

ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI
FAKULTA STROJNÍ

Studijní program: B2301 Strojní inženýrství
Studijní obor: Materiálové inženýrství a strojírenská metalurgie

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

Řízený vývoj mikrostruktury vícefázových ocelí

Autor: **Miroslav VOMÁČKA**

Vedoucí práce: **Doc. Ludmila KUČEROVÁ**

Akademický rok 2011/2012

Prohlášení o autorství

Předkládám tímto k posouzení a obhajobě bakalářskou práci, zpracovanou na závěr studia na Fakultě strojní Západočeské univerzity v Plzni.

Prohlašuji, že jsem tuto bakalářskou práci vypracoval samostatně, s použitím odborné literatury a pramenů, uvedených v seznamu, který je součástí této bakalářské práce.

V Plzni dne:

.....
podpis autora

ANOTAČNÍ LIST DIPLOMOVÉ (BAKALÁŘSKÉ) PRÁCE

| | | | |
|----------------------|---|-------------------|--------------------------------|
| AUTOR | Příjmení Vomáčka | Jméno Miroslav | |
| STUDIJNÍ OBOR | „Materiálové inženýrství a strojírenská metalurgie“ | | |
| VEDOUCÍ PRÁCE | Příjmení (včetně titulů) Doc. Kučerová | Jméno Ludmila | |
| PRACOVISŤE | ZČU - FST - KMM | | |
| DRUH PRÁCE | DIPLOMOVÁ | BAKALÁŘSKÁ | Nehodící se škrtněte |
| NÁZEV PRÁCE | Řízený vývoj mikrostruktury vícefázových ocelí | | |

| | | | | | |
|----------------|---------|----------------|-----|--------------------|------|
| FAKULTA | strojní | KATEDRA | KMM | ROK ODEVZD. | 2012 |
|----------------|---------|----------------|-----|--------------------|------|

POČET STRAN (A4 a ekvivalentů A4)

| | | | | | |
|---------------|----|---------------------|----|----------------------|---|
| CELKEM | 57 | TEXTOVÁ ČÁST | 57 | GRAFICKÁ ČÁST | 0 |
|---------------|----|---------------------|----|----------------------|---|

| | |
|---|--|
| <p style="text-align: center;">STRUČNÝ POPIS (MAX 10 ŘÁDEK)</p> <p>ZAMĚŘENÍ, TÉMA, CÍL POZNATKY A PŘÍNOSY</p> | <p>Bakalářská práce se zabývá termomechanickým zpracováním Quenching and Partitioning modifikovaným o inkrementální deformaci. Experiment byl proveden na třech tavných se stejným obsahem uhlíku a odlišným obsahem křemíku a manganu. V experimentálním programu byl zkoumán vliv rychlosti ochlazování a vliv chemického složení na vývoj struktury a mechanické vlastnosti. Získané struktury byly analyzovány pomocí světelné, laserové konfokální a elektronové řádkovací mikroskopie. Použito bylo běžné i barevné leptání. Mechanické vlastnosti byly stanoveny tahovou zkouškou a měřením tvrdosti.</p> |
| <p style="text-align: center;">KLÍČOVÁ SLOVA</p> <p style="text-align: center;">ZPRAVIDLA JEDNOSLOVNÉ POJMY, KTERÉ VYSTIHUJÍ PODSTATU PRÁCE</p> | <p>quenching and partitioning, inkrementální deformace, termomechanické zpracování, vysocepevné oceli, zbytkový austenit, termomechanický simulátor, barevné leptání</p> |

SUMMARY OF DIPLOMA (BACHELOR) SHEET

| | | | |
|--------------------------|---|------------------|----------------------------|
| AUTHOR | Surname Vomáčka | Name Miroslav | |
| FIELD OF STUDY | “ Materials Engineering and Engineering Metallurgy“ | | |
| SUPERVISOR | Surname (Inclusive of Degrees) Doc. Kučerová | Name Ludmila | |
| INSTITUTION | ZČU - FST - KMM | | |
| TYPE OF WORK | DIPLOMA | BACHELOR | Delete when not applicable |
| TITLE OF THE WORK | Controlled evolution of microstructure of multiphase steels | | |

| | | | | | |
|----------------|------------------------|-------------------|-----|---------------------|------|
| FACULTY | Mechanical Engineering | DEPARTMENT | KMM | SUBMITTED IN | 2012 |
|----------------|------------------------|-------------------|-----|---------------------|------|

NUMBER OF PAGES (A4 and eq. A4)

| | | | | | |
|----------------|----|------------------|----|-----------------------|---|
| TOTALLY | 57 | TEXT PART | 57 | GRAPHICAL PART | 0 |
|----------------|----|------------------|----|-----------------------|---|

| | |
|---|--|
| BRIEF DESCRIPTION TOPIC, GOAL, RESULTS AND CONTRIBUTIONS | <p>This bachelor thesis deals with heat treatment for steels called Quenching and Partitioning which is modified by an incremental deformation. Experiment was performed on three steels with constant content of carbon and different contents of silicon and manganese. The effect of cooling rate and chemical composition on microstructure evolution and mechanical properties was examined. Obtained microstructures by classic and colour etching technics were analysed by light, laser confocal and scanning electron microscopy. Mechanical properties were determined by a tensile test and hardness measurement.</p> |
| KEY WORDS | <p>quenching and partitioning, incremental deformation , thermomechanical processing, high-strength steel, retained austenite, thermomechanical simulator, colour etching</p> |

Obsah

| | | |
|-------|---|----|
| 1 | Úvod..... | 3 |
| 2 | QP proces | 5 |
| 2.1 | Úvod do procesu | 5 |
| 2.2 | Podstata procesu | 5 |
| 2.3 | Termodynamika a kinetika přerozdělování uhlíku | 6 |
| 2.4 | Návrh procesu..... | 9 |
| 2.5 | Mikrostruktura a nežádoucí reakce..... | 11 |
| 2.6 | Vliv legujících prvků | 15 |
| 2.7 | Vliv inkrementální deformace | 16 |
| 2.8 | Vliv rychlosti ochlazování..... | 17 |
| 3 | Experimentální část..... | 19 |
| 3.1 | Metalografické hodnocení struktury..... | 19 |
| 3.1.1 | Použité přístroje | 19 |
| 3.1.2 | Druhy leptání pro přípravu struktury pro pozorování..... | 19 |
| 3.2 | Experimentální materiál | 22 |
| 3.3 | Termomechanické zpracování | 27 |
| 3.3.1 | Režimy termomechanického zpracování | 28 |
| 3.4 | Tavba H0 | 30 |
| 3.4.1 | Vzorky H0-20°C/s a H0-20°C/s-v | 31 |
| 3.4.2 | Vzorek H0-7°C/s..... | 33 |
| 3.4.3 | Vzorek H0-4,6°C/s..... | 33 |
| 3.4.4 | Vzorek H0-KP | 34 |
| 3.4.5 | Analýza vzorku po tahové zkoušce H0-20°C/s-tah | 35 |
| 3.5 | Tavba H1 | 37 |
| 3.5.1 | H1-20°C/s | 37 |
| 3.5.2 | H1-7°C/s | 38 |
| 3.5.3 | H1-4,6°C/s | 39 |
| 3.5.4 | H1-KP | 40 |
| 3.5.5 | Analýza vzorků po tahové zkoušce - vzorky H1-20°C/s-tah, H1-7°C/s-tah, H1-4,6°C/s-tah..... | 41 |
| 3.6 | Tavba H2 | 43 |

| | | |
|-------|--|----|
| 3.6.1 | H2-20°C/s | 43 |
| 3.6.2 | H2-7°C/s | 44 |
| 3.6.3 | H2-4,6°C/s | 45 |
| 3.6.4 | H2-KP | 46 |
| 3.6.5 | Vzorek H2-20°C/s-tah | 47 |
| 3.7 | Podíl austenitu ve struktuře po tahové zkoušce | 48 |
| 4 | Diskuse výsledků | 50 |
| 5 | Závěr | 54 |
| 6 | Použitá literatura | 55 |

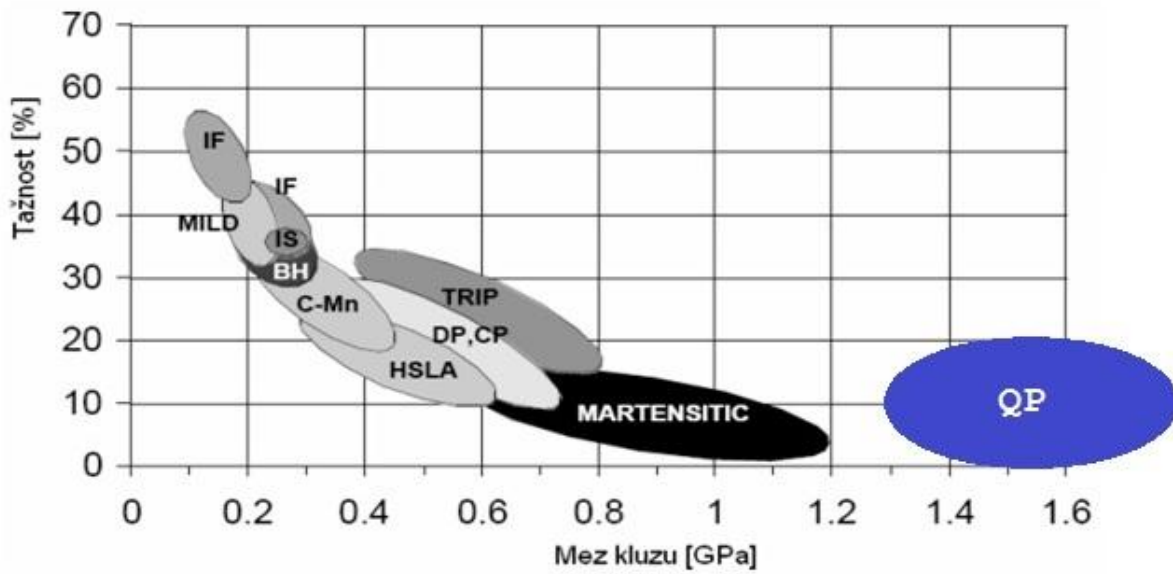
1 Úvod

V dnešní době jsou na vlastnosti materiálů kladeny stále větší nároky. Zpříšňují se bezpečnostní předpisy, více se pohlíží na ekologičnost, ale zároveň je velký důraz kladen i na celkovou ekonomickou výhodnost. Aby materiál těmto podmínkám vyhověl, musí jeho mechanické vlastnosti odpovídat konkrétnímu použití, jeho výroba, zpracování a provoz by měl co nejméně zatěžovat životní prostředí a to vše při co možná nejnižší ceně. Příkladem může být automobilový průmysl, kde jsou při výrobě karosérií používány materiály, u kterých je vyžadována vysoká pevnost, tuhost, ale zároveň i houževnatost, a to z důvodu absorpce deformační energie při případné havárii automobilu. Zároveň je snaha, aby celková hmotnost byla co nejnižší, což se pak pozitivně projevuje na nižších emisích automobilu za provozu. V případech, jako je tento, nemohou konvenční způsoby zpracování kovů z hlediska mechanických vlastností uspokojit všechny požadavky kladené na materiál. Z důvodu stále větší potřeby těchto moderních materiálů v různých odvětvích průmyslu jsou vyvíjeny stále nové postupy, jak tyto materiály získávat. Díky novým tepelným nebo tepelně-mechanickým zpracováním bylo možné vyrobit nové druhy nekonvenčních kovových materiálů se zvláštními vlastnostmi. Patří mezi ně například amorfní kovové materiály (tzv. kovová skla), vysocepevné oceli, supravodivé a superplastické materiály, kompozitní materiály a slitiny s tvarovou pamětí. Nejvýznamnějšími konstrukčními prvky z této skupiny jsou vysocepevné oceli. Největší pozornost je věnována nízkolegovaným vysocepevným ocelím s obsahem legujících prvků do pěti hmotnostních procent. Tyto oceli mají vysokou pevnost i mez kluzu, ale dochází u nich k výraznému poklesu tažnosti. U některých aplikací je však tento pokles plasticity nežádoucí a tak jsou tyto oceli i přes jejich vysoké hodnoty pevností nevhodné. Pro tyto aplikace jsou proto vyvíjeny postupy zpracování materiálů, které mají za úkol co nejvíce eliminovat tyto nedostatky a připravit tak materiál splňující požadavky pro konkrétní použití s dobrou kombinací pevnosti a tažnosti (Obr. 1-1) [01,02,03].

Toto zlepšení mechanických vlastností je založeno na vývoji mikrostruktury obsahující ultrajemné fáze vznikající za nerovnovážných podmínek jako například martenzit nebo bainit v kombinaci se stabilizovaným uhlíkem obohaceným austenitem [04].

Tato práce se zabývá tepelným zpracováním Quenching and Partitioning (nebo také QP proces), které umožňuje vhodnou volbou parametrů procesu získat ve výsledné mikrostruktuře požadovaný poměr fází a tím ovlivňovat výsledné mechanické vlastnosti. Cílem práce bylo zjistit vliv rychlosti ochlazování na vývoj struktury a mechanické vlastnosti u třech navržených experimentálních ocelí. Získané struktury byly vyhodnoceny pomocí různých mikroskopických metod. Pro zvýraznění jednotlivých strukturních složek bylo použito i barevné leptání. Mechanické vlastnosti byly stanoveny zkouškou tahem a měřením tvrdosti. Podíl zbytkového austenitu byl určen pomocí rentgenové difrakční analýzy.

Tato práce byla řešena za podpory projektu 1M06032 -Výzkumné centrum tvářecích technologií FORTECH podporovaného ze zdrojů MŠMT a projektu GA ČR 106/09/1968 - Development of New Grades of High-Strength Low-Alloyed Steels with Improved Elongation Values.



Obr. 1-1 - Porovnání mechanických vlastností vybraných ocelí. Nelegované nízkouhlíkové oceli (IF), dvojfázové oceli (DP), vícefázové oceli (CP), vysocepevné mikrolegované oceli (HSLA), oceli využívající deformačně indukované martenzitické přeměny (TRIP), kalené oceli (MARTENSITIC), oceli zpracované zpracováním Quenching and Partitioning (QP) [5]

2 QP proces

2.1 Úvod do procesu

Cílem QP procesu jako postupu nového tepelného zpracování je vytvoření martenzitické mikrostruktury obsahující zvýšené množství zbytkového stabilizovaného austenitu (retained austenite - RA). Proces se skládá ze dvou kroků. Po ohřevu do oblasti úplného nebo částečného austenitu podle toho, jaké mechanické vlastnosti jsou očekávány je následně ocel kalena na příslušnou předem určenou teplotu mezi teplotami martenzit start (M_s) a martenzit finish (M_f). Požadovaná struktura oceli na této teplotě (quenching temperature - QT) se skládá z martenzitu a zbytkového netransformovaného austenitu. V druhém kroku je ocel po určitou dobu ponechána buď na QT, nebo se dohřeje na vyšší teplotu (Partitioning temperature - PT). Tato fáze je nazývána partitioning neboli přerozdělování, během kterého dochází k difúzi uhlíku. Cílem druhého kroku je obohacení nepřeměněného austenitu přítomného na teplotě QT uhlíkem, a to ochuzením uhlíkem přesyceného martenzitu. Tato směs martenzitu a metastabilního austenitu po finálním dochlazení je požadovanou strukturou oceli zpracovanou tepelným zpracováním QP procesem. V případě, že austenitizace na počátku zpracování je jen částečná, objeví se ve výsledné struktuře vždy i určitý podíl feritu nebo perlitu. Tyto oceli obsahující ferit, jsou nejčastěji dále určeny k válcování za studena pro výrobu plechů. Tato práce se zabývá QP procesem, kdy je austenitizace před kalením vždy úplná. Ferit, který se případně ve finální struktuře objeví, je tedy produktem rozpadu austenitu při ochlazování [03,04,06].

2.2 Podstata procesu

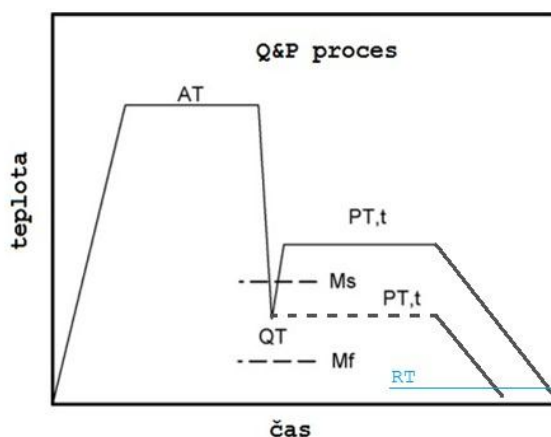
Konvenční kalení a popouštění, které bylo pro oceli dlouhou dobu používáno, poskytuje dobrou kombinaci tuhosti a pevnosti díky martenzitické struktuře. Relativně novým tepelným zpracováním bylo kalení v bainitické oblasti, které u vhodně legovaných ocelí, u nichž je potlačena formace karbidů, umožňuje vznik uhlíkem obohaceného stabilního austenitu a bezkarbidického bainitu. Takto zpracovaná ocel má výslednou mikrostrukturu tvořenou směsí latick bainitického feritu a mezilatkového zbytkového austenitu. Na rozdíl od tohoto tepelného zpracování, vytváří QP proces mikrostrukturu obsahující martenzit a uhlíkem obohacený stabilizovaný austenit, kde martenzit v porovnání s bainitem přináší okamžité zvýšení pevnostních hodnot. Stabilizovaný austenit přispívá ke zlepšení kombinace pevnosti a tažnosti a v případě, že je jeho morfologie ve struktuře ve formě tenkého filmu, napomáhá také k dalšímu zvýšení tuhosti [02,04].

Při zpracování po počátečním ohřevu na austenitizační teplotu za účelem získání plně austenitické struktury následuje kalení mezi teploty M_s a M_f , jehož cílem je získání určitého podílu martenzitu. Poté probíhá proces přerozdělování (partitioning proces) při stejné nebo vyšší teplotě než teplota kalení. Během této výdrže dochází k obohacování zbytkového netransformovaného austenitu uhlíkem z přesycené martenzitické fáze. Toto obohacení uhlíkem snižuje jeho teplotu M_s , a tím zvyšuje stabilitu austenitu i za nižších teplot. Pokud je obohacení dostatečné, je takto obohacený austenit stabilní i za pokojové teploty. Aby bylo

možné dostatečného obohacení dosáhnout, musí být v oceli přítomny legující prvky pro potlačení nežádoucích reakcí jako například rozpad austenitu na bainit, ferit a perlit nebo zejména vznik karbidů. V případě nesprávných koncentrací nebo absence těchto prvků, mohou tyto nežádoucí reakce částečně nebo úplně překrývat proces migrace uhlíku z martenzitu do austenitu, čímž podstatně snižují efektivitu celého zpracování vedoucího k požadované struktuře [02, 04,07].

Vznik karbidů je zvláště nežádoucí, protože se uhlík spotřebovává při jejich vzniku a tím pádem ho zbývá menší množství pro stabilizaci austenitu, což se negativně projeví na jeho konečném stabilizovaném množství [03].

Časový průběh teploty při tepelném zpracování QP procesem je znázorněn na obr. 2-1.



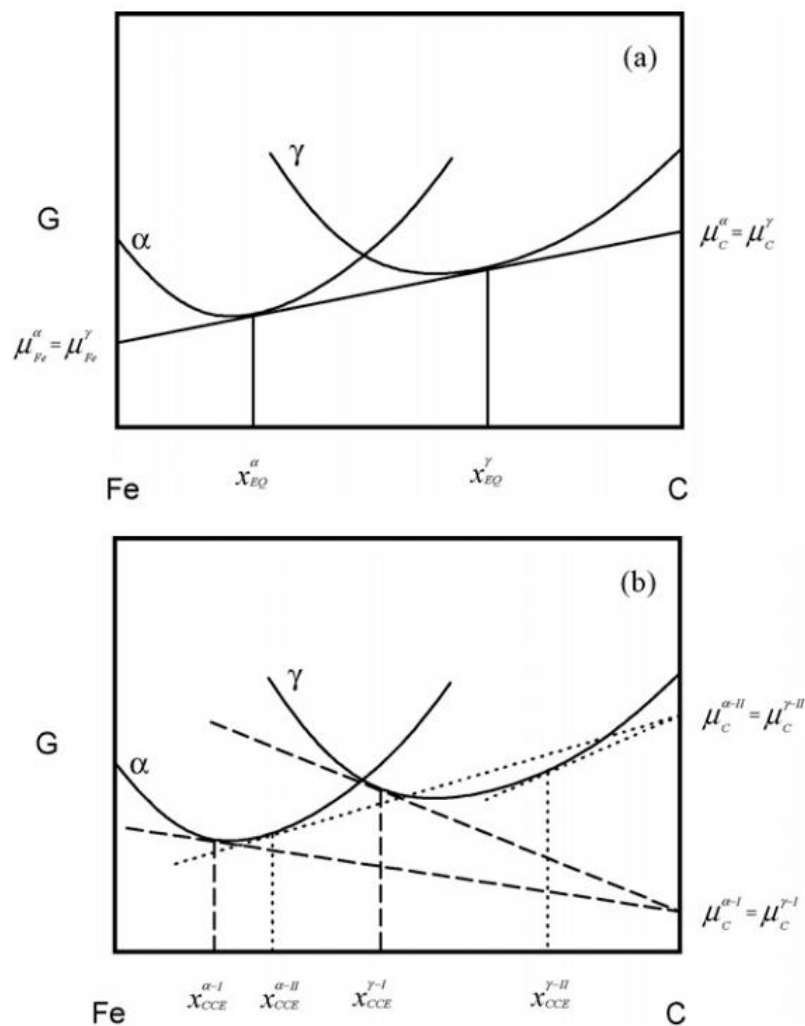
Obr. 2-1 - Schéma QP procesu v závislosti teploty na čase. Úplná austenitizace na teplotě AT, chlazení (kalení) na teplotu QT, poté přerozdělování uhlíku na teplotě PT, dochlazení na pokojovou teplotu RT [02]

2.3 Termodynamika a kinetika přerozdělování uhlíku

Existence uhlíkem obohaceného stabilizovaného austenitu v martenzitických ocelích byla známa již dříve, ale nebyla jí věnována přílišná pozornost, neboť podíly této stabilizované fáze v mikrostruktuře byly velmi malé. Proces kalení probíhá s vysokou rychlostí ochlazování do média, které má příliš nízkou teplotu na to, aby při této teplotě mohla v materiálu probíhat difúze v takové míře, která by umožňovala dostatečně obohatit větší podíl austenitu. Při popouštění kalených ocelí je již teplota pro difúzi uhlíku postačující, avšak tento proces je běžně zcela eliminován jinými mechanismy, které v případě popouštění představují hlavně vznik karbidů. Během popouštění z důvodu teplotní stabilizace materiálu je snaha přeměnit všechny austenit na struktury jiného typu, což je v rozporu s QP procesem, který se naopak snaží, aby byl RA ve struktuře ve větším množství přítomen [02,08].

