povrchu materiálu jsou způsobeny nedostatečnou kvalitou povrchu nástroje, nevhodným podílem solidu a likvidu, předčasným chladnutím, nízkým tlakem během procesu zpevnování a nízkou teplotou nástroje, nebo nevhodnou rychlostí plnění formy.

4 MOTIVACE A CÍLE PRÁCE

Tváření kovů v tixotropním stavu je jedna z alternativních metod tváření, kterou je možno vyrábět členité a tvarově složité polotovary. Celý proces je realizován v jednom tvářecím kroku v uzavřené dutině formy, přičemž síly potřebné pro tváření jsou díky tixotropnímu stavu materiálu minimální, ve srovnání s konvenčními tvářecími procesy. Nezanedbatelnou výhodou je také možnost zpracování jinak obtížně tvařitelných

a obrobitelných materiálů. Zpracování kovů v tixotropním stavu je však technologicky velmi náročný proces, který dosud není zvládnut na technologicky uspokojivé úrovni, a to zejména pro kovy s vyšší teplotou tavení. Navíc proces minitixoformingu nebyl ve světové literatuře dosud nikdy popsán.

Hlavním cílem této práce bylo vyvinutí technologie mini-tixoformingu se zaměřením na oceli. Tento vývoj zahrnoval nejen vývoj celého zařízení pro tváření, ale i výběr vhodného materiálu a optimalizaci celé řady procesních parametrů.

Cíle práce a postupy použité k jejich dosažení:

1. Volba vhodného experimentálního materiálu
 - a. Charakterizace vstupního stavu (struktura, mechanické vlastnosti)
 - b. Určení teplotního intervalu mezi solidem a liquidem
 - c. Stanovení dalších fyzikálních vlastností potřebných pro numerickou simulaci procesu tváření
 - d. Zjištění chování materiálů při ohřevu do semi-solid stavu
2. Návrh technologie minitixoformingu
 - a. Návrh formy pro vlastní tváření
 - b. Numerická simulace postupu minitixoformingu s ohledem na navrženou formu
 - c. Výroba a sestavení formy
 - d. Realizace navrženého procesu tváření
 - e. Optimalizace jednotlivých parametrů procesu: rychlost ohřevu, teplota ohřevu, doba výdrže na teplotě, rychlost ochlazování, rychlost deformace
3. Analýza produktů získaných tixotvářením
 - a. Metalografická analýza struktur vzniklých mini-tixoformingem
 - b. Analýza toku materiálu vstupním otvorem do formy
 - c. Analýza toku materiálu při vyplňování dutiny formy
 - d. Analýza mechanických vlastností
4. Hodnocení získaných struktur
 - a. Mechanické zatížení získaných struktur
 - b. Metalografické analýzy
 - c. Mechanické vlastnosti
 - d. Teplotní a mechanická stabilita struktur

5 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

Zpracování kovů v polotuhém stavu slibuje rozšíření škály využití různých kovů. Ve srovnání s odléváním a běžným tvářením může být kvalita konečného výsledku lepší a s menším výskytem počtu vad. Jelikož se, a to zejména u zpracování ocelí, jedná o technologicky náročný proces, je velmi důležitá příprava před samotným návrhem procesu i zařízení. Celkovou technologií je také nutno přizpůsobit cílové skupině tvářených materiálů,

neboť každý má specifické požadavky. Proto byl experimentální program rozdělen do několika částí.

Nejprve byl na základě literární rešerše vybrán vhodný materiál pro tváření v semi-solid stavu. Na něm byla provedena analýza jeho vstupních vlastností, charakterizace mikrostruktury a byly zjištěny vlastnosti a chování v tixotropním stavu. Jelikož jsou potřebné materiálové charakteristiky obtížně měřitelné, byl použit pro výpočet software JMatPro. V prvním kroku bylo chování materiálu a jeho vlastnosti přibližně spočteny v simulačním programu. V dalším kroku byl na základě získaných výsledků a s podporou FEM simulace proveden návrh procesu, tvářecího zařízení a formy. Po její realizaci byly provedeny experimenty vlastního tváření a byly optimalizovány různé parametry procesu tak, aby byl získán produkt s odpovídající povrchovou kvalitou a tvarem. Dále byly navrženy různé varianty dutiny formy, pro ověření dalších parametrů, jako např. zabíhavost. Na získaných produktech byla poté provedena zevrubná materiálová analýza. Její výsledky byly poté použity k postupné optimalizaci procesu.

5.1 Použitý software, přístroje a metody

V průběhu experimentálního programu byly použity různé vyhodnocovací a měřicí techniky.

Výpočet vstupních hodnot pro FEM simulace a určení podílu tekuté fáze v závislosti na teplotě ohřevu bylo provedeno v programu JMatPro. Tento program je zaměřen na komplexní stanovování fyzikálních a termofyzikálních vlastností za rovnovážných i nerovnovážných podmínek, vlastnosti a chování materiálu během tuhnutí, fázové transformace a mechanické a chemické vlastnosti [61].

Pro sestavení fázového diagramu byl použit software ThermoCalc s databází TCFE6 - TCS Steels/Fe-Alloys Database, Version 6.2 [62].

Pro numerickou simulaci ohřevu zápustky byl použit software ANSYS 10.0. Pro výpočet proudění byl použit ANSYS/ FLOTRAN [63].

Experimentální program byl zrealizován s pomocí termomechanického simulátoru TMS, doplněného o formu pro mini-thixoforming. Jedná se o zařízení speciálně vyvinuté pro modelování složitých, praxí odpovídajících termomechanických procesů. S jeho pomocí lze řízeným způsobem realizovat jak deformační, tak teplotní průběh zpracování.

Analýza teplotních polí byla provedena pomocí termokamery IMPAC Infrared GmbH INV 3200/39-HS/HT s kalibrovaným teplotním rozsahem 400 – 1600°C

Metalografické hodnocení probíhalo na světelném mikroskopu Olympus GX 51 s digitální kamerou ProgRes C10 plus se softwarem A4i Analysis a A4i Docu a na konfokálním mikroskopu Olympus Lext OLS3000XL, který umožňuje provádět analýzy až do zvětšení 14tis. bez nutnosti vakua. Pro detailnější analýzy byl použit i řádkovací elektronový mikroskop TESCAN Vega3 s přímo žhavenou katodou, detektorem sekundárních a zpětně odražených elektronů a EDX detektorem, pro stanovení lokálního chemického složení.

Pro AFM mikroskopii byl použit přístroj N9417S/N9462B 7500 ILM Atomic Force Microscope [64].

Podíl jednotlivých fází byl stanoven RTG difrakční analýzou, která byla provedena na přístroji AXS Bruker D8 se zářením CuK_α . Měření bylo vyhodnoceno softwarem TOPAS.

Měření tvrdosti a mikrotvrdosti bylo provedeno podle metody Vickers. HV10 a HV30 bylo měřeno na tvrdoměru Wolpert Wilson 432SVD, pro měření tvrdosti jednotlivých fází byl použit mikrotvrdoměr Walter UHL WMHT-002V.

Analýza transparentních fólií byla provedena transmisním elektronovým mikroskopem JEOL JEM-2010 s katodou LaB₆ s urychlovacím napětím 200kV a rozlišením cca 1,5 nm. Pořízené snímky ve světlém i tmavém poli s využitím aperturní clony byly zpracovány v analytickém softwaru Image analySIS ITEM.

5.2 Volba materiálu

Protože tixotváření ocelových polotovarů zatím není ve světové literatuře příliš popsáno a většina vědeckých týmů zabývající se touto problematikou experimentuje ze slitinami Mg a Al, byla pozornost soustředěna právě na oceli. V malých rozměrech polotovarů z oceli doposud nedokázala většina pracovišť dosáhnout požadované přesnosti v řízení zpracování ani rovnoměrnosti teplotních polí.

Na základě požadavků kladených na materiál pro zpracování v semi-solid stavu (kapitola 2.2.3), byla pro experiment zvolena nástrojová ocel X210Cr12 (ČSN 19436), která díky chemickému složení disponuje vhodným intervalem mezi solidem a liquidem. Tento materiál se vyznačuje obtížnou tvařitelností a obrobiteľností konvenčními způsoby (třída obrobiteľnosti 9b [59]). Disponuje však širokým spektrem použití a to zejména na nástroje pro práci za studena s vysokou výkonností a dlouhou životností, nástroje pro drcení a mletí odolné proti opotřebení, díly forem pro tváření plastů, lisování kovových i nekovových prášků, nástroje pro obrábění měkkých kovových materiálů a nástroje pro obrábění nekovových silně abrazivních materiálů [60].

Chemické složení materiálu zpracovaného v semi-solid stavu hraje důležitou roli v chování materiálu v oblasti mezi solidem a liquidem (kapitola 2.4.1), proto je nutné znát jeho přesnou hodnotu a ne pouze rozmezí udávané výrobcem. Proto byl obsah jednotlivých chemických prvků změřen pomocí spektrální analýzy (Tab. 4) (Příloha P1).

Prvek	C	Cr	Mn	Si	Ni	P	S
Chemické složení dané mat. listem	1,8 – 2,05	11- 12,5	0,2 – 0,45	0,2 – 0,45	max. 0,5	max. 0,03	max. 0,035
Skutečné chem. složení	2,01	11,3	0,27	0,23	0,08	0.014	<0,001

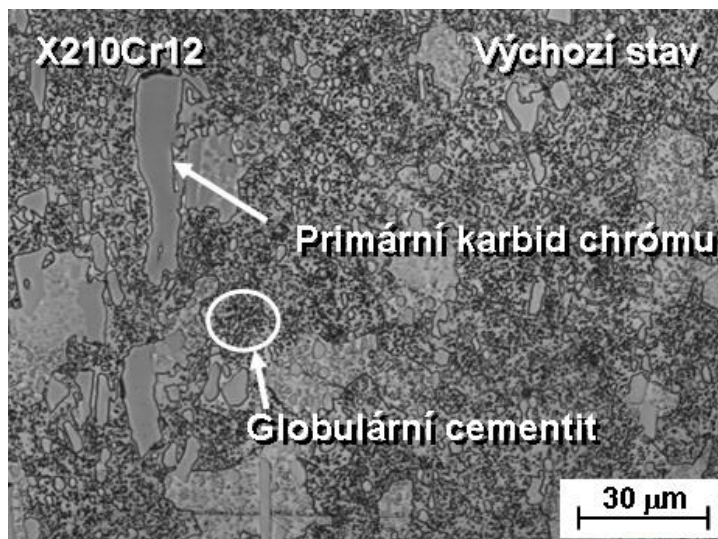
Tab. 4: Chemické složení oceli X210Cr12 dle materiálového listu a skutečné chemické složení změřené spektrální analýzou (hm. %)

Ocel ve výchozím stavu byla dodaná ve stavu žíhaném na měkko ve formě tyče o průměru 16 mm. Výchozí struktura materiálu byla tvořena primárními karbidy chromu M₇C₃ a globulárním cementitem uloženým ve feritické matici (Obr. 19). Měření chemického rozložení jednotlivých prvků pak potvrdilo, že chrom se nachází pouze v karbidech a není volně rozpuštěn ve feritické matici (Obr. 20). Z distribuce chromu je také patrné, že primární karbidy mají značný velikostní rozptyl, řádově od jednotek po desítky mikrometrů, což potvrdilo měření EBSD. Předpokládanou vysokou křehkost materiálu potvrdila i zkouška

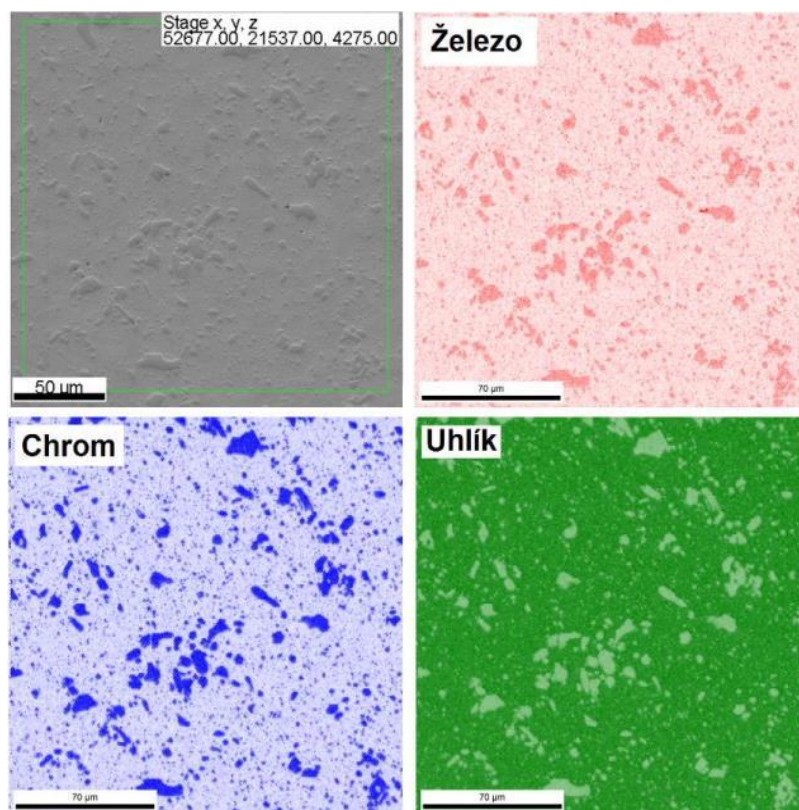
tahem, u které došlo v několika případech prasknutí zkušební tyče v závitě. Mez kluzu $R_{p0,2}$ byla stanovena na 320 MPa, mez pevnosti R_m pak na 695 MPa. S tím koresponduje i změřená tvrdost 211 HV30.

R_m [MPa]	695±8
$R_{p0,2}$ [MPa]	320±3
Tvrdost [HV30]	211±7

Tab. 5 Mechanické vlastnosti zvoleného materiálu



Obr. 19: Výchozí struktura experimentálního materiálu

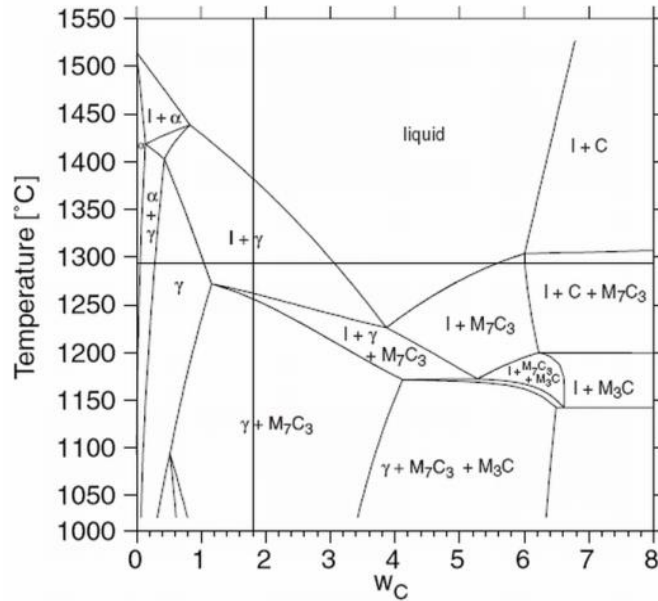


Obr. 20: Chemické rozložení jednotlivých prvků změřené metodou EDS

5.2.1 Stanovení fyzikálních vlastností oceli X210Cr12

Pro zpracování materiálu v semi-solid stavu je důležité znát fyzikální vlastnosti a chování materiálu nejen v intervalu mezi solidem a liquidem, ale i v průběhu celého ohřevu. Stanovit všechna potřebná data experimentálními metodami je však velice obtížné a časově náročné, proto byly pro určení fyzikálních parametrů použity simulační programy JMatPro a ThermoCalc. Pomocí ThermoCalcu byl sestaven řez ternárním diagramem Fe-C-Cr pro koncentraci chromu 12% (Obr. 21). Z něj je možné poznat jednotlivé fáze během procesu tavení a identifikovat vzniklé karbidy.

Pomocí JMatPro pak byly spočteny podíly jednotlivých fází v závislosti na teplotě ohřevu a to od pokojové teploty až po úplné roztavení materiálu. Dále pak také další fyzikální parametry, jako roztažnost, elektrická a tepelná vodivost, hustota, měrné teplo a další. Všechny tyto parametry je nutné uvažovat při návrhu vlastní technologie.



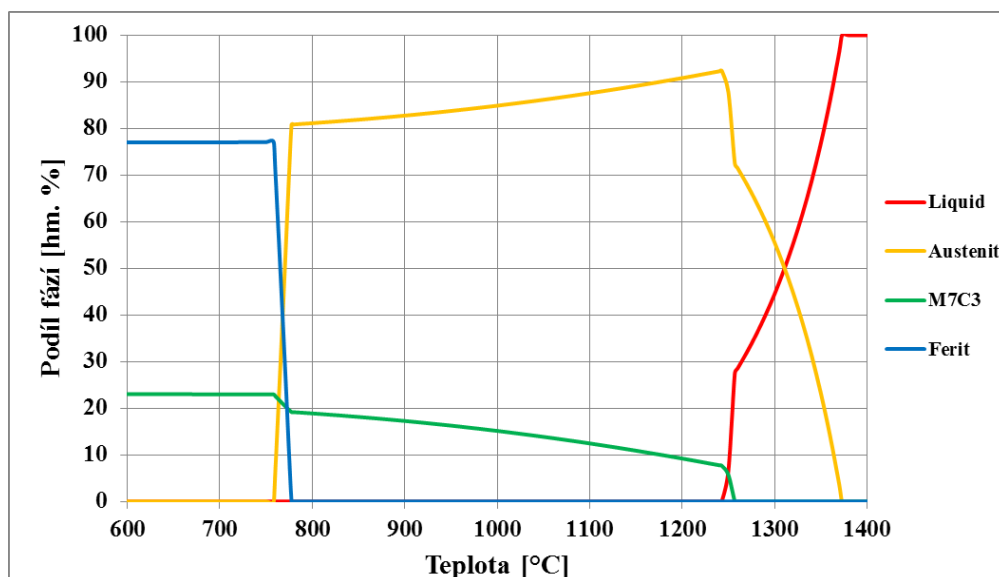
Obr. 21: Řez ternárním diagramem Fe-C-Cr pro koncentraci 12% chrómu, spočtený v programu ThermoCalc

5.2.1.1 Fázové přeměny při ohřevu

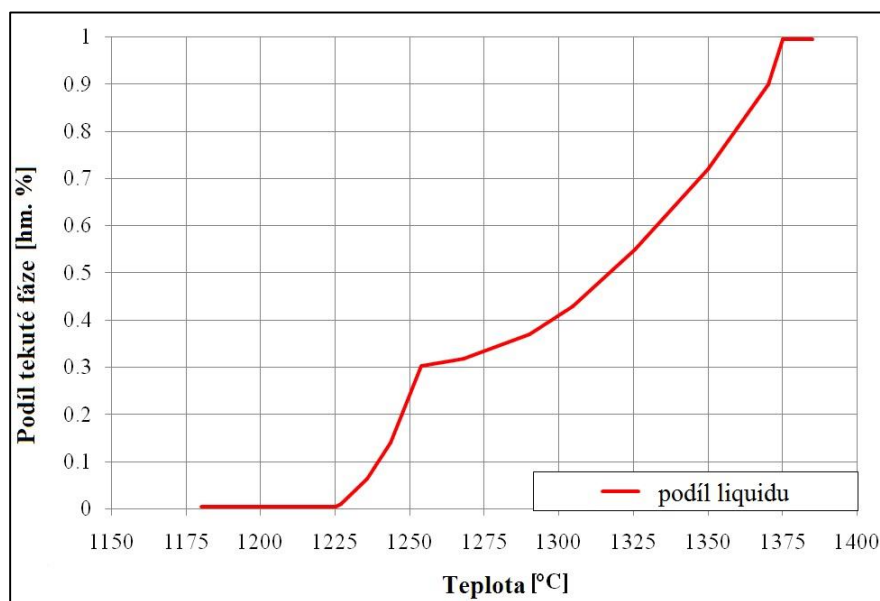
Z průběhu křivek fázových transformací (Obr. 22) je patrné, že až do teploty 758°C zůstává v materiálu stabilní feriticko-cementitická struktura. Při vyšších teplotách se začínají tvořit první austenitická zrna. K ukončení transformace ferit → austenit pak dojde při teplotě 770°C, kdy je podíl feritu roven nule. Hmotnostní podíl austenitu pak mírně narůstá až do počátku vzniku tekuté fáze. Tento nárůst se děje na úkor karbidů C_7M_3 . Podle výpočtu vzniká první kapalná fáze při teplotě 1225°C a k úplnému roztavení dojde při 1373°C. Při teplotě 1257°C je na křivce liquidu vidět výrazné zakřivení (Obr. 23). V tomto bodě dochází k úplnému rozpuštění primárních karbidů chrómu. V dalším průběhu ohřevu se podíl tekuté fáze zvyšuje pouze tavením austenitu.

Spočtený teoretický interval mezi solidem a liquidem je 148°C. Pro vlastní proces tváření je pak možné uvažovat rozmezí 10 – 60 % liquidu, což znamená vhodný teplotní interval pro tváření zhruba 80°C. To je dostatečná hodnota pro řízení teplotního pole při vlastním procesu tváření.

Tyto hodnoty byly, vzhledem k daleko vyšší dynamice skutečného procesu, brány jako výchozí orientační vstup. Výpočet za extrémních podmínek mini-thixoformingu nelze prozatím provádět s dostatečnou přesností, neboť doposud nejsou známa potřebná data a parametry. Současné materiálové databáze nezahrnují kinetiku semi-solid procesů. Pro stanovení počátečních parametrů a jejich následné zpřesnění experimenty na reálném materiálu jsou výsledky dostatečné.



Obr. 22: Průběh fázových transformací v závislosti na teplotě spočtených v programu JMatPro



Obr. 23: Podíl liquidu v závislosti na teplotě

5.2.2 Odzkoušení okrajových podmínek tixoformingu

5.2.2.1 Ohřev materiálu do semi-solid stavu bez deformace

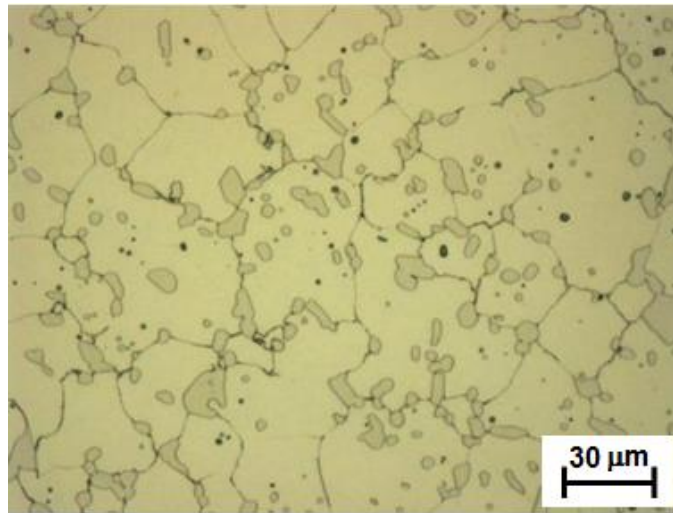
V první fázi byl odzkoušen ohřev materiálu do semi – solid stavu bez deformace. Cílem bylo zjistit, zda je dostupný numerický model mezi solidem a liquidem v souladu s výsledky dosaženými při reálném ohřevu. Experiment byl proveden na válečcích o rozměrech $\varnothing 16 \times 20$ mm, které byly ohřívány v peci. Zkouška proběhla na osmi vzorcích s teplotním krokem po 10°C . Celkové rozpětí teplot bylo $1220 - 1290^{\circ}\text{C}$. Spodní teplota byla stanovena pro ověření

počátku teploty tavení, na horní by mělo být v tavenině přítomno 40 % liquidu. Tento interval byl zvolen tak, aby pokryl doporučený podíl liquidu, který udává literatura, v rozmezí 10 – 30 %.

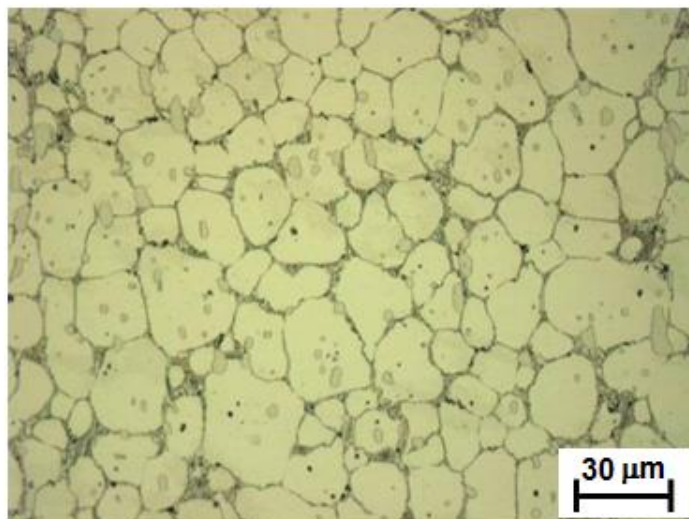
Teplota během zkoušky byla kontinuálně monitorována termočlánkem, který byl umístěn 6 mm pod povrchem. Vzorek byl vložen do pece, která měla požadovanou teplotu. Celková doba ohřevu a výdrže na teplotě byla 15 min, což je dostatečná doba pro dosažení požadované teploty a homogenizaci teplotního pole. Pro zdokumentování strukturních změn byly vzorky okamžitě po vyjmutí z pece kaleny do vodní lázně. Po zakalení byly z materiálu připraveny metalografické výbrusy, které byly analyzovány světelnou mikroskopií.

U první teploty ohřevu na 1220°C se potvrdil předpoklad, že materiál nebyl ohřát do semi-solid stavu. Mikrostruktura byla tvořena austenitem s primárními karbidy chromu, u kterých došlo k částečnému natavení. Ze struktury byly převážně odstraněny jemné karbidy, které byly přítomny ve výchozím stavu. Velikost primárních karbidů chromu se zmenšila kvůli částečnému natavení a byly alokovány nejvíce po hranicích austenitických zrn. Karbidické síťoví, charakteristické pro přechod přes křivku solidu, však nevzniklo (Obr. 24).

Odlišnou strukturu bylo již možno pozorovat při teplotě ohřevu na 1230°C. V tomto případě již došlo k překročení teploty solidu, neboť vzniklo charakteristické karbidické síťoví typické pro tento typ zpracování, po hranicích austenitických zrn. Objemový podíl síťoví však dosahoval velmi nízké hodnoty. Velmi těsné překročení teploty solidu potvrzují i hrubé nerozpuštěné primární karbidy chromu, zachované ve struktuře (Obr. 25).



Obr. 24: Austenitická struktura se zachovanými primárními karbidy chromu vzniklá při teplotě ohřevu 1220°C

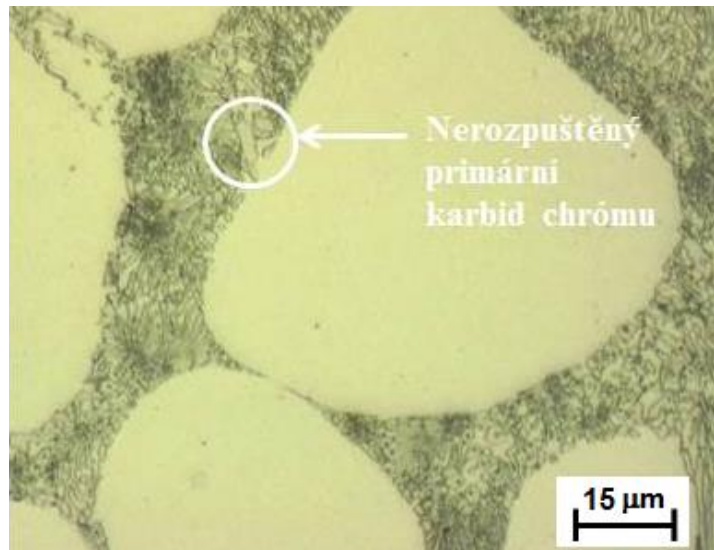


Obr. 25: Struktura po částečném natavení při ohřevu na 1230°C složená z austenitu, primárních karbidů chrómu a sekundárního karbidického síťoví

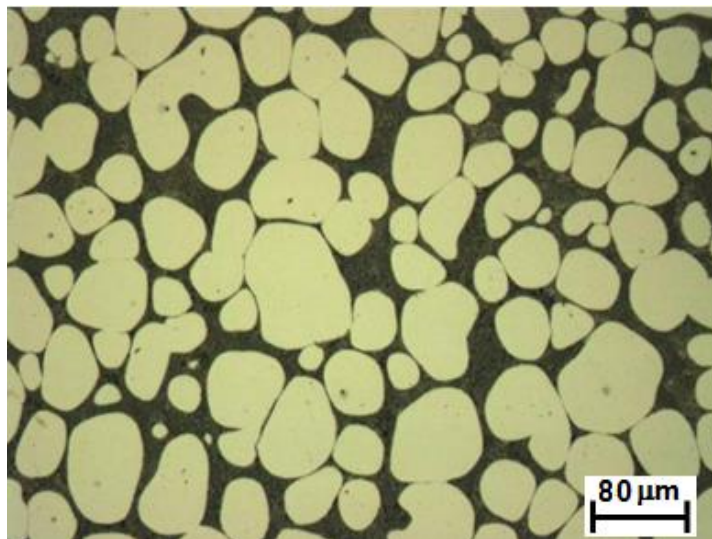
Při zpracování při teplotě 1240°C byl zjištěn výrazný nárůst podílu karbidického síťoví a zaoblení austenitických zrn do charakteristických polygonálních útvarů (Obr. 26). Při detailním zkoumání je pak patrné, že se v karbidickém síťoví nachází zbytky nerozpuštěných karbidů chrómu.

Při teplotách 1250°C a vyšších byla struktura tvořena polygonálním austenitem obklopeným jemným chromovým eutektikem. Mezi jednotlivými teplotami nebyl pozorován rozdíl podílu austenitické fáze a síťoví. Tvrdost těchto struktur se pohybovala v úzkém intervalu 374 – 388 HV10.

Z uvedeného experimentu vyplývá, že vhodná teplota tváření leží nad 1250°C, neboť do této teploty zůstávají ve struktuře nerozpuštěné karbidy chrómu, které mohou bránit tixotropnímu chování a tím procesu plnění dutiny formy. Předpokládaný vhodný teplotní interval tedy leží mezi teplotami 1250 – 1290°C. Tento teplotní interval má dostatečný rozsah pro uřízení teplotního pole v procesu tixoformingu.



Obr. 26: Detail karbidického síťoví tvořeného ze zbytků nerozpuštěných primárních karbidů a sekundárního karbidického síťoví. Teplota ohřevu 1240°C

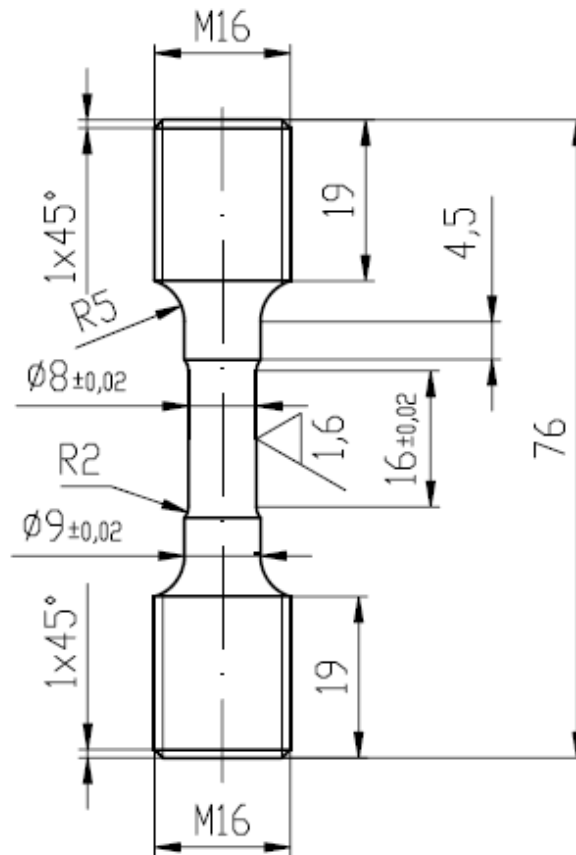


Obr. 27 Austenitická polygonální zrna obklopená karbidickým síťoví vzniklá při teplotě ohřevu 1250°C.

5.2.2.2 Zjištění deformačního chování materiálu v semi-solid stavu

Pro zjištění vysokoteplotního chování vybraného materiálu byla provedena nejprve série experimentů bez tvářecí formy. Za tímto účelem byly vyrobeny vzorky opatřené závitovými konci s aktivní délkou vzorku 16 mm a průměru 8 mm (Obr. 28). Vzorky byly umístěny přímo do čelistí termomechanického simulátoru a byly podrobeny tlakové deformaci za rozdílných teplot. Teploty deformace byly navrženy v rozmezí 1200 – 1320°C. Zvolený teplotní interval pokrýval oblast od počátku tvorby tekuté fáze až do 60 % tekuté fáze, což je maximální podíl nataveného kovu vhodný pro semi-solid procesy v oblasti tváření. Po dosažení teploty deformace byla provedena tlaková deformace se stlačením o 7,8 mm. Během deformace byla

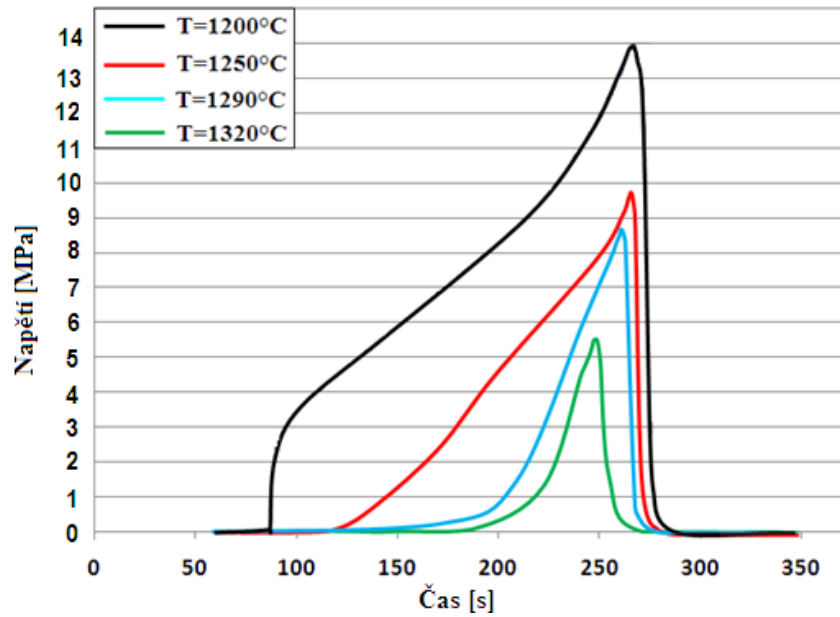
zaznamenána deformační síla a to při různých teplotách. Poté byl vyhodnocen tvar a velikost volně vzniklého výronku, který se vytvořil ve středové části polotovaru.



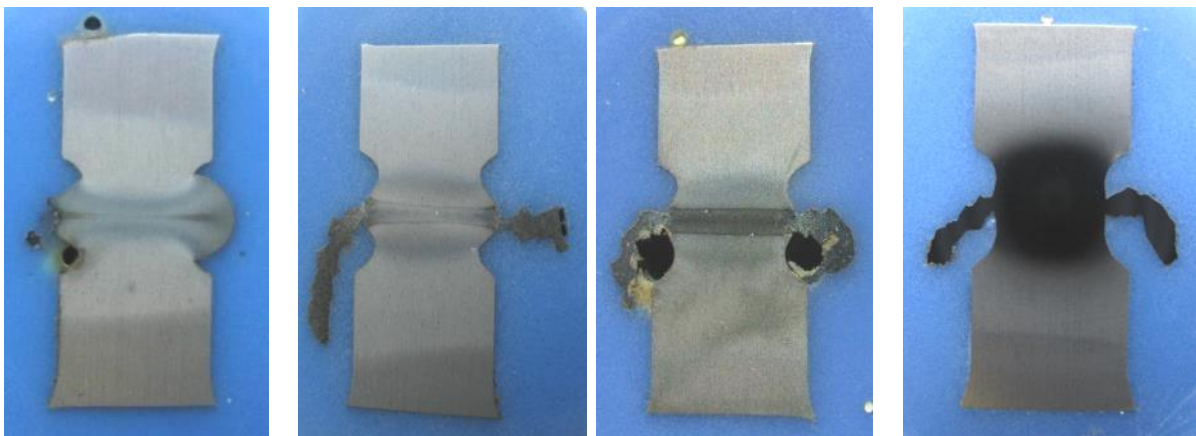
Obr. 28: Rozměry závitového vzorku

Při teplotě 1200°C, tedy ještě v oblasti plně solidifikovaného materiálu, bylo nutno překonat tlakové deformační napětí 14 MPa. Se zvyšující se teplotou ohřevu tlakové napětí klesalo a při teplotě 1320°C dosahovalo pouze hodnoty 5,9 MPa (Obr. 29).

Až od teploty 1250°C bylo na experimentálních vzorcích pozorováno vytlačení nataveného kovu ve středové části vzorku a došlo ke vzniku typické struktury po tixotropním tváření, která je tvořena polyedrickými zrny austenitu a karbidickým síťovím. Po naleptání metalografických výbrusů bylo možno vyhodnotit zóny teplotního ovlivnění při jednotlivých teplotách zpracování (Obr. 30).



Obr. 29: Deformační chování v závislosti na teplotě tváření



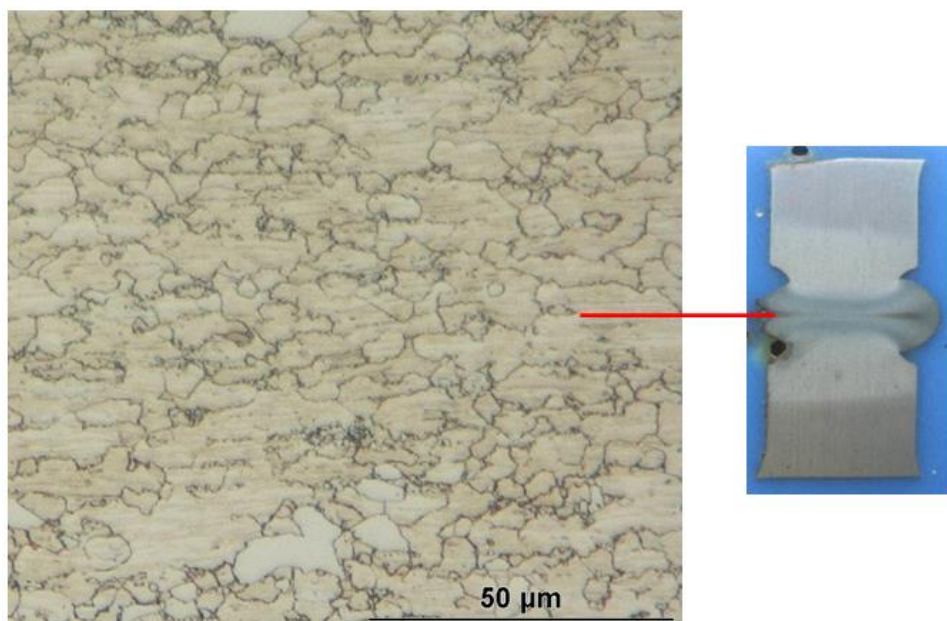
a) Teplota deformace 1200°C b) Teplota deformace 1250°C c) Teplota deformace 1290°C d) Teplota deformace 1320°C

Obr. 30: Výsledné tvary vzorku po tlakové deformaci při deformačním kroku 7,8 mm, provedené při různých teplotách, příčný řez, leptáno

5.2.2.3 Metalografické hodnocení

Vzorky podrobeny tlakové deformaci při různých teplotách byly metalograficky dokumentovány na podélných výbrusech. Zejména byla sledována středová oblast vzorku a zkoumán stupeň natažení, případně podíl tekuté fáze.

Při nejnižší teplotě ohřevu 1200°C bylo zjištěno, že došlo k ovlivnění pouze velmi úzké oblasti materiálu. Ve struktuře nebyly pozorovány výrazné známky natažení (Obr. 31). U této teploty nebylo pozorováno vytlačení tekutého materiálu do tzv. výronků a došlo pouze k vyboulení vzorku, které je typické pro tlakovou deformaci.



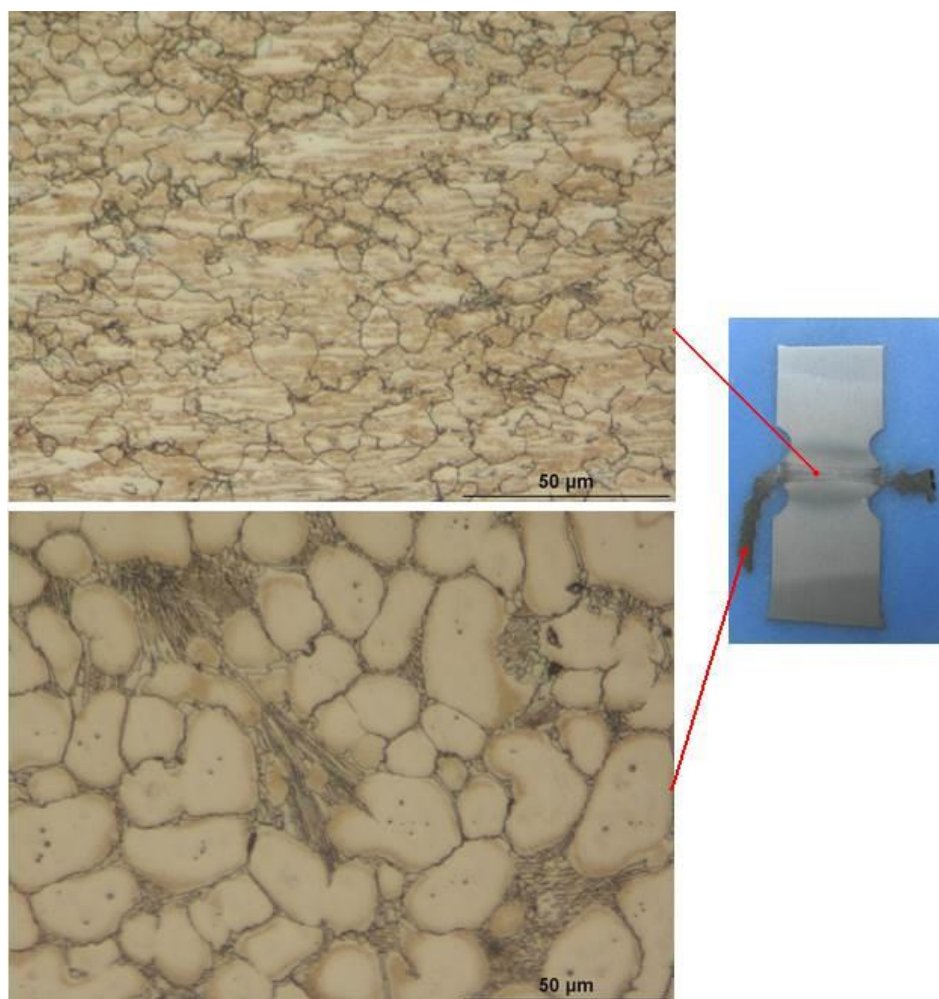
Obr. 31: Mikrostruktura středové oblasti vzorku s teplotou ohřevu 1200°C, tlaková deformace o 7,8 mm, leptáno Villelou- Bain

Již od teploty ohřevu 1250°C byla zjištěna tvorba výronků, které byly způsobeny tokem tixotropního materiálu. Výskyt tixotropního materiálu byl detekován i na metalografických výbrusech (Obr. 32).

Na vzorcích s vyšším podílem tekuté fáze byla pozorována odlišná struktura výronku a těla vzorku. Z tvaru a rozmístění částic lze usuzovat, že došlo k vystříknutí nataveného kovu při deformaci a ve středové oblasti vzorku zbyly jen pevné částice, které byly vlivem tlakové deformace protaženy (Obr. 32).

Struktura výronku byla tvořena charakteristickými globulárními částicemi, které byly ohraničeny lamelárním karbidickým síťovím.

Na základě výsledků experimentu s tlakovou deformací a různou teplotou ohřevu lze konstatovat, že pro dosažení tixotropního chování materiálu je nutno použít teplotu ohřevu 1250°C a vyšší.

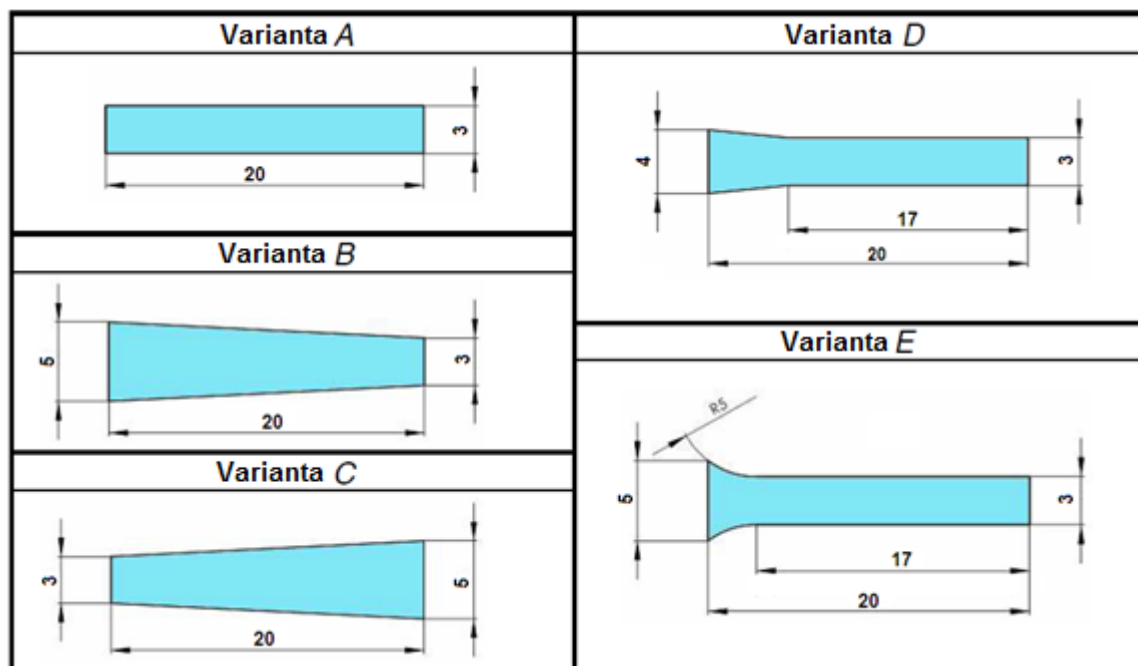


Obr. 32: Mikrostruktura středové oblasti vzorku s teplotou ohřevu 1250°C, leptáno

5.3 Numerická simulace tixoformingu

Na základě prvních experimentů a literární rešerše bylo navrženo zařízení pro tixotváření s principem příčného vytlačování do dutiny. Před započítím vlastní výroby a konstrukce byla provedena numerická simulace celého procesu. Pro simulaci byl použit software ANSYS 10.0/FLOTRAN. Z hlediska vysoké výpočtové náročnosti byla počáteční úloha zjednodušena na 2D model, na kterém byly zkoumány základní vlastnosti schopnosti materiálu vyplnit dutinu formy v závislosti na tvaru dutiny, tvaru vstupního otvoru a rychlosti plnění formy.

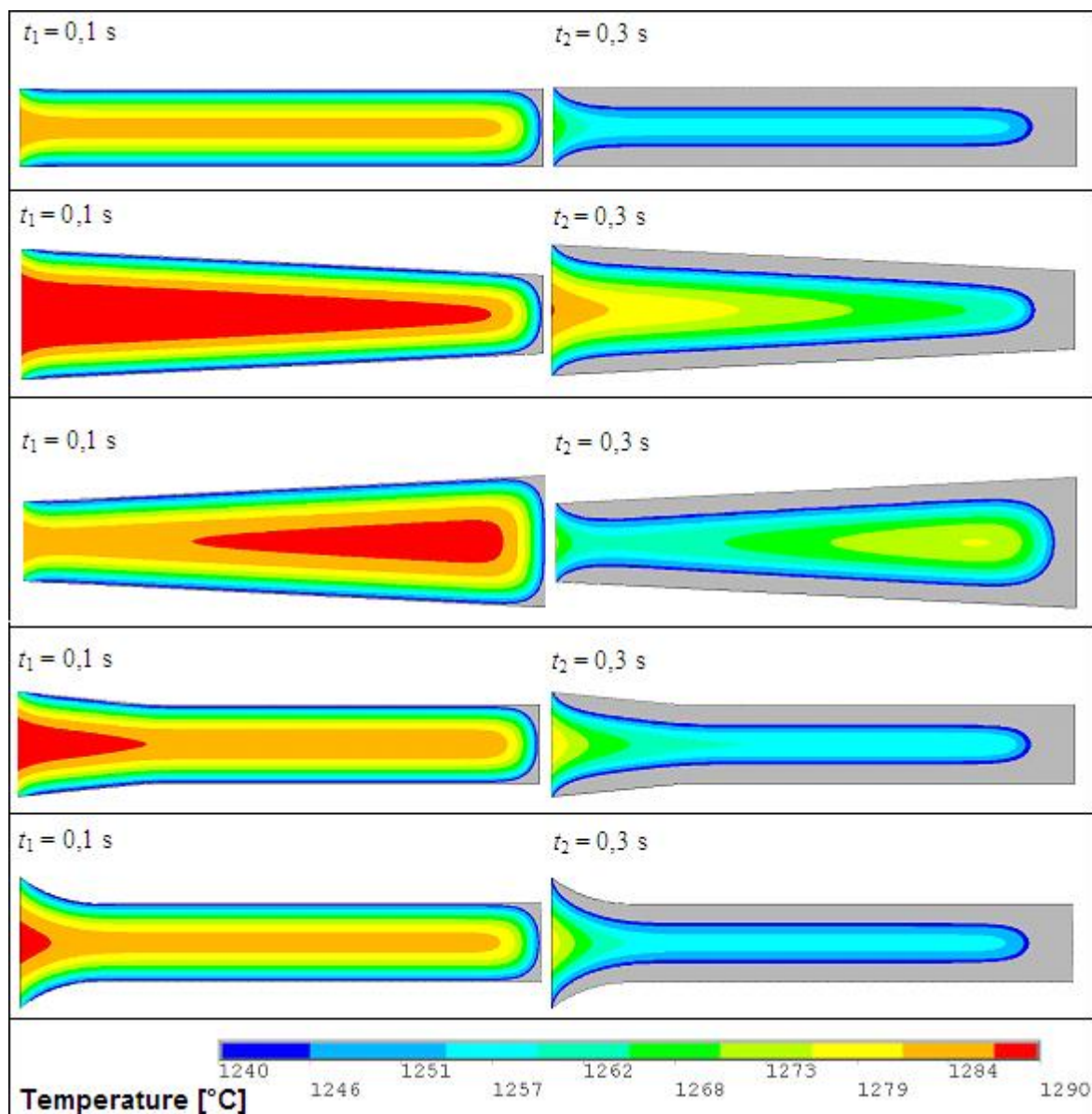
Celkem bylo navrženo pět variant dutin se stejnou délkou, ale jiným tvarem vstupního otvoru a geometrií drážky (Obr. 33). Základní geometrií byla přímá drážka bez vstupního úkosu o délce 20 mm a výšce 3 mm (varianta A). U dalších variant byl zkoumán vliv vstupního průřezu na vyplnění dutiny a schopnost vyplnit rozšiřující se dutinu. Jednalo se o zužující se drážku z počátečních rozměrů 5 mm na 3 mm (varianta B), rozšiřující se drážku, která se naopak rozšiřovala z 3 mm na 5 mm (varianta C). Dále byl testován konický vstupní otvor (varianta D) a vstupní otvor s rádiusy (varianta E). Jako vstupní data materiálových vlastností použité oceli byly použity teplotní závislosti materiálových vlastností. Tyto hodnoty byly spočteny v programu JMatPro pro teplotní rozsah 0 – 1500 °C.