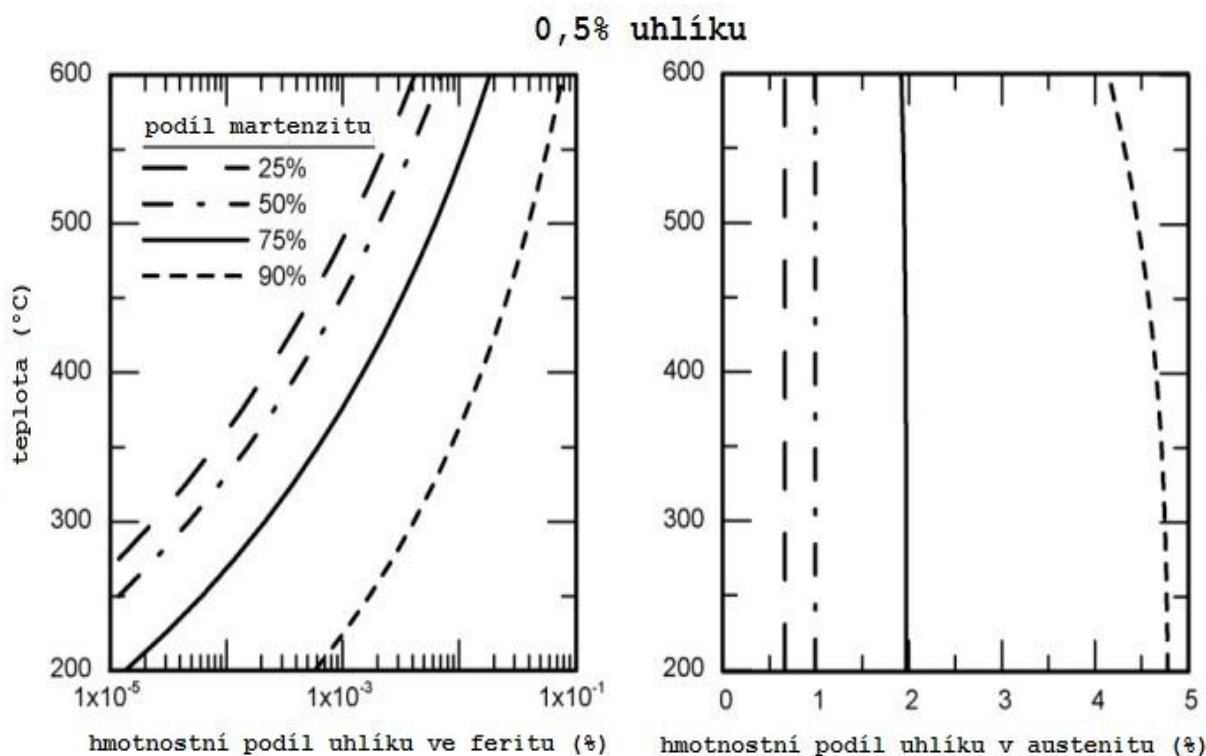
Pro stabilizaci austenitu ve struktuře v procesu QP je nutné nejprve sestavit model, který popisuje migraci uhlíku z martenzitu do netransformovaného austenitu. Tento model předpokládá podmínky, při kterých jsou potlačeny soupeřící reakce. Jen tak lze správně

odhadnout konec přerozdělování uhlíku. Ten nastane v okamžiku metastabilní rovnováhy mezi martenzitickým feritem a austenitem. Metastabilní rovnováha mezi austenitem a feritem za podmínek, kdy je umožněna difúze uhlíku na delší vzdálenosti ale zároveň obtížná difúze pomalu se pohybujících substitučních prvků, se nazývá pararovnováha. Tento koncept se používá i k popisu transformací, kdy se pro pohybující se fázové rozhraní mohou měnit podíly feritu a austenitu pro zajištění stejného chemického potenciálu všech složek (Fe, C, substituční prvky) v těchto fázích. V našem případě uvažujeme tato rozhraní za nepohyblivá. Metastabilní rovnováha feritu a austenitu, která je dosažena dokončením přerozdělování uhlíku mezi dvěma fázemi s nepohyblivými nebo omezeně pohyblivými rozhraními, se nazývá constrained carbon equilibrium (omezená rovnováha uhlíku) označovaná CCE nebo také CPE (constrained paraequilibrium conditions - omezené pararovnovážné podmínky). Tento stav je podmíněn tím, aby byl stejný chemický potenciál uhlíku v obou fázích, a zároveň musí být zachováno množství atomů železa a substitučních prvků. Termodynamické podmínky CCE jsou pro dva libovolné vzorky znázorněny na Obr. 2-2. Tečny ke křivkám Gibbsovy volné energie austenitu a feritu protínají osu uhlíku ve stejném bodě, což indukují stejný potenciál uhlíku v obou fázích, ale potenciál železa je ve feritu a austenitu rozdílný. Z diagramu vyplývá, že existuje nekonečné množství možných chemických složení fází austenitu a feritu, ale podmínka zachování rovnováhy hmoty jednoznačně určuje použitelné složení. Pro CCE se podíly jednotlivých fází určí podle velikosti martenzitické reakce na QT, ne pomocí pákového pravidla aplikovaného na rovnovážné nebo pararovnovážné spojnice (tie-line). Zkombinováním termodynamické podmínky s podmínkou rovnováhy hmoty je možné spočítat míru přerozdělení uhlíku a z toho stabilizaci austenitu podle celkové koncentrace uhlíku a množství martenzitu a RA, určených kalicí teplotou QT (možné získat z Koistinenových a Marburgerových vztahů). To ukazuje, že většina uhlíku v oceli migruje do austenitu, díky čemuž dochází k výraznému obohacování uhlíkem a tím pádem je možné dosáhnout silné stabilizace austenitu (Obr. 2-3) [01,02,04,08].



Obr. 2-2 - Schematické vyobrazení Gibbsovy energie v závislosti na chemickém složení. Diagram zobrazuje metastabilní rovnováhu při určité teplotě mezi feritem a austenitem v binárním diagramu Fe-C. (a) rovnováha a (b) dvě možnosti CCE stavů (I a II) ukazující dvě možná chemická složení feritu a austenitu splňující požadavek CCE - chemický potenciál uhlíku je v obou fázích stejný [08]

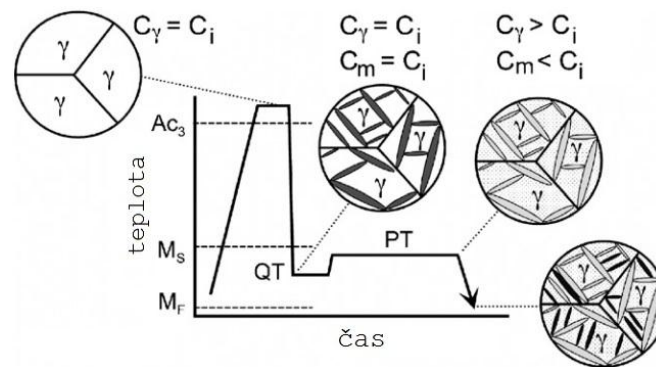
Obr. 2-3 také demonstruje, že kalením na nižší teploty mezi M_s a M_f , tedy tak, že vznikne velký podíl martenzitu, je možné dosáhnout velmi vysokých koncentrací uhlíku v austenitu. To je dáno tím, že při přerozdělovací fázi je dostatek uhlíku pro stabilizaci austenitu, protože se uvolňuje z velkého objemového podílu martenzitu [01].



Obr. 2-3 - Omezená rovnováha uhlíku spočítaná pro hmotnostních 0,5% C ukazující koncentrace uhlíku v austenitu a feritu jako funkce teploty pro různé podíly austenitu a martenzitického feritu [02]

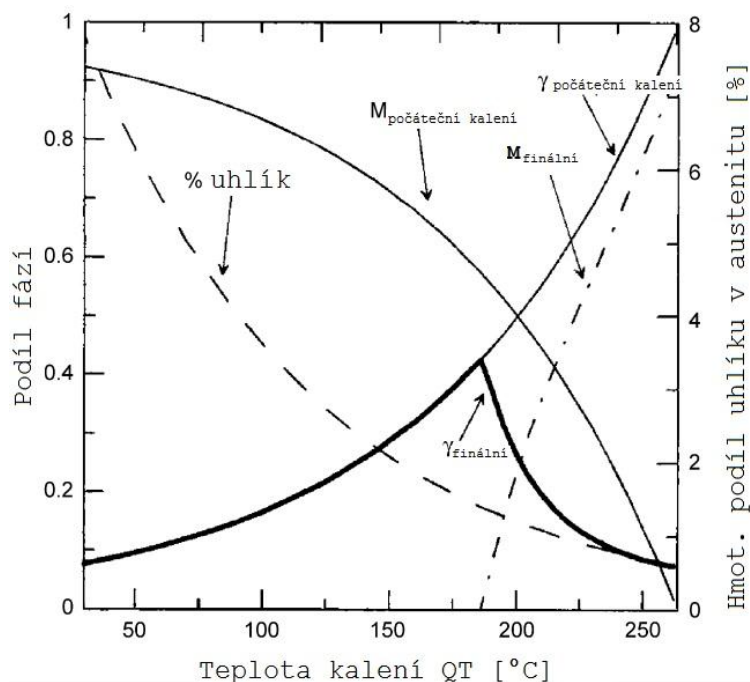
2.4 Návrh procesu

Diagram zobrazující posloupnost vývoje mikrostruktury z homogenního austenitu během QP procesu je zobrazen na Obr. 2-4. Po počáteční austenitizaci je ocel zakalena na teplotu QT, předem spočítanou pro získání určitých podílů martenzitu a netransformovaného austenitu. Následuje zahřátí na teplotu PT, při níž se uhlík přesouvá do austenitu, čímž zvyšuje jeho chemickou stabilitu tak, že po konečném dochlazení na pokojovou teplotu je stabilní. Pro dosažení chemické stability austenitu za pokojové teploty musí být jeho teplota M_s snížena na nebo pod pokojovou teplotu. Při finálním dochlazení není vyloučeno, že může vznikat i další martenzit z nedostatečně stabilizovaného austenitu. Ten bude odlišný od martenzitu vzniklého ve fázi počátečního kalení, protože zdědí po obohaceném austenitu také větší koncentraci uhlíku. V konečné mikrostruktuře může z nedostatečně stabilizovaného austenitu vzniknout i bainitická struktura a to zejména při delších časech fáze přerozdělování. Vznik tohoto bainitu může nastávat i při PT nižších než M_s . Tento jev potvrzují dilatometrická měření, která byla prováděna při přerozdělovacích fázích několika ocelí při zpracování QP procesem. Během přerozdělování docházelo k mírné expanzi sledovaných vzorků, což je následek transformace plošně centrované mřížky austenitu na prostorově centrovanou bainitického feritu. Tato expanze však nedosahovala nijak výrazných hodnot a odpovídá vzniku podílu bainitu ve struktuře v jen řádech několika procent. Tento vzniklý bainit by neměl obsahovat karbidy díky vlivu legujících prvků [01,02,04,08].

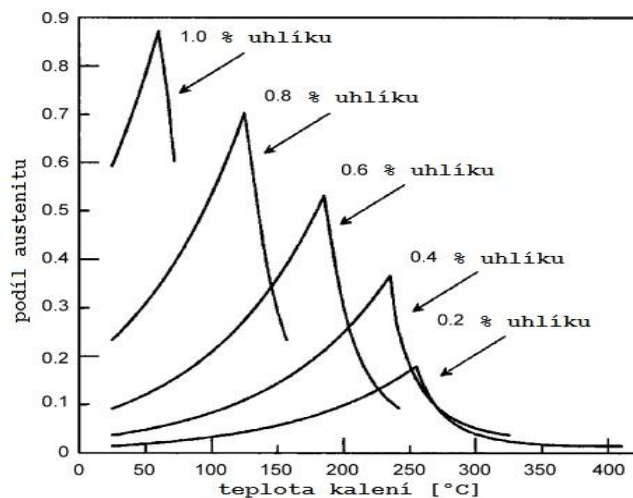


Obr. 2-4 - Schematický diagram zobrazující posloupnost vývoje mikrostruktury z homogenního austenitu během QP procesu (C_i , C_γ , C_m představují obsah uhlíku v počáteční slitině, austenitu a martenzitu a jsou zobrazeny pro QT a PT) [08]

Pro určení optimální QT pro získání maximálního podílu a maximální stabilizace austenitu je potřeba znát kinetiku martenzitické reakce pro konkrétní ocel. Ta je nejčastěji popisována Koistinen-Marburgerovou rovnicí $x = 1 - e^{[-a(M_s - T)]}$, kde x je objemový podíl fáze, a je materiálová konstanta, M_s teplota počátku martenzitické reakce a T je konečná teplota. Pro tuto rovnici se předpokládá plné potlačení soupeřících reakcí - uhlík se přesouvá pouze z martenzitu do austenitu. Nejprve jsou relativní podíly fází martenzitu a nepřeměněného austenitu na teplotě kalení vypočítány z podchlazení pod teplotu M_s pomocí Koistinen-Marburgerova vztahu, s teplotou M_s pro příslušný obsah uhlíku v austenitu. Poté dalším aplikováním Koistinen-Marburgerova vztahu, tentokrát na uhlíkem obohacený netransformovaný austenit po úplném přerozdělení, můžou být odhadnuty finální podíly fází po konečném dochlazení. Předvídaný vývoj mikrostruktury podle výše uvedené metody může být znázorněn pomocí diagramu (Obr. 2-5). Tento diagram naznačuje optimální teplotu kalení pro získání maximálního podílu netransformovaného austenitu. Při teplotách nad touto optimální QT zůstane ve struktuře po počátečním kalení velké množství austenitu, ale množství uhlíku difundujícího z menšího podílu martenzitu není dostatečné pro úplnou stabilizaci veškerého austenitu, a tak vzniká další martenzit při finálním chlazení na pokojovou teplotu. Pod optimální QT je po počátečním kalení přeměněno velké množství austenitu na martenzit, což se pak projeví v jeho malém podílu ve výsledné struktuře. Tento austenit bude mít díky velkému množství přesyceného martenzitu ve struktuře dostatek uhlíku pro stabilizaci, ale maxima podílu stabilizovaného austenitu lze dosáhnout jen pokud je teplota QT optimální. Při optimální QT vzniká maximální množství zbytkového austenitu tak, že je právě dostatek uhlíku pro jeho stabilizaci na pokojovou teplotu. Tento model předpokládá zvyšování finálního podílu austenitu jako funkci počátečního obsahu uhlíku v oceli (Obr. 2-6). V poslední době byla Koistinen-Marburgerova rovnice podrobena studiím, díky nimž je nyní možné uvažovat i vliv legujících prvků [01,02,04].



Obr. 2-5 - Předpokládané složení mikrostruktury po QP procesu. Výsledný podíl austenitu při pokojové teplotě je znázorněn plnou tučnou čarou. Ostatní křivky představují austenit (γ) a martenzit (M) přítomné na počáteční teplotě kalení a martenzit vznikající při finálním dochlazení [02]



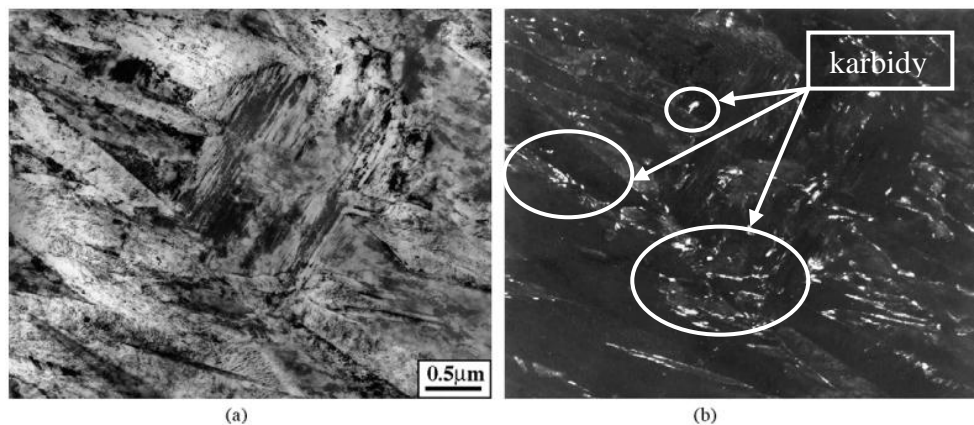
Obr. 2-6 - Předpokládané podíly zbytkového austenitu pro různé obsahy uhlíku v oceli [02]

2.5 Mikrostruktura a nežádoucí reakce

Požadovaná mikrostruktura a tím i výsledné mechanické vlastnosti oceli mohou být během zpracování QP procesem negativně ovlivněny reakcemi souběžně probíhajícími s přerozdělováním uhlíku. V závislosti na chemickém složení oceli a parametrech tepelného zpracování může být přerozdělování uhlíku částečně zastíněno vznikem bainitu, feritu nebo karbidů, což způsobuje snížení efektivity celého zpracování vedoucího k požadované mikrostruktuře [04].

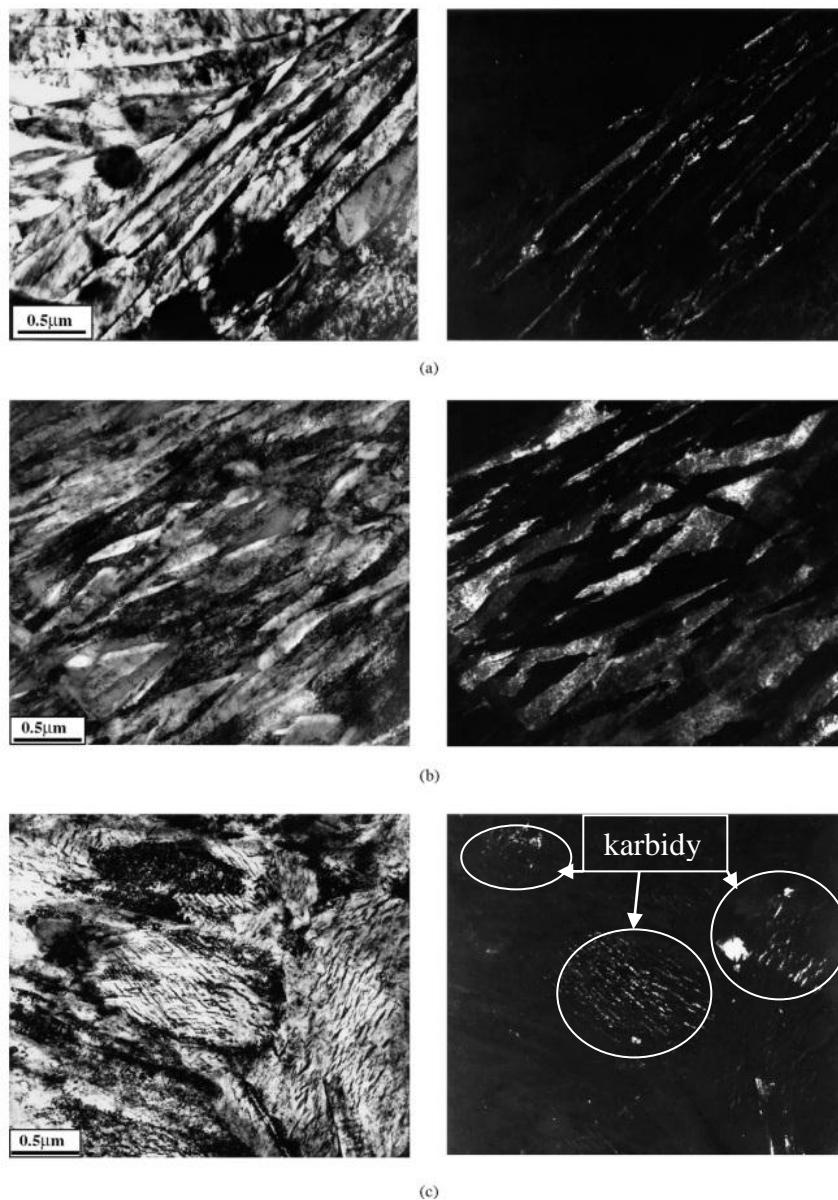
Na Obr. 2-7 je typická martenzitická mikrostruktura pozorované elektronovým mikroskopem, která byla získána počátečním kalením na QT 190°C s výdrží 120s na QT a

následným finálním kalením na pokojovou teplotu. Bylo tak získáno více RA (>6%) než v porovnání s přímým kalením na pokojovou teplotu (<2%). To ukazuje, že během výdrže na QT docházelo k migraci uhlíku do austenitu, a tím bylo dosaženo stabilizace na pokojovou teplotu. Při výdrži 120 sekund na QT 190°C však byly pozorovány důkazy o precipitaci karbidů do martenzitického feritu (Obr. 2-7(a)). Mimo zvýraznění karbidů je to také potvrzení, že tento martenzit vznikl při teplotě kalení. To také prozrazuje, že karbidy mohou být přítomny v martenzitu ještě před tím, než dojde ke zvýšení teploty na PT. Pokud se jedná o přechodové karbidy, mohou se rozpustit při teplotách přerozdělování a představovat tak další zdroj uhlíku pro vznik rovnovážného cementitu nebo stabilizaci austenitu [01,02].



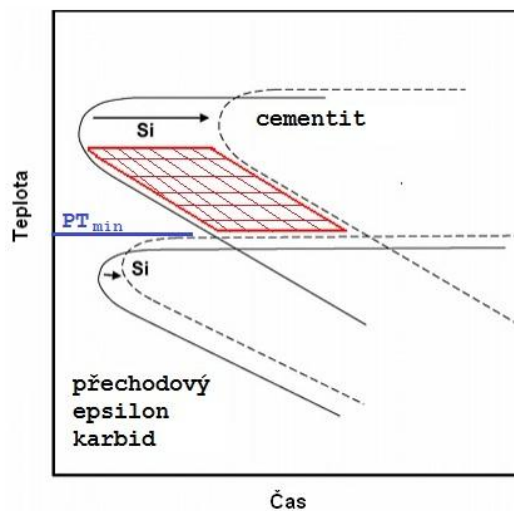
Obr. 2-7 - Snímky z elektronového mikroskopu martenzitické struktury oceli kalené na 190°C a s výdrží na teplotě kalení 120s s následným konečným kalením na pokojovou teplotu: (a)světlé pole (b) tmavé pole - patrné světlo odrážející karbidy [02]

Detailní pozorování elektronovým mikroskopem s vysokým rozlišením byla provedena na několika vzorcích s rozdílnými teplotami QT a PT, jak je znázorněno na Obr. 2-8. Obr. 2-8(a) ukazuje tenký film RA mezi lačkami martenzitu po přerozdělování na teplotě 250°C a obr. 2-8(b) po přerozdělování na 400°C tlustší film RA. Důvodem snížení podílu netransformovaného austenitu po nižších teplotách přerozdělování je precipitace karbidů. Značná precipitace karbidů, která se vyskytuje při nižších teplotách přerozdělování, je na Obr. 2-8(c) [02].



Obr. 2-8 - Snímek z elektronového mikroskopu oceli 9260: (a) kalena na 190°C, přerozdělování na 250°C, (b) kalena na 190°C a přerozdělování při 400°C, (c) kalena na 150°C, přerozdělování při 250°C [02]

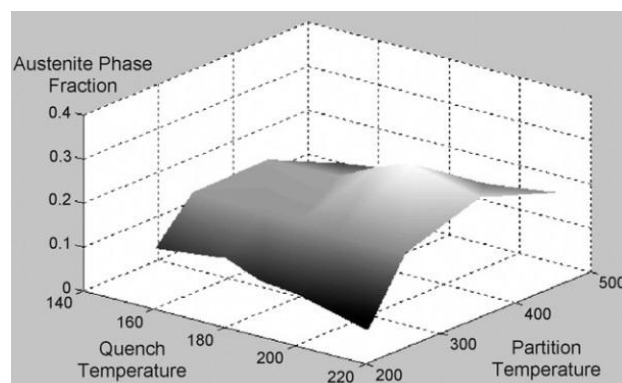
Hlavní nežádoucí reakcí je precipitace karbidů. Precipitace karbidů může být znázorněna pomocí schémata C-křivek (obr. 2-9), které ukazuje jednotlivé C-křivky přechodového karbidu a cementitu. Z obrázku je patrný vliv křemíku, který tyto křivky posouvá do vyšších teplot a delších časů. Tím vzniká teplotně časové okno pro fázi přerozdělování. Díky tomuto teplotně časovému oknu je možné prodloužit dobu výdrže na teplotě PT, aniž by hrozila precipitace karbidů. Nejnižší teplota PT pro efektivní dosažení maximálního podílu zbytkového austenitu musí tedy ležet nad oblastí výskytu přechodového epsilon karbidu [01,02].



Obr. 2-9 - Schematické znázornění C-křivek ukazující vliv křemíku na kinetiku precipitace karbidů. Teplotně časové okno, který vzniká díky vlivu křemíku, je znázorněno červeně. Toto okno umožňuje delší dobu výdrže na teplotě PT [01]

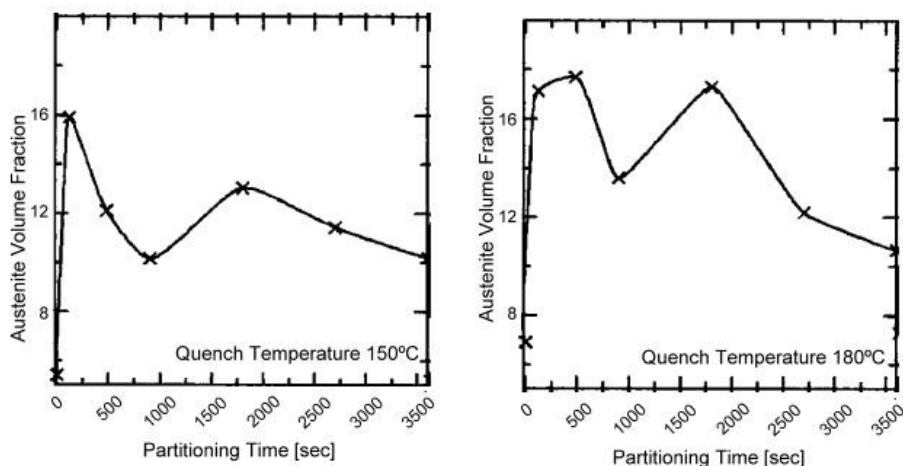
Množství zbytkového austenitu změřené u jednoho druhu oceli zpracované QP procesem s různými teplotami QT a PT a krátkými výdržemi na PT (méně než 120s) je znázorněno na obr. 2-10 jako funkce zmiňovaných teplot QT a PT. To ukazuje, jak precipitace přechodového karbidu v nižších teplotách přerozdělování dramaticky snižuje konečné maximální množství austenitu dosažitelné QP procesem ve finální mikrostruktúře [02].

Další nežádoucí reakcí, která také negativně ovlivňuje množství požadovaného austenitu, může být zachytávání uhlíku na mřížkových poruchách (carbon trapping). Pokud by zachytávání uhlíku na dislokacích bylo značné, mohlo by v určitých případech snižovat dostupné množství uhlíku pro stabilizaci austenitu. Z analýzy pomocí elektronové mikroskopie je těžké vyslovit ohledně zachytávání uhlíku na dislokacích závěry, kromě toho, že substruktura dislokací v martenzitickém feritu byla snížena při vyšších teplotách přerozdělování [02].



Obr. 2-10 - Závislost konečného podílu zbytkového austenitu na teplotách kalení QT a teplotách přerozdělování PT s dobou výdrže na PT kratší než 120s. Rapidní pokles množství austenitu u nižších teplot PT je způsoben precipitací přechodového karbidu [02]

Alternativní reakcí ovlivňující obohacování austenitu uhlíkem a jeho následnou stabilizaci představuje také rozpad netransformovaného austenitu během přerozdělovací fáze na karbidy, bainit nebo dokonce perlit při dostatečně vysokých PT. Obr. 2-11 ukazuje vliv doby přerozdělování na množství zbytkového austenitu. Výrazné stabilizace austenitu je dosaženo při velmi krátkých časech, což souhlasí s rychlou kinetikou úniku uhlíku z přesyceného martenzitu do netransformovaného austenitu. Toto schéma také ukazuje možnost dosáhnout dalšího maxima stabilního austenitu před tím, než dojde ke snížení konečného podílu RA s rostoucími časy přerozdělování. Existence druhého maxima při středních časech přerozdělování je vysvětlována jako následek rozkladu přechodového karbidu, který může vzniknout při nižších teplotách PT. Předpokládá se, že kinetika této reakce je pomalejší než počáteční rychlá migrace uhlíku z martenzitu a jelikož je vznik cementitu potlačen za pomoci legujících prvků, může se uhlík uvolněný z přechodového karbidu podílet na druhé vlně stabilizace austenitu [01,02].



Obr. 2-11 - Závislost zbytkového stabilizovaného austenitu na době přerozdělování uhlíku [02]

2.6 Vliv legujících prvků

Již delší dobu bylo známo, že křemík (Si) ovlivňuje pořadí reakcí pozorovaných během popouštění martenzitických ocelí. Podobný efekt má i na bainitickou reakci. Zejména pak zpomaluje vznik cementitu, což může zpomalit postup třetí fáze popouštění martenzitu (vznik cementitu na úkor přechodového epsilon karbidu) nebo vznik cementitu během bainitické přeměny mající za následek bezkarbidický bainit. Křemík se také ukazuje jako stabilizátor přechodového epsilon karbidu, který následně vydrží delší dobu a vyšší teploty. Potlačení vzniku cementitu je většinou vysvětlováno tím, že křemík má nízkou rozpustnost v cementitu, a tudíž má snahu difundovat z tvořících se a rostoucích karbidů ven. Tato skutečnost byla experimentálně potvrzena, křemík je vypuzován do okolního feritu. Schopnost stabilizovat přechodový epsilon karbid byla přisuzována vyšší rozpustnosti křemíku v tomto karbidu, ale pozdější měření mikroanalytickým transmisním elektronovým mikroskopem a metodou atom-probe nepotvrdily žádné výraznější obohacení. Dalším prvkem

majícím vliv na tvorbu karbidů je hliník (Al). Tento prvek je považován za adekvátní legující prvek zabráňující precipitaci karbidů během přerozdělovací fáze. Je to z důvodu jeho dnes již experimentálně prověřené schopnosti potlačovat vznik cementitu během popuštění martenzitických ocelí a během bainitické přeměny u ocelí typu TRIP. Jako vhodnější prvek potlačující precipitaci karbidů v ocelích určených pro QP proces se však ukazuje křemík. Hliník byl shledán pro QP proces méně efektivní, avšak u TRIP ocelí dosahuje nejlepších výsledků [02,04,08].

Chemické složení by mělo také obsahovat prvky stabilizující austenit. Tyto legury zmenšují teplotní okno pro vznik bainitu a prodlužují inkubační doby vzniku feritu a bainitu, takže rozšiřují teplotně časovou oblast pro zpracování QP procesem. K tomuto účelu jsou oceli legovány manganem a niklem, které se ukázaly v tomto směru jako velmi efektivní. [04]

Mangan (Mn) je prvkem podporujícím stabilitu austenitu. Zvyšuje rozpustnost uhlíku v austenitu a rozšiřuje oblast pro chlazení tím, že zabráňuje vzniku perlitu. Jak mangan tak i křemík se podílejí na zvyšování výsledných pevnostních hodnot ocelí legovaných těmito prvky zpevnováním tuhého roztoku. Chrom zpomaluje a stabilizuje perlitickou a bainitickou přeměnu. Stejně jako křemík a mangan se také podílí na zvyšování pevnosti [09].

V poslední době se však experimentuje i se strukturami, které cíleně obsahují i kontrolovaný podíl bainitu. U těchto ocelí se kombinuje přerozdělování uhlíku z martenzitu do austenitu se vznikem bezkarbidického bainitu. Tím je možné redukovat množství legujících prvků a přitom dosahovat vyhovujících mechanických vlastností. Úbytek přísadových prvků snižuje cenu ocelí, čímž se stává atraktivnější pro méně náročné aplikace [04].

2.7 Vliv inkrementální deformace

Inkrementální postupy se vyznačují velmi malým poměrem plastických zón v porovnání s celkovým objemem tvářené součásti. Tváření probíhá v sérii jednotlivých deformačních kroků, které mohou vykazovat určitou geometrickou nebo kinematickou podobnost. Během inkrementálních procesů mohou být kovové materiály podrobeny téměř cyklickým podmínkám deformování. Inkrementální tváření je používáno převážně při zvýšených teplotách. Nestacionární teplotní pole je výrazně ovlivňováno deformačním teplem vznikajícím při každém deformačním kroku. Tento vliv také působí na zpeňující mechanismy a na vývoj mikrostruktury. Současně dochází k velkému lokálnímu přetvoření a vzniku deformačně indukovaných anizotropií a tím k ovlivnění makrostruktury [10].

Vedle deformačního efektu mohou inkrementální deformace s vhodně zvolenou tepelně časovou charakteristikou dosáhnout silného ovlivnění struktury, a tím i výsledných mechanických vlastností. Vícetupňové deformace se na mikrostrukturu pozitivně projevuje hlavně ve zjemnění zrna. Výrazně zvyšuje vrubovou houževnatost a tažnost, pevnost příliš ovlivněna není. Jako příklad je možné uvést ocel 38MnSiVS5, na které byla provedena jedno, dvou a čtyř násobná inkrementální deformace a následně změřeny mechanické vlastnosti (Obr. 2-12). Tato inkrementální deformace se podstatně projevila na zvýšení tažnosti a vrubové houževnatosti. Tažnost u čtyřtupňové deformace vzrostla více než 4x oproti

deformaci jednostupňové a vrubová houževnatost se zdvojnásobila. Na pevnostní hodnoty neměla tato deformace podstatnější vliv [11].

| | | | |
|----------------------------|-------------------------|------------------------|------------------------|
| R_p [MPa] | 750 | 728,5 | 731 |
| R_m [MPa] | 884 | 887,5 | 949 |
| A [%] | 1,4 | 2,6 | 7,0 |
| a_k [J/cm ²] | 13,3 | 16,3 | 22,6 |
| | Jednostupňová deformace | Dvoustupňová deformace | Čtyřstupňová deformace |

Obr. 2-12 - Vliv vícefázové deformace na vývoj mechanických vlastností oceli 38MnSiVS5[11]

Pomocí inkrementálních tvářecích procesů je možné dosáhnout zjemnění zrna až do velikosti několika mikronů, čehož zpravidla klasickými deformačními postupy nelze. Výsledná velikost zrna i další mikrostrukturní charakteristiky jsou při tepelně mechanickém režimu ovlivněny kromě chemického složení i dalšími skutečnostmi. Zásadní význam má deformace a její parametry jako velikost, rychlost, teplotní rozsah, při kterém probíhá, stav napjatosti a rozložení deformačního pole. Další skutečnosti, které ovlivňují velikost zrna jsou průběh teploty ohřevu, výdrž na teplotě během deformace a celého vyhlazovacího režimu [11].

Rekrytalizační procesy v oblasti rozvinuté rekrytalizace mohou probíhat při vlastní deformaci dynamicky, postdynamicky a staticky bezprostředně po deformaci. K účinnému zjemnění zrna je důležité zvolit vhodnou velikost deformace a její aplikace musí být provedena v několika úběrech. Tyto úběry musí mít vhodný teplotní a časový průběh [11].

2.8 Vliv rychlosti ochlazování

Mechanické vlastnosti ocelí jsou silně závislé na mikrostruktuře získané tepelným zpracováním. Rychlost ochlazování při kalení v režimu tepelného zpracování má zásadní vliv na mikrostrukturní změny během této technologické fáze. Rychlost ochlazování austenitu z austenitizační teploty na teplotu částečného zakalení (QT) při QP procesu podstatně ovlivňuje výslednou mikrostrukturu. Požadovanou strukturou na této teplotě je směs martenzitu a zbytkového austenitu, která umožňuje získat po dokončení procesu tepelného zpracování nejvyšších pevnostních hodnot při zachování vyhovující tažnosti. Pro dosažení této struktury je nutno zajistit dostatečnou rychlost ochlazování (kritickou nebo nadkritickou), aby nevznikaly další fáze jako např. perlit nebo ferit, které by negativně ovlivňovaly mechanické vlastnosti oceli. Kritickou rychlost je možno získat z příslušných ARA diagramů pro ocel s konkrétním chemickým složením. Tato rychlost se může u ocelí výrazně lišit, neboť tvary ARA diagramů jsou silně závislé na chemickém složení [12,13,14,15].

Příkladem může být experiment zkoumající vliv rychlosti ochlazování u ocelí AISI 1020, AISI 1040 a AISI 1060 (Tab. 2-1). Jedná se o nízkolegované oceli používané pro běžné konstrukční účely, ale své uplatnění nachází i v automobilovém průmyslu například pro výrobu náprav. Používají se jak ve stavu tepelně nezpracovaném, tak i kalené nebo precipitačně vytvrzené. Tyto oceli byly zpracovány kalením z austenitizační teploty 980°C, na které byly drženy 4 hodiny. Kalení bylo provedeno do vody na pokojovou teplotu, na vzduchu na pokojovou teplotu a ochlazováním v peci. Poté byla metalograficky hodnocena struktura ocelí. Podíl martenzitické struktury bylo dosaženo u všech tří ocelí jen při kalení do vody, kdy byla rychlost ochlazování nejvyšší. Největší podíl martenzitu obsahovala struktura oceli AISI 1060, tedy oceli s nejvyšším obsahem legujících prvků. Při kalení na vzduchu, byly podíly martenzitu podstatně menší a u oceli AISI 1020 byl tento podíl nulový. Při ochlazování v peci, tedy nejpomalejší ochlazování, neobsahovala martenzit struktura ani jedné oceli. Je zde tedy vidět zásadní vliv rychlosti ochlazování a částečně i vliv chemického složení. Jelikož je martenzitická přeměna přeměnou bezdifúzní, je tedy třeba zajistit dostatečnou ochlazovací rychlost, aby difúze nebyla umožněna [15].

| ocel | C [%] | Mn [%] | Si [%] | P [%] | S [%] |
|-----------|-----------|---------|------------|----------|----------|
| AISI 1020 | 0,18-0,23 | 0,3-0,6 | 0 | max 0,04 | max 0,05 |
| AISI 1040 | 0,35-0,45 | 0,6-1 | 0,050-0,35 | max 0,06 | max 0,06 |
| AISI 1060 | 0,55-0,65 | 0,6-0,9 | 0,15-0,30 | max 0,06 | max 0,06 |

Tab. 2-1 – Chemické složení ocelí AISI 1020, AISI 1040, AISI 1060

3 Experimentální část

Experimentální program této práce se zabýval QP procesem modifikovaným o inkrementální deformaci. Deformace byla přidána z důvodu dalšího zjemnění struktury, a tím zlepšení mechanických vlastností. Hlavním cílem práce bylo popsání vlivu ochlazování na vývoj struktury a mechanické vlastnosti u třech nízkolegovaných vysokopevných ocelí s různým obsahem manganu a křemíku. Mikrostruktura byla hodnocena metalograficky s použitím světelné mikroskopie, laserové konfokální a elektronové řádkovací mikroskopie. Pro pozorování světelným mikroskopem byla mikrostruktura připravena pomocí technik běžného i barevného leptání. Podíly stabilizovaného austenitu ve finální struktuře po termomechanickém zpracování byly stanoveny měřením podílů fází rentgenovou difrakcí (XRD). Mechanické vlastnosti byly měřeny zkouškou tahem a měřením tvrdosti.

Pro srovnání získaných výsledků bylo na závěr provedeno porovnání QP procesu a standardního procesu kalení a popouštění.

3.1 Metalografické hodnocení struktury

3.1.1 Použité přístroje

Metalografické hodnocení struktur bylo provedeno použitím běžného i barevného leptání na podélných výbrusech v ose vzorků. Hodnocení probíhalo ve středové části vzorků a v případě vzorků po tahových zkouškách v oblasti lomů.

Pozorování struktury světelnou mikroskopií umožnil přístroj Nikon Optiphot 100 s digitální kamerou Baster A133. Snímky byly vyhodnocovány a zpracovávány v softwaru Lucia 4.6. Pro získání snímků s detailnějším zobrazením byl použit laserový konfokální mikroskop Olympus LEXT OLS 3000. Snímky lomových ploch byly pořizovány elektronovou řádkovací mikroskopií na mikroskopu ESCAN VEGAS SB Easy probe s energiově disperzním mikroanalyzátozem s wolframovým žhaveným vláknem a urychlovacím napětím až do 30kV.