Obr. 33: Navržené tvary dutiny formy

Pomocí simulace byla zkoumána rychlost plnění dutiny v závislosti na geometrii drážky a s tím související rychlost tuhnutí materiálu a schopnost materiálu vyplnit dutinu. Na základě výsledků numerických simulací se ukázalo, že z hlediska plynulosti a rychlosti plnění je nejvhodnější tvar dutiny ve variantě E. Vyplňování dutiny je v tomto případě zcela rovnoměrné.

Dále byla provedena i analýza teplotního pole, která potvrdila, že lze při dostatečné rychlosti tváření komplexně vyplnit dutinu formy všech navrhovaných tvarů, podmínkou je však nutná vysoká dynamika celého procesu (Obr. 34). Již 0,3s od započetí tvářecího procesu dochází k poklesu teploty na hranici solidu. Nejméně vhodná se ukázala dutina ve variantě A, kde je šířka vstupního otvoru a celého kanálu 3mm a s tím související rychlý odvod tepla a varianta C, u které může při malé rychlosti plnění dojít k zatuhnutí kovu již ve vstupním průřezu.



Obr. 34: Rozložení teplotních polí během plnění dutiny v časovém intervalu 0,1s a 0,3s od počátku deformace, teplota 1240°C představuje hranici tuhnutí, šedé oblasti znázorňují ztuhlý kov.

5.4 Konstrukce experimentálního zařízení

Pro výrobu malých součástí mini-thixoformingem bylo nejprve nutno navrhnout vhodné zařízení. Vlastní návrh a konstrukce probíhal tak, aby bylo možno tváření realizovat na termomechanickém simulátoru, který je k dispozici na pracovišti FORTECHu (Obr. 35). Přesto že se jedná o hydraulický stroj, je možné dosahovat pracovní rychlosti až $3 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$ s gradientem zrychlení a zpomalení až $32 \text{ m}\cdot\text{s}^{-2}$. Maximální pracovní síla je 50 kN. Po stanovení základních parametrů zpracování, bylo navrženo zařízení pro technologii na principu příčného stranového vytlačování (Obr. 36).



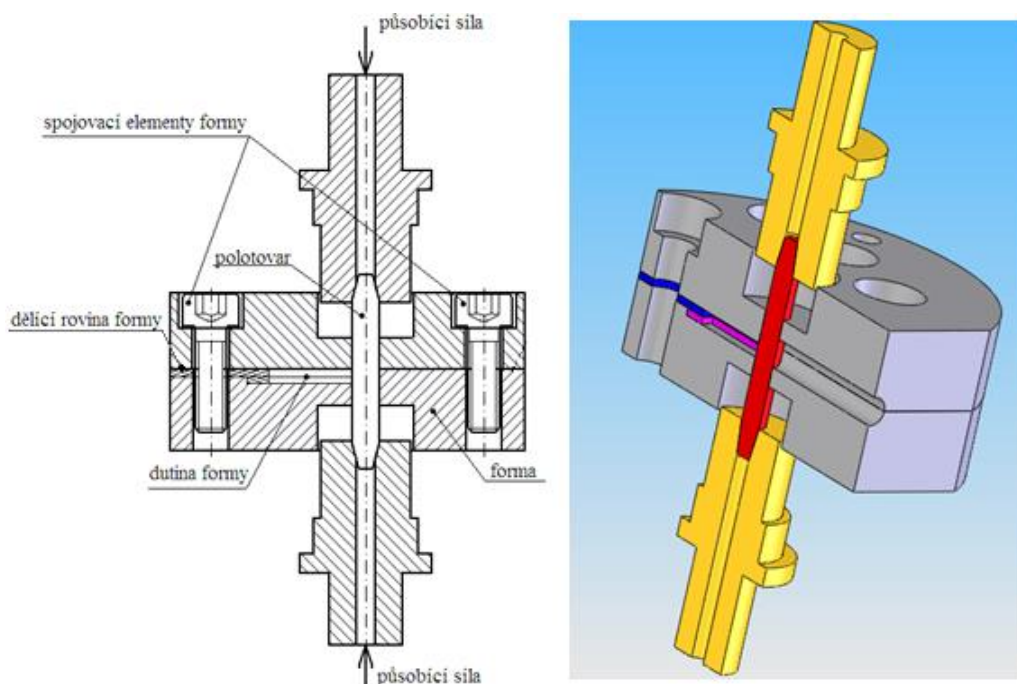
Obr. 35: Termomechanický simulátor

Jeden z klíčových faktorů hrající roli při návrhu zařízení je způsob ohřevu, podle kterého musí být konstrukce zařízení uzpůsobena. Pro natavení materiálu do oblasti mezi solidem a liquidem byl zvolen vysokofrekvenční odporový ohřev, který byl na pracovišti Západočeské univerzity-FORTECHU navržen a následně i sestaven [66]. Tento způsob ohřevu umožňuje provádět ohřev přímo v dutině tvářecí formy, takže odpadá manipulace s nataveným materiálem a současně lze přesněji dodržet a kontrolovat teploty ohřevu a tváření. Proud je do vzorku přiváděn měděnými elektrodami, které jsou chlazeny vodou, aby nedošlo k jejich teplotní deformaci.

Vlastní forma je vyrobena ze slitiny titanu. Tento materiál nabízí dobrou kombinaci mezi pevností, tažností a má vůči oceli také příznivější hmotnost. Má vysokou odolnost vůči korozi v silně oxidických a středně redukčních prostředích. Velmi důležitým požadavkem je nemagnetičnost celé formy, aby nedocházelo k jejímu ohřevu v elektromagnetickém poli.

Pro snadnou manipulaci s nástrojem a jednoduchou manipulaci se zkušebními polotovary byla forma rozdělena na spodní a horní část. Rozměry formy jsou: průměr 80 mm a výška formy 40 mm. Forma se spojuje sedmi spojovacími šrouby M8. Ve spodní části formy jsou vybrání, do kterých jsou vloženy dva plechy tvořící tvarovou dutinu. Výměnou plechů jde jednoduše testovat různé tvary produktů dosažitelné touto technologií. V případě vyjmutí jednoho plechu je možno tuto část dutiny zaslepit, a tím získat rozdílnou tloušťku dutiny v rozmezí 1,5 až 3 mm, do které je následně deformací vtlačena materiál v tixotropním stavu. Maximální délka dutiny formy může být 20 mm.

Teplota polotovaru je kontinuálně snímána a přesně řízena pomocí termočlánku, který je ke vzorku přiveden korundovou trubičkou [67]. Tím je zabráněno přístupu vzduchu do dutiny formy a zároveň výtoku kovu během tváření.



Obr. 36: Schematické znázornění konstrukce a principu formy

Ve formě se také nachází otvor pro vhánění inertního, popřípadě aktivního plynu, aby se zabránilo oxidaci materiálu. Pokud není využito ochranné atmosféry, je vstupní otvor zaslepen.

Vlastní forma pro tváření je namontována do pracovního prostoru termomechanického simulátoru. Díky tomu lze přesně řídit požadovaný deformační průběh při zpracování (Obr. 37).

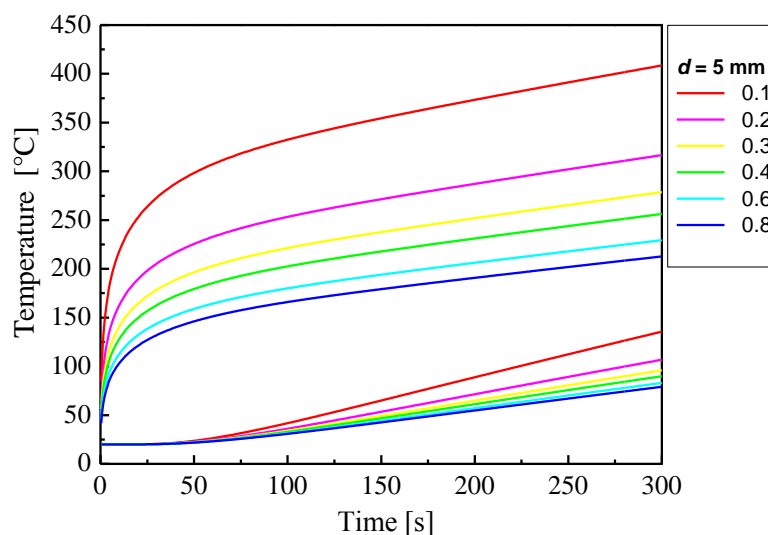


Obr. 37: Forma pro tváření v semi solid stavu a) rozložená forma s příslušenstvím,
b) forma po instalaci do simulátoru

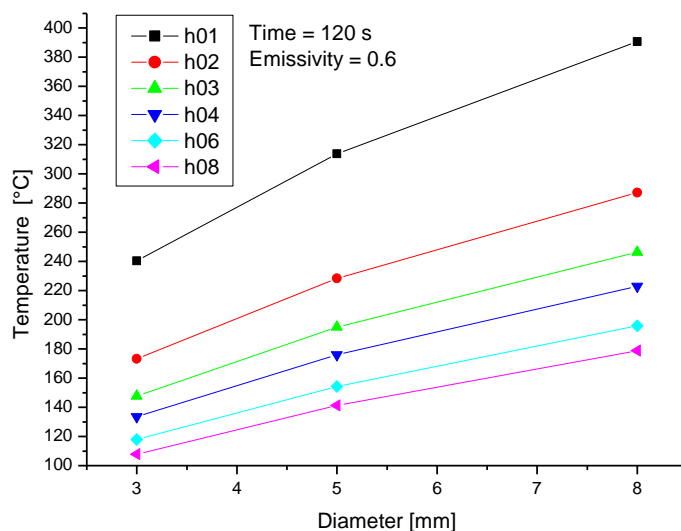
5.4.1 FEM simulace ohřevu zápustky

Pro celý proces tváření je důležité i teplotní ovlivnění vlastní formy. Proto byla provedena FEM analýza teplotního ovlivnění formy během ohřevu vzorku, který bude uložen v ní, na teplotu mezi solidem a liquidem (Obr. 38 – Obr. 40). Byl uvažován výpočet bez odvodu tepla. Simulace byla řešena jako bezkontaktní úloha mezi formou a vzorkem. Pro přenos tepla byl uvažován mechanismus přirozené konvekce a radiace. Aby bylo možno zjistit maximální teplotu povrchu dutiny formy, pro výpočet použita teplota vzorku 1350°C. To zajišťuje dostatečnou rezervu, neboť maximální předpokládaná teplota tváření je 1310°C. Pro výpočet byla použita emisivita $\varepsilon = 0,9$ a $0,6$ [68]. Tyto koeficienty byly stanoveny s ohledem na oxidaci při vysoké teplotě. Pro silně zoxidovanou ocel by emisivita neměla překročit hodnotu $0,9$ [69]. Dále byl variován průměr polotovaru od 3 do 8 mm a mezera mezi ním a povrchem formy od 0,1 do 0,8 mm.

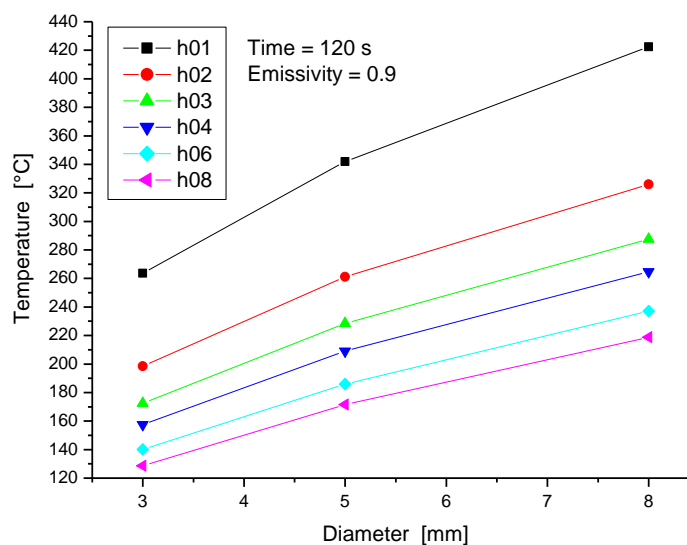
Pomocí simulace bylo zjištěno, že i při nepříznivých podmínkách tj. teplota vzorku 1350°C a mezerou mezi vzorkem a stěnou formy 0,1 mm nedojte po 300 s k ohřátí formy nad 400°C, což je uspokojivá hodnota. Pro reálný experiment byl uvažovaný čas ohřevu 60 – 100s s mezerou mezi vzorkem a stěnou 0,2 – 0,3 mm. V tomto případě by neměla maximální lokální teplota formy přesáhnout 75°C (Obr. 41).



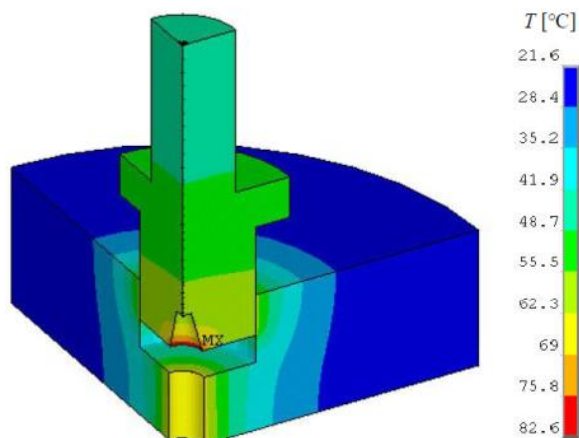
Obr. 38: Vliv mezery mezi vzorkem a formou na ohřev formy při průměru vzorku 5 mm ($\varepsilon = 0,9$), FEM



Obr. 39: Závislost maximální teploty zápusky na průměru polotovaru a šířky mezery při emisivitě zápusky 0,6 (šířka mezery byla variována od 0,1 do 0,8 mm), FEM



Obr. 40: Závislost maximální teploty zápusky na průměru polotovaru a šířky mezery při emisivitě zápusky 0,9 (šířka mezery byla variována od 0,1 do 0,8 mm), FEM

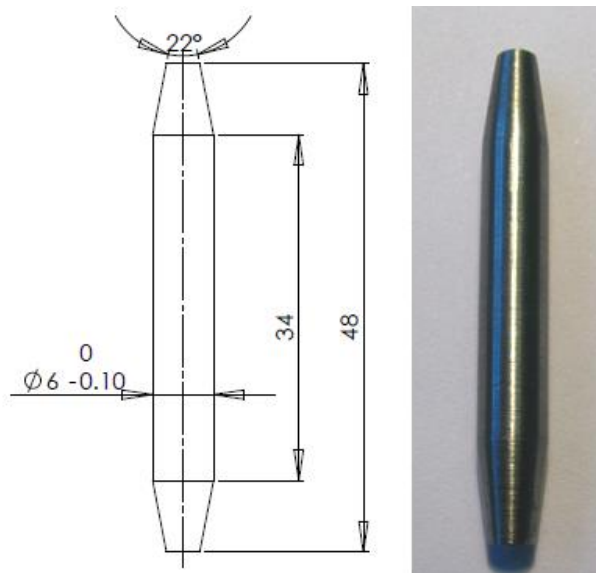


Obr. 41: Spočtené teplotní pole formy a tvářecího nástroje během ohřevu polotovaru na teplotu tváření

5.5 Tváření ve formě

5.5.1 Zkušební těleso pro tixofforming

Pro tváření ve formě byl navržen polotovar válcovitého tvaru s kuželovými konci (Obr. 42). Byly odzkoušeny různé délky těles od 38 mm do 50 mm o průměru 6 mm. Vrcholový kužel byl sražen pod úhlem 11° . Stejný kužel byl vytvořen na dosedacích plochách elektrod. Tím byl zajištěn dokonalý přenos proudu během ohřevu zkušební tělesa.



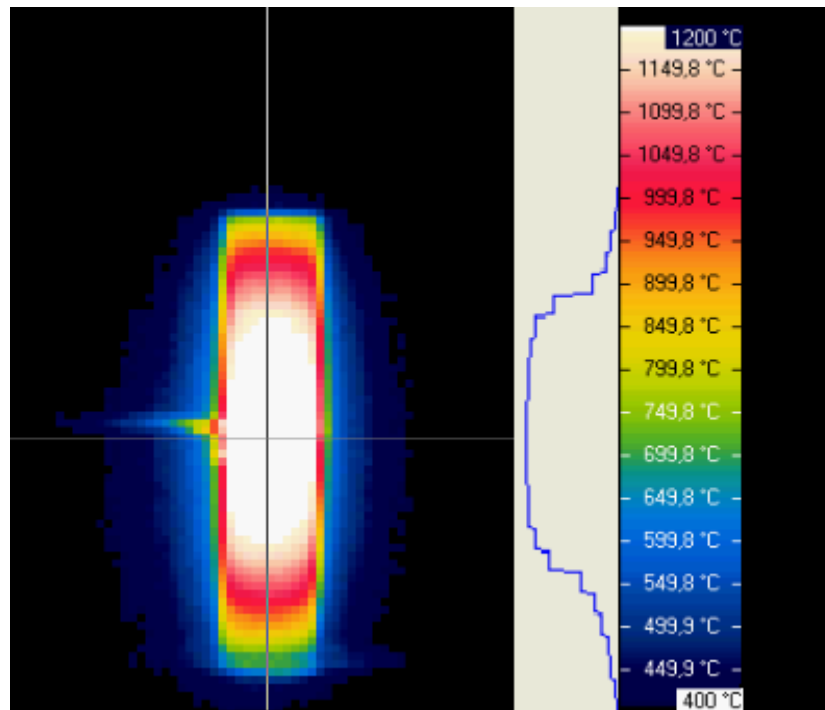
Obr. 42: Zkušební polotovar pro mini-tixofforming

5.5.2 Ohřev zkušební polotovaru bez formy

Na základě zjištěných teplot ohřevu byly provedeny první zkoušky tixotváření. Pro ověření homogenity teplotního pole v závislosti na délce polotovaru byly počáteční pokusy

provedeny bez formy. Polotovar byl upnut přes měděné elektrody do termomechanického simulátoru. Teplota a homogenita pole byla v reálném čase snímána a zaznamenávána termokamerou a následně analyzována (Obr. 43). Teplota ohřevu byla stanovena na 1290°C za 60s. Ze záznamu bylo patrné, že potřebné homogenní pole je dosaženo u vzorků delších než 46 mm, přičemž jako optimální se ukázalo rozmezí 46 – 48 mm. Při této délce bylo nejlepší rozložení teplot i dostatečný podíl nataveného materiálu pro následné vyplnění dutiny formy. Proto byly pro následující experimenty použity polotovary délky 48 mm.

Dále byly odzkoušeny různé rychlosti ohřevu do semi-solid stavu a to od 6 do 300s. Minimální doba pro dosažení požadované teploty ohřevu byla 12 sekund. Pomocí termokamery bylo zjištěno, že i při takto dynamických ohřevech si semi-solid oblast zachovává stejnou délku a homogenitu jako při pomalejších rychlostech ohřevu. Stejně tak výdrž na teplotě ohřevu neměla zásadní vliv na velikost oblasti s homogenním rozložením teplotního pole. Ze záznamu bylo patrné, že aktivní středová oblast má uspokojivou homogenitu teplotního pole. Další zajímavý poznatek byl ten, že se zvyšující rychlostí ohřevu rostla délka semi- solid oblasti. Oproti tomu se s dobou výdrže na finální teplotě prakticky tato semi- solid oblast neměnila.



Obr. 43: Příklad rozložení teplotního pole při ohřevu polotovaru

5.5.3 Tixotváření ve formě s dutinou ve tvaru přímé drážky

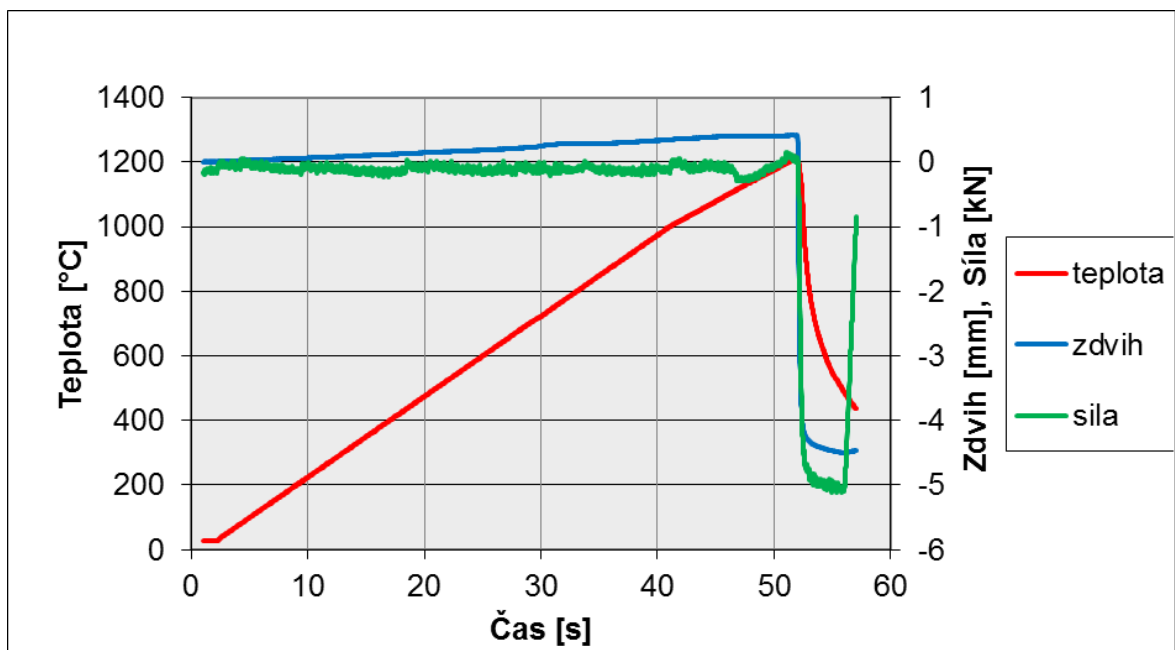
Pro úvodní experimenty byla navržena jednoduchá dutina ve tvaru přímé drážky. Na tomto jednoduchém tvaru byla provedena optimalizace důležitých parametrů procesu. Hlavní parametry hrající roli ve výsledném vyplnění dutiny formy a kvalitě produktu představují vedle rychlosti ohřevu a teploty ohřevu i tvářecí síla a rychlost plnění dutiny. Tvářecí sílu lze plynule měnit od 0 do 50 kN. Rychlost plnění je pak závislá od rychlosti pohybu aktuátoru stroje. Během procesu ohřevu a tváření je kontinuálně snímána teplota,

pohyb pístu, síla a výkon ohřevu s maximální frekvencí snímání 5000 Hz. Záznam hodnot pak může být analyzován a použit k optimalizaci procesu tváření.

Počáteční pokusy tváření byly provedeny s dutinou ve tvaru drážky o délce 20 mm, šířce 5 mm a tloušťce 1,5 mm. Jako výchozí tvářecí parametry byly zvoleny teplota 1290°C a lisovací síla 5 kN. Po odzkoušení těchto parametrů nedošlo k vyplnění dutiny formy a získání požadovaných tvarů (Obr. 44). Analýza záznamu jednotlivých parametrů ukázala, že pravděpodobně došlo k „zamrznutí“ materiálu před tím, než stihl vyplnit celou dutinu formy.