3.1.2 Druhy leptání pro přípravu struktury pro pozorování

Mikrostruktura ocelí po tepelném zpracování má zásadní vliv na jejich výsledné mechanické vlastnosti. Pro pochopení chování materiálu je tedy nezbytné správného a detailního vyhodnocení mikrostruktury. K tomuto účelu bylo vyvinuto množství leptacích technik, díky kterým je možné připravit mikrostrukturu pro různé způsoby pozorování. To umožňuje získat důležité informace pro hodnocení zkoumaného materiálu [16].

Sledování mikrostruktur je tím náročnější, čím je sledovaná ocel jemnozrnější. Těchto jemnozrných ocelí stále přibývá, jelikož jemnozrnnost pozitivně ovlivňuje mechanické vlastnosti. U vícefázových ocelí obsahujících v mikrostruktuře například směs bainitu a martenzitu společně se zbytkovým austenitem, je pak poměrně náročné jednotlivé fáze a konstituenty spolehlivě identifikovat běžným leptáním Nitalem [17].

Běžné leptání nízkolegovaných ocelí pomocí Nitalu nebo Pikralu umožňuje zviditelnit současně pouze některé fáze. U vícefázových ocelí zpracovaných QP procesem, kde je

potřeba od sebe odlišit martenzit, austenit, bainit nebo ferit je pak po tomto leptání problematické tyto fáze od sebe rozlišit. Nital se hodí ke zvýraznění struktury martenzitu nebo feritu v martenzitické matici. U nízkouhlíkových ocelí dobře zvýrazňuje hranice feritických zrn. Pikral dosahuje lepších výsledků pro pozorování cementitu nebo struktury feriticko-cementitických konstituantů jako perlit a bainit [17,18,19].

Kromě těchto leptacích činidel byla vyvinuta další, která umožňují při pozorování světelným mikroskopem barevné odlišení jednotlivých fází. Reakcí barevných leptadel s povrchem metalografického výbrusu totiž dochází buď k barevné oxidaci konkrétních fází nebo k vytvoření transparentního filmu na výbrusu, který má pak funkci interferenčního povlaku. Díky rozdílné rychlosti odleptávání jednotlivých strukturních složek je pak díky interferenci světla možno tyto složky pozorovat v různém zbarvení a tím je od sebe snadněji odlišit. Leptací činidlo LePera umožňuje mezi sebou barevně odlišit ferit a bainit a od nich martenzit s austenitem. Barevné zbarvení se odvíjí od obsahu uhlíku. Pokud je obsah uhlíku v martenzitu přibližně 0,8%, zobrazí se v naleptané struktuře bílou barvou. Pokud je obsah uhlíku nižší, zbarvuje se do hněda. Ferit je charakterizován modrou barvou, austenit barvou bílou. Tím je při vyšších koncentracích uhlíku obtížné od sebe rozlišit martenzit s austenitem, neboť jsou v tomto případě oba zbarveny bíle. SMB činidlo (také nazýváno jako pyrosulfid sodíku) umožňuje odlišení feritu, perlitu, bainitu i martenzitu. Zbarvení strukturních složek je méně výrazné, avšak lze zlepšit použitím částečně polarizačních filtrů. Dalšími barevnými leptadly jsou například Klemm nebo méně rozšířená Mo-kyselina. Leptadlo Klemm je možno namíchat ve třech variantách (Klemm I, Klemm II a Klemm III), podle toho, jaký materiál je zkoumán a jaké fáze jsou potřeba zviditelnit. Pro pozorování uhlíkových a nízkolegovaných ocelí je nejvhodnější Klemm I, který barevně zvýrazňuje ferit a martenzit od ostatních fází. Je netečný vůči cementitu, který není Klemmem vůbec naleptáván. Leptadlo Klemm I se také používá ke zvýraznění β -fáze u mosazí a zinkových slitin. Klemm II se používá pro barevné odlišení α -fáze u mosazí a pro leptání manganových ocelí a cínu, zatímco pro pozorování struktury bronzů je nejvhodnější Klemm III. Pro pozorování austenitu ve struktuře ocelí bylo vyvinuto dvoukrokové leptání na austenit. Prvním krokem je naleptání vzorku Nitalem, po kterém následuje leptání v 10% vodném roztoku $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$. Po těchto krocích se struktura zbarví do hněda až černa, zatímco austenit zůstane bílý. Přehled a složení jednotlivých leptadel zobrazuje tabulka Tab.3-1 [16,17,18,20,21].

| leptadlo | složení |
|----------------------------|--|
| Selektivní leptadla | |
| Nital | 5% roztok kyseliny dusičné v etanolu |
| Pikral | 4% roztok kyseliny pikrové v etanolu |
| Barevná leptadla | |
| LePera | Základní roztok: 1) 1% roztok $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$ v destilované vodě 2) 4% roztok kyseliny pikrové v etanolu Čerstvě připravit roztok smícháním stejných dílů 1) a 2) |
| Klemm I | Základní roztok: 1000g $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ve 300ml destilované vody Leptací roztok: 2g K_2SO_4 ve 100ml základního roztoku - smíchat těsně před leptáním |
| Mo-kyselina | 5ml HF v 95ml destilované vody nasycené MoO_3 práškem |
| SMB | 10g $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$ ve 100ml destilované vody |
| Leptání na austenit | 1) 3% roztok HNO_3 v ethanolu (Nital) 2) 10% vodný roztok $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$ Naleptat nejprve Nitalem, následně druhým roztokem |

Tab. 3-1 - Přehled a složení leptacích roztoků [17,18,21]

V experimentu byla použita pro zvýraznění struktury dvě leptadla pro barevné leptání. Jednalo se o leptadlo LePera a leptadlo na austenit. Tyto leptací techniky kladou vysoké nároky na správnou přípravu vzorků a na postup samotného leptání. První podmínkou je bezchybné vybroušení a vyleštění vzorků, stejně jako u jiných běžně používaných leptadel. V případě dvoukrokového leptání na austenit je další podmínkou správný odhad doby leptání, neboť nelze málo naleptaný výbrus doleptávat. V případě málo naleptané struktury je stejně jako v případě struktury přešleptané nutno opakovat celou přípravu vzorku na opakované leptání. Vzhledem k tomu, že tato použitá leptadla vytváří na povrchu vzorku barevnou vrstvu oxidů nebo sulfidů, nelze vzorek pouze přešlestit jako například u Nitalu, ale je potřeba tuto vrstvu nejprve zbrousit. Tím se stává příprava vzorků časově velmi náročná a je nutno ji i několikrát opakovat, než se dosáhne uspokojivých výsledků.

Leptadlo LePera poskytlo barevné odlišení martenzitu, austenitu a bainitu. Díky tomu bylo možné identifikovat i malé množství bainitu tam, kde by to bylo použitím klasických metod leptání velmi obtížné.

Leptání na austenit poskytlo dobrý přehled o množství a rozložení stabilizovaného austenitu ve struktuře. Díky tomu, že se po tomto leptání austenit zobrazuje jako světlý a zbytek struktury ztmavne, je obraz dostatečně kontrastní a díky tomu je možné detekovat i velmi malé austenitické útvary.

3.2 Experimentální materiál

Experiment byl proveden na třech tavných nízkoaloyovaných vysocepevných ocelích s různým podílem manganu a křemíku H0, H1 a H2 (Tab. 3-2 - 3-4). Mezi nejvýznamnější legující prvky patří uhlík, křemík, mangan a chrom. Uhlík, jako nejdůležitější legující prvek, tvoří s železem intersticiální tuhý roztok a díky tomu zpevňuje kovovou matici. Tím u oceli zvyšuje pevnost a tvrdost. Zároveň díky změně rozpustnosti uhlíku v oceli umožňuje získávat nerovnovážné struktury, a tím dále zvyšovat pevnostní hodnoty. Křemík byl přidán z důvodu potlačení nežádoucích reakcí (vznik karbidů), ale má stejně jako uhlík i vliv na zvyšování hodnot pevnosti a tvrdosti. V koncentracích nad 1% zhoršuje tvařitelnost. Mangan příznivě působí na mechanické vlastnosti tím, že zvyšuje mez kluzu i mez pevnosti v tahu bez současného snižování plasticity. Současně s tím zlepšuje odolnost proti opotřebení a tvařitelnost za studena. Spadá do skupiny austenitotvorných prvků a rozšiřuje tak oblast stabilního austenitu. Chrom pozitivně působí na zvyšování tvrdosti a pevnosti oceli. Prodlužuje časové okno pro martenzitickou transformaci a zvyšuje tak prokalitelnost. Má pozitivní vliv na zvyšování odolnosti proti opotřebení. Všechny zde uvedené legující prvky mají vliv na teploty a kinetiku fázových přeměn. Současně snižují teplotu vodivosti oceli [26,27].

Ocel H0 byla považována za základní a obsahovala 0,43% C, 2% Si a 0,59% Mn. U oceli H1 byl zvýšen podíl křemíku z 2,03% na 2,6% a u oceli H2 byl zvýšen i obsah manganu z 0,59% na 1,17%.

| C | Si | Mn | Cr | Mo | Al | Nb | Ti | P | S | B |
|------|------|------|------|------|-------|-------|-------|--------|--------|-------------|
| 0,43 | 2,03 | 0,59 | 1,33 | 0,03 | 0,008 | 0,035 | 0,004 | <0,009 | <0,004 | 0,002-0,003 |

Tab. 3-2 - Chemické složení tavby H0

| C | Si | Mn | Cr | Mo | Al | Nb | Ti | P | S | B |
|------|-----|------|------|------|-------|-------|-------|--------|--------|-------------|
| 0,43 | 2,6 | 0,59 | 1,33 | 0,03 | 0,008 | 0,035 | 0,004 | <0,009 | <0,004 | 0,002-0,003 |

Tab. 3-3 - Chemické složení tavby H1

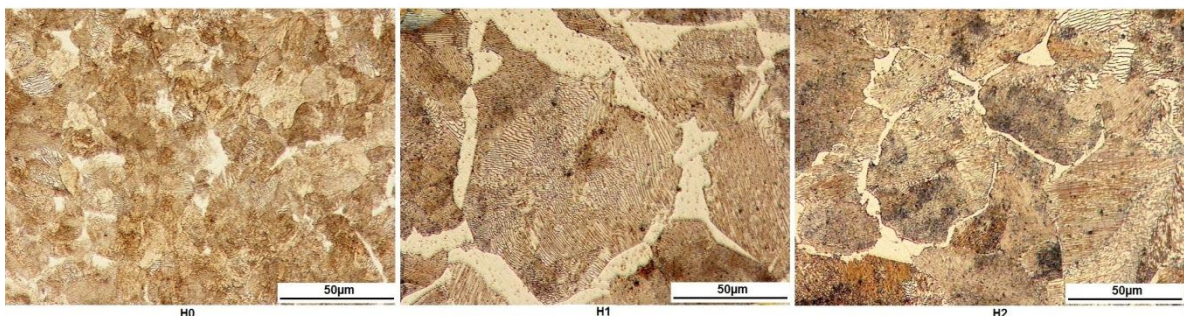
| C | Si | Mn | Cr | Mo | Al | Nb | Ti | P | S | B |
|------|-----|------|------|------|-------|-------|-------|--------|--------|-------------|
| 0,43 | 2,6 | 1,17 | 1,33 | 0,03 | 0,008 | 0,035 | 0,004 | <0,009 | <0,004 | 0,002-0,003 |

Tab. 3-4 - Chemické složení tavby H2

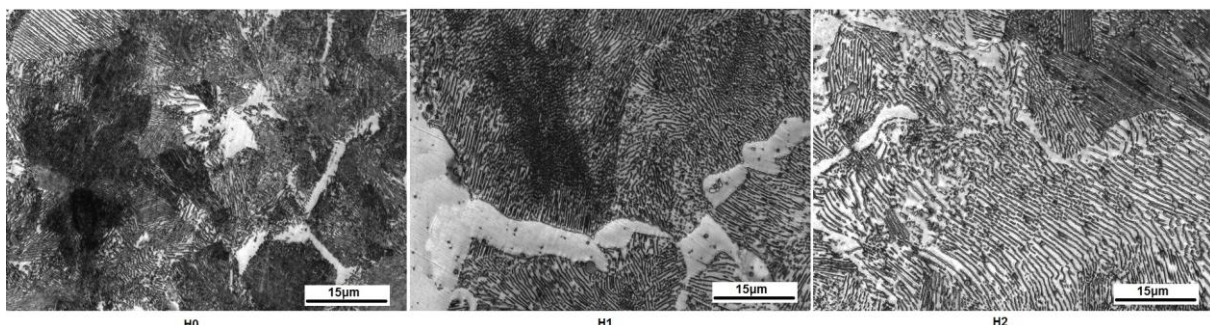
Materiál H0 byl dodán ve formě tabulí plechů válcovaného za tepla o tloušťce 18mm s perlitickou strukturou s malým podílem feritu. Materiály H1 a H2 byly experimentálně odlity a následně překovány na tyče o průměru 20mm. Struktury výchozích stavů jednotlivých experimentálních ocelí ukazuje obr. 3-1 a 3-2. Struktury ocelí jsou perliticko-feritické

s převahou perlitu. Nejvíce feritu obsahovala struktura oceli H2, u ocelí H0 a H1 je podíl feritu velmi malý. Ocel H0 měla díky válcování za tepla při výrobě tabule plechu nejjemnější zrno, oceli H1 a H2 byly podstatně hrubozrnnější. Z těchto dodaných stavů byly vyrobeny vzorky pro vlastní termomechanické zpracování (Obr. 3-3). Jednalo se vzorky s kruhovým průřezem, kdy aktivní část s délkou 16mm měla průměr 8mm. Konce vzorků byly opatřeny metrickými závity, pomocí kterých se upínaly do termomechanického simulátoru. Konečného tvaru vzorků před zpracováním bylo dosaženo soustružením. Po zpracování v simulátoru byly z těchto vzorků vyřezány pomocí drátořezu vzorky pro tahovou zkoušku (Obr. 3-4). Jedná se o ploché vzorky s délkou aktivní části 5mm a průřezem aktivní části 2x1mm.

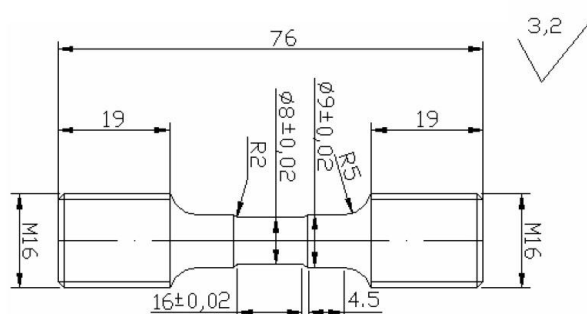
Výchozí mechanické vlastnosti materiálů před zpracováním jsou zobrazeny v Tab. 3-5. U oceli H0 byla dosažena mez pevnosti 981 MPa a tvrdost 290HV10 při hodnotě tažnosti A_{5mm} 30%. Oceli H1 a H2 dosahovaly nižších hodnot, mez pevnosti oceli H1 byla stanovena na 813MPa a oceli H2 na 842MPa. Změřená tvrdost materiálu H1 činila 250HV10 a materiálu H2 250HV10. Tažnosti A_{5mm} se u těchto dvou ocelí shodovaly hodnotou 20%. Nejvyšších hodnot měřených mechanických vlastností bylo dosaženo u oceli H0 díky homogenní a jemnozrnnější struktuře dané předchozí technologií výroby. I přes to, že oceli H1 a H2 obsahovaly vyšší podíly legujících prvků, které příznivě působí na měřené mechanické vlastnosti, dosahovaly v porovnání s materiálem H0 nižších hodnot, neboť se zde více projevil vliv mikrostruktury.



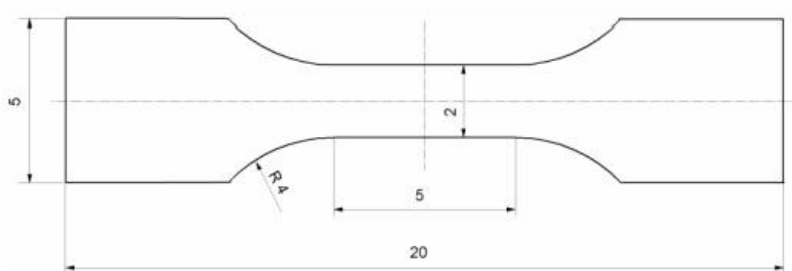
Obr. 3-1 – Struktury výchozích stavů materiálů (zleva) H0, H1 a H2. Světelný mikroskop



Obr. 3-2 – Struktury výchozích stavů materiálů (zleva) H0, H1, H2. Konfokální mikroskop



Obr. 3-3 - Rozměry zkušebního vzorku pro termomechanický simulátor

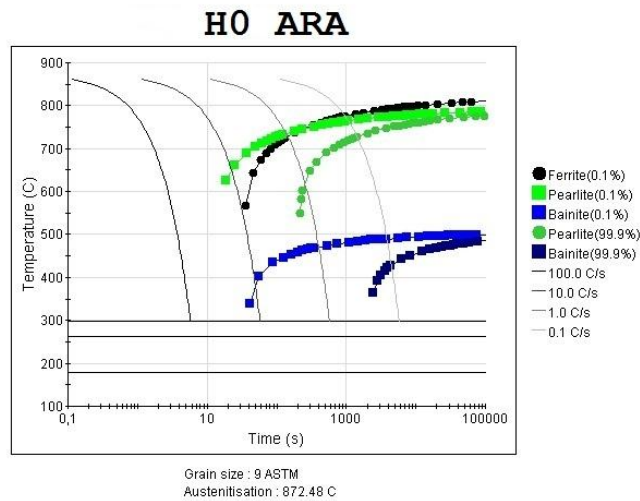


Obr. 3-4 - Rozměry zkušebního vzorku pro zkoušku tahem. Tloušťka celého vzorku činí 1mm

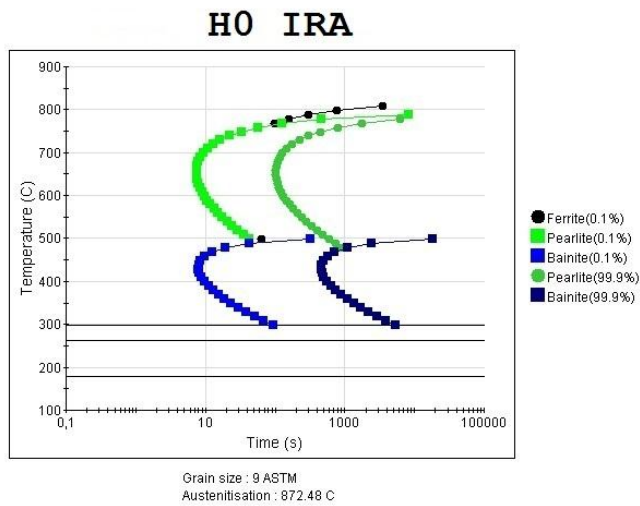
| | R_m [MPa] | A_{5mm} [%] | HV10 |
|----|-------------|---------------|------|
| H0 | 981 | 30 | 290 |
| H1 | 813 | 20 | 250 |
| H2 | 842 | 20 | 245 |

Tab. 3-5 - Mechanické vlastnosti výchozích stavů materiálů

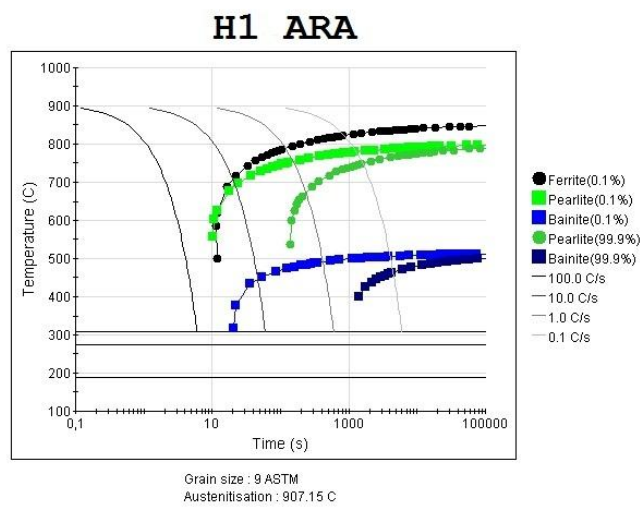
Aby bylo možné navrhnout vhodné parametry zpracování bylo nutné znát teploty jednotlivých fázových přeměn. Proto byly v programu JMatPro vypočteny diagramy ARA a IRA (Obr. 3-5 - 3-10). Nárůst obsahu křemíku u oceli H1 a nárůst křemíku i manganu u oceli H2 způsobil v porovnání s ocelí H0 posun fázových přeměn do jiných teplot a časů (Obr. 3-11). Vliv křemíku vyplývá z porovnání diagramů taveb H0 a H1, jelikož tavná křivka H1 se liší právě zvýšeným obsahem křemíku. Křemík posouvá jednotlivé křivky diagramu do vyšších teplot a zároveň ke kratším časům. Teploty M_s a M_f jsou křemíkem posouvány k vyšším teplotám kdy zvýšený obsah křemíku v oceli H1 způsobil oproti oceli H0 růst teploty M_s z 298°C na 327°C a teploty M_f ze 178°C na 184°C. Vliv manganu plyne z porovnání diagramů taveb H1 a H2. Tento vliv je opačný, neboť posouvá křivky diagramu přibližně zpět na hodnoty H0 tj. do nižších teplot a delších časů. Teploty M_s a M_f s rostoucím obsahem manganu klesají. Růst obsahu manganu v oceli H2 způsobil v porovnání s ocelí H1 pokles teploty M_s z 327°C na 276°C a M_f ze 184°C na 153°C (Obr. 3-11).