Obr. 44: Příklad neúplného vyplnění dutiny formy, teplota ohřevu 1290°C, tvářecí síla 5kN



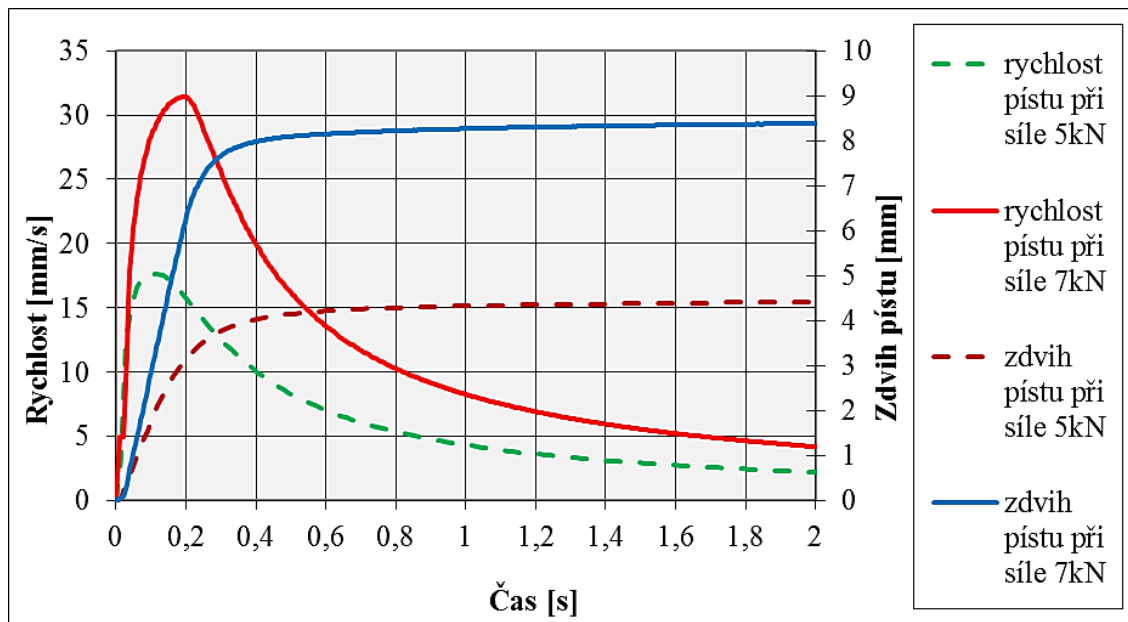
Obr. 45: Ukázka záznamu zpracování v semi-solid stavu

Proto bylo odzkoušeno zvýšení teploty na 1320°C. Po zvýšení teploty bylo dosaženo zlepšení oproti předchozím pokusům, ale tento stav nebyl rovněž dostatečný. Koncová část dutiny stále nebyla vyplněna a povrchová kvalita koncové části produktu byla velmi nízká (Obr. 46). Další zvyšování teploty se již ukázalo jako nemožné. Docházelo při něm k přílišnému roztékání materiálu polotovaru a vlivem segregace k vytékání nataveného kovu

v ose tělesa. Pro zlepšení procesu plnění bylo přistoupeno k zvýšení rychlosti aktuátoru a tím i k zvýšení rychlosti plnění dutiny. Vzhledem k povaze řízení termomechanického simulátoru, je tento krok možný pouze změnou tvářecí síly. Ta byla v následujících experimentech zvýšena na hodnotu 7 kN. To vedlo ke zdvojnásobení rychlosti pohybu pístu během procesu tváření. U předchozí použité síly 5 kN byla dosažena maximální rychlost pístu 17 mm/s v čase 0,1s oproti 32 mm/s v čase 0,2s dosažené při nastavení tvářecí síly 7 kN (Obr. 47). To se ukázalo jako klíčové, neboť dochází k solidifikaci po 0,25s od počátku plnění. V čase 0,4s je již pohyb tvářeného materiálu zastaven a další pohyb pístu byl dán elastickými deformacemi celé soustavy. Navýšení tvářecí síly mělo příznivý vliv na vyplnění dutiny formy, pouze v koncové části dutiny byla zhoršená povrchová kvalita produktu (Obr. 48). Další zvyšování rychlosti se ukázalo jako neúčelné, neboť místo vzniku tixotropního chování docházelo k rozstříku nataveného kovu v ose zkušební vzorku. Při následujících experimentech se dokonce ukázalo jako výhodné poněkud snížit tvářecí teploty. To bylo možné provést až na úroveň 1265°C bez zhoršení zabíhavosti. Naopak za těchto podmínek nedocházelo k vytékání roztaveného kovu v ose vzorku a došlo ke zlepšení povrchové kvality produktu.



Obr. 46: Detail produktu při zvýšení teploty ohřevu na 1320 °C



Obr. 47: Rychlost pohybu aktuátoru a velikost zdvihu v závislosti na použité síle tváření

Dále bylo odzkoušeno zvětšení příčného rozměru drážky z původních 1,5 mm na 3 mm a do dutiny byla umístěna zarážka, čímž bylo provedeno zkrácení dutiny z 20 mm na 14 mm. Při těchto parametrech bylo dosaženo bezvadné vyplnění dutiny formy a kov kompletně kopíroval kontury formy.



Obr. 48: Detail produktu při zvýšení tvářecí síly na 7,5 kN

5.5.4 Inovace tvářecí formy

Při neúspěšných experimentech tváření se projeví nedostatky formy. V případě, že došlo vytečení tvářeného materiálu v ose vzorku, byla velmi obtížná její rozebíratelnost. Proto bylo přistoupeno k optimalizaci formy. Princip příčného vytlačování zůstal zachován stejně jako titanová slitina použitá na výrobu. Nově však byl vnitřek vyroben ze čtyř samostatných dílů, což zajistilo bezproblémové rozebrání formy. Díky této konstrukci není nutno používat lubrikanty umožňující vyjmutí produktu při jeho „zapečení“ ve formě (Obr. 49). Navíc je možno použít pro výstelku různé druhy materiálů s odlišnou tepelnou kapacitou a koeficientem přestupu tepla, a tím ovlivnit výslednou mikrostrukturu tvářeného materiálu. Do budoucna se rovněž počítá s chlazením a ohřevem jednotlivých částí formy. Tím bude možno dosáhnout takzvaných tailored produktů.



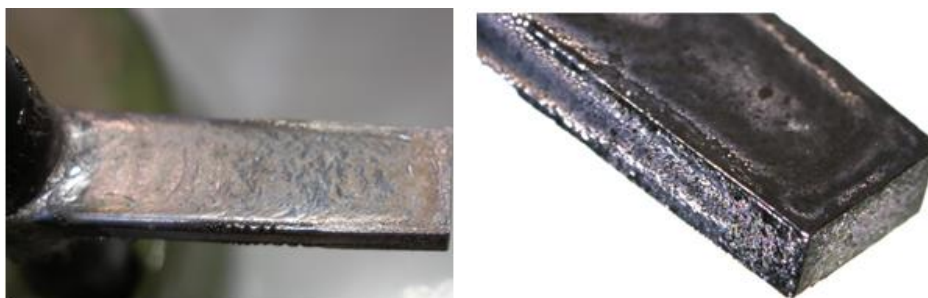
Obr. 49: Rozložená forma po úpravách

Výsledný tvar dutiny byl navržen jako modulární konstrukce pomocí tvarových plechů (Obr. 50). Tloušťka všech plechů byla konstantní 1,9 mm. Přímá drážka byla navržena o délce 25 mm. To je dostatečná délka pro výrobu zkušebních tělísek pro zkoušku tahem a aktivní délkou $A_{5\text{mm}}$. Ostatní tvary demonstrátorů byly navrženy tak, aby byla prověřena schopnost vyplnění dutiny formy různých tvarů, jako je kónická drážka, pravý úhel a zkouška „zabíhavosti“.



Obr. 50: Příklad tvarových vložek pro modulární konstrukci formy

Nalezené parametry tváření optimalizované v předchozích krocích nebylo nutno při použití modifikované formy měnit. U přímé drážky došlo k bezvadnému vyplnění dutiny formy a to včetně ostrých rohů (Obr. 51).



Obr. 51: Příklad produktu vzniklého kvalitním vyplněním dutiny formy

Tvorba produktů různých tvarů

Další experiment byl zaměřen na miniaturizaci výsledného produktu. Vstupní průřez o rozměrech 2,5 x 1,9 mm byl kónicky zúžen na 1,5 x 1,9 mm (Obr. 52). U tohoto tvaru nedošlo již k úplnému vyplnění dutiny formy. V koncové části zůstal nevyplněný prostor zhruba 3 mm.



Obr. 52: Demonstrátor kónický se zužujícího tvaru

V dalším kroku byla dále zkoušena schopnost materiálu vyplnit dutinu formy zúženým vtokovým hrdlem. Za tímto účelem byl navržen demonstrátor kruhového průřezu a tvaru „vačka“ (Obr. 53). Průřez vstupního otvoru byl v obou případech 5x1,9 mm. V obou případech došlo k úplnému vyplnění formy bez defektního povrchu. To ukazuje velký potenciál při realizaci tvarově složitých ploch.



Obr. 53: Příklad demonstrátorů vyrobených ve formě se zúženým vtokovým hrdlem

Metalografické hodnocení struktur

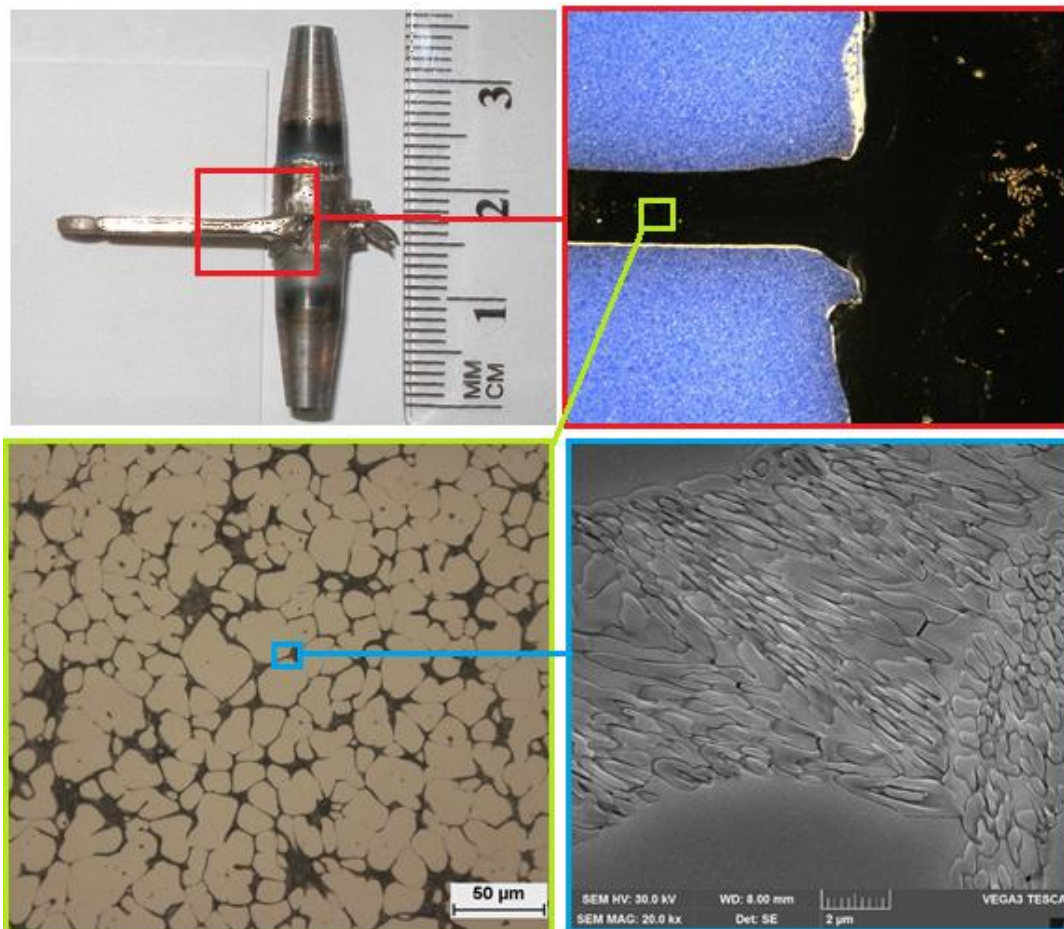
5.5.5 Vývoj mikrostruktury při mini-tixoformingu

Při zpracování materiálu tixoformingem lze, díky specifické povaze procesu, dosáhnout nekonvenčních struktur a to i na konvenčních materiálech. Při tváření pomocí mini-tixoformingu se tento efekt díky vysoké dynamice procesu ještě zvýrazní.

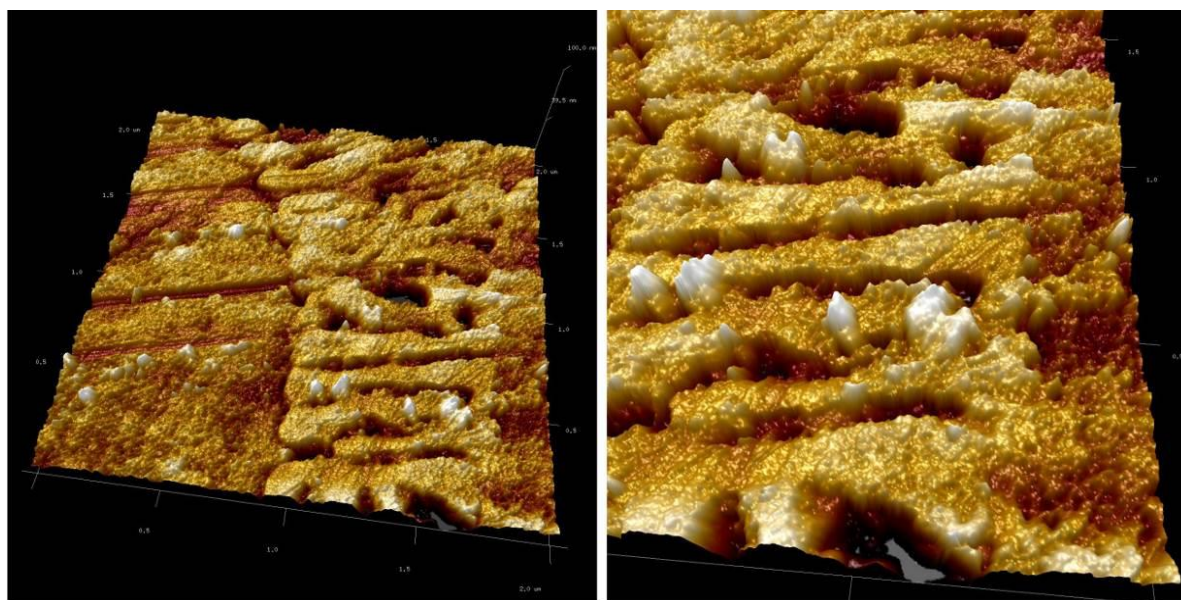
Po mini-tixoformingu oceli X210Cr12 by podle literárních rešerší a předchozích experimentů měla být struktura tvořená převážně austenitem. Jelikož se u této oceli jedná o metastabilní strukturu, byla provedena řada analýz pro její popsání a popsání mechanismu vzniku.

Pro popsání struktury byla nejprve provedena analýza pomocí světelné a elektronové mikroskopie. V ose drážky produktu byla struktura tvořena polyedrickými zrny austenitu ohraničenými jemným síťovím, tvořeným směsí chromových karbidů a austenitu (Obr. 54). Podobnou strukturu jako v ose produktu bylo možné pozorovat i ve středové části výchozího polotovaru, kde došlo k natavení materiálu. Kromě světelné a elektronové mikroskopie byla výsledná struktura analyzována pomocí AFM (Atomic Force Microscopy). Na snímcích

naleptané struktury je patrné vystouplé karbidické síťoví. Zároveň je z detailního snímku patrné, že austenit se nachází i v karbidickém síťoví (Obr. 55). Dá se předpokládat, že toto síťoví vzniklo eutektickou reakcí $L \rightarrow A + M_7C_3$, zatímco polyhedrická zrna austenitu zůstala zachována z fáze ohřevu a homogenizace. Plně austeniticko – karbidickou strukturu také potvrdila nemagnetičnost výsledných demonstrátorů. Výsledná tvrdost struktury byla 332 HV 10.

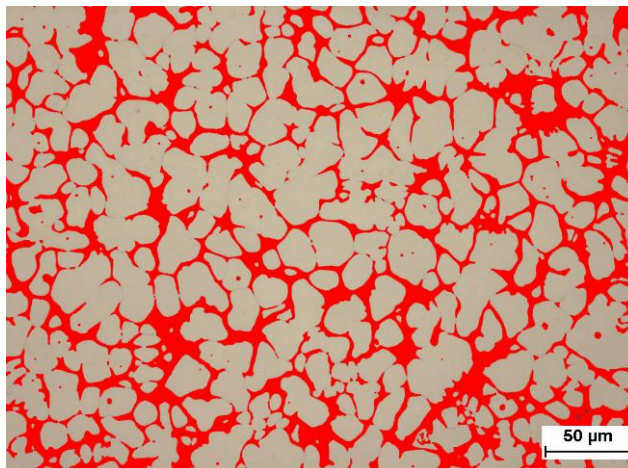


Obr. 54: Struktura oceli X210Cr12 po mini-ti-oxformingu v osové oblasti dutiny formy



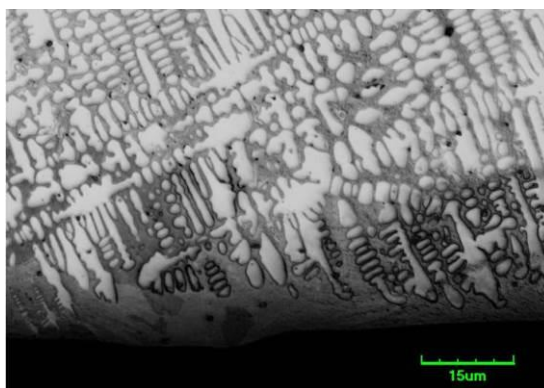
Obr. 55: Snímek mikrostruktury pořízený AFM mikroskopem

Pro stanovení podílu austenitu byla provedena rentgenová difrakční fázová analýza. Průměr z několika měření prokázal ve struktuře 96% austenitu (příloha P2). Plošný podíl polyedrických zrn byl změřen pomocí obrazové analýzy a představoval 80 % (Obr. 56). Přepočtem z RTG difrakce byl stanoven objemový podíl austenitu na 94% [70], [71]. To znamená, že se cca. 14 % austenitu z celkového množství nachází v karbidickém síťoví. Střední velikost polyedrických austenitických zrn byla stanovena pomocí průsečkové metody a činila 21 μm .



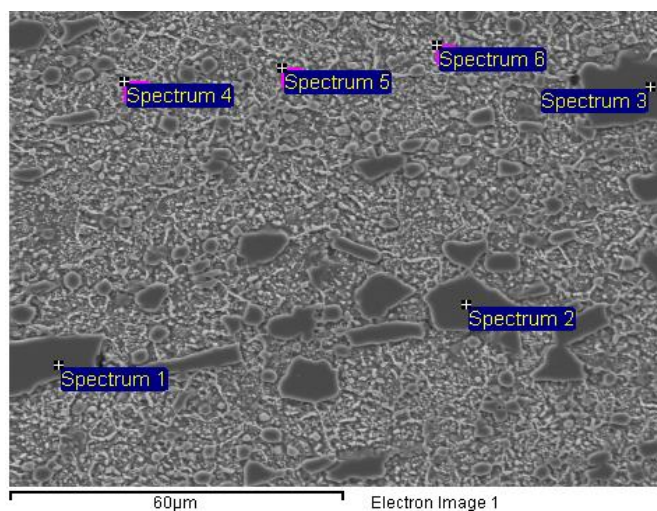
Obr. 56: Naprahovaný snímek pro měření plošného podílu polygonálních austenitických zrn

V některých případech byly ve vybraných místech styku nataveného materiálu s formou pozorovány oblasti velmi jemných dendritických útvarů (Obr. 57). Větší výskyt dendritů pak byl patrný při metalografickém pozorování produktů tvářených při teplotě 1320°C. Tento výskyt dendritů ukazuje již na nevhodnou, příliš vysokou teplotu zpracování.



Obr. 57: Dendritická struktura po okrajích vzorku vzniklá v důsledku příliš vysoké teploty zpracování

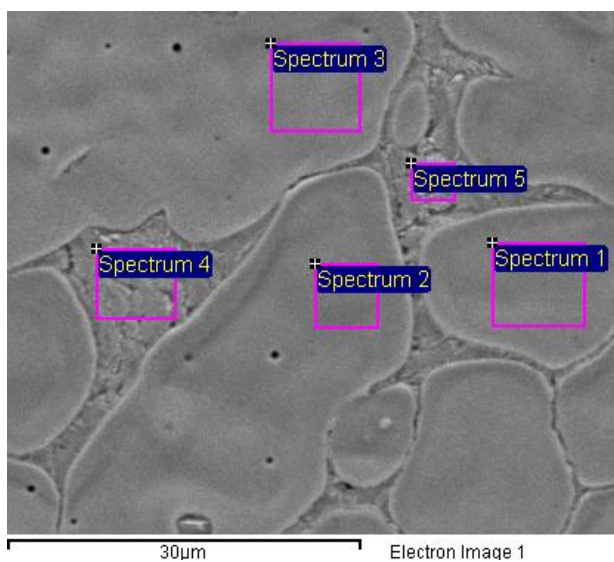
Pro zjištění a porovnání změny lokálního chemického složení ve stavu před a po mini-tixotomingu byla provedena chemická mikroanalýza na skenovacím elektronovém mikroskopu. Měření potvrdilo předpoklad, že v materiálu došlo k přerozdělení chromu. Ve výchozím stavu byla většina chromu koncentrována v primárních karbidech (Obr. 58, Tab. 6), zatímco ve stavu po tixotváření je chrom koncentrován zejména v eutektické fázi a globulární austenitické částice jsou o chrom velmi ochuzeny (Obr. 59, Tab. 7).



Obr. 58: Výchozí stav materiálu – zobrazení oblastí pro chemickou analýzu

Spectrum	Si [%]	Cr [%]	Fe [%]
Spectrum 1	0,18	42.13	44.9
Spectrum 2	-	41.65	46.1
Spectrum 3	0,22	43.06	44.6
Spectrum 4	0,18	9.43	84.0
Spectrum 5	-	10.20	85.5

Tab. 6: Chemické složení ve vybraných oblastech [%hm.]



Obr. 59: Stav po mini-tixoformingu - zobrazení oblastí pro chemickou analýzu

Spectrum	Si [%]	Cr [%]	Fe [%]
Spectrum 1	0,18	8,14	87,32
Spectrum 2		8,60	86,97
Spectrum 3	0,22	8,36	86,81
Spectrum 4	0,18	22,82	59,79
Spectrum 5		22,92	64,27

Tab. 7: Chemické složení ve vybraných oblastech (%hm.)

5.5.6 . Stabilita metastabilního austenitu

Důležitou informací, charakterizující získané struktury, je teplotní a mechanická stabilita austenitu. Proto byly získané struktury vystaveny tepelné a mechanické expozici. Na základě poznatků z předběžných experimentů bylo pro detailní výzkum zvoleno celkem pět různých teplot popouštění. Popouštění bylo provedeno v peci s dobou výdrže 1 hodiny a následného vychlazení na vzduchu. Zároveň byla odzkoušena i stabilita při kryogenních teplotách, která byla zkoušena v tekutém dusíku o teplotě -196°C a stabilita při mechanickém zatížení (Tab. 8).

Druh zpracování	Podíl zbytkového austenitu	Tvrdość HV 10
Vyžiháný stav oceli X210Cr12	-	203
Stav po mini-thixoformingu	96%	332
200°C/1h	95%	375
350°C/1h	96%	461
500°C/1h	89%	443
550°C/1h	5%	757
600°C/1 h	>1%	597
-196°C/1h	89%	366
Deformace zastudena	85%	421

Tab. 8 Vývoj podílu zbytkového austenitu a hodnot tvrdosti při teplotní s mechanické expozici

Při popouštění na teplotě 200°C nedošlo oproti předpokladu k rozpadu austenitu a po jedné hodině výdrže na této teplotě nebyla metalograficky patrná žádná změna ve struktuře. I rentgenovaná difrakční fázová analýza potvrdila zachování původního podílu zbytkového austenitu. Mírný nárůst tvrdosti lze přisoudit precipitaci sekundárních karbidů v síťové obklopující austenit. Na základě tohoto výsledku bylo přistoupeno k dalším experimentům, a to v rozmezí teplot od tekutého dusíku až po 600°C .

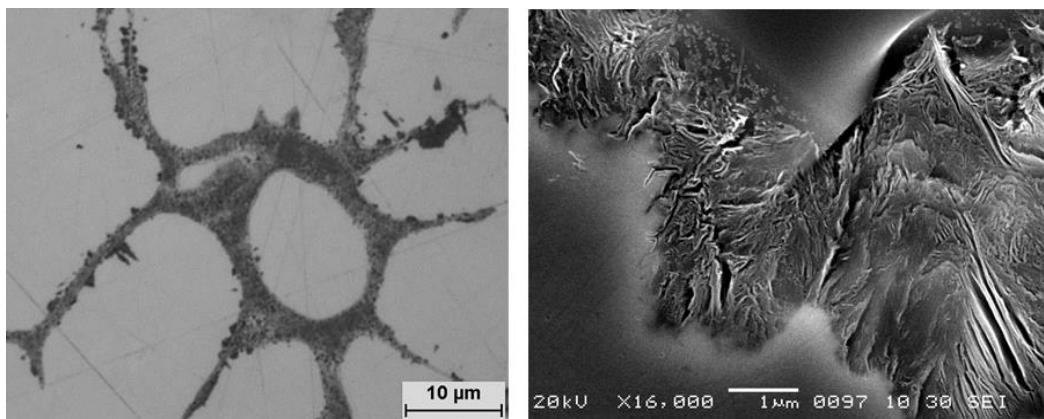
Zvýšení teploty popouštění na 350°C s výdrží 1 hod. rovněž nezpůsobilo viditelné změny mikrostruktury. I podíl zbytkového austenitu zůstal stejný. Byl zaznamenán pouze nárůst hodnoty tvrdosti na 461 HV10, což je o nárůst o více než 20% oproti popouštění na teplotě 200°C. Také v tomto případě lze nárůst tvrdosti přisuzovat precipitaci sekundárních karbidů.

První viditelné změny mikrostruktury byly pozorovatelné od teploty 500°C (Obr. 60). Na hranicích polyedrických zrn docházelo během teplotní expozice k růstu velmi jemného perlitu. Množství vzniklého perlitu bylo velmi malé a i RTG difrakční analýza potvrdila zachovaný téměř 90% podíl austenitu. Hodnota tvrdosti se oproti předchozí teplotě expozice výrazně nezměnila.

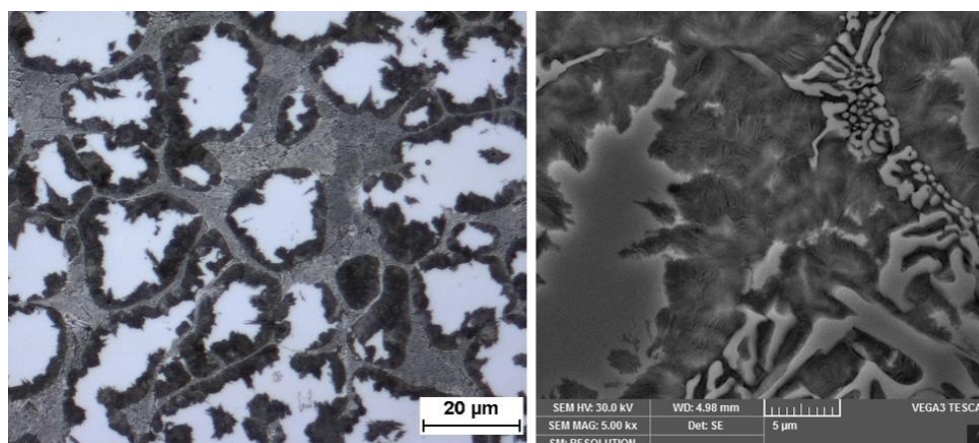
Při teplotě 550°C byl růst perlitu již mnohem výraznější (Obr. 61). Zárodky troostitických růžic vznikaly na rozhraní polyedrických austenitických zrn. Ve světlých středových oblastech těchto zrn byla změřena mikrotvrdość 790 HV 0.05, která ukazuje na přítomnost martenzitu. To naznačuje i celková tvrdost, která dosáhla 757 HV10. Rozpad metastabilního austenitu ve struktuře dokládají i výsledky RTG analýzy, kterou bylo naměřeno pouze 5% austenitu. Rozpad austenitu byl pravděpodobně způsoben změnou obsahu uhlíku, který během tepelné expozice difundoval na hranice zrn a přispěl k tvorbě perlitu.

Po dalším zvýšení teploty na hodnotu 600°C došlo během ohřevu a následné hodinové výdrže k úplnému rozpadu austenitu. Výsledná mikrostruktura byla tvořena perlitem obklopeným karbidickým síťovým (Obr. 62). Změna struktury z převážně martenzitické struktury s karbidickým a troostickým síťovým na perlit s karbidickým síťovým způsobila i výrazné snížení hodnoty tvrdosti na 597 HV10.

Při zkoušení stability austenitu v kryogenních teplotách byl jako chladicí medium použit kapalný dusík. Metalografické pozorování po tomto zpracování odhalilo martenzitické jehlice napříč austenitickými zrny (Obr. 63). I přes nízkou teplotu zpracování nebylo díky vysokému obsahu uhlíku v austenitu dosaženo výrazného podkročení teploty M_s a ve struktuře zůstalo zachováno téměř 90% zbytkového austenitu. Při kryogenních teplotách nedošlo k precipitaci sekundárních karbidů v síťovi, což s vysokým podílem zbytkového austenitu ve struktuře vysvětluje poměrně nízkou výslednou tvrdost.

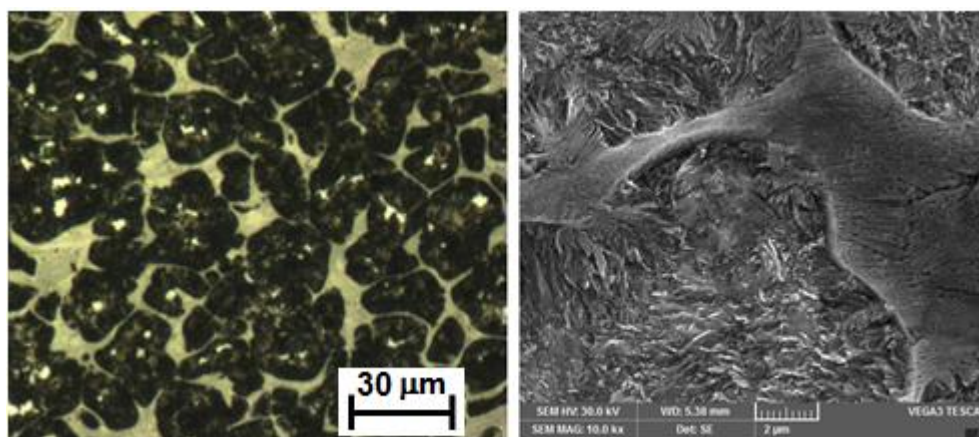


Obr. 60: Struktura po mini-tixoforingu popouštěná při 500°C/1h

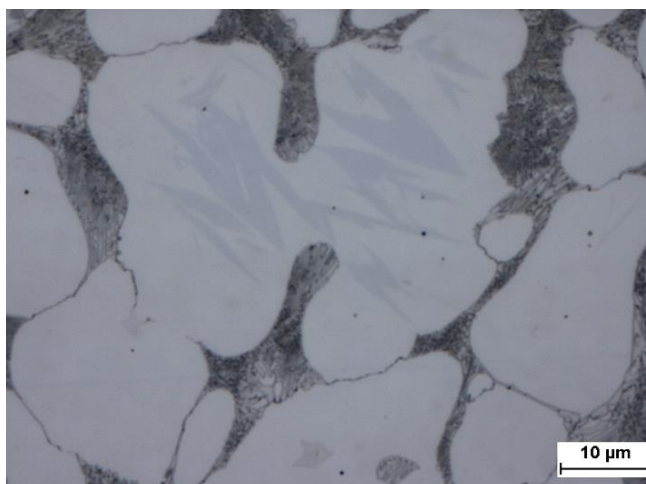


Obr. 61: Struktura po mini-tixoformingu popuštěná při 550°C/1h

Mechanická stabilita austenitu při plastické deformaci byla zjišťována při pokojové teplotě pomocí zvyšování přítláčné statické síly až do okamžiku, kdy došlo ke vzniku prvních trhlin na povrchu. Metalografická analýza neukázala žádné patrné změny v mikrostruktuře materiálu. Difrakční analýzou však bylo zjištěno snížení podílu zbytkového austenitu na 85%. Lze předpokládat, že snížení podílu austenitu ve struktuře bylo způsobeno deformačně indukovanou martenzitickou přeměnou. Fázovou přeměnou a deformačním zpevněním bylo pravděpodobně způsobeno i zvýšení hodnoty tvrdosti na 421 HV10, což je 89 HV10 více než u výchozího stavu po tixo zpracování.



Obr. 62: Struktura po mini-thixoformingu popuštěná při 600°C/1h



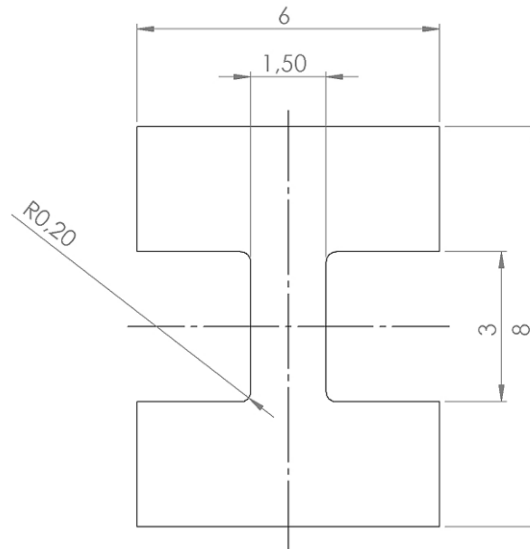
Obr. 63: Struktura po mini-tixoformingu po zpracování v tekutém dusíku, $-196^{\circ}\text{C}/1\text{h}$

5.5.7 Stanovení mechanických vlastností

Nová technologie mini-thixoforming prokázala svůj velký potenciál při tváření oceli v semi-solid stavu. Pro průmyslové aplikace je však důležitým faktorem stanovení mechanických vlastností. Vzhledem k malým rozměrům vzniklých demonstrátorů musela být hledána metodika, pomocí které lze zjistit mechanické vlastnosti na takto malých dílech.

5.5.7.1 Zkouška tahem

Pro informaci byla nejprve provedena zkouška tahem dle ČSN EN ISO 6892-1 na základním stavu materiálu. Při ní byla změřena mez pevnosti R_m 695 MPa s tažností 17%. Hodnota $R_{p0,2}$ byla 319 MPa. Ze stejného stavu materiálu pak byly vyrobeny a odzkoušeny vzorky pro zkoušku tahem s aktivní délkou 5 mm. Mez pevnosti v tomto případě dosáhla 655 MPa, což představuje 7% rozdíl. Mez kluzu $R_{p0,2}$ vyšla s podobnou odchylkou a to 341 MPa. Největší rozdíly při tomto způsobu porovnání bývají v tažnosti. Ta se zejména u houževnatých materiálů může lišit až o desítky procent. V tomto případě však došlo k vysoké shodě, neboť změřená tažnost dosáhla 19%. Při realizaci zkoušek ve stavu po tixoformingu se však ukázalo, že i vzorky s aktivní částí 5 mm jsou příliš velké a nevhodné pro odběr z vyrobených demonstrátorů. Proto byla navržena a vyrobena speciální zmenšená tělesa s aktivní délkou 2,6 mm pro zkoušku tahem (Obr. 64). Tato zkušební tělesa byla z demonstrátorů vyříznuta pomocí drátořezu s nízkou energií a ve speciálním přípravku ztenčena na potřebnou tloušťku na brusce. Pro porovnání byly vzorky stejných rozměrů vyrobeny i ze základního stavu materiálu. Vzhledem k malým rozměrům vzorků byla tažnost při zkoušce měřena pomocí optického systému ARAMIS [72]. Z vyhodnocení výsledků vyplynulo, že po přechodu přes semi-solid stav je materiál v tahu podle očekávání značně křehký. U zkušebních těles docházelo k praskání těsně nad hranicí meze kluzu $R_{p0,2}$ (Obr. 65).

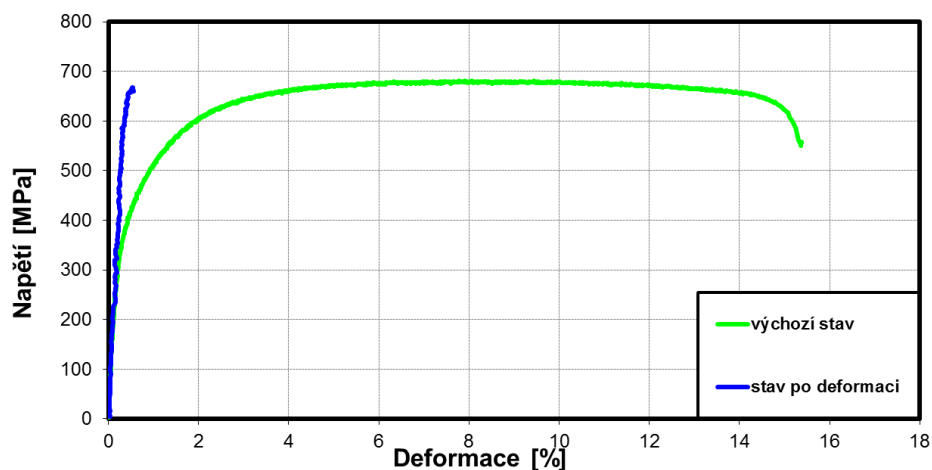


Obr. 64: Miniaturní vzorek pro zkoušku tahem

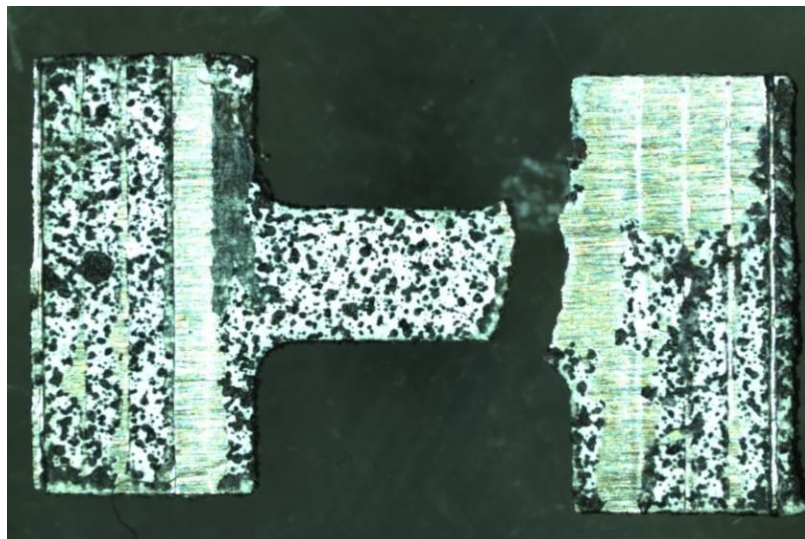
Navíc vlivem zvýšené vrubové citlivosti a technické nemožnosti dosáhnout v miniaturním vzorku absolutně sousého zatížení, byl lom iniciován vždy v rádiu nebo v jeho těsné blízkosti (Obr. 66, Obr. 67). Naměřené výsledky mají tedy spíše informativní charakter, zejména pak hodnoty tažnosti a kontrakce (Tab. 9). Z porovnání meze kluzu je však patrné, že došlo k jejímu výraznému nárůstu.

stav	E	R _{p0,2}	R _{t0,5}	R _m	A _g	A _{2,6mm}	Z
	[GPa]	[MPa]	[MPa]	[MPa]	[%]	[%]	[%]
výchozí	212	385	412	685	9,1	17,2	25,4
po tixoformingu	180	662	655	670	0,2	1,2	0,3

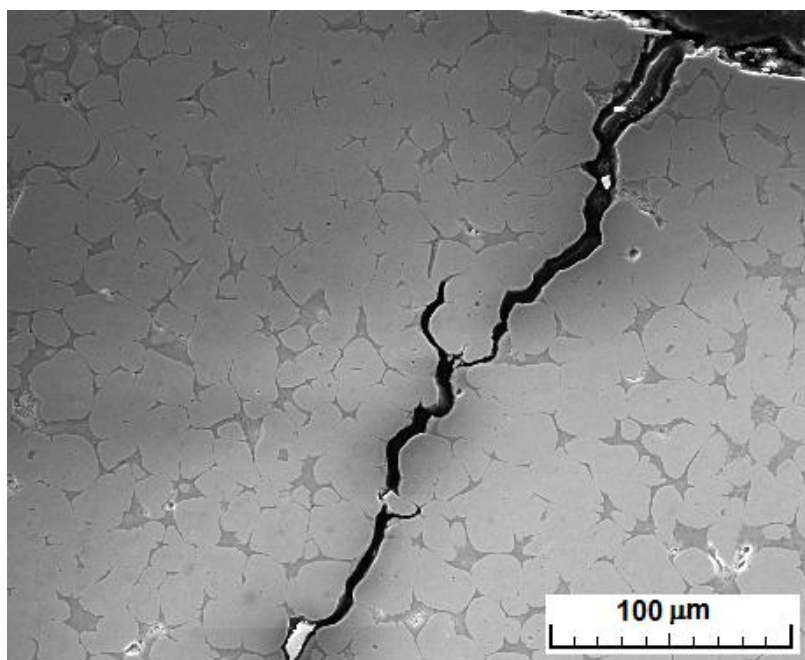
Tab. 9: Výsledky zkoušky tahem na před a po mini-tixoformingu



Obr. 65: Porovnání výchozího stavu a stavu po zpracování v semi-solid stavu zkouškou tahem



Obr. 66 Zkušební těleso po zkoušce tahem s rastrem pro šedostní korelaci



Obr. 67: Detail interkrystalického lomu po zkoušce tahem

5.5.7.2 Zkouška tlakem

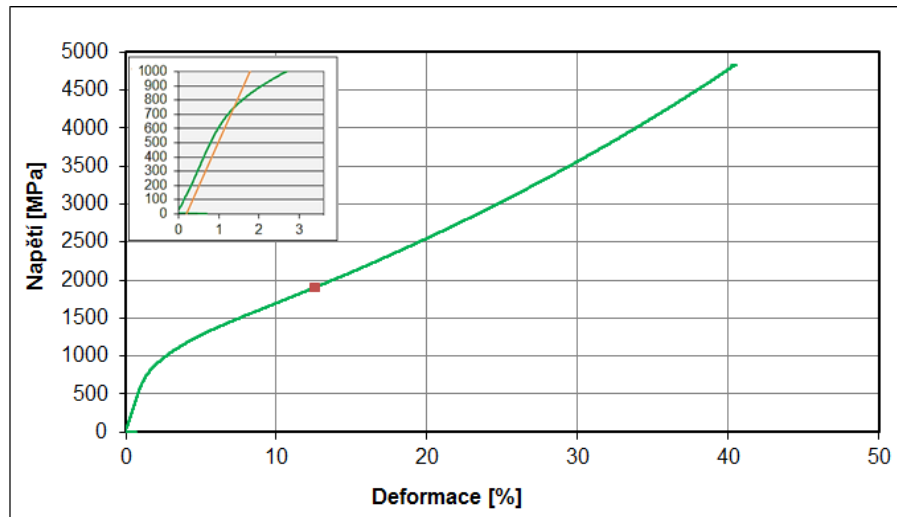
Vzhledem k neúspěšným pokusům a velmi omezeným možnostem zkoušky tahem pro uvedenou aplikaci, byla pro stanovení dalších mechanických vlastností zvolena zkouška tlakem. Ta má pro tyto materiály větší technickou relevanci i vypovídací hodnotu. Praktické využití materiálu je předpokládáno zejména pro tlakové, eventuálně abrazivní opotřebení.

Zkouška tlakem byla provedena na válečcích o rozměrech $\varnothing 5 \times 5$ mm. Pro zjištění kvazistatických i dynamických vlastností byla zkouška provedena třemi různými rychlostmi zatěžování (Tab. 9) Přesto že materiál ve stavu po tixoformingu jevil při zkoušce tahem vysokou křehkost, nedošlo kromě rychlosti deformace 10^2 s^{-1} při zatěžování tlakem k porušení

ve skluzové rovině. Po překročení meze kluzu docházelo k takřka lineárnímu nárůstu napětí (Obr. 68). Proto byla jako srovnávací parametr mezi jednotlivými režimy zvolena mez kluzu v tlaku $R_{p0.2}$.

Stav	Rychlost deformace [s^{-1}]	Mez kluzu v tlaku [MPa]
Výchozí	10^{-2}	395
	1	399
	10^2	459
Po tixoformingu	10^{-2}	775
	1	782
	10^2	868

Tab. 10: Výsledné hodnoty meze kluzu v tlaku pro jednotlivé rychlosti deformace



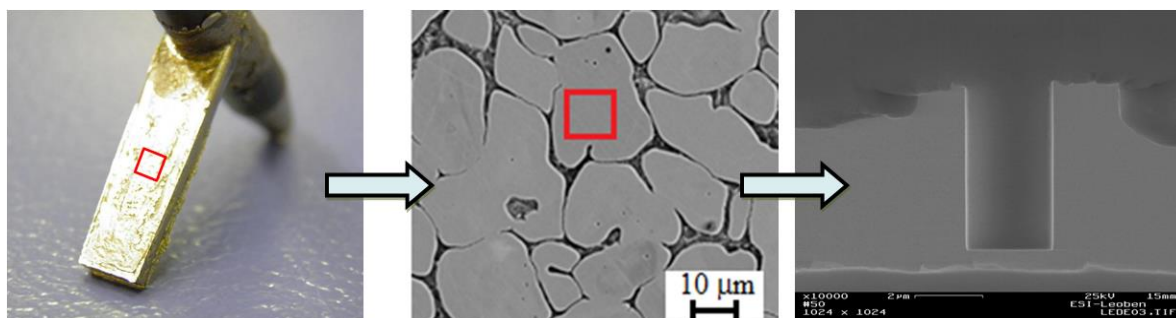
Obr. 68: Závislost napětí a deformace v tlaku s detailem vyhodnocení $R_{p0.2}$

5.5.8 Stanovení lokálních vlastností jednotlivých fází

5.5.8.1 Micro-compression test

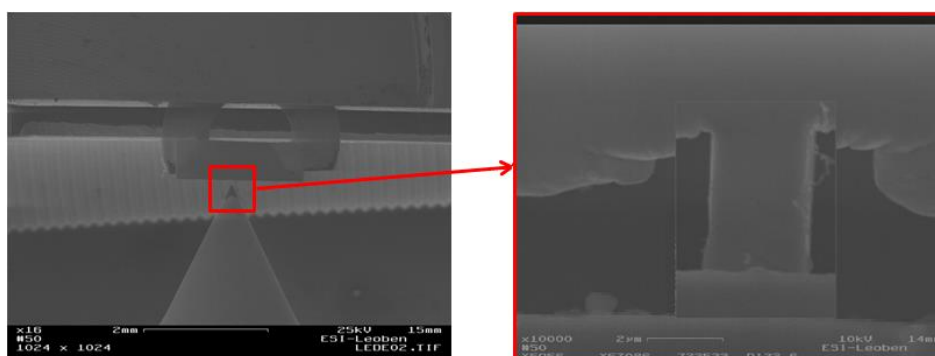
Pro zjištění lokálních vlastností polyedrických útvarů austenitu byla provedena unikátní zkouška tlakem na objemu materiálu v řádech kubických μm . Aby mohly být selektivně odzkoušeny mechanické vlastnosti pouze austenitu bez vlivu ledeburitického síťoví, byla s využitím SEM vybrána z polyedrického zrna austenitu vhodná oblast. Z ní pak byl následně vyříznut pomocí FIB (Focus Ion Beam) polotovár zkušebního tělesa. Jedna strana zůstala ukotvena ve vstupním polotovaru a při stlačování sloužila k manipulaci a jako nástroj (Obr. 69). Takto připravený polotovár zkušebního tělesa byl po vyříznutí iontově doleštěn pro dosažení co největší geometrické přesnosti. Finální rozměry tělesa pro zkoušku byly:

2,4 x 2,2 x 4,9 μm .

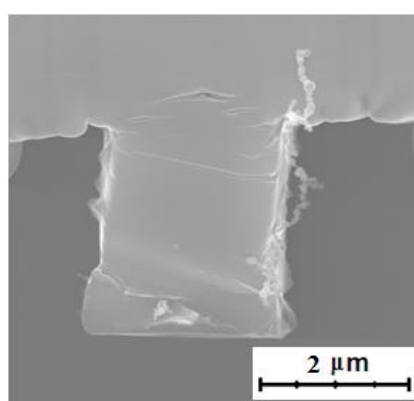


Obr. 69: Příprava zkušební tělesa pro mikro- tlakovou zkoušku.

Vlastní komprese byla provedena na experimentálním zařízení v institutu Ericha Schmidta Rakouské akademie věd v Leobenu [74]. Během experimentu byla zaznamenávána síla, dráha a zároveň byl opticky snímán průběh zkoušky s frekvencí 5 snímků/s (Obr. 70). Rychlost nástroje byla $0,005 \mu\text{m/s}$, což dopovídalo hodnotě rychlosti deformace $3,34 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. Komprese vzorku probíhala do velikosti deformace $\varphi = 0,77$. Při této hodnotě došlo k výrazné viditelné disipaci deformace ve vzorku vlivem lokalizace deformace do skluzových pásů (Obr. 71). Do tohoto okamžiku byla deformace poměrně rovnoměrná [75].



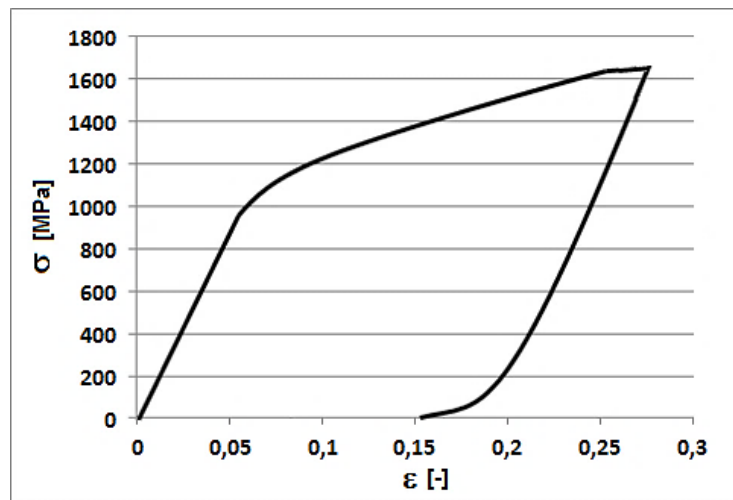
Obr. 70: Detailní pohled na průběh zkoušky v komoře mikroskopu



Obr. 71: Zkušební těleso po tlakové deformaci, $\varphi = 0,77$

Z naměřených dat byl sestaven diagram napětí – deformace. Z něj je patrný lineární nárůst napětí do hodnoty 1000 MPa. To představuje poměrně vysokou hodnotu elastické únosnosti austenitické fáze. Při hodnotě nad 1000 MPa již dochází k plastické deformaci. Plastická deformace pokračovala rovnoměrně do hodnoty 1600MPa. Nad touto hranicí již počalo docházet ke vzniku skluzových pásů, což se projevilo nevýrazným poklesem nárůstu pevnosti. Při odlehčování je pak patrná hystereze zkoušeného materiálu.

Maximální síla během zatěžování dosáhla při deformaci 1,49 μm hodnoty 8,84 μN , což odpovídá pevnosti 1667 MPa. V důsledku lokalizace deformace byla při tomto stlačení zkouška ukončena. Ani při tomto stupni deformace však nedošlo k úplné destrukci zkušebního tělesa. Poměrné rozšíření vyhodnoceno nebylo, neboť zkouška probíhala na vzorku čtvercového průřezu.



Obr. 72: Napěťovo-deformační charakteristika austenitické struktury

5.6 Možnosti modifikace struktur

Protože byla vzniklá struktura po mini-tixoformingu natolik nekonvenční, byl další experiment zaměřen na hledání podmínek a parametrů, které by umožnily získání dalších unikátních struktur a jejich modifikací. Tato část experimentálního programu byla zaměřena na zjištění vlivu rychlosti ochlazování, době výdrže na semi-solid teplotě, deformace pod hranicí semi-solid stavu a dalších variant a parametrů tepelného zpracování. Z hlediska velikého rozsahu byl experimentální program rozdělen do 3 fází, kde byly jednotlivé vlivy zkoumány odděleně na závitových tyčích bez formy. V první fázi se jednalo o vliv doby výdrže a rychlosti ochlazování ze semi solid stavu, druhá fáze byla zaměřena na vliv deformace vložené těsně pod hranicí solidifikace a v třetí fázi byly zkoumány možnosti dalšího tepelného zpracování.

5.6.1 Vliv rychlosti ochlazování ze semi-solid stavu a doby výdrže na vývoj struktury

V první fázi byl zjišťován vliv rychlosti ochlazování ze semi-solid stavu na vývoj mikrostruktury. Jednalo se zejména o ovlivnění tvorby struktury při přechodu ze semi-solid fáze do tuhého stavu. Za tímto účelem byly navrženy 3 strategie chlazení. Parametry ohřevu a teplota byly převzaty z předchozích experimentů, tj. ohřev po dobu 60s na teplotu 1265°C. U prvního režimu bylo aplikováno kalení vodou a to z teploty ohřevu 1265°C až na RT.