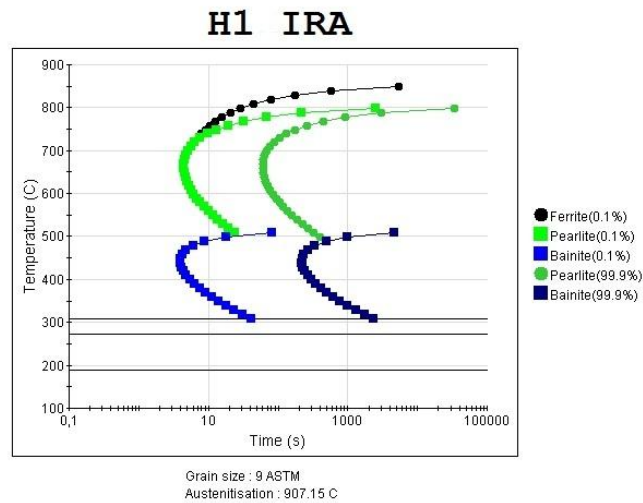
Obr. 3-5 - H0 - ARA diagram



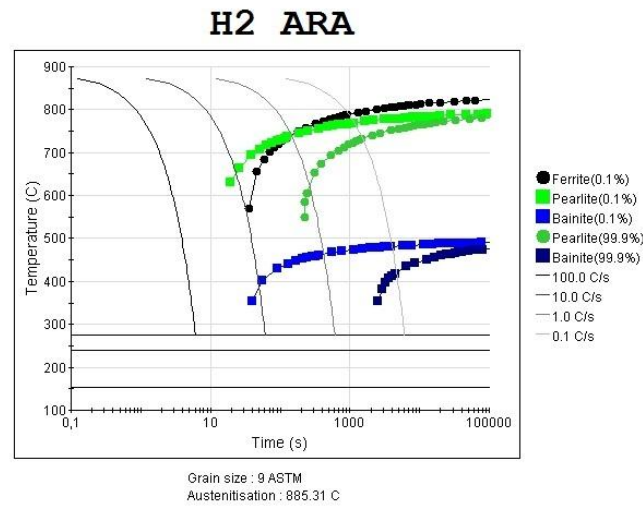
Obr. 3-6 - H0 - IRA diagram



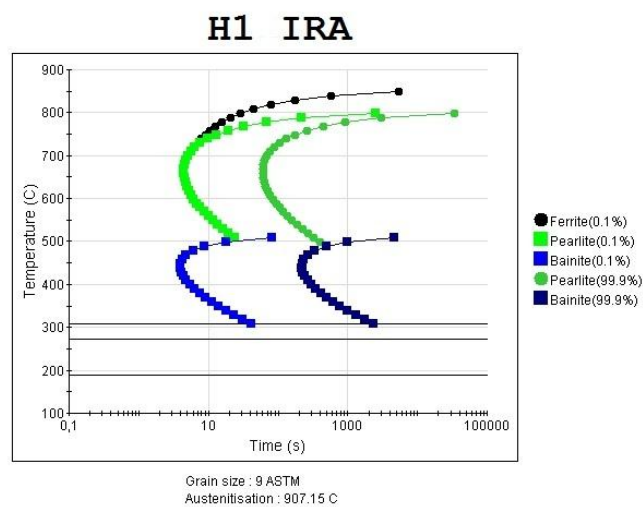
Obr. 3-7 - H1 - ARA diagram



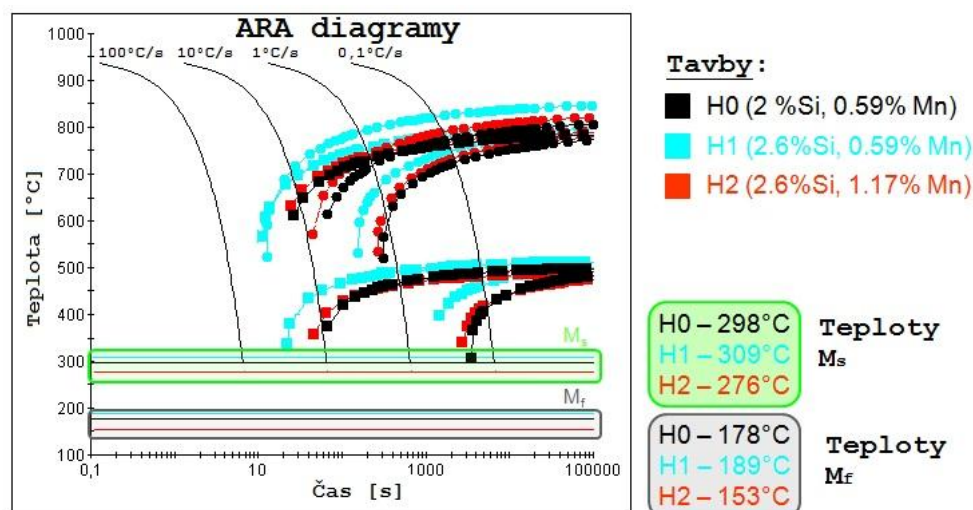
Obr. 3-8 - H1 - IRA diagram



Obr. 3-9 - H2 - ARA diagram



Obr. 3-10 - H2 - IRA diagram



austenitizace 950°C

Obr. 3-11 - Vliv legujících prvků na posuv teplot fázových přeměn

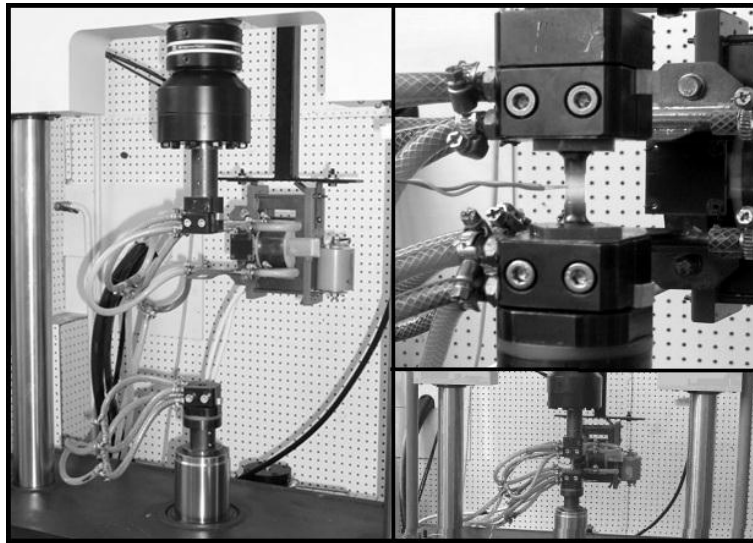
3.3 Termomechanické zpracování

Termomechanické zpracování vzorků bylo provedeno na termomechanickém simulátoru (Obr. 3-12), díky kterému bylo možné přesně namodelovat termomechanické zpracování QP procesem s integrovanou inkrementální deformací. Tento termomechanický simulátor umožňuje přesně řídit teplotní a deformační režimy. Systém ovládání umožňuje rychlé změny teploty a parametrů deformace díky čemuž zvládá pohotově napodobit parametry reálných procesů termomechanického zpracování. U ocelí může být dosažen teplotní gradient přes 100°C/s při ohřívání a přes 250°C/s během chlazení. Rychlost deformace může být dosažena až 3m/s. Kromě vestavěné řady senzorů přístroj obsahuje ještě další externí monitorující zařízení, které mohou být dodatečně připojeny k ovládacímu systému a tím rozšířit použití simulátoru [22].

Struktury získané po tomto zpracování byly analyzovány nejenom metalograficky, ale byly u nich zjištěny i výsledky mechanických hodnot. Cílem bylo zjistit nejenom vliv parametrů procesu na výsledné vlastnosti, zejména kombinaci pevnost x tažnost, ale popsat i vliv různých podílů manganu a křemíku.

Mechanické vlastnosti byly zkoumány pomocí zkoušky tahem, měřením tvrdosti. Podíly jednotlivých strukturních složek byly stanoveny pomocí rentgenové difrakční fázové difrakce (XRD).

Na závěr bylo provedeno porovnání QP procesu se standardním procesem kalení a popouštění.



Obr. 3-12 - Termomechanický simulátor (vpravo nahoře průběh experimentu) [22]

3.3.1 Režimy termomechanického zpracování

Cílem experimentu bylo zjištění vlivu rychlosti ochlazování na vývoj struktury u všech třech experimentálních materiálů. Ostatní parametry zpracování byly zjištěny v pracích předcházející této bakalářské práci [01,23,24].

Režimy se skládaly z ohřevu na teplotu 900°C pro ocel H0 a na teplotu 950°C pro oceli H1 a H2, u kterých byla teplota austenitizace vyšší z důvodu vyššího podílu legujících prvků a vyšších teplot A_{c3} . Austenitizace probíhala při výdrži na těchto teplotách po dobu 100s. Poté následovala inkrementální deformace během ochlazování z 900°C (950°C) na 820°C obsahující 20 deformačních kroků. Celková logaritmická deformace dosáhla hodnoty $\varphi = 5$. Po deformaci proběhlo zakalení na teplotu 200°C s výdrží 10s. Poté byla teplota opět zvýšena na 250°C s výdrží 600s pro difúzní přerozdělení uhlíku. Režim byl ukončen vychlazením na vzduchu, jeden vzorek z tavby H0 (H0-20°C/s-v) byl kalen do vody (Obr. 3-13).

Pro zjištění vlivu tahové deformace při zkoušce tahem byly následně metalograficky vyhodnoceny i některé vzorky po tahových zkouškách. Byla porovnávána struktura před a po tahové zkoušce.

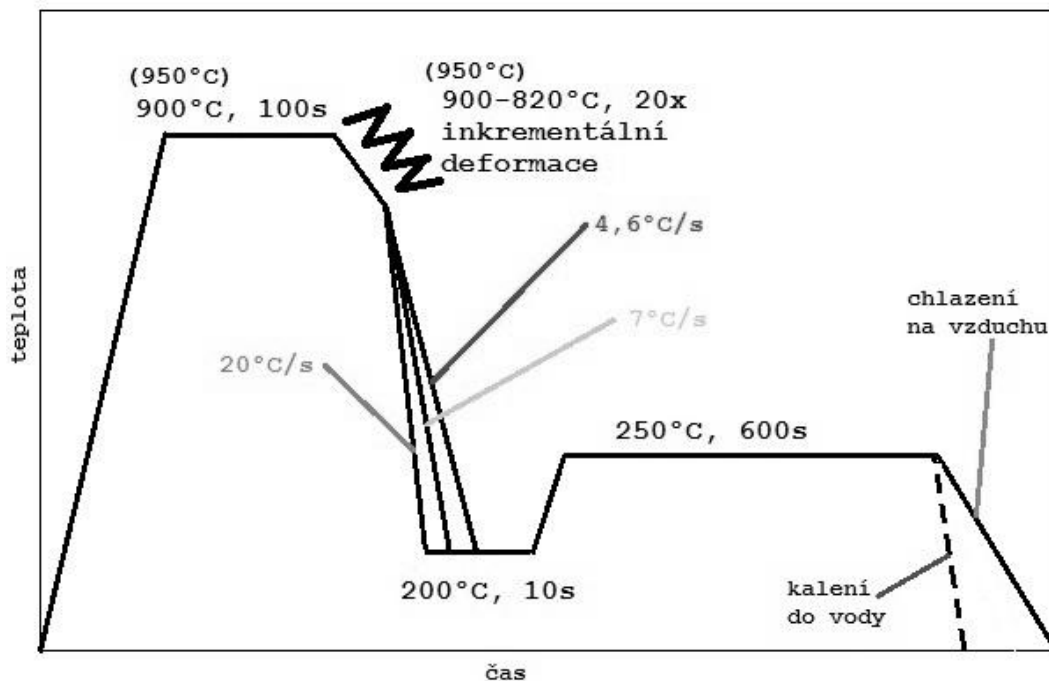
Tab. 3-6 zobrazuje přehled zkoumaných vzorků a použitých režimů termomechanického zpracování QP procesu. Přehled vzorků zpracovaných kalením a popouštěním se nachází v Tab. 3-7. Schéma tepelného zpracování kalením a popouštěním zobrazuje Obr. 3-14.

| vzorek | popis režimu | | | |
|----------------|--------------|-----------|------------|-----------------------------|
| | AT | QT | PT | rychlost ochlazování [°C/s] |
| H0-20°C/s-v | 900°C/100s | | | 20 |
| H0-20°C/s-tah | | | | 20 |
| H0-20°C/s | | | | 20 |
| H0-7°C/s | | | | 7 |
| H0-4,6°C/s | | | | 4,6 |
| H1-20°C/s | 950°C/100s | 200°C/10s | 250°C/600s | 20 |
| H1-20°C/s-tah | | | | 20 |
| H1-7°C/s | | | | 7 |
| H1-7°C/s-tah | | | | 7 |
| H1-4,6°C/s | | | | 4,6 |
| H1-4,6°C/s-tah | | 4,6 | | |
| H2-20°C/s | | | | 20 |
| H2-20°C/s-tah | | | | 20 |
| H2-7°C/s | | | | 7 |
| H2-4,6°C/s | | | | 4,6 |

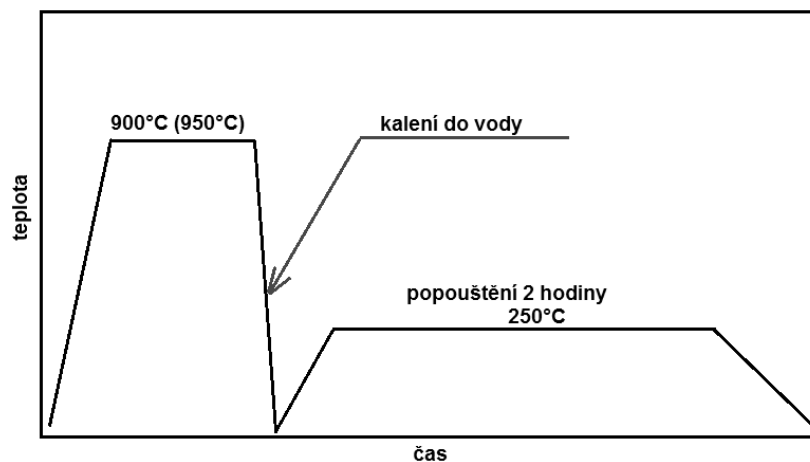
Tab. 3-6 - Přehled režimů termomechanického zpracování a zkoumaných vzorků

| vzorek | popis tepelného zpracování |
|--------|----------------------------|
| H0-KP | austenitizace 900°C |
| H1-KP | kalení do vody |
| H2-KP | popouštění 250°C/2h |

Tab. 3-7 - Přehled vzorků zpracovaných kalením a popouštěním



Obr. 3-13 - Schéma použitého termomechanického zpracování QP procesem.



Obr. 3-14 – Schéma tepelného zpracování vzorků zpracovaných kalením a popouštěním. Úplná austenitizace při 900°C (950°C) následovaná kalením do vody. Popouštění probíhalo při 250°C po dobu 2 hodin

3.4 Tavba H0

Vzorky z tavby H0 byly zpracovány QP procesem se třemi rychlostmi ochlazování na termomechanickém simulátoru. Pro potvrzení vypočtených teplot bylo provedeno i

dilatometrické měření pro stanovení teplot fázových přeměn. Teploty M_s a M_f byly stanoveny na $M_s=298^\circ\text{C}$ a $M_f=178^\circ\text{C}$. [25]

3.4.1 Vzorok H0-20°C/s a H0-20°C/s-v

Jako první režim bylo odzkoušeno zpracování s nejrychlejším ochlazováním tzn. 20°C/s. Tímto režimem byly zpracovány dva vzorky. Vzorek H0-20°C/s-v byl při konečném dochlazování po termomechanickém zpracování kalen do vody, zatímco druhý vzorek byl stejně jako všechny ostatní vzorky dochlazován na vzduchu. Finální struktura byla u obou vzorků tvořena směsí martenzitu s malým podílem zbytkového austenitu a bainitu (Obr. 3-15, 3-16). Zbytkový austenit se nacházel mezi jehlicemi martenzitu ve formě tenkého filmu. Barevným leptáním LePerou byl ve struktuře potvrzen i malý podíl bainitu, který si při leptání projevil modrou barvou (Obr. 3-17).

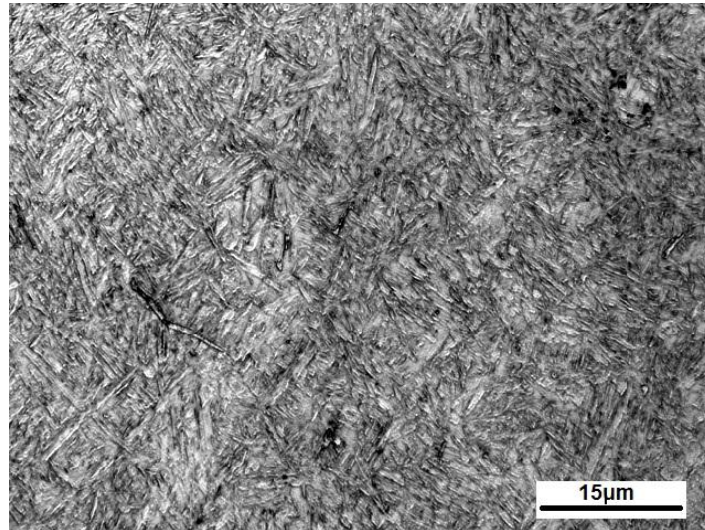
Rentgenovou fázovou difrakční analýzou byl zjištěn podíl zbytkového austenitu ve struktuře vzorku H0-20°C/s na 17%. U vzorku H0-20°C/s byla dosažena mez pevnosti 1994 MPa a mez kluzu 1595 MPa s tažností 15% (Tab. 3-8 a Tab. 3-9). Tvrdost byla stanovena na 546 HV10. U vzorku H0-20°C/s-v byly dosažené hodnoty mechanických vlastností mírně nižší. Mez pevnosti dosáhla 1970 MPa, mez kluzu 1542 MPa a tažnost 14%. Hodnota tvrdosti byla změřena 532 HV10. Z výsledků je patrné, že závěrečná rychlost ochlazování z teploty přerozdělení na teplotu okolí se výrazně neprojevila na hodnotách tažnosti ani podílu zbytkového austenitu. Stejně tak ve struktuře nebyly zjištěny žádné výrazné změny.

| H0-20°C/s | mez pevnosti [MPa] | mez kluzu [MPa] | tvrdost HV10 | tažnost $A_{5\text{mm}}$ [%] | RA[%] |
|-----------|-----------------------|--------------------|-----------------|---------------------------------|-------|
| | 1994 | 1595 | 546 | 15 | 17 |

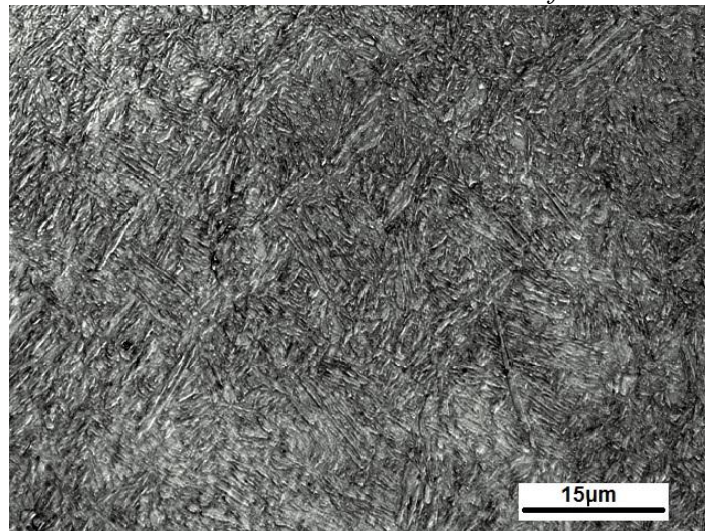
Tab. 3-8 - Výsledné mechanické vlastnosti vzorku H0-20°C/s

| H0-20°C/s-v | mez pevnosti [MPa] | mez kluzu [MPa] | tvrdost HV10 | tažnost $A_{5\text{mm}}$ [%] |
|-------------|-----------------------|--------------------|-----------------|---------------------------------|
| | 1970 | 1542 | 532 | 14 |