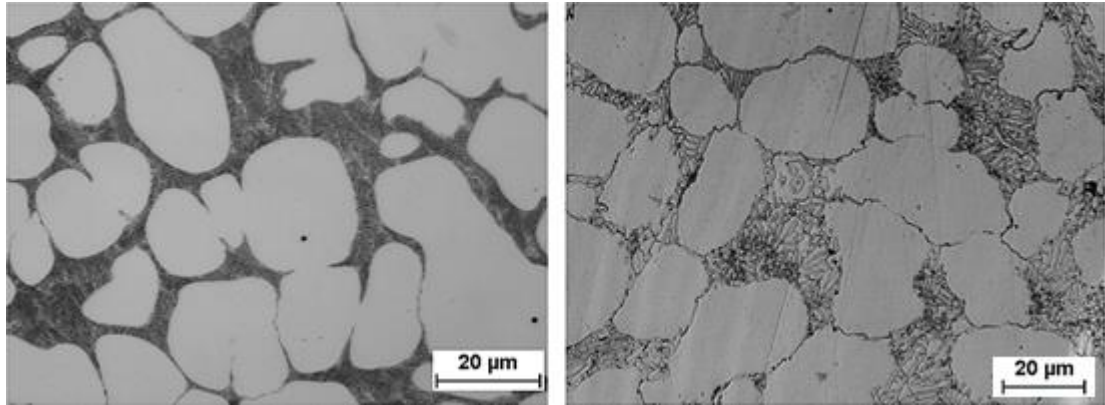
Počáteční rychlost chlazení byla v tomto případě 200°C/s. Rychlost chlazení byla konstantní zhruba do teploty 850°C. Tato rychlost se řádově blíží chladnutí produktů ve formě. U režimu 2 bylo provedeno volné chlazení na vzduchu z teploty ohřevu až na teplotu okolí s počáteční rychlostí 12°C/s. Těchto rychlostí lze dosáhnout při tváření do předeřtáté formy. U režimu 3 bylo odzkoušeno řízené ochlazování rychlostí 1°C/s.

V dalších režimech byl zkoumán vliv výdrže na semi solid teplotě. To je důležité zejména v případě pokud by byla technologie tixoformingu aplikována na objemnější polotovary. Doba výdrže na semi-solid teplotě by pak byla důležitá při homogenizaci teplotního pole. Chlazení bylo stejnou rychlostí jako u režimu 1, tj. 200°C/s. Doby výdrže na teplotě byly stanoveny na 60, 300 a 600s.

	Teplota ohřevu [°C]	Prodleva na teplotě [s]	Rychlost ochlazování [°C/s]	Tvrdość HV10	Podíl austenitu [%]	Velikost austenitického zrna [μm]
Režim 1	1265	10	200	324	95	21
Režim 2	1265	10	12	308	95	21
Režim 3	1265	10	1		88	21
Režim 4	1265	60	200	330	95	22
Režim 5	1265	300	200		95	27
Režim 6	1265	900	200		96	36

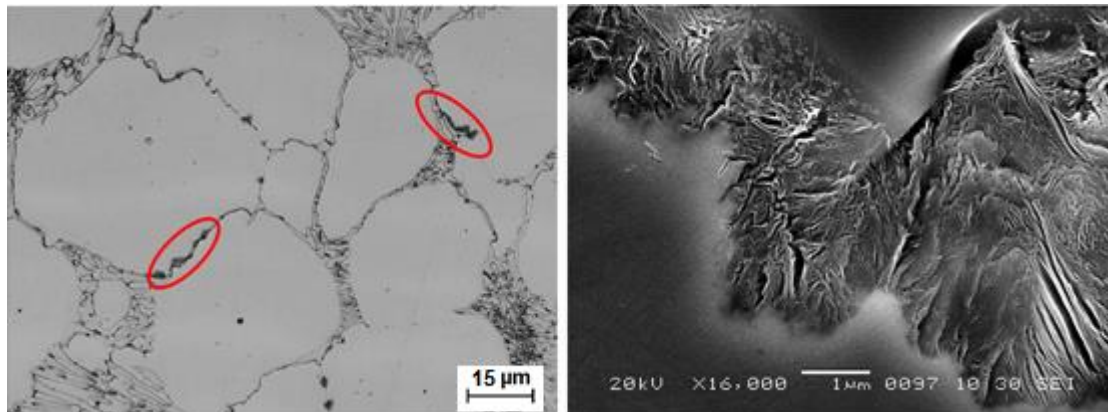
Tab. 11: Parametry jednotlivých režimů první fáze experimentu a dosažené výsledky

U režimu 1 byla podle očekávání získána struktura tvořena austenitickými zrny obklopených směsí karbidického síťoví. Obsah austenitu dosáhl podle měření rtg. difrakcí 95%. Při volném vychlazení na vzduchu z teploty ohřevu 1265°C (režim 2) byla struktura morfologicky podobná. Byla tvořena opět austenitickými zrny obklopenými ledeburitickým síťovím. Lamely, které tvoří toto síťoví, však byly o poznání hrubší (Obr. 73). Velikost austenitických zrn byla však v obou případech shodná a to 21 μm. Rychlost ochlazování dále ovlivnila i hranice zrn, které nejsou hladké, ale jsou více členité a provázané se síťovím. Obsah austenitu byl v obou případech shodný a dosahoval 95%. Zhrubnutí ledeburitického síťoví se projevilo mírným poklesem hodnoty tvrdosti a to z 324 HV30 na 308 HV10.



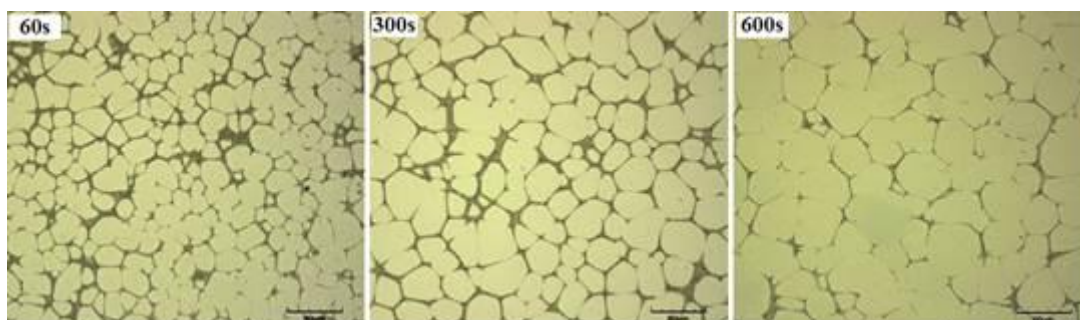
Obr. 73: Porovnání mikrostruktury s rychlostí ochlazování 200°C/s (vlevo) a 12°C/s (vpravo)

V případě řízeného ochlazení rychlostí 1°C/s u režimu 3 došlo k dalšímu zhrubnutí karbidického síťoví. Velmi pomalá rychlost ochlazování dále způsobila i počátek rozpadu austenitu. Na hranicích zrn došlo k rozpadu austenitu na velmi jemný troostit. Detail z řádkovacího elektronového mikroskopu potvrdil počátek rozpadu austenitu nejen po hranicích primárních austenitických zrn, ale i austenitu uloženého v ledeburitickém síťoví (Obr. 74). Velikost těchto zárodků nepřesahuje $10\ \mu\text{m}$. Díky tomu nebyl pozorován ani výrazný pokles podílu austenitu ve struktuře, kde ho zůstalo zachováno 88%.



Obr. 74: Počínající rozpad austenitu jemný perlit při rychlosti ochlazování 1°C/s

U režimu 4 byl zkoumán vliv výdrže na semi-solid teplotě. Po prodlevě 60s došlo jen k nevýraznému nárůstu zrna a to na průměrnou hodnotu $22\ \mu\text{m}$ ve srovnání se standardní výdrží 10s používanou v předchozích případech. Při prodloužení této doby na 300 s došlo k dalšímu zhrubnutí a to na $27\ \mu\text{m}$. Po prodlevě 600s byla dosažena průměrná velikost zrna dokonce $36\ \mu\text{m}$. Zajímavým fenoménem je, že ke zhrubnutí zrna dochází na úkor podílu karbidického síťoví. U 60s výdrže byl plošný podíl polyedrických austenitických zrn 80%, což je stejná hodnota, jak u stavu s 10s výdrží. U 300s výdrže byl změřen podíl 85% a u 600s výdrže dokonce 91%. Ke zhrubnutí austenitu pravděpodobně došlo při výdrži na semi-solid teplotě a to na úkor taveniny.



Obr. 75: Vývoj struktury v závislosti na době výdrže na semi-solid teplotě

5.6.2 Vliv deformace po přechodu přes semi-solid stav

V druhé fázi experimentu byl zkoumán vliv deformace po přechodu přes semi-solid stav (Tab. 12). Cílem bylo rozdrobit vznikající ledeburitické síťoví, které je hlavní příčinou křehkosti materiálu, a získat jemnozrnnou strukturu s minimalizovaným ohraničením karbidicko-austenitickým síťovím. Deformačně-teplotní průběh režimu se skládal z ohřevu do semi-solid stavu na teplotu 1265°C, 10 s výdrže, rychlého ochlazení na teplotu tváření, kde byla provedena deformace a volného vychlazení na vzduchu. Celkem byly zvoleny tři teploty deformace: 1150°C (režim 7), 1050°C (režim 8) a 900°C (režim 9). Celková velikost logaritmické deformace byla vždy stejná a to $\varphi = 3,13$. Deformace se skládala z jedné tlakové deformace o velikosti $\varphi = 0,7$, na kterou plynule navázala inkrementální deformace v kombinaci tlak-tah provedené ve 3 krocích. Tváření bylo provedeno za dobu 4 s. Během deformace došlo u všech režimů k poklesu teploty o cca. 45°C.

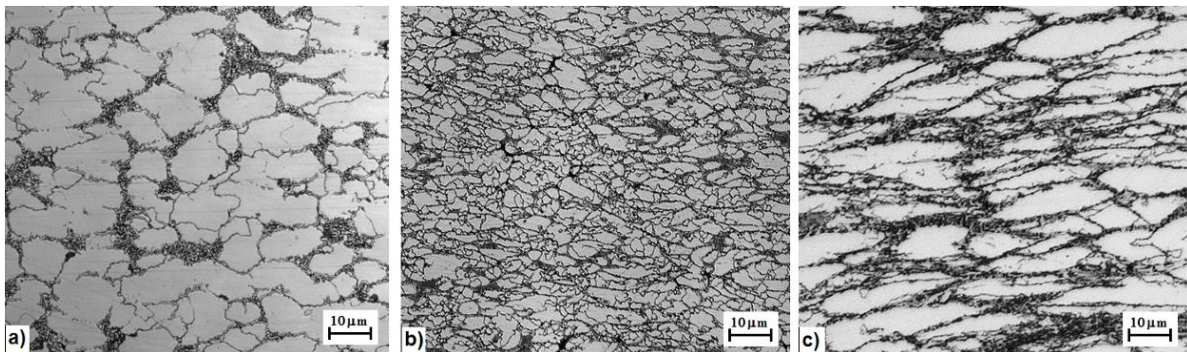
	Teplota ohřevu [°C]	Rychlost ochlazování [°C/s]	Teplota tváření [°C]	Vložená deformace Φ [-]	Výsledná tvrdost HV10	Podíl austenitu [%]	Velikost austenitického zrna [μm]
Režim 7	1265	12	1150	3,13	363	91	15
Režim 8	1265	12	1050	3,13	443	92	3.5
Režim 9	1265	12	900	3,13	464	-	-

Tab. 12: Parametry zpracování a výsledky při zjišťování vlivu deformace pod semi-solid oblastí na výslednou strukturu

V případě režimu 7, kdy byla vložena deformace při teplotě 1150°C, což je 72°C pod teplotou křivky solidu, došlo k výrazné změně charakteru struktury. Ve struktuře již nebyla zachována polyedrická zrna austenitu obklopená síťovím. Karbidicko-austenitické síťoví vytvářelo spíše shluky mezi rozdrobenými zrny austenitu (Obr. 76a). Obsah austenitu ve struktuře zůstal prakticky nezměněn a to 95%. Změnou morfologie struktury a rozložením fází došlo k mírnému nárůstu tvrdosti a to na hodnotu 363 HV10 oproti stavům bez deformace. Obrazovou analýzou byla stanovena průměrná velikost austenitického zrna na 15 μm , což je pokles o 6 μm v porovnání s režimy bez deformace.

V případě režimu 8 byla snížena teplota deformace na 1050°C. Austenitická zrna byla výrazně rekrystalizována a jejich průměrná velikost dosáhla hodnoty 3 μm (Obr. 76b). Odlišná morfologie byla pozorována i na karbidickém síťoví, které nebylo po hranicích zrn, ale bylo rovnoměrněji rozprostřeno ve struktuře. Výsledky ukazují, že struktura byla deformována již v plně solidifikovaném stavu a vloženou deformací došlo jednak k výrazné rekrystalizaci a zjemnění struktury, ale rovněž i k rozdrobení karbidického síťoví a jeho rovnoměrnějšímu rozložení ve struktuře. Hodnota tvrdosti stoupla na hodnotu 443 HV 10.

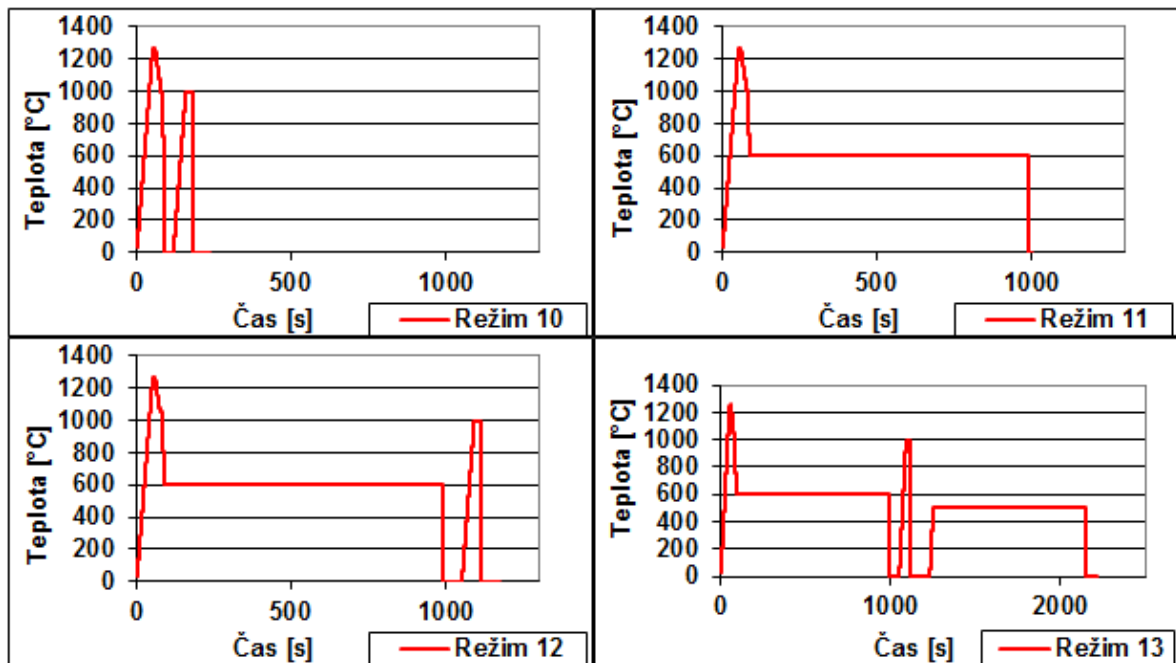
Další snížení teploty deformace až na 900°C u režimu 9 způsobilo výraznou orientaci zrn vlivem deformace a jejich protažení (Obr. 76c). Zpevnění materiálu vlivem deformace se projevilo zvýšením hodnoty tvrdosti na 464 HV 30. Velikost austenitických zrn nebyla měřena z důvodu výrazné orientace a protažení zrn v jedné ose.



Obr. 76: Vliv různé teploty deformace na vývoj mikrostruktury a) deformace při 1150°C (režim 7), b) deformace při 1050°C (režim 8), c) deformace při 900°C (režim 9)

5.6.3 Vliv deformace a následného tepelného zpracování

Třetí fáze experimentu byla zaměřena na možnosti získání dalších struktur po přechodu přes semi-solid stavu a následného tepelného zpracování (Obr. 77, Tab. 13). Z předchozích fází experimentu bylo zjištěno, že nejlepšími výsledky, tedy zjemnění zrna a částečného rozdrobení síťoví bylo dosaženo v režimu 8, který tvořil základ pro následující zpracování. Společným prvkem všech režimů byl ohřev na teplotu 1265°C za 60 s. Následovalo ochlazení na teplotu 1050°C. Na této teplotě byla provedena inkrementální tlaková deformace o celkové velikosti $\phi = 3,13$. U režimu 10 bylo po provedení volného ochlazování na vzduchu na RT provedeno rychlé ohřátí polotovaru na teplotu 1000°C s výdrží 10 s. Cílem bylo zjistit stabilitu austenitu při dynamickém ohřevu, popř. dosáhnout rozpadu austenitické struktury. Režim 11 byl po fázi ohřevu a deformace složen z volného dochlazení na teplotu 600°C s 900 s prodlevou a volného vychlazení na RT. Cílem bylo ověřit, zda dojde k úplnému rozpadu austenitické struktury a podpořit během žhání precipitaci sekundárních karbidů chrómu. Režim 12 byl proveden stejně jako režim 11, ale po ochlazení na RT byl proveden opětovný ohřev na na teplotu 1000°C s 10 s výdrží a zakalením do vody. U režimu 13 bylo po ohřevu do oblasti austenitu odzkoušeno ochlazení na teplotu 500°C. Cílem bylo podpořit precipitaci velmi jemných karbidů a odstranit hrubé primární karbidy chrómu.

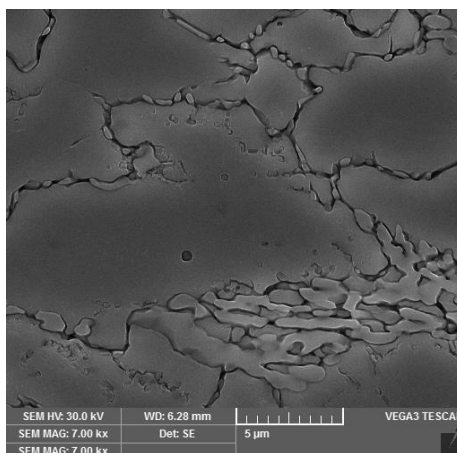


Obr. 77: Schematické znázornění průběhu teplot při zpracování

	Teplota ohřevu [°C]	Teplota I. popouštění [°C]	Výdrž na teplotě [s]	Teplota II. ohřevu [°C]	Výsledná tvrdost HV10	Podíl austenitu [%]
Režim 10	1265	1000	10	-	467	85
Režim 11	1265	600	900	-	434	
Režim 12	1265	600	900	1000	800	30
Režim 13	1265	600	900	1000	840	-

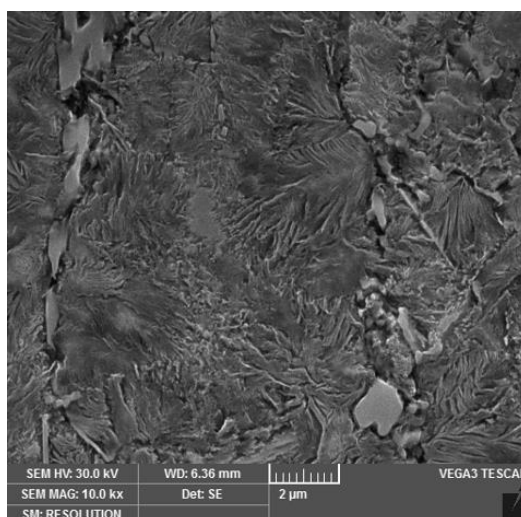
Tab. 13: Parametry zpracování a výsledky třetí fáze experimentu

V případě režimu 10 nedošlo oproti předpokladu k transformaci austenitu na perlitickou strukturu, ale zůstala zachována rekrystalizovaná austeniticko-karbidická struktura. Přestože nebyly pozorovány optickým ani elektronovým mikroskopem rozdíly v mikrostruktuře (Obr. 78), RTG difrakce však ukázala, že obsah zbytkového austenitu klesl na 85%. Zároveň došlo k mírnému zvýšení tvrdosti oproti režimu bez popouštění a to na 467 HV10.



Obr. 78: Režim 10 - rekrytalizovaná austenitická struktura, obklopená ledeburitem

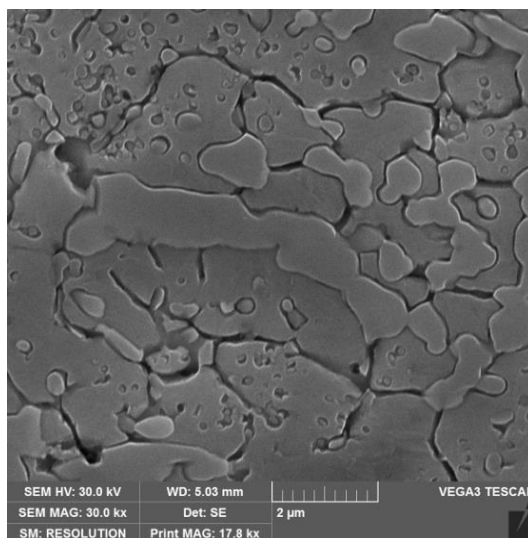
Výsledná struktura u režimu 11 byla tvořena jemnou perlitickou fází s dispergovanými karbidy chromu. Perlitické lamely byly dlouhé řádově několik μm , jejich tloušťka se pohybovala kolem 100 nm. Ve struktuře bylo však stále možno pozorovat primární karbidy chromu obklopující hranice původních austenitických zrn (Obr. 79). Díky předchozí vložení deformaci byly tyto karbidy homogenně dispergovány ve struktuře. Tvrdost dosáhla 434 HV10. Zbytkový austenit nebyl RTG fázovou difrakcí detekován.



Obr. 79: Režim 11 - perlitická struktura s primárními karbidy chromu po hranicích původních austenitických zrn

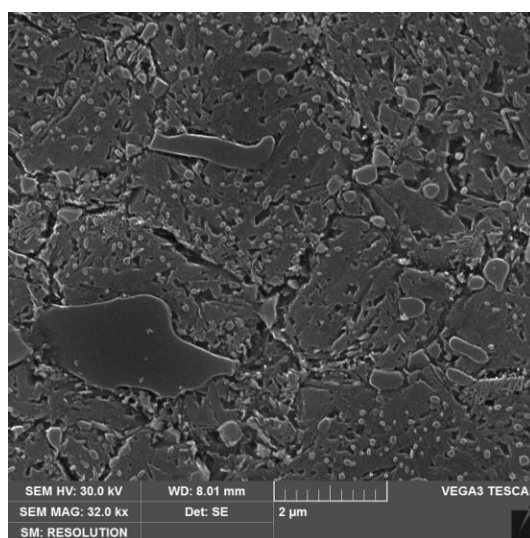
U režimu 12, kdy po ochlazení na teplotu okolí následoval ohřev do jednofázové austenitické oblasti s volným vychlazením na vzduchu, byla získána zcela odlišná struktura od konvenčně dosahovaných mikrostruktur. Díky ohřevu nad teplotu A_{c3} došlo k opětovné austenizaci struktury. Při následném ochlazení došlo k částečnému rozpadu austenitu na martenzitickou strukturu a vyloučení karbidů chromu (Obr. 80). Ve struktuře však zůstalo zachováno 30% zbytkového austenitu. Také v tomto případě byly nalezeny zbytky karbidů chromu po hranicích původních austenitických zrn. Tvrdost takto zpracovaného materiálu se

pohybovala okolo 800 HV 10. Takto výrazný nárůst tvrdosti oproti ostatním režimům byl způsoben právě vznikem martenzitu při ochlazování z teploty austenitizace.



Obr. 80: Režim 12 - austeniticko-martenzitická struktura s karbidy chrómu

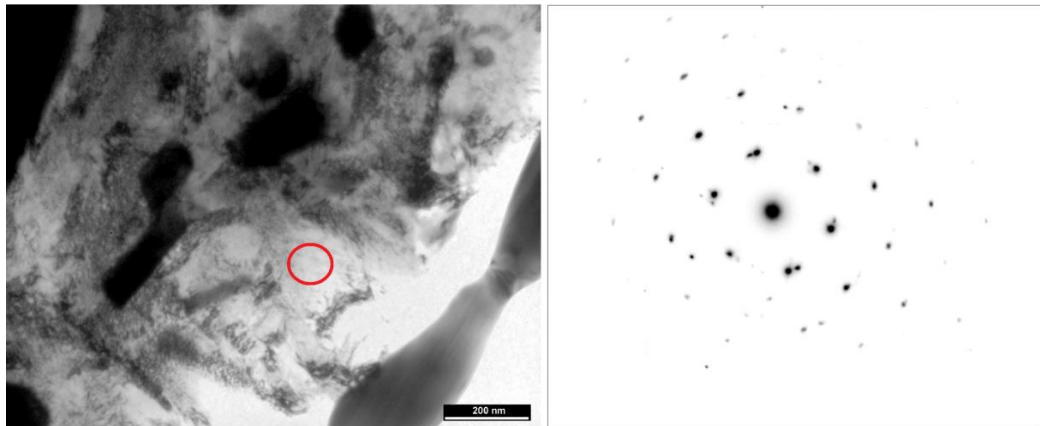
U posledního zkoušeného režimu 13 byl ve finální fázi zpracování proveden ohřev na teplotu 1000°C, po kterém byla při ochlazování zařazena výdrž na teplotě 500°C s cílem rozpadu zbylého austenitu. Během této prodlevy došlo nejen k rozpadu zbytkového austenitu na jemný jehlicovitý martenzit, ale i k precipitaci karbidů ve formě globulárních částic rovnoměrně rozptýlených v mikrostručtuře (Obr. 81). Všechny tyto jevy se promítly do zvýšení tvrdosti na hodnotu 846 HV 10. Protože je tato struktura natolik neobvyklá, byla provedena transmisní elektronová mikroskopie pro její detailní analýzu.



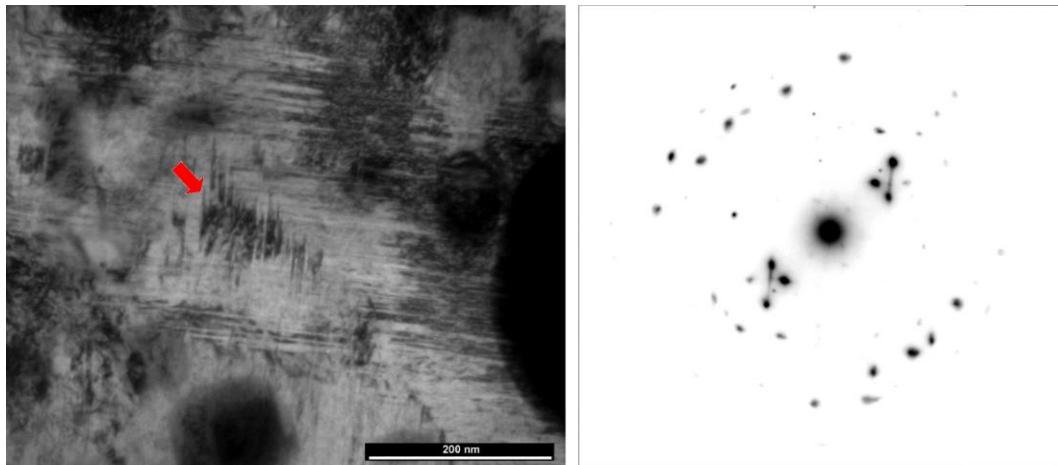
Obr. 81: Režim 13 – Austenitická matrice s martenzitem, precipitáty chrómu a primárními chromovými karbidy

5.6.3.1 TEM režimu 13

Ze zpracovaného materiálu byly vyrobeny fólie o tloušťce 60 - 70 μm a průměru 3 mm, které byly elektrolyticky leštěny (85 ml ethanol, 11,5 ml HClO_4 , 3,5 ml glycerín) pro dosažení transparentní tloušťky vhodné pro TEM analýzu. Po vizuální analýze otvoru ve fólii po elektrolytickém leštění bylo pozorováno, že fólie nebyla odlešťována rovnoměrně ale v určitých oblastech struktury se materiál odlešťoval prvotně kolem oblastí, které se i po elektrolytickém leštění jevíly stabilní či minimálně ztenčené. To dokazovalo přítomnost více fází ve struktuře o rozdílné tvrdosti, z nichž výrazně tvrdší fáze se v mnoha oblastech nedoleštila na tloušťku vhodnou pro difrakční analýzu [76]. Nejprve byla selekční elektronovou difrakcí s aperturní clonou (SAED) analyzována matrice. Ta byla identifikována jako feritická s mřížkovým parametrem 0,287 nm (Obr. 82). Místy byly pozorovány jemné jehlice martenzitu, které nebyly delší než 100 nm. (Obr. 83).



Obr. 82: Oblast matrice zvolená pro SAED a difraktogram vybrané oblasti - feritická matrice zonální osa $z \approx [1\ 1\ 1]$



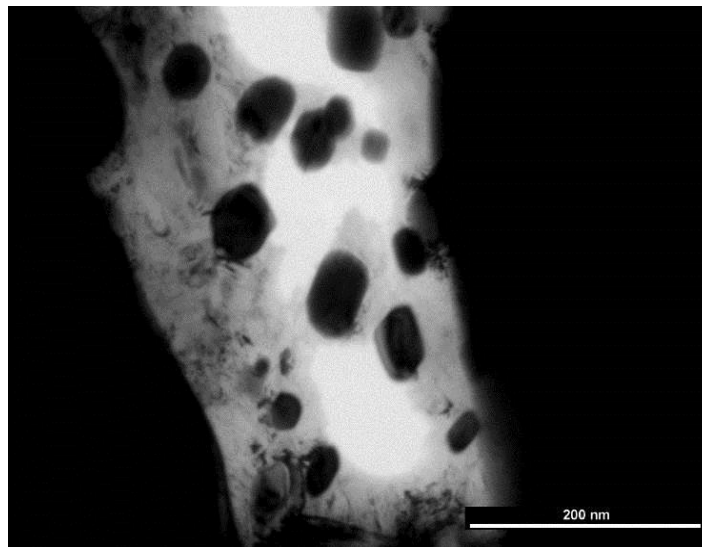
Obr. 83: Lokální přítomnost martenzitu ve struktuře – zobrazení ve světlém poli, difraktogram martenzitu (zonální osa $z \approx [1\ 3\ 3]$)

Karbidické částice ve struktuře lze rozdělit na několik druhů. Nejhrubší s velikostí v řádech μm jsou nepravidelného tvaru a byly identifikovány jako chromové karbidy typu

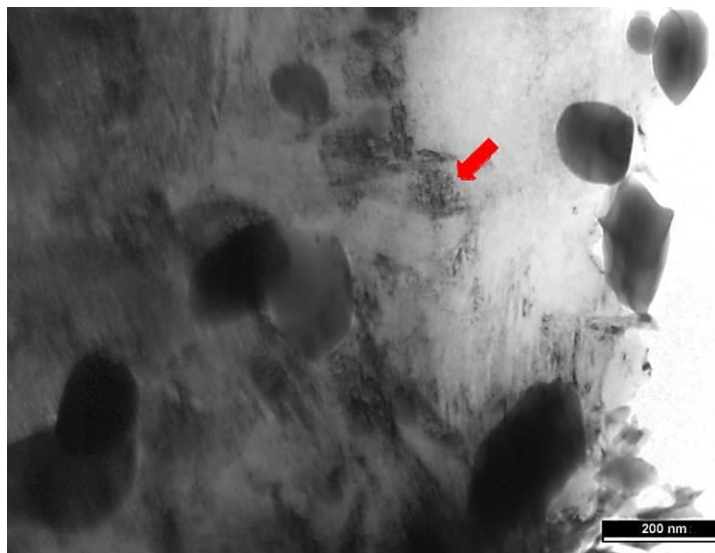
M_7C_3 . Tyto karbidy vznikly přímo z taveniny během solidifikace a vlivem vložené deformace došlo k jejich disperzi do struktury.

Dále byly ve struktuře pozorovány částice převážně oválného nebo obdélníkového tvaru se zaoblenými rohy o velikosti v rozmezí 50 – 100 nm vyskytující se uvnitř feritických zrn i v prostorách mezi hrubými částicemi tvořícími síťoví (Obr. 84). Také tyto karbidy byly identifikovány jako M_7C_3 . Z jejich charakteru je pak patrné, že se jedná o sekundární karbidy vzniklé během fáze popouštění. Ve feritické matici byly také nalezeny velmi jemné částice řádově ve velikosti nanometrů. Jejich typ se však nepodařilo identifikovat.

Přestože byly ve struktuře identifikovány pouze karbidy typu M_7C_3 , nelze zcela vyloučit přítomnost jiných typů karbidů, například M_3C , $M_{23}C_6$.



Obr. 84: Karbidické částice menších rozměrů mezi hrubými eutektickými karbidy



Obr. 85: Karbidické částice nanometrových rozměrů ve feritické matici

6 DISKUZE VÝSLEDKŮ

Pro vyvinutí nové technologie tváření v tixotropním stavu, zaměřené na výrobu miniaturních dílů z nástrojových ocelí, byl na základě literární rešerše, dosavadních poznatků, vlastních zkušeností a výpočtů zvolen materiál X210Cr12. Na experimentálním materiálu byla provedena analýza výchozí struktury. Přesné chemické složení dodaného materiálu bylo ověřeno pomocí spektrální hmotnostní analýzy. To bylo použito pro orientační stanovení rozsahu semi-solid oblasti výpočtem. Zároveň byly určeny i ostatní fyzikální vlastnosti v závislosti na teplotě. Tavení materiálu podle dostupných fenomenologických modelů začíná při teplotě 1225°C a úplné roztavení pak nastává při teplotě 1373°C. Jako vhodný interval pro semi-solid zpracování vycházel rozsah teplot 1230 až 1290°C, ve kterém by mělo být přítomno 10 - 60% taveniny. Tento interval představuje limitní hodnoty vhodné pro tixofforming. Experimentálně bylo nutno vhodné teploty zpracování zpřesnit a uzpůsobit dynamickým podmínkám vyvíjeného procesu. Přechodem vzorků přes semi-solid stav a následnou analýzou mikrostruktury pak bylo zjištěno, že by teplota mini-thixoformingu neměla ležet pod 1250°C. Za nižších teplot zůstávaly ve struktuře nerozpuštěné karbidy chrómu, které mohou bránit tixotropnímu chování a tím procesu plnění dutiny formy.

Celý experimentální program byl proveden na termomechanickém simulátoru doplněném o zařízení s formou pro mini-thixofforming. Pro dosažení semi-solid stavu byl použit vysokofrekvenční odporově-indukční ohřev, který umožňuje vysokou rychlost ohřevu s dostatečně rovnoměrným teplotním polem. Vyvinuté zařízení může realizovat přesně řízené ohřevy s rychlostí až několik stovek °C/s při extrémních změnách gradientů.

V první části experimentu byly nejprve provedeny zkoušky tváření v semi-solid stavu s kompresí při různých teplotách a podmínkách ohřevu. Tím byly dosaženy různé podíly tekuté fáze. Cílem bylo nejen zjistit chování materiálu při ohřevu do semi-solid stavu, ale rovněž stanovení optimální teploty ohřevu, která zaručí vznik vhodného podílu tekuté fáze. Podíl tekuté fáze nesmí být příliš vysoký, aby nedošlo k vycezení kapalné fáze a k jejímu stékání po povrchu polotovaru, nebo k jejímu rozstříkávání při deformaci. Experimentálně byly odzkoušeny teploty 1200°C, 1250°C, 1290°C a 1320°C s deformací. Experimenty komprese v semi-solid stavu bez formy prokázaly, že se zvyšující se teplotou ohřevu dochází k výraznému poklesu tvářecí síly. I při tváření na teplotě 1200°C, kdy se materiál nachází ještě plně ve stavu solidu se přetvárný odpor pohyboval na 14 MPa. Při dosažení 60% podílu liquidu, což je maximální podíl taveniny vhodný pro semi-solid procesy, tato hodnota poklesla na 5,9MPa. K vhodnému vytlačení kovu v semi-solid stavu vlivem komprese při teplotě 1250°C a zároveň vznikla i typická struktura.

Na základě těchto experimentálních výsledků, při kterých se podařilo získat veškeré potřebné informace o ohřevu polotovarů, teplotách zpracování, dynamice procesu a jejím řízení, byl navržen vlastní postup mini-thixoformingu. Získané informace byly použity i pro návrh experimentálního zařízení a formy. Princip procesu byl založen na příčném vytlačování. Experimentální forma měla vnější průměr 80 mm a výšku 40 mm. Vnitřní tvar dutiny a tím i tvar výsledného produktu je tvořen tvarovým výřezem ve výměnné vložce formy. Výměnou vložky lze flexibilně docílit změnu tvaru produktu. Tloušťka dutiny je variabilní, standardně v rozmezí 1,5 až 3 mm. Maximální délka produktu byla v této variantě omezena na 20 mm.

Protože jedním z nejdůležitějších prvků technologie je ohřev polotovarů a manipulace s nimi, byl pro experiment zvolen postup, který minimalizuje nebezpečí selhávání technologie

v důsledku ztráty tepla a poškození rovnoměrného pole při styku s manipulačními přípravky. Proto byl použit ohřev polotovaru umístěného přímo ve formě. Součástí zařízení, které slouží pro centrování polotovaru ve formě i pro přívod proudu, byly měděné elektrody s vnitřním, přesně definovaným kuželem. Pomocí nich se podařilo zrealizovat kontaktní přenos proudu i tvářecích sil. Ohřev polotovaru přímo v dutině formy má i tu výhodu, že minimalizuje časy ohřevu, délku procesu i povrchovou oxidaci a tvorbu okují na minimum. Teplota polotovaru je v průběhu procesu kontinuálně sledována termočlánkem, který je přiveden korundovou trubičkou vývrtem ve formě. Pro experiment byl zvolen zkušební polotovar o průměru 6 mm s kuželovými dosedacími plochami. Optimální délka polotovaru se pohybovala v rozsahu 46 – 48 mm. Při těchto rozměrech polotovaru bylo dosaženo nejlepšího rozložení teplotního pole pro dosažení semi-solid stavu i pro proces tváření.

Při tváření ve formě bylo nutno optimalizovat řadu parametrů procesu tak, aby došlo k požadovanému vyplnění dutiny a vzniku kvalitního produktu. Z výsledků optimalizace a numerické simulace bylo zjištěno, že výrazný vliv na kvalitu výsledného produktu a dokonalého vyplnění dutiny formy má rychlost plnění, která je dána rychlostí deformace a tedy rychlostí osové komprese polotovaru. Kromě toho má výrazný vliv na plnění dutiny i tvar vstupního otvoru a jeho geometrie. Optimalizace geometrie byla provedena s podporou FEM simulací.

Experimentálně i výpočty bylo ověřeno, že je nezbytné, aby celé plnění dutiny bylo provedeno v desetinách sekundy. Již v čase 0,3s od začátku deformace dochází k tuhnutí povrchu vznikajícího produktu. Po odzkoušení celé sady parametrů bylo prokázáno, že při dobře nastavených vstupních parametrech procesu lze snížit teplotu tváření na 1265°C. Při této teplotě je podle výpočtu přítomno 30% podílu tekuté fáze. Optimální tvářecí síla byla 7,5kN. Při těchto parametrech se podařilo vyplnit přímou dutinu formy o délce téměř 20 mm při tloušťce 1,5 mm.

Po nalezení vhodných procesních parametrů bylo přistoupeno k dalším úpravám formy. Vnitřní část byla pro lepší manipulaci rozdělena na 4 díly, což umožnilo zejména snazší rozebíratelnost po procesu tváření. Zvláště pokud došlo k zaběhnutí materiálu mimo dutinu formy, bylo podstatně jednodušší vadný výrobek vyjmout. V rámci zkoušek variability procesu byly provedeny zkoušky s různými tvary dutiny formy. Maximální rozměr byl zvětšen až na 25 x 1,9 mm. Tím bylo možno dosáhnout rozměrů odpovídajícím rozměrům těles pro mechanické zkoušky.

Postupně se u demonstrátorů podařilo kompletní vyplnění včetně všech ostrých hran a bylo dosaženo i hladkého povrchu produktu. Pro zjištění možné zabíhavosti a schopnosti materiálu vyplnit členité tvary byly navrženy další tvary dutin, např. kruhová, ve tvaru pravoúhlého kanálu apod. Pomocí série experimentů bylo prokázáno, že lze pomocí mini-tixoformingu dosáhnout tzv. near net shape produktů, což znamená, že se výsledný produkt geometricky blíží definovaným požadovaným rozměrům. To umožňuje minimalizaci následného obrábění a materiálovou a energetickou úsporu.

Výsledná mikrostruktura po mini-tixoformingu byla tvořena austenitem v podobě polyedrických zrn s průměrnou velikostí 21μm obklopených jemným karbidickým síťovým složeným ze směsi karbidů M_7C_3 a austenitem. Fázová difrakční analýza prokázala, že celkový podíl austenitu dosáhl 96-ti procent. Absenci feritu ve struktuře potvrdila i paramagnetičnost výsledných produktů. Díky mikrostrukturním změnám ve struktuře došlo k nárůstu tvrdosti z původních 211 HV30 na polotovaru na 332 HV30 v produktu. Vznik austenitické struktury

z původně ledeburitické oceli je dán specifickými podmínkami při zpracování mini-tixoformingem a vysokým obsahem uhlíku a chrómu. Ten během zpracování na semi-solid teplotě difunduje do austenitických zrn, kde zůstane díky rychlé solidifikaci zachován a pomáhá tak stabilizovat metastabilní austenit do pokojové teploty. Přítomnost chrómu v austenitu potvrdila i EDS analýza.

Vzhledem k vysokému obsahu metastabilního austenitu ve výsledné struktuře byla provedena série zkoušek na zjištění jeho teplotní a mechanické stability. Při teplotě popouštění 200°C po dobu 1h nedošlo k žádným pozorovatelným změnám ve struktuře. Ani obsah zbytkového austenitu se nezměnil. Rovněž při zvýšení teploty popouštění na 350°C s výdrží 1 hod. nedošlo k žádným změnám. Byl zaznamenán pouze nárůst hodnoty tvrdosti na 461 HV10. Tento nárůst tvrdosti lze přisuzovat precipitaci sekundárních karbidů. První viditelné změny mikrostruktury byly pozorovatelné až od teploty 500°C, kdy na hranicích austenitických útvarů vznikly velmi jemné útvary troostitu. To bylo doprovázeno mírným poklesem obsahu austenitu na 90%, přičemž hodnota tvrdosti zůstala zachována. Výrazné změny ve struktuře byly pozorovatelné až při teplotě 550°C, kdy byl růst troostitu mnohem výraznější. Rozpad metastabilního austenitu ve struktuře doložily i výsledky RTG analýzy, kterou bylo zjištěno pouze 5% austenitu. Rozpad austenitu byl prioritně způsoben změnou obsahu uhlíku, který během tepelné expozice difundoval na hranice zrn a přispěl k tvorbě troostitu.

Při dalším zvýšení teploty na hodnotu 600°C došlo během ohřevu a následné hodinové výdrže k úplnému rozpadu austenitu. Výsledná mikrostruktura byla poté tvořena pouze perlitem obklopeným karbidickým síťovým. Změna struktury způsobila i výrazné snížení hodnoty tvrdosti na 597 HV10. Při zkouškách stability austenitu v kryogenních teplotách provedených v tekutém dusíku, vznikly ve struktuře martenzitické jehlice. I přes nízkou teplotu zpracování nebylo díky vysokému obsahu uhlíku v austenitu dosaženo výrazného podkročení teploty M_s a ve struktuře zůstalo i za těchto podmínek zachováno téměř 90% zbytkového austenitu. Díky tomu zůstala tvrdost na poměrně nízké úrovni 366 HV10.

7 ZÁVĚR

Zpracování materiálu v tixotropním stavu představuje technologii, která spojuje některé prvky přesného lití a tváření. Jedná se však o zcela jedinečnou technologii a proto pro ni nelze přejímat technologické postupy z žádné z těchto metod. V současné době se tato technologie pomalu rozšiřuje do komerčního sektoru. Zatím k tomu dochází zejména v oblasti zpracování slitin hliníku a hořčíku, neboť je díky nižším teplotám semi-solid stavu proces technologicky jednodušší. Mezi hlavní výhody patří možnost vyrobit i tvarově velmi složité produkty s vysokou přesností a to v jedné tvářecí operaci. Zpracování ocelí v semi-solid stavu je doposud především předmětem výzkumu a potenciální aplikace jsou zkoušeny především v laboratorních podmínkách. Tváření pomocí mini-tixoformingu, které je jádrem této práce, nebylo ve světové literatuře dosud nikým popsáno.

V rámci této disertace byla navržena a odzkoušena technologie tváření velmi malých dílů z ocelí v semi-solid stavu, která byla nazvána mini-thixoforming. Jako experimentální materiál pro vývoj i demonstrační produkty byla díky širokému semi-solid intervalu zvolena ocel X210Cr12. S podporou numerických výpočtů byla navržena jak technologie, tak i zařízení, včetně tvářecí formy. Použitý princip je na bázi příčného vytlačování. Po optimalizaci všech zásadních parametrů tváření, jako je teplota, rychlost deformace a úpravy vstupního kanálu do dutiny formy bylo úspěšně provedeno tixotváření ve formě. Bylo vyrobeno široké portfolio tvarově odlišných dílů, demonstrující nové možnosti této technologie. Při optimalizaci procesu bylo zjištěno, že optimální teplota tváření je 1265°C a k vyplnění dutiny formy by mělo dojít během 0,3s. Metodou mini-tixoformingu se podařilo vyrobit demonstrátory s tloušťkou stěny 1,5 – 3 mm s délkou až 25mm. Zároveň se podařilo vyplnit i tvarově složité dutiny formy, které představovalo např. lomení dutiny pod úhlem 90°, ostré hrany, přechody mezi průřezy, apod. Zároveň se podařilo docílit finálních rozměrů s vysokou geometrickou přesností a kvalitou povrchu. Struktury takto získaných demonstračních produktů byly tvořeny polyedrickými zrny austenitu s velikostí kolem 20 μm , ohraničenými karbidickým sítovím. To představuje 5x až 10x jemnější strukturu, než u klasického tixoformingu. Hodnoty tvrdosti se pohybovaly kolem 330 HV10. Struktura byla teplotně velmi stabilní a to až do teplot 500°C. Až při překročení této teploty docházelo k rozpadu austenitu.

To že semi-solid zpracování nemusí sloužit pouze k získání požadovaného tvaru, ale i docílení nekonvenčních struktur prokázala i poslední část práce. V ní se pomocí kombinace semi-solid a termomechanického zpracování podařilo získat unikátní martenzitické struktury s homogenně dispergovanými primárními a sekundárními karbidy chromu. Vlastnosti těchto struktur přesahovaly tvrdost 800 HV.

Zásadním přínosem práce je, že otevřela novou oblast zpracování kovů s využitím kombinací tixo zpracování spolu s vysoce-rychlým tuhnutím a chlazením. Uvedené fenomény procesu umožní v budoucnu dosahovat nekonvenčních struktur se zlepšenými mechanickými vlastnostmi.

8 SEZNAM ZKRATEK

τ - tečné napětí [Pa]

η - dynamická viskozita [s^{-1}]

$\dot{\gamma}$ - gradient rychlosti [$P \cdot s$]

η_z - zdánlivá viskozita [s^{-1}]

at. % - atomová procenta

hm. % - hmotnostní procenta

DTA - diferenční termická analýza

DSC - diferenční skenovací kalometrie

T_L - teplota liquidu

T_S - teplota solidu

$T_{60\%}$ - teplota, kdy je v materiálu přítomno 60% taveniny

df/dT - derivace podílu tekuté fáze podle teploty

ppm – partes per milion, částic na jeden *milion*

n.d. – not detectet, nebyl detekován

A – austenit

MC – Karbid typu MC

M_6C – Karbid typu M_6C

L – liquidus

F – ferit

S^* - je teplotní citlivost materiálu

$f_{l/s}$ - podíl tuhé a tekuté fáze

T - teplota [$^{\circ}C$]

C_{fs} - dotykový faktor pevné fáze

S_v^{ff} - rozhraní pevné fáze

S_v^{fs} - rozhraní kapalně fáze

V_s - podíl pevné fáze

EBSD - Electron Backscatter Diffraction, difrakce zpětně odražených elektronů

$R_{p0,2}$ - mez kluzu

HV tvrdost podle Vickerse

R_m - mez pevnosti

E - Youngův modul

$R_{t0,5}$ - mez kluzu určená z celkové deformace pod zatížením

A_g – rovnoměrná tažnost

$A_{2,6mm}$ -tažnost s měřená na aktivní délce vzorku 2,6 mm

Z - kontrakce

RT- pokojová teplota

9 SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY

- [1] Cezard, S. P., Thixoforming of Steel: A state of the Art from an Industrial Point of View, *Proceedings of the 10th International Conference on Semi-Solid Processing of Alloys and Components*, Aachen (2008), pp. 641–646, ISBN: 3-908451-59-0
- [2] Bauer, W.H., Collins, E.A., Eirich, F.R., Rheology: Theory and Application, *Academic Press* (1960), Vol. 3, pp 158- 160
- [3] Hirt, G., Kopp, R., *Thixoforming: Semi-solid Metal Processing* (2009), ISBN: 978-3-527-32204-6
- [4] Bartovská, L., Šišková, M., Co je co v povrchové a koloidní chemii [online]. Vysoká škola chemicko-technologická v Praze (2005), [cit. 2012-05-27]. Dostupné z: http://vydavatelstvi.vscht.cz/knihy/uid_es-001/hesla/dynamicka_viskozita.html
- [5] Atkinson, H., *Modelling of semi-solid processing* (2008), ISBN-10: 3832272127
- [6] PirkI, S., Základy reologie a reometrie kapalin [online], Ústav aplikované fyziky a matematiky – Univerzita Pardubice, [cit. 2014-06-18]. Dostupné z: <http://kf.upce.cz/Reologie%20a%20reometrie%20kapalin.doc>
- [7] Modelování a měření v biomechanice [online], Západočeská univerzita v Plzni, Katedra mechaniky, [cit. 2012-05-27]. Dostupné z: <http://www.kme.zcu.cz/granty/biofrvs/pdf/4-01FRVS-03.pdf>
- [8] Toorman, E.A., Modelling the thixotropic behavior, *Rheol Acta* (1997), pp 56 - 65
- [9] Janalík, J., Viskozita tekutin a její měření, [online]. Vysoká škola báňská – technická univerzita Ostrava (2010), [cit. 2012-08-03]. Dostupné z: <http://www.338.vsb.cz/PDF/TEXTviskozitaPDF.pdf>
- [10] Barnes, H. A., Thixotropy – a review, *Journal of Non-Newtonian fluids* 70 (1997), pp 1 – 33.
- [11] Čížek, L., Greger, M., Hubáčková, J., Pawica, L., Kocich, R., Juříčka, I., Tansky, T. Influence of Aluminium Content on Behaviour of Magnesium Cast Alloys in Bentonite and Furan Sand, *Proceedings of METAL 2005*, ISBN 80-86840-13-1
- [12] Kocich, R., Čížek, L., Greger, M., Hernas, A. Thixoformability of Magnesium Alloys
- [13] Balitchev, E., Hallstedt, B. and Neuschütz, D. Thermodynamic criteria for the selection of alloys suitable for semi-solid processing. *Steel Research* (2005), Vol. 76, pp 92–98.