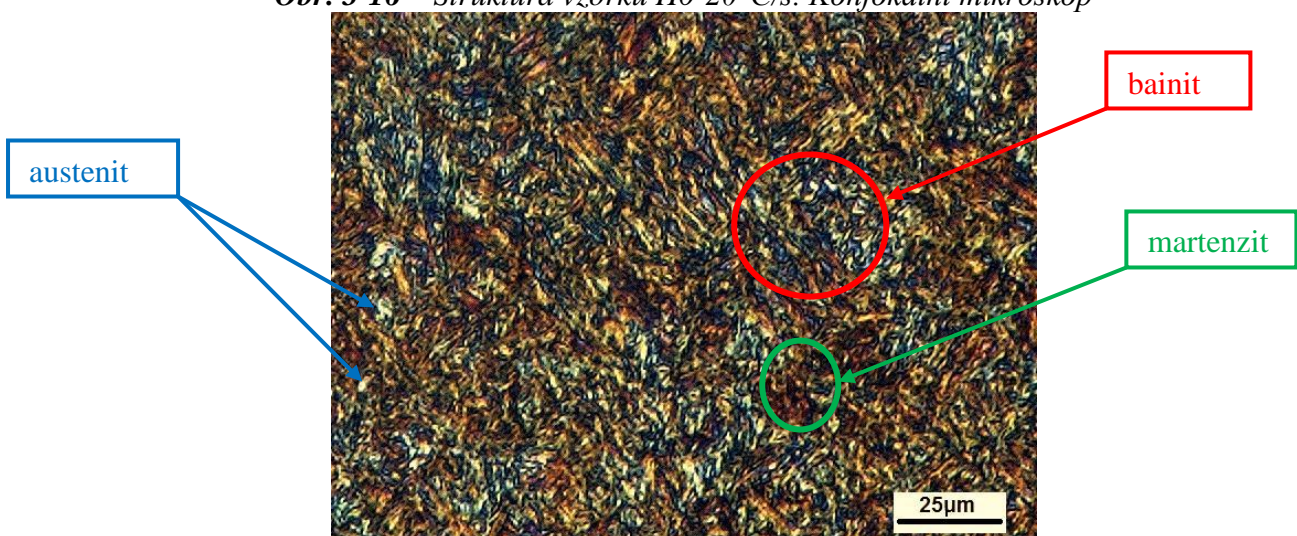
Tab. 3-9 - Výsledné mechanické vlastnosti vzorku H0-20°C/s-v



Obr. 3-15 – Struktura vzorku H0-20°C/s-v. Konfokální mikroskop



Obr. 3-16 – Struktura vzorku H0-20°C/s. Konfokální mikroskop



Obr. 3-17 – Struktura vzorku H0-20°C/s. Leptání LePerou. Bainit – modrý, martenzit – hnědý, austenit – bílý. Světelný mikroskop

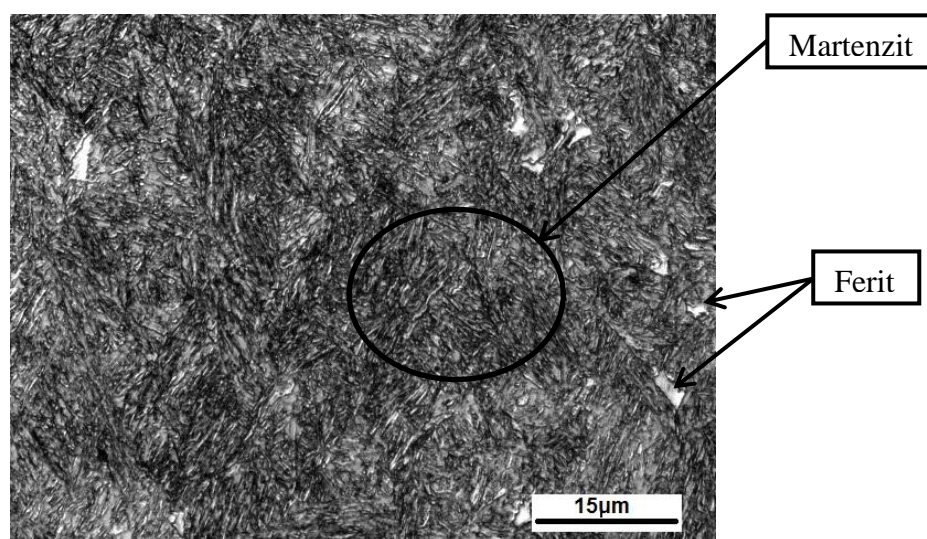
3.4.2 Vzorek H0-7°C/s

U dalšího režimu byla rychlost ochlazování snížena na 7°C/s. Snížení rychlosti ochlazování způsobilo viditelné změny ve struktuře. Struktura byla tvořena martenzitem a podílem bainitu a stabilizovaného austenitu, který se pravděpodobně vyskytuje mezi jehlicemi martenzitu ve formě tenkého filmu (Obr. 3-18). Ve struktuře byl detekován i volný ferit.

Podíl zbytkového austenitu byl rentgenovou fázovou difrakční analýzou stanoven na 14%. Snížení rychlosti ochlazování vedlo ke snížení hodnoty meze pevnosti na 1897 MPa, s mezí kluzu 1464 MPa a tažností A_{5mm} 10% (Tab. 3-10). Měření tvrdosti poskytlo výsledek 509 HV10. Tento pokles hodnoty tvrdosti oproti předchozí rychlosti ochlazování je dán pravděpodobně výskytem volného feritu ve struktuře.

| H0-7°C/s | mez pevnosti [MPa] | mez kluzu [MPa] | tvrdost HV10 | tažnost A_{5mm} [%] | RA [%] |
|----------|--------------------|-----------------|--------------|-----------------------|--------|
| | 1897 | 1464 | 509 | 10 | 14 |

Tab. 3-10 - Výsledné mechanické vlastnosti vzorku H0-7°C/s



Obr. 3-18 - H0-7°C/s – konfokální mikroskop

3.4.3 Vzorek H0-4,6°C/s

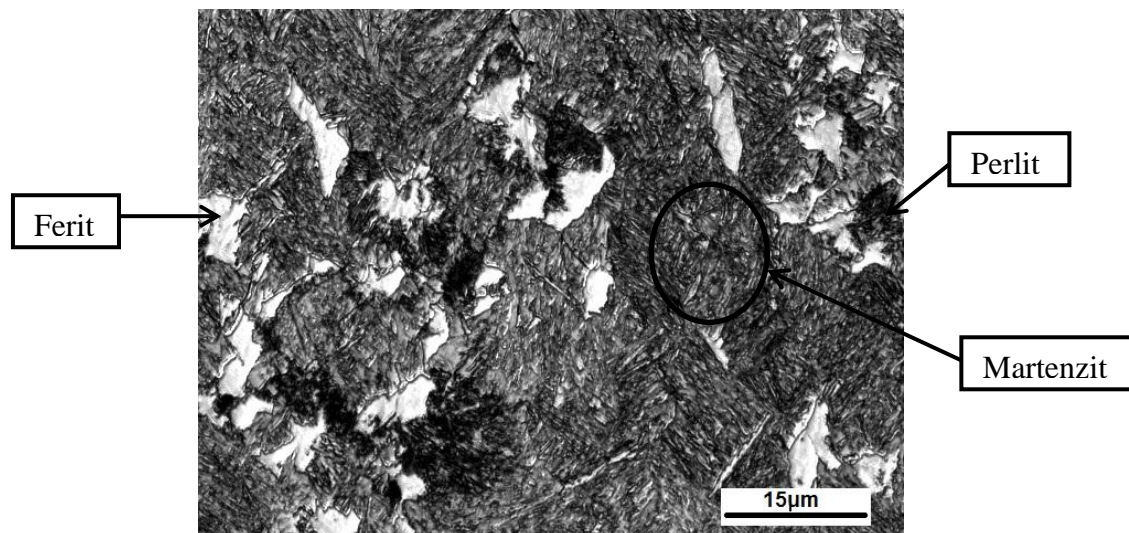
Režimem s nejnižší rychlostí ochlazování 4,6°C/s byl zpracován vzorek H0-4,6°C/s. Při této rychlosti ochlazování není výsledná struktura tvořena jen martenzitem, bainitem a stabilizovaným austenitem, ale ve struktuře byl detekován i volný ferit a lamelární perlit (Obr. 3-19).

Podíl austenitu kvůli výskytu perlitu ve struktuře klesl na 11%. U vzorku byla změřena mez pevnosti 1662 MPa, mez kluzu dosáhla hodnoty 1221 MPa (Tab. 3-11). Tažnost byla stanovena na 6% a tvrdost na 515 HV10. Pokles meze pevnosti je způsoben nárůstem podílů

feritu a perlitu na úkor martenzitu. Současný pokles tažnosti je způsoben přítomností podílu perlitu.

| H0-4,6°C/s | mez pevnosti [MPa] | mez kluzu [MPa] | tvrdost HV10 | tažnost A _{5mm} [%] | RA [%] |
|------------|--------------------|-----------------|--------------|------------------------------|--------|
| | 1662 | 1221 | 515 | 6 | 11 |

Tab. 3-11 - Výsledné mechanické vlastnosti vzorku H0-4,6°C/s



Obr. 3-19 – Snímek struktury vzorku H0-4,6°C/s – konfokální mikroskop

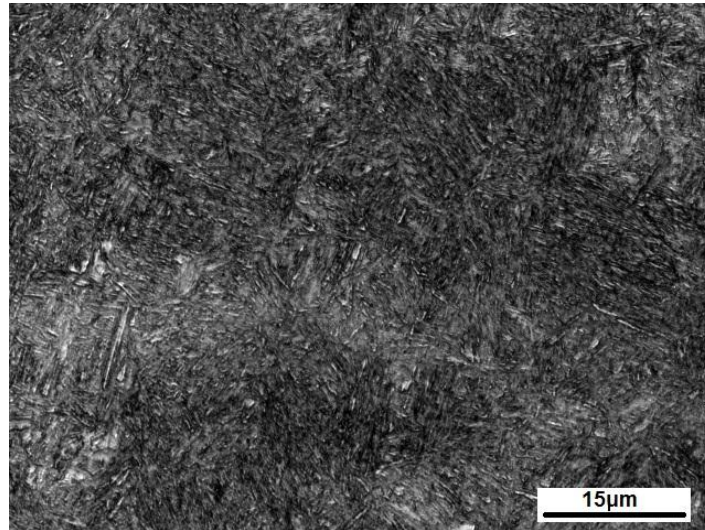
3.4.4 Vzorek H0-KP

Posledním režimem provedeným na materiálu H0, tedy na materiálu s nejnižším podílem legujících prvků, bylo klasické zpracování skládající se z kalení a popouštění (Tab. 3-7). Na vzorcích byla získána martenzitická struktura s malým podílem bainitu a s velmi malým podílem stabilizovaného austenitu (Obr. 3-20, 3-21). Výskyt bainitu ve struktuře byl opět potvrzen barevným leptáním LePera (Obr. 3-21).

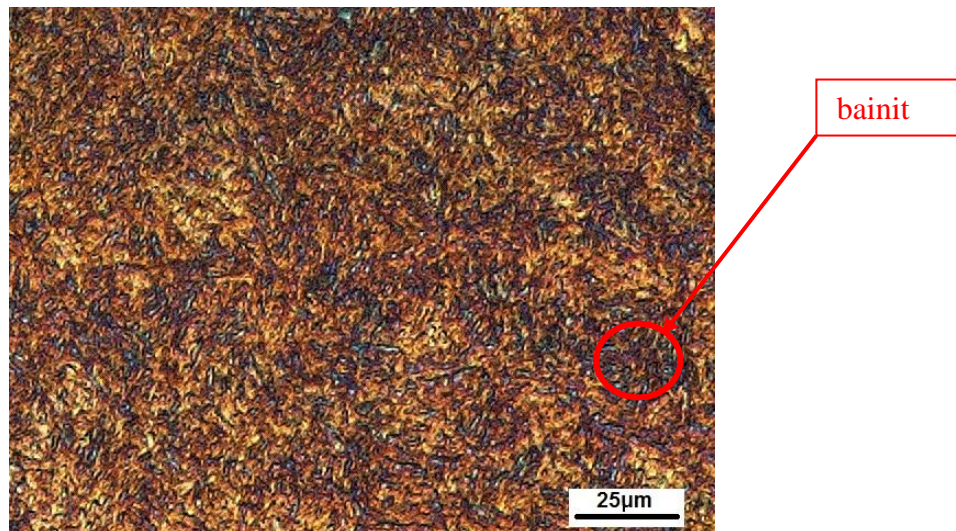
Protože nebyla provedena stabilizace austenitu na teplotě přerozdělení a vzorek byl zakalen přímo do vody, byl podíl zbytkového austenitu velmi nízký a dosáhl hodnoty menší než 5 %. U vzorku byla dosažena hodnota meze pevnosti 2147 MPa a meze kluzu 1803 MPa při tažnosti 16% (Tab. 3-12).

| H0-KP | mez pevnosti [MPa] | mez kluzu [MPa] | tažnost A _{5mm} [%] | RA [%] |
|-------|--------------------|-----------------|------------------------------|--------|
| | 2147 | 1803 | 16 | <5 |

Tab. 3-12 - Výsledné mechanické vlastnosti vzorku H0-KP



Obr. 3-20 - Snímek struktury vzorku H0-KP. Konfokální mikroskop



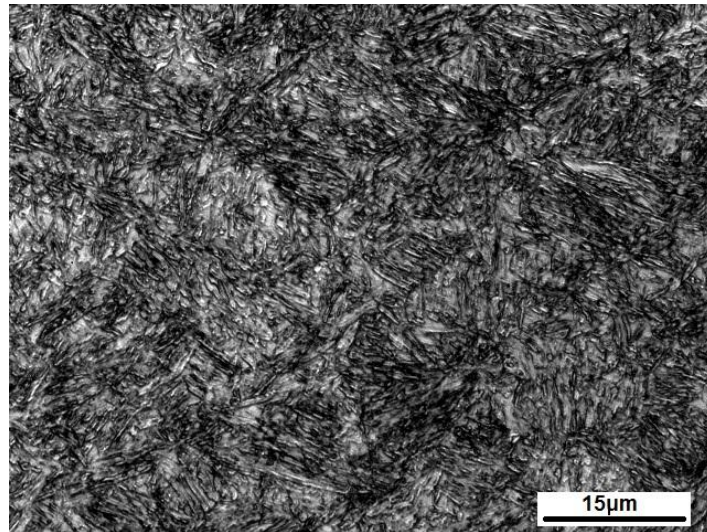
Obr. 3-21 – Struktura vzorku H0-KP po leptání LePerou. Bainit – modrá, martenzit – hnědá, austenit – bílá. Světelný mikroskop

3.4.5 Analýza vzorku po tahové zkoušce H0-20°C/s-tah

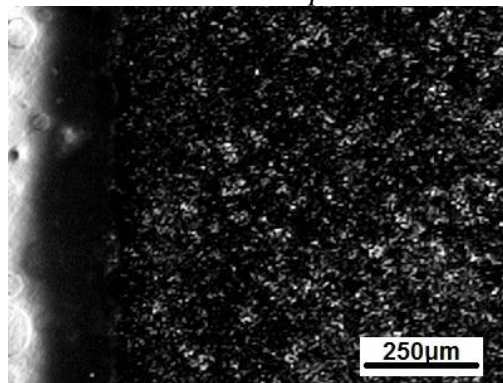
Na základě výsledků metalografické analýzy a mechanických zkoušek byla po tahové zkoušce zkoumána struktura vzorku s nejvyšší rychlostí ochlazování v oblasti lomu a byl popsán charakter porušení (Obr. 3-22). Struktura byla tvořena martenzitem, malým podílem bainitu a stabilizovaného zbytkového austenitu. Podíl austenitu byl oproti měření před tahovou zkouškou nižší, a to z důvodu proběhlé plastické deformace za studena. Metastabilní stabilizovaný austenit vlivem dodané deformační energie transformoval na deformačně indukovaný martenzit. Rentgenová difrakce při měření podílu austenitu ve struktuře přímo v oblasti lomu, tedy v místě nejvyšší plastické deformace, naměřila nulový podíl. Obr. 3-23 ukazuje snímek struktury z oblasti lomu s použitím barevného leptání na austenit, kdy světlá místa charakterizují austenit, tmavá zbytek struktury.

Obr. 3-24 ukazuje snímek lomové plochy vzorku po zkoušce tahem pořízený řádkovací elektronovou mikroskopií. Lom je smíšený, obsahuje sekce, kde převažuje

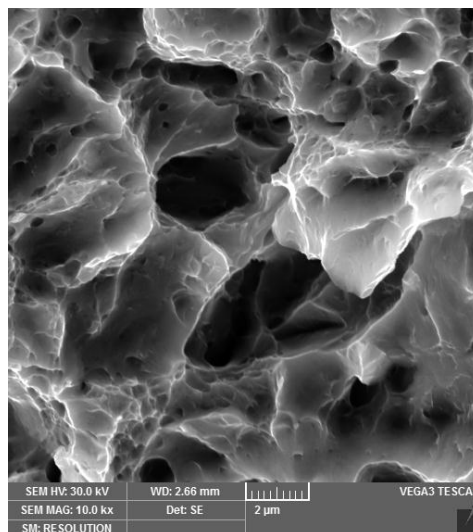
houževnatý lom s jamkovou morfologií a sekce, kde je vidět křehký lom charakterizovaný fázetkami křehkého porušení.



Obr. 3-22 – Struktura vzorku H0-20°C/s-tah v oblasti kolem špičky lomu. Konfokální mikroskop



Obr. 3-23 – Snímek sktruktury vzorku H0-20°C/s-tah v oblasti lomu. Austenit – světlé oblasti. Pro lepší kontrast byl snímek převeden do odstínů šedi. Světelný mikroskop



Obr. 3-24 – Vzorek H0-20°C/s-tah, snímek lomové plochy, ŘEM

3.5 Tavba H1

Stejné režimy byly provedeny i na tavně H1, kde by oproti výchozí tavně H0 zvýšen podíl křemíku z 2,03% na 2,6%. Jednalo se o tři režimy QP s různou rychlostí ochlazování a o režim tepleného zpracování kalení a popouštění. Teploty $M_s=327^\circ\text{C}$ a $M_f=184^\circ\text{C}$ byly stanoveny dilatometricky. U této tavně se na struktuře nejvíce projevila rozdílná rychlost ochlazování, což dokazuje vliv křemíku na fázové přeměny zmiňovaný výše v kapitole o experimentálním materiálu.

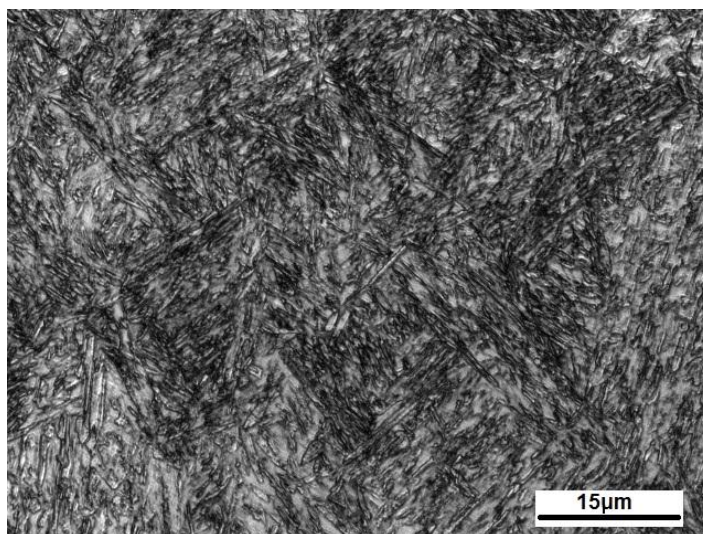
3.5.1 H1-20°C/s

Tento vzorek byl zpracován strategií s nejvyšší rychlostí ochlazování 20°C/s. Výsledná mikrostruktura je tvořena martenzitem, bainitem a podílem zbytkového austenitu, který se pravděpodobně nachází mezi jehlicemi martenzitu ve formě tenkého filmu (Obr. 3-25). Ve struktuře byl detekován ve velmi malém množství i ferit, který se osamoceně nacházel ve struktuře ve formě malých ostrůvků. Obr. 3-26 zobrazuje strukturu po barevném leptání LePerou, díky čemuž lze dobře vidět i bainit (modře) a martenzit s rozdílnou koncentrací uhlíku (světle a tmavě hnědá).

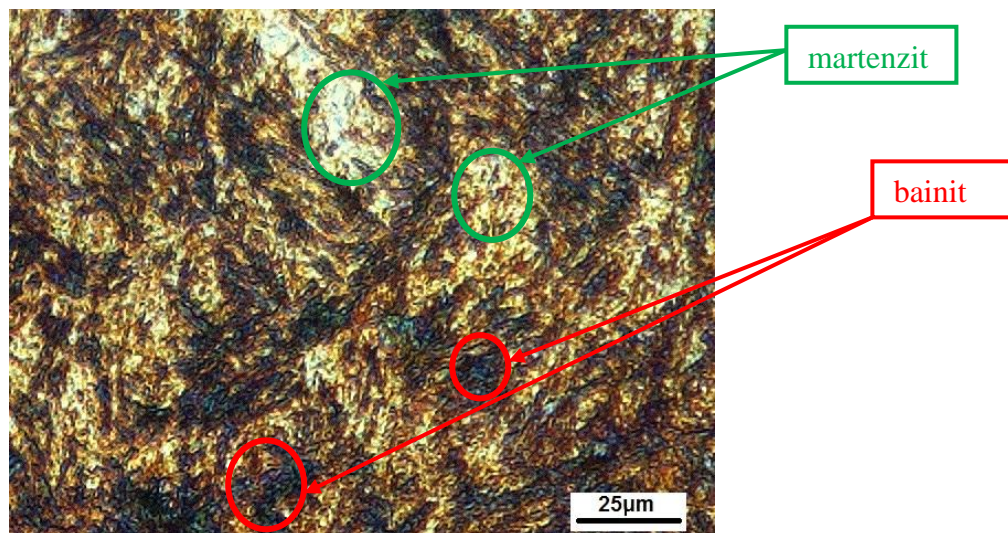
Metodou rentgenové difrakce byl podíl austenitu stanoven na 13%. Mez pevnosti u tohoto vzorku dosáhla hodnoty 1965 MPa a mez kluzu 1516 MPa. Tažnost byla měřením stanovena na 17%, tvrdost dosáhla hodnoty 570 HV10 (Tab. 3-13).

| H1-20°C/s | mez pevnosti [MPa] | mez kluzu [MPa] | tvrdost HV10 | tažnost $A_{5\text{mm}}$ [%] | RA [%] |
|-----------|-----------------------|--------------------|-----------------|---------------------------------|--------|
| | 1965 | 1516 | 570 | 17 | 13 |

Tab. 3-13 - Výsledné mechanické vlastnosti vzorku H1-20°C/s



Obr. 3-25 – Struktura vzorku H1-20°C/s. Konfokální mikroskop



Obr. 3-26 – Struktura vzorku H1-20°C/s po barevném leptání LePerou. Světelný mikroskop.