- [14] Atkinson, H., Rassili, A., *Thixoforming steel*, Shaker Verlag (2010), ISBN 978-8322-9133-4
- [15] Fraipont, C., Lecomte-Beckers, J., Determination of the Influence of Alloying Elements on Solidification Parameters Used for the Study of the Thixoformability of a Chromium Steel, *Proc. of 10th ESAFORM Conf. on Material forming* (2007) pp113-1117
- [16] MT Data Software, [online], Phase Diagram Software from the National Physical Laboratory [cit. 2014-01-20]. Dostupné z : <http://resource.npl.co.uk/mtdata/mtdatasoftware.htm>
- [17] Fraipont, C., Lecomte-Beckers, J., Influence of Alloying Elements on the Thixoformability of a Chromium Steel, *Proc. of 11th ESAFORM Conf. on Material forming* (2008), pp 997 - 1000
- [18] Pierret, C. J., Rassili, A., Vaneetveld, G., Lecomte-Beckers, J., Walmag, G., Influence of the chemical composition on the Thixoformability of steels, *International Journal Material Forming* (2009), Vol. 2 Suppl 1, pp765–768
- [19] Uggowitzer, P. J., Gullo, G. C., Wahlen A., *Vom Werkstoff zum Bauteilsystem*, 2002, ISBN 9783902092014
- [20] Rassili, A., Atkinson, H. V., A review on steel thixoforming, *Trans. Nonferrous Met. Soc. China* 20 (2010), pp1048-1054
- [21] Püttgen, W., Bleck, W., DTA-Measurements to Determine the Thixoformability of Steels, *Steel Research Int.* 75 (2004) No. 8/9, pp 531-536
- [22] Meuser, H., Ermittlung und Bewertung von Werkstoffparametern für das Thixoforming von Aluminium- und Stahllegierungen, *Dr.-Ing. thesis RWTH Aachen University* (2003), ISBN 3-8322-1447-X.
- [23] Balitchev, E., Hallstedt, B., Neuschütz D.,: *Steel Res.* 2005, 76, 92.
- [24] Püttgen, W., Bleck, W., Hirt, G., Thixoforming of Steels – A Status Report, *Materials Science Forum* (2007), Vols. 539-543
- [25] Underwood, E. E., *Quantitative Stereology* (1970), ISBN 10: 0201076500
- [26] Suery, M., Alloy development for thixoforming, *Keynote in Proc. 8th Int. Conf. Semisolid processing of alloys and composites* (2004),
- [27] Püttgen, W., Bleck, W., Hirt, G., Shimahara, H., Thixoforming of Steels – A Status Report**, *Advanced Engineering Materials* 9 (2007), pp 231 - 245
- [28] Wolfsdorf, T. L., Bender, W. H., Voorhees, P. W., The Morphology of High Volume Fraction Solid-Liquid Mixtures: An Application of Microstructural Tomography, *Acta Mater.* (1997), Vol. 45, pp. 2279-2295

- [29] Gurland, J., *The Measurement of Grain Contiguity in Two-phase Alloys* (1958), ISBN: 9780591903959
- [30] Lee, H. C., Gurland J. *Mat. Sci. Eng.* 1987, 40, 59.
- [31] Uggowitzer, P. J., Gullo, G. C., Wahlen A., *Vom Werkstoff zum Bauteilsystem*, 2000, p. 95.
- [32] Alexandrou A. et al., Microstructural evolution of A356 during NRC processing, *Proc. 8th Int. Conf. Semisolid processing of alloys and composites* (2004), pp 296 - 307
- [33] Omar, M. Z., Atkinson, H. V., Palmiere, E. J., Howe, A. A., Kapranos, P. *Steel Res.* 2004, 75, 552.
- [34] Liu, T. Z., Atkinson, H. V., Ward, P. J., Kirkwood, D. H., Response of semi-solid Sn-15 pct Pb to rapid shear-rate changes, *Metallurgical and Material Transactions. A34* (2003), pp 409 - 417
- [35] Püttgen, W., Bleck, W., Hirt, G., Seidl, I., Bertrand, C., Investigation of Thixoforged Damper Brackets made of the Steel Grades HS6-5-3 and 100Cr6, *Adv. Eng. Mater.*(2005), Vol. 7, pp 726-735
- [36] Wingemon, A., Carbides in High Chromium Cast Iron, [online], Department of Physics, Faculty of Science, Naresuan University, [cit. 2013-02-25]. Dostupné: http://web2.eng.nu.ac.th/nuej/file/journal/NUEJ_Vol6_1_2011_paper08.pdf
- [37] Inoue, A., Masumoto T., Carbide reactions ($M_3C \rightarrow M_7C_3 \rightarrow M_{23}C_6 \rightarrow M_6C$) during tempering of rapidly solidified high carbon Cr-W and Cr-Mo steels, *Metallurgical transactions* (1980) Vol. 11A, pp 739 - 747
- [38] Bedoll-Juciande A., Hrnández B., Góms L., SEM study on M7C3 carbide nucleation during eutectic solidification of high-chromium white irons, *Zeitschrift für Metalkunde* (2005), Vol. 96, No. 12, pp. 1380-1385.
- [39] Püttgen, W., Hallstedt, B., Bleck, W., Uggowitzer, P. J., On the microstructure formation in chromium steels rapidly cooled from the semi-solid state, *Acta Mater.* (2007), Vol. 55, pp. 1033- 1042
- [40] Kiuchi, M., Kopp, R., Mushy/Semi-Solid Metal Forming Technology—Present and Future, *CIRP Annals - Manufacturing Technology* (2002), Vol. 51, pp. 653 - 670
- [41] Substances and technologies [online], [cit. 2011-09-25]. dostupné z: http://www.substech.com/dokuwiki/doku.php?id=direct_chill_dc_casting&DokuWiki=e579a03e5
- [42] Young, K.P., Fitze, R., Manufacturing for Value – Customer, *Proceedings of the 3rd S2P Conference* (1994),, Japan.

- [43] Hirt, G., Semi-solid Forming of Aluminium and Steel Introduction and Overview, *Proceedings of the 6th S2P* (2000),
- [44] Püttgen, W., Pant, M., Bleck, W., Seidl, I., Rabitsch, R., Testani, C., Selection of suitable tool materials and development of tool concepts for the Thixoforging of steels, *Steel Res.* (2006), Vol. 77, pp. 342-348
- [45] Kütke, F., Schönbohm, A., Abel, D. and Kopp, R., An automated Thixo-Forging Plant for Steel Parts, *Steel Research International* (2004), Vol. 75 (8/9), pp. 601–606.
- [46] Behrens, B.-A., Fischer, D., Haller, B., Rassili, A., Klemm, H., Flüss, A., Walkin, B., Karlsson, M., Robelet, M. and Cucatto, A. (2004) Proceedings of the 8th S2P Conference, Cyprus, Session 1.
- [47] Ronešová, A.; Krupka, F.; Mašek, B. Možnosti generování fázové modulace pro řízení měničů typu FULL BRIDGE, *Sborník příspěvků konference VRŠOV* (2006), ISBN 80-214-3247-0
- [48] Moschini, R., Manufacture of Automotive Components by Semi-Liquid Forming Process, *Proceedings of the 2nd S2P Conference* (1992), pp. 149 - 158
- [49] Center of Competence for Casting and Thixoforging, [online], [cit. 2011-10-18]. dostupné z: <http://www.cct-bw.de/frames/new-rheocasting.htm>
- [50] Decker, R. Casting semi-solids by thixomolding, *Foundry Focus* (1990), pp. 22–23. ISSN 0012-253X
- [51] Neue materialen Fürth, [online], [cit. 2012-10-16]. dostupné z: <http://www.nmfmbh.de/deutsch/projekte/thixo.htm>
- [52] Wolf, A., Baur, J., Gullo, G.C., Thixoforging, [online], [cit. 2012-10-16]. Dostupné z: http://www.cct-bw.de/veroeffentlichung_pdf/WoBa%20Massiv01%20english.pdf
- [53] Kiuchi, M., Sugiyama, S., Arai, K., Study of metal forming in the mushy-state; 2nd Report. Extrusion of tube, bar and wire of alloys in mashy-state, *Proceedings of the 20th International Machine Tool Design Conference*, (1979)
- [54] Young, K.P., Kyonka, C.P. and Courtois, J.A., Fine grained metal composition, US Patent 4,415,374, (1982)
- [55] Decker, R., Carnahan, R.D., Thixomolding. *Advanced Materials Technology* (1991), Vol. 8, pp 174–179,
- [56] Materiálový list [online], [cit. 2011-10-18]. Dostupné z: <http://www.poldi.cz/specialni-oceli>
- [57] Koesling, D., Tinius, Ch., Cremer, R., Hirt, G., Morjan, U., Nohn, B. *Forschungsbericht* (1999), ISBN 3-930621-92-4,

- [58] Wang, K., Kopp, R., Hirt, G., Investigation on Forming Defects During Thixo-forging of Aluminium Alloy AlSi7Mg, *Advanced Engineering Materials* (2006), Volume 8, pp 744 – 730,
- [59] Forejt, M., Píška, M. *Teorie obrábění, tváření a nástroje* (2006) ISBN 80-214-2374-9.
- [60] Materiálový list ČSN 41 9436
- [61] [online], [cit. 2014-06-12]. dostupné z: <http://www.sentesoftware.co.uk/jmatpro.aspx>
- [62] [online], [cit. 2014-06-12]. dostupné z: <http://www.thermocalc.com/start/>
- [63] [online], [cit. 2014-06-12]. dostupné z: <http://www.ansys.com/>
- [64] [online], [cit. 2014-06-12]. dostupné z: <http://www.keysight.com/main/home.jsp?cc=US&lc=eng>
- [65] [online], [cit. 2014-06-12]. dostupné z: <http://www.contika.dk/download/brochurer/impac/hotspot.pdf>
- [66] Ronešová, A., Mašek, B., Staňková, H., Štádl, C. Patent CZ c. 299758 - Způsob manipulace s materiálem a jeho tváření při teplotě mezi solidem a liquidem, (2008)
- [67] Ronešová, A., Mašek, B. Patent USA No. 7,480,155 - Digital Generator of Phase Shift Modulation (2009)
- [68] Paloposki, T., Liedquist, L., Steel emissivity at high temperatures, *VTT research notes 2299*, (2005)
- [69] [online], [cit. 2014-06-12]. dostupné z: http://www.scigiene.com/pdfs/428_InfraredThermometerEmissivitytablesrev.pdf
- [70] Pierson, H., *Handbook of Refractory Carbides & Nitrides: Properties, Characteristics, Processing and Applications*, (1996) ISBN: 978-0-8155-1392-6
- [71] Elert G, Density of Steel, *The Physic Factbook*, (2009)
- [72] [online], [cit. 2014-18-07]. dostupné z: <http://www.gom.com/>
- [73] Konopík, P., Džugan, Procházka, R., Determination of Fracture Toughness and Tensile Properties of Structural Steels by Small Punch Test and Micro Tensile Test, *METAL* (2013), ISBN 978-80-87294-41-3
- [74] D. Kiener, C. Motzb, G. Dehmb, Micro-compression testing: A critical discussion of experimental constraints, *Materials Science and Engineering* (2009), Vol. 505, pp 79–87

- [75] Aišman, D., Mašek, B., Jirková, H., Wurster, S., Micro-Compression Test of Thixoformed Austenite, *Solid State Phenomena* (2013), Vols. 192-193 pp 215-218
- [76] P. Bublíková, J. Michalička, Výroba fólií pro transmisní elektronový mikroskop a jejich strukturní analýza, Centrum výzkumu Řež (2014), CRV 181

10 SEZNAM PUBLIKACÍ

Aišman, D.; Jirková, H.; Kucerová, L.; Mašek, B., Heat Treatment with Local Distribution of Carbon for Stabilizing Retained Austenite, *in: 8. Industriefachtagung „Oberflächen- und Wärmebehandlungstechnik“ und 12. Werkstofftechnischen Kolloquium*, pp. 229-235, ISSN 1439-1597

Aišman, D.; Jirková, H.; Mašek, B., Forming Technology of Small Parts in Semi-solid State, *in: Proceedings of the 20th International DAAAM Symposium Intelligent Manufacturing & Automation: Theory, Practice & Education*, 2009, Vol. 20, No. 1, pp. 1895-1896, ISSN 1726-9679, ISBN 978-3-901509-70-4

Kucerová, L.; Aišman, D.; Jirková, H.; 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

Jirková, H.; Aišman, D.; Mašek, B., Unconventional Structure of X210Cr12 Steel Obtained by Thixoforming, *in: Proceedings of the 16th International Symposium on Metastable, Amorphous and Nanostructured Materials*, July 2009, Beijing, China

Mašek, B.; Aišman, D.; Jirková, H.; Hronek, P., Thixoforming von Stahl - ein bisher unerforschtes Verfahren mit großem Potenzial, *in: XXIX. Verformungskundliches Kolloquium, Planneralm, Österreich*, ISBN 978-3-902078-14-8, März 2010

Mašek, B.; Vančura, F.; Aišman, D.; Jirková, H., Relationship between Initial and Resulting Microstructure of X210Cr12 Steel upon Short-term Semi-solid State, *Processing in: METAL 2011*, Ostrava : TANGER, 2011. ISBN: 978-80-254-8683-2

Aišman, D.; Jirková, H.; Behulová, M.; Mašek, B., Influence of Cavity Shape and Entry Hole on Minithixoforming. *in: METAL 2011*, Ostrava : TANGER, 2011. ISBN: 978-80-254-8683-2

Aišman, D.; Jirková, H.; Mašek, B., Mini-thixoforming Tool Steel X210Cr12; *in: 1st International Conference about Recent Trends in Structural Materials*, pp. 135 – 139, Pilsen, Czech Republic, 2010, ISBN 978-80-254-8683-2

Mašek, B.; Aišman, D.; Jirková, H.; Kučerová, L., Miniaturization in Thixoforming; *in: Kovárenství*, Vol. 38, September 2010, ISSN 1213-9289

Aišman; D.; Behulová, M.; Jirková, H.; Mašek, B., Microstructure and Phase Composition of Steel X210Cr12 after the Forming in Semi-Solid State; *in: 23rd International Conference on Heat Treatment, November 2010*, Jihlava, Czech Republic, ISBN 978-80-904462-3-6

Aišman, D.; Jirková, H.; Behulová, M.; Mašek, B., Influence of Cavity Shape and Entry Hole on Minithixoforming; *in: METAL 2011*, Ostrava : TANGER, 2011. ISBN: 978-80-254-8683-2

Aišman, D.; Jirková, H.; Mašek, B.; Microstructure of Tool Steel upon Combined Semi-Solid Processing and Thermomechanical Treatment, *Journal of Alloys and Compounds*

Aišman, D.; Jirková, H.; Mašek, B.; Kusý, M.; Development of microstructure from powder tool steel obtained through semi-solid metal working, *METAL 2012*, Ostrava : TANGER, 2012

Mašek, B.; Jirková, H.; Kucerová, L.; Aišman, D.; Eliašová, I.; Zemko, Innovative Concepts for Hot Stamping Process M. in: *Steel Research International, Special Edition – 10th International conference on Technology of Plasticity-ICTP 2011*, Aachen, Germany, Hirt, G. and Tekkaya A. E. (eds), Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA. Weinheim, p. 423-428, ISBN 978-3-514-00784-0

Aišman, D.; Jirková, H.; Mašek, B., The influence of deformation and cooling parameters after transition through semi-solid state on structure development of ledeburite steel, in: *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 536, Supplement 1, pp. S204-S207

Aišman, D.; Mašek, B.; Jirková, H.; Wurster, S., Micro-Compression Test of Thixoformed Austenite, in: *Solid State Phenomena*, Vols. 192-193 (2013), pp. 215-218

Mašek, B.; Aišman, D.; Jirková, H., Microstructure development and properties obtained by forming in semi-solid state of powder metallurgical produced steel, in: *Journal of the University of Applied Sciences Mittweida Wissenschaftliche Zeitschrift der Hochschule Mittweida, IWKM 2012*, Nr. 4, 2012, pp. 29-31, ISSN 1437-7624

Aišman, D.; Jirková, H.; Sen, I.; Wagner, M. F.-X.; Behulova, M.; Kusy, M.; Masek, B., Mini-thixoforming of a Steel Produced by Powder Metallurgy in: *Solid State Phenomena Vols. 192-193 (2013)*, pp. 500-505

Vančura F.; Aišman D.; Mašek B.; Jirková H.; Wagner M.F.-X. & Böhme, M., Modification of metastase mikrostruktura of CPM15V steel by heat exposure after treatment in semi-solid state, in: *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 586, Supplement: 1 (2014), pp. 159-164

Aišman D.; Jirková H.; Mašek B.; Microstructure of tool upon compined semi-solid processing and thermomechanical treatment, in: *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 586, Supplement: 1 (2014), pp. 265-167

Aišman D.; Rubešová K.; Mikmeková Š., Mini-thixoforming of High-Alloyed CPM REX 121 Steel, in: *4th International Conference on Advanced in Materials and Manufacturing Process (ICAMMP)*, Kurming, China, 18.-19.12.2013, Advanced Materials Research, 887-888, ISBN 1662-8985, pp. 257-261

Aišman D.; Rubešová K.; Jirková H.; Mašek B., Semi-Solid Processing of Powder Steels in Cryogenically-Cooled Die; in: *Materials Science Forum*, Vol. 783-786 (THERMEC 2014), ISSN: 1662-9752, pp. 801-806

11 PŘÍLOHY

Příloha P1 – Zkušební protokol spektrální chemické analýzy

Zkušební laboratoře
Analytická chemie

ŠKODA VÝZKUM s.r.o.

List číslo 1
Počet listů 1

Protokol o zkoušce č.: VYZ-1051-0308-01N

Zákazník: Západočeská univerzita v Plzni
Výzkumné centrum tvářecích technologií
Univerzitní 22
P.O.Box 314
306 14 Plzeň

Předmět zkoušek: Chemický rozbor - kulatina (Projekt 1M06032)

Datum přijetí zkoušky: 22.11.2010 Materiál: X210Cr12 (19436)
Datum provedení zkoušky: 24.11.2010 Tavba:
Identifikační číslo zkoušky: 108310002 Označení:
Objednávka číslo: Číslo výkresu:
Zakázkové / běžné číslo / dávka:

Výsledky zkoušek:

C %	Mn %	Si %	P %	S %	Cr %	Ni %
2,01	0,27	0,23	0,014	<0,001	11,3	0,08

Zkušební metody, předpisy:

POS-AZ /15-51/001 (ASTM A 751, ASTM E 415, ASTM E 1086)

Nejistoty měření:

Uvedená rozšířená nejistota měření je součinem standardní nejistoty měření a koeficientu rozšíření $k=2$, což pro normální rozdělení odpovídá pravděpodobnosti pokrytí asi 95%.



Přílohy: -
V Plzni 24.11.2010

Ing. Leoš Augustin
vedoucí zkušebny Analytická chemie

Protokol je vydáván pro zákazníka v 1 vyhotovení.

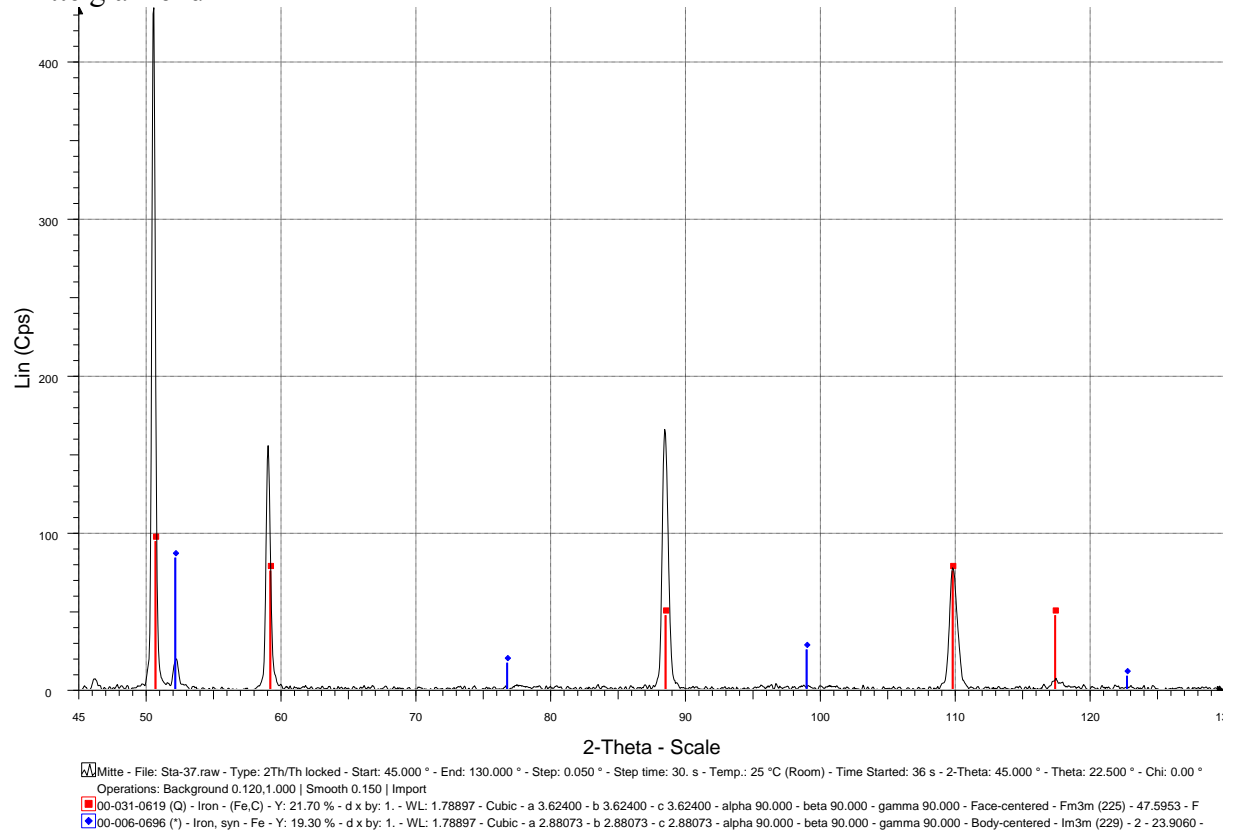
Metody použité ke zkouškám splňují požadavky na přesnost dle příslušných norem a předpisů. Uvedené výsledky zkoušek se týkají jen předmětu těchto zkoušek. Protokol může být reprodukován pouze jako celek.

ŠKODA VÝZKUM s.r.o. – Analytická chemie, Tylova 1/57, 316 00 Plzeň, Česká republika
tel.: +420 379 852 225, GSM: +420 737 237 990, fax: +420 378 134 292, e-mail: leos.augustin@skodavyzkum.cz, www.skodavyzkum.cz
PRO-N511-1 / S10

Příloha P2 – záznam měření austenitu ve structure

XRD-Analyse an Probe

Mitte glänzend



An dieser Stelle ist der Hauptbestandteil der Probe Austenit.

File 1 : D:\PA\Stankova\Sta-37.raw

Quantitative Analysis - Rietveld

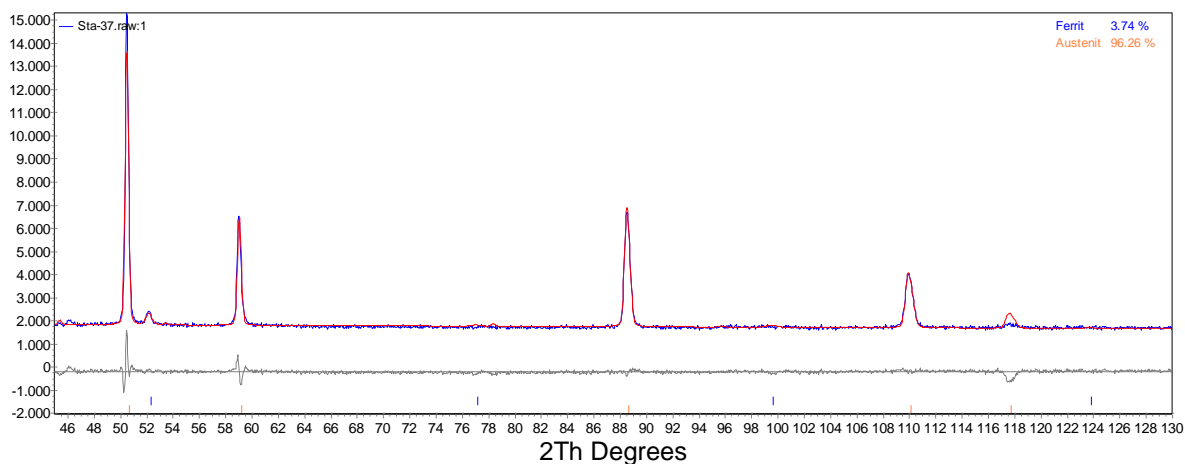
Phase 1	: Ferrit	3.74 (38) %
Phase 2	: Austenit	96.26 (38) %

Structure 1

Phase name	Ferrit
Crystallite Size	
Cry Size Lorentzian (nm)	50 (30)
k: 1 LVol-IB (nm)	32 (19)
k: 0.89 LVol-FWHM (nm)	44 (27)
Strain	
Strain G	0.48 (34)
e0	0.120 (85)
	7.8626 (90)
Lattice parameters	
a (Å)	2.8679 (11)

Structure 2

Phase name	Austenit
Crystallite Size	
Cry Size Lorentzian (nm)	440 (82)
k: 1 LVol-IB (nm)	280 (52)
k: 0.89 LVol-FWHM (nm)	392 (73)
Strain	
Strain G	0.231 (12)
e0	0.0579 (31)
Lattice parameters	
a (Å)	3.61976 (76)



Wt% - Rietveld