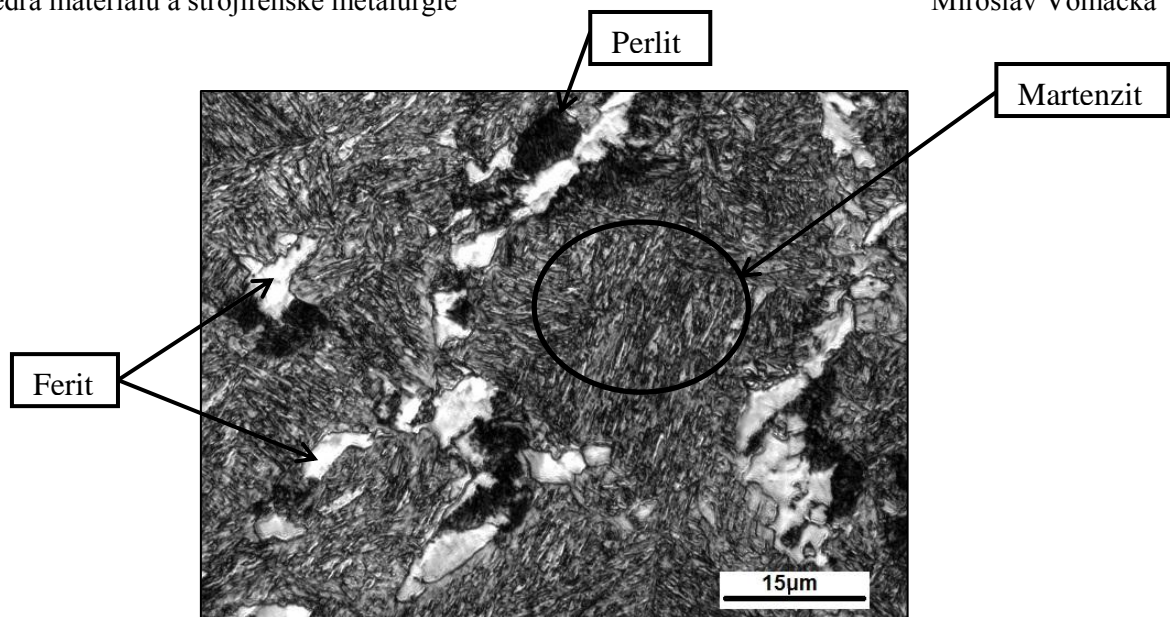
3.5.2 H1-7°C/s

Režimem se sníženou rychlostí ochlazování na 7°C/s byla u druhého vzorku z tavy H1 dosažena struktura obsahující směs martenzitu, bainitu a austenitu a podíly feritu a lamelárního perlitu (Obr. 3-27). Obr. 3-28 ukazuje rozložení austenitu ve struktuře. U tohoto vzorku byl naměřen největší podíl austenitu, který činil 23%. To je nejvyšší hodnota ze všech naměřených výsledků.

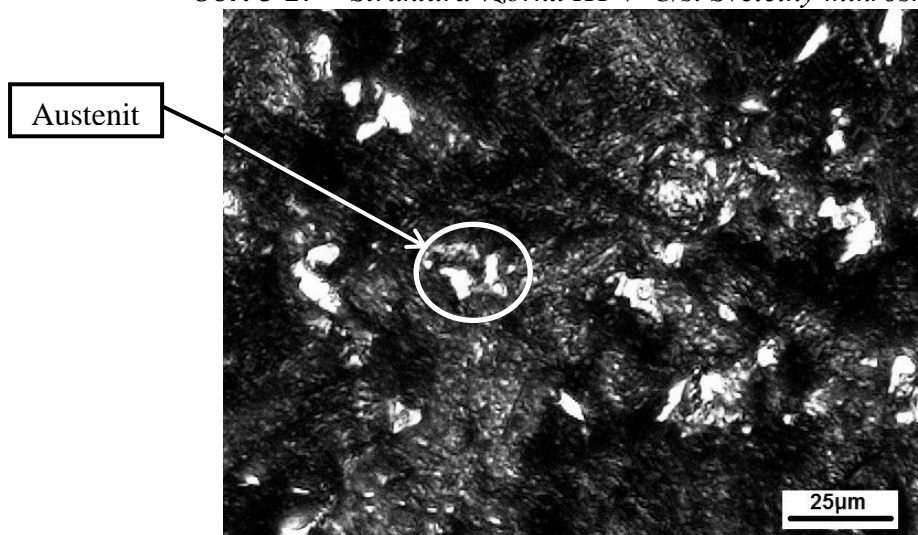
. U oceli zpracovaná tímto režimem byla naměřena mez pevnosti v tahu 1791 MPa, mez kluzu 1599 MPa a tvrdost 552 HV10 (Tab. 3-14). Tažnost byla stanovena na 14%. Pokles pevnosti nastal v důsledku úbytku martenzitu ve struktuře vlivem formace feritu a perlitu. Přítomnost perlitu měla za následek i snížení tažnosti.

| H1-7°C/s | mez pevnosti [MPa] | mez kluzu [MPa] | tvrdost HV10 | tažnost A _{5mm} [%] | RA[%] |
|----------|-----------------------|--------------------|-----------------|---------------------------------|-------|
| | 1791 | 1599 | 552 | 14 | 23 |

Tab. 3-14 - Výsledné mechanické vlastnosti vzorku H1-7°C/s



Obr. 3-27 – Struktura vzorku H1-7°C/s. Světelný mikroskop



Obr. 3-28 – Struktura vzorku H1-7°C/s vyvolaná leptáním na austenit. Austenit - bílý. Převedeno do odstínu šedi pro lepší kontrast.

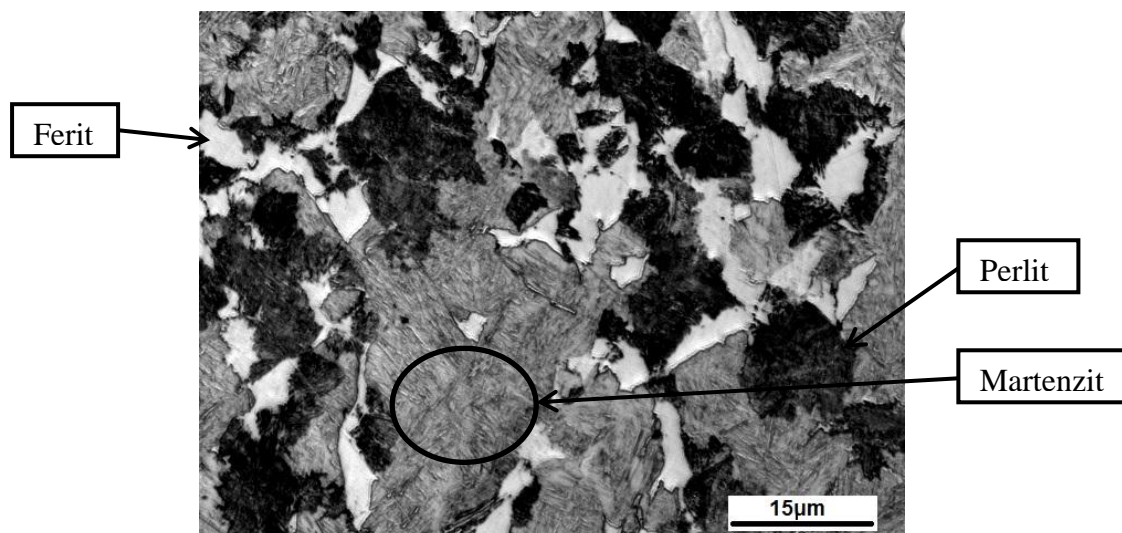
3.5.3 H1-4,6°C/s

Vzorek H1-4,6°C/s byl zpracován režimem s nejnižší rychlostí ochlazování 4,6°C/s. Struktura vzorku byla tvořena vedle martenzitu, bainitu a zbytkového austenitu i volným feritem a lamelárním perlitem (Obr. 3-29). U podílů feritu a perlitu v porovnání se vzorkem se střední rychlosti ochlazování 7°C/s byl zaznamenán výrazný nárůst. Leptání LePerou opět potvrdilo přítomnost malého podílu bainitu (Obr. 3-30).

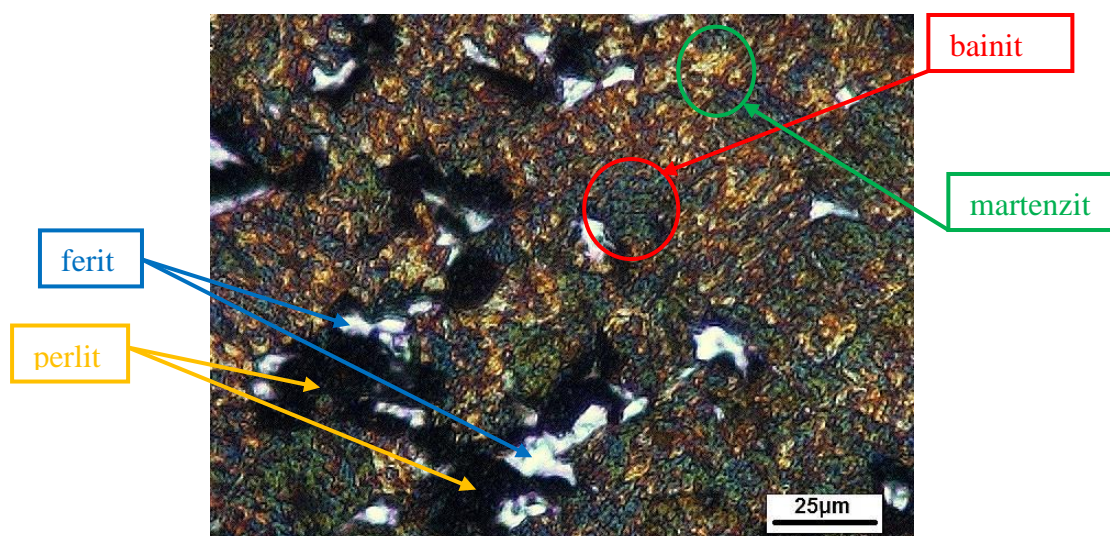
Podíl zbytkového austenitu měřeného rentgenovou analýzou byl v důsledku výskytu perlitu snížen na 14%. U tohoto vzorku byla výsledná tažnost 11% (Tab. 3-15). Pevnost v tahu klesla oproti předchozímu režimu na 1672 MPa, mez kluzu na 1257 MPa. Hodnota tvrdosti byla 454 HV10. Snižování pevnosti a tažnosti je následkem klesání podílu martenzitu z důvodu formace větších podílů feritu a perlitu s menší pevností. Méně tvárný perlit zastiňuje přínos tvárného feritu a tím klesá i celková tažnost.

| H1-4,6°C/s | mez pevnosti [MPa] | mez kluzu [MPa] | tvrdost HV10 | tažnost A _{5mm} [%] | RA[%] |
|------------|--------------------|-----------------|--------------|------------------------------|-------|
| | 1672 | 1257 | 454 | 11 | 14 |

Tab. 3-15 - Výsledné mechanické vlastnosti vzorku H1-4,6°C/s



Obr. 3-29 – Snímek struktury vzorku H1-4,6°C/s. Konfokální mikroskop.



Obr. 3-30 – Struktura vzorku H1-4,6°C/s po barevném leptání LePerou. Světelný mikroskop.
Tmavě hnědá – perlit, bílá – ferit, austenit, modrá – bainit, hnědá - martenzit

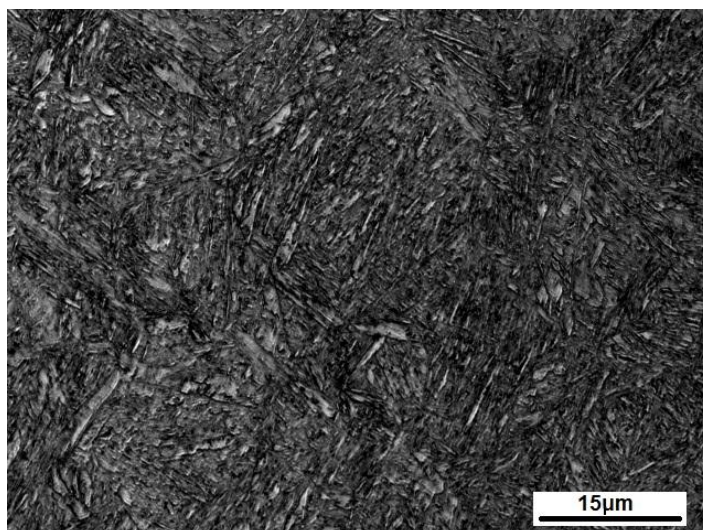
3.5.4 H1-KP

Poslední vzorek z tavby H1 byl zpracován kalením a popouštěním (Tab. 3-7). Mikrostruktura je tvořena martenzitem, malým podílem bainitu a velmi malým podílem stabilizovaného austenitu, protože neproběhla stabilizace na teplotě přerozdělení a vzorek byl kalen přímo do vody (Obr. 3-31).

Podíl austenitu je menší než 5%. Vzorek H1-KP dosáhl meze pevnosti 1960 MPa a meze kluzu 1768 MPa při tažnosti 17% (Tab. 3-16). Hodnoty jsou srovnatelné se vzorkem stejného materiálu zpracovaným QP procesem s nejvyšší rychlostí ochlazování.

| H1-KP | mez pevnosti [MPa] | mez kluzu [MPa] | tažnost A_{5mm} [%] | RA[%] |
|-------|-----------------------|--------------------|--------------------------|-------|
| | 1960 | 1768 | 17 | <5% |

Tab. 3-16 - Výsledné mechanické vlastnosti vzorku H1-KP



Obr. 3-31 – Snímek struktury vzorku H1-KP. Konfokální mikroskop

3.5.5 Analýza vzorků po tahové zkoušce - vzorky H1-20°C/s-tah, H1-7°C/s-tah, H1-4,6°C/s-tah

U tavby H1 byly po tahové zkoušce metalograficky hodnoceny vzorky všech tří režimů. Stejně jako u tavby H0 byla oblast hodnocení struktury omezena na blízké okolí lomu.

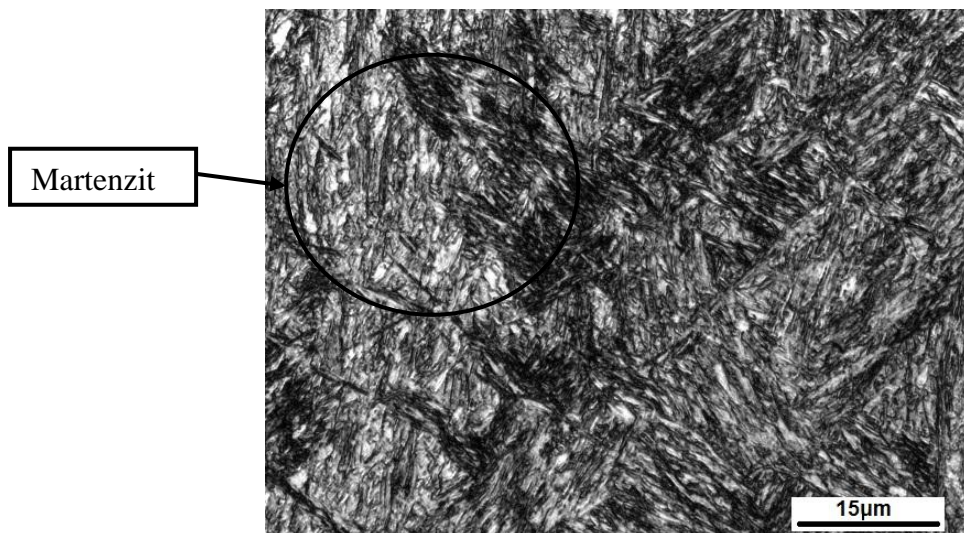
Struktura v případě vzorku H1-20°C/s-tah (režim s nevyšší rychlostí ochlazování) byla stejně jako před tahovou zkouškou martenzitická s podílem bainitu a stabilizovaného austenitu mezi jehlicemi martenzitu (Obr. 3-32). Rentgenovou difrakcí byl naměřen podíl austenitu 3% (struktura H1-20°C/s obsahovala 13% austenitu), což je podstatně nižší hodnota svědčící o vzniku deformačně indukovaného martenzitu vlivem plastické deformace.

U vzorku H1-7°C/s-tah byla struktura tvořena vedle martenzitu a podílu austenitu i bainitem, volným feritem a koloniemi perlitu (Obr. 3-33). Rentgenová difrakce poskytla hodnotu podílu austenitu ve struktuře činící 1,5%.

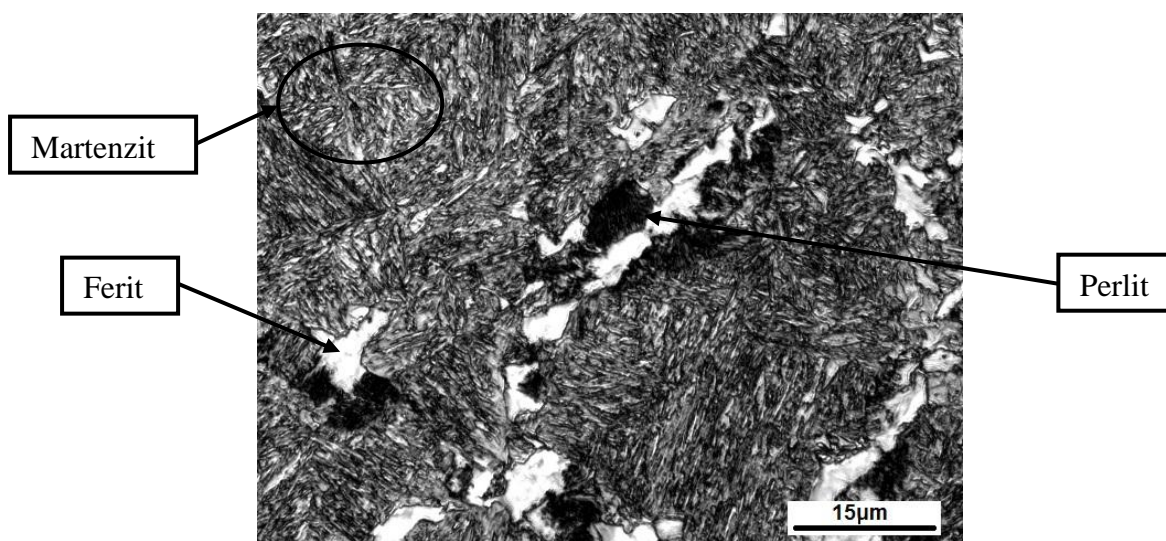
Poslední vzorek z tavby H1 s nejnižší rychlostí ochlazování H1-4,6°C/s-tah strukturně odpovídal vzorku předchozímu, avšak podíly feritu a perlitu byly mírně vyšší (Obr. 3-34). Podíl austenitu po tahové zkoušce klesl na 4,4%.

U těchto vzorků byly lomové plochy zdokumentovány pomocí elektronové řádkovací mikroskopie (Obr. 3-35). Jednalo se opět o smíšené lomy. Největší podíl houževnatého lomu

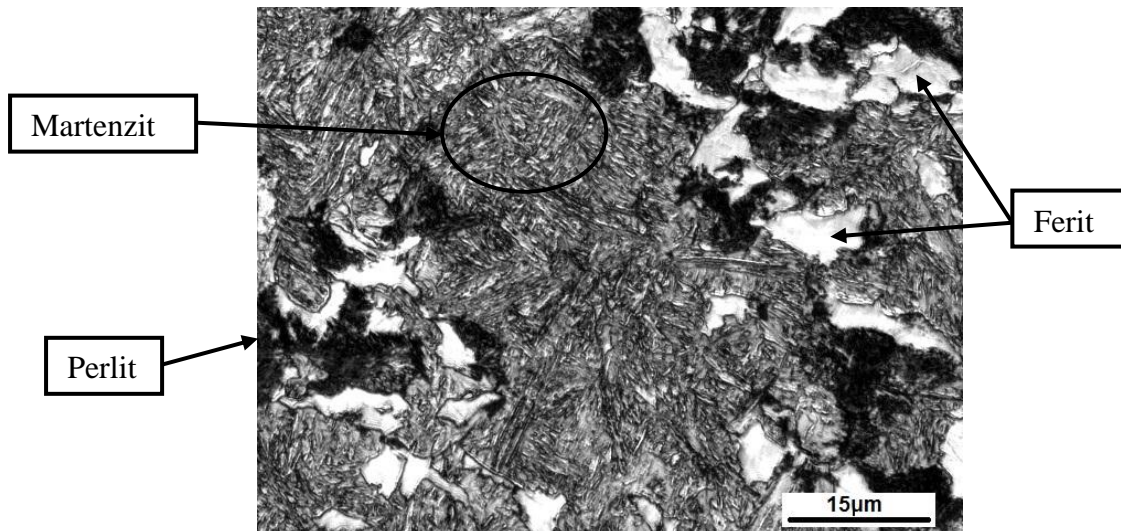
má vzorek s nejvyšší rychlostí ochlazování, kdy má lom jamkovitou morfologií. U dalších dvou vzorků přibývá křehkých lomových ploch, které jsou typicky hladkého charakteru.



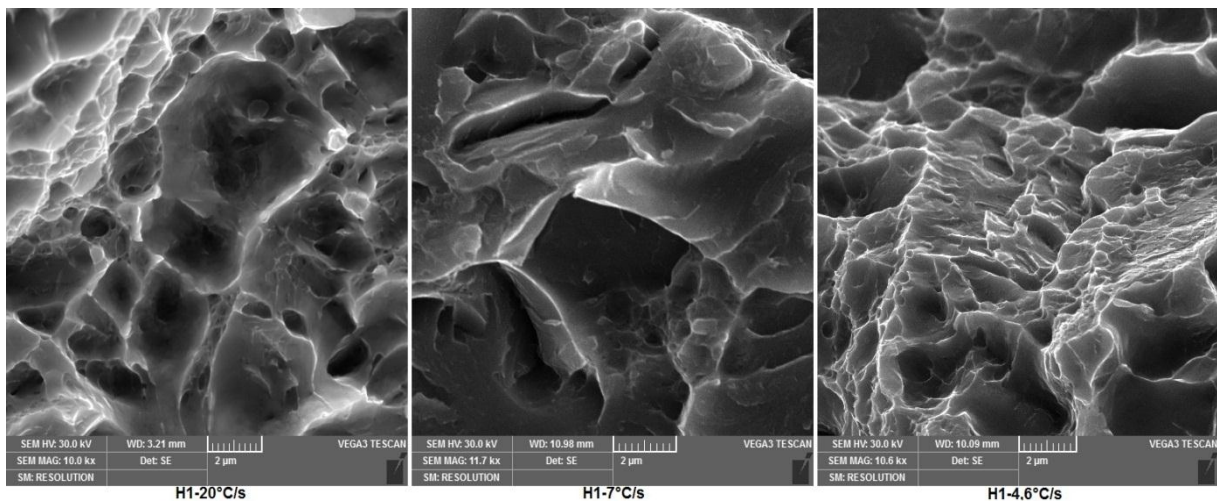
Obr. 3-32 – Struktura vzorku H1-20°C/s-tah. Konfokální mikroskop.



Obr. 3-33 - Struktura vzorku H1-7°C/s-tah. Konfokální mikroskop



Obr. 3-34 - Struktura vzorku H1-4,6°C/s-tah. Konfokální mikroskop



Obr. 3-35 – Lomové plochy vzorků (zleva) H1-20°C/s, H1-7°C/s a H1-4,6°C/s

3.6 Tavba H2

Všechny tři režimy termomechanického zpracování QP byly provedeny též na tavně H2, která má oproti tavně H1 zvýšen obsah manganu z 0,59% na 1,2%. Jeden vzorek z této tavně byl zpracován kalením a popouštěním. Teploty fázových přeměn M_s a M_f byly určeny pomocí dilatometrie na $M_s=276^\circ\text{C}$ a $M_f=153^\circ\text{C}$.

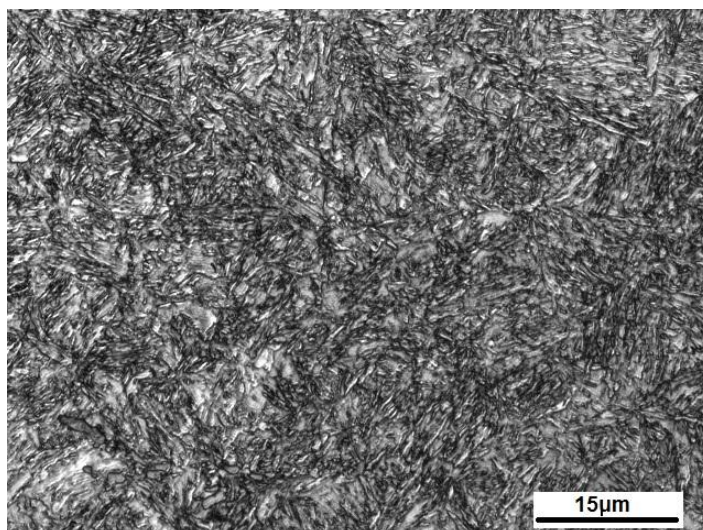
3.6.1 H2-20°C/s

Režimem s nejvyšší rychlostí ochlazování 20°C/s byla opět na vzorku dosažena martenzitická struktura a podílem bainitu a stabilizovaného austenitu ve formě tenkého filmu mezi latkami martenzitu a bainitu (Obr. 3-36).

Podíl austenitu změřený rentgenovou analýzou byl stanoven na 14 %. Mez pevnosti dosažená tímto režimem byla změřena na 2118 MPa, mez kluzu na 1656 MPa a tažnost byla stanovena na 14%. Dosaženo bylo tvrdosti 644 HV10 (Tab. 3-17). Těchto vysokých hodnot bylo možné dosáhnout díky vysokému podílu martenzitu ve struktuře.

| H2-20°C/s | mez pevnosti [MPa] | mez kluzu [MPa] | tvrdost HV10 | tažnost A _{5mm} [%] | RA [%] |
|-----------|-----------------------|--------------------|-----------------|---------------------------------|--------|
| | 2118 | 1656 | 644 | 14 | 14 |

Tab. 3-17 - Výsledné mechanické vlastnosti vzorku H2-20°C/s



Obr. 3-36 – Snímek struktury vzorku H2-20°C/s. Konfokální mikroskop

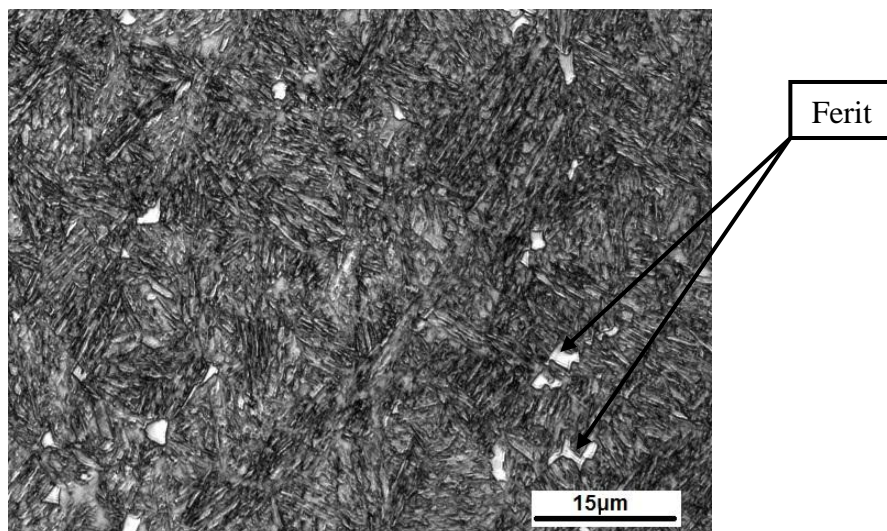
3.6.2 H2-7°C/s

Druhým režimem se střední rychlostí ochlazování tj. 7°C/s byla na vzorku vlivem nižší rychlosti ochlazování získána martenzitická struktura s podílem austenitu, bainitu a malých ostrůvků volného feritu (Obr. 3-37).

Rentgenovou analýzou byl zjištěn podíl stabilizovaného austenitu 15%. Pro tuto rychlost ochlazování byla dosažena mez pevnosti 1938 MPa a mez kluzu 1736 MPa s tvrdostí 603 HV10 a tažností 17% (Tab. 3-18). Vyloučení feritu ve struktuře mělo za následek pokles pevnosti a tvrdosti, avšak tažnost mírně vzrostla jako důsledek jeho dobré tvárnosti.

| H2-7°C/s | mez pevnosti [MPa] | mez kluzu [MPa] | tvrdost HV10 | tažnost A _{5mm} [%] | RA [%] |
|----------|-----------------------|--------------------|-----------------|---------------------------------|--------|
| | 1938 | 1736 | 603 | 17 | 15 |

Tab. 3-18 - Výsledné mechanické vlastnosti vzorku H1-7°C/s



Obr. 3-37 - Snímek struktury vzorku H2-7°C/s. Konfokální mikroskop.

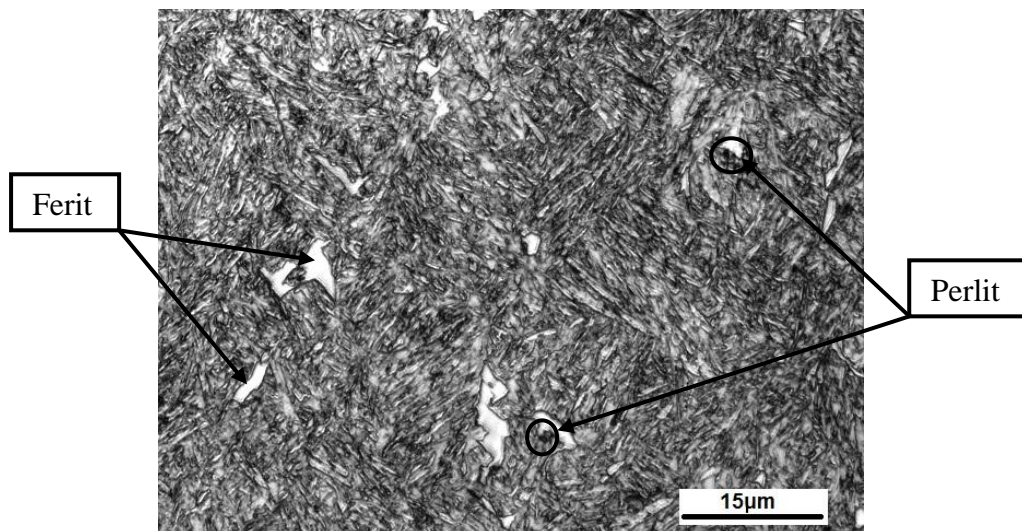
3.6.3 H2-4,6°C/s

Režimem s nejnižší rychlostí ochlazování byl u tavby H2 zpracován vzorek H2-4,6°C/s, u něhož byla výsledná dosažená struktura tvořena vedle martenzitu a podílu stabilizovaného austenitu a bainitu také malými podíly volného feritu a lamelárního perlitu (Obr. 3-38).

Podíl stabilizovaného austenitu byl stanoven na 19% pomocí rentgenové analýzy. Vyloučení feritu a perlitu ve struktuře mělo za následek další snižování pevnostních hodnot i tažnosti. Změřená tažnost po zpracování byla 6%, tvrdost 588 HV10. Mez pevnosti dosáhla hodnoty 1669 MPa a mez kluzu hodnoty 1600 MPa (Tab. 3-19).

| H2-4,6°C/s | mez pevnosti [MPa] | mez kluzu [MPa] | tvrdost HV10 | tažnost A _{5mm} [%] | RA[%] |
|------------|-----------------------|--------------------|-----------------|---------------------------------|-------|
| | 1669 | 1600 | 588 | 6 | 19 |

Tab. 3-19 - Výsledné mechanické vlastnosti vzorku H1-4,6°C/s



Obr. 3-38 – Snímek struktury vzorku H2-4, 6°C/s. Konfokální mikroskop

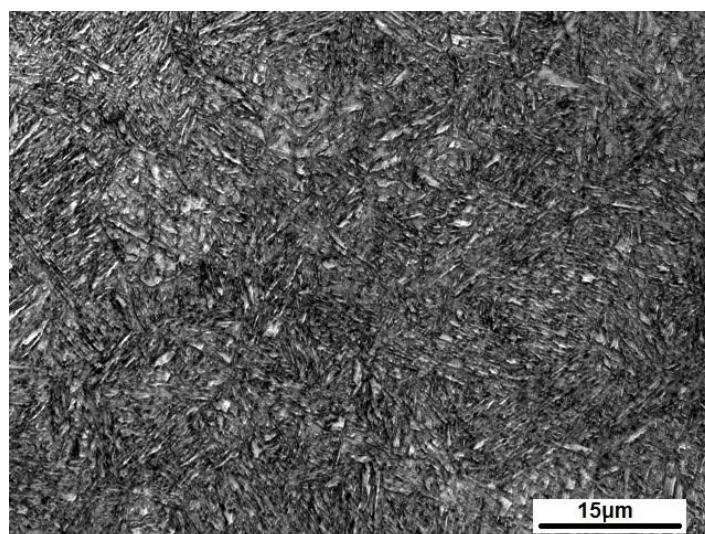
3.6.4 H2-KP

Na poslední vzorek z tavby H2 bylo použito teplené zpracování kalením a popouštěním (Tab. 3-7). Tímto zpracováním byla výsledná dosažená struktura tvořena martenzitem s nízkým podílem stabilizovaného austenitu a bainitu (Obr. 3-39).

Podíl austenitu změřený rentgenovou difrakcí byl nižší než 5%. Mez pevnosti získaná kalením a popouštěním dosáhla hodnoty 1994 MPa a meze kluzu 1798 MPa (Tab. 3-20). Tažnost byla stanovena na 16%.

| H2-KP | mez pevnosti [MPa] | mez kluzu [MPa] | tažnost A_{5mm} [%] | RA [%] |
|-------|-----------------------|--------------------|--------------------------|--------|
| | 1994 | 1798 | 16 | <5 |

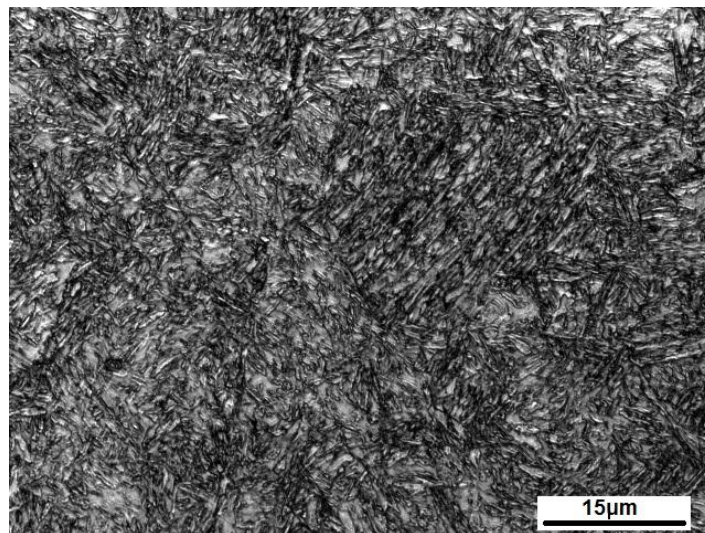
Tab. 3-20 - Výsledné mechanické vlastnosti vzorku H2-KP



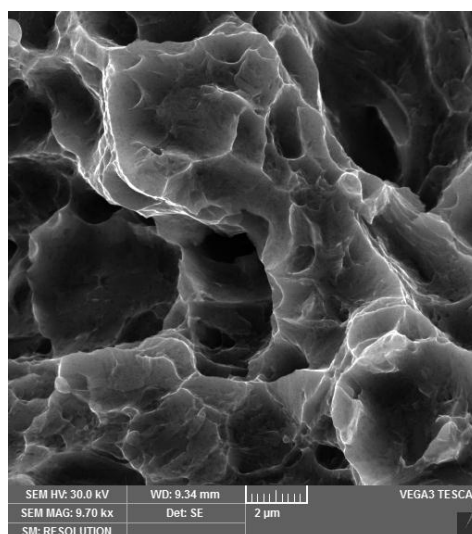
Obr. 3-39 – Snímek struktury vzorku H2-KP. Konfokální mikroskop

3.6.5 Vzorek H2-20°C/s-tah

Po tahové zkoušce byl metalograficky vyhodnocen vzorek z tavby H2 s nejvyšší rychlostí ochlazování. V oblasti špičky lomu (Obr. 3-40) byla struktura tvořena jehlicovitým martenzitem a malým podílem bainitu a stabilizovaného austenitu, jehož množství bylo rentgenovou diffrakcí vyčísleno na 3%. Z výsledků difrakčního měření je při porovnání s hodnotou podílu austenitu před tahovou zkouškou (14%) patrné, že i v tomto případě plastická deformace způsobila transformaci části metastabilního austenitu na martenzit. Snímek plochy lomu pořízený řádkovací elektronovou mikroskopií je zobrazen na Obr. 3-41. Tento lom je jako u předchozích lomů také smíšený. Jamková morfologie části lomu svědčí o plastickém způsobu porušení a tedy houževnatém lomu. Místa, kde se vyskytují fazetky, jsou charakteristická pro křehký lom.



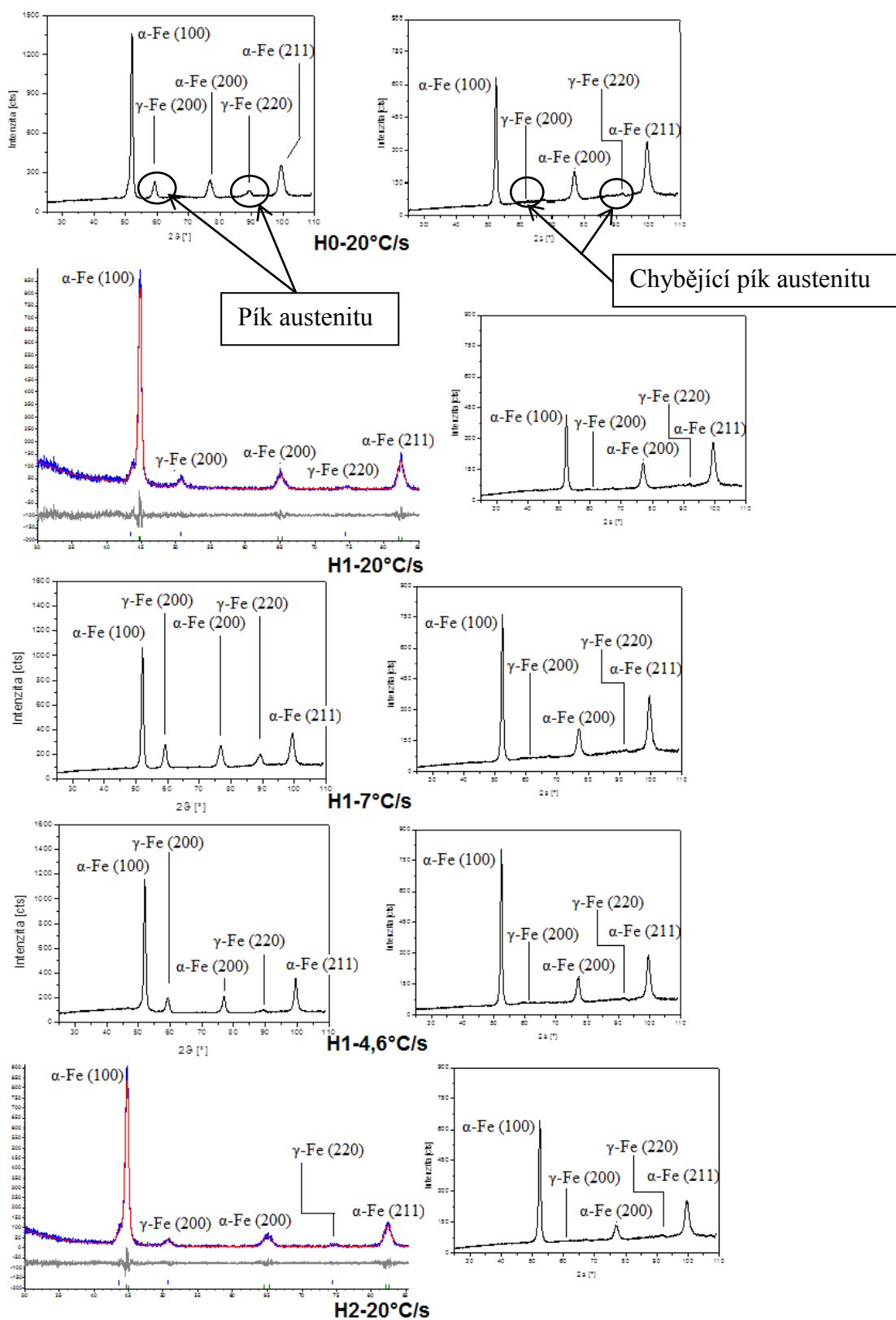
Obr. 3-40 – Struktura vzorku H2-20°C/s-tah. Konfokální mikroskop



Obr. 3-41- Lomová plocha vzorku H2-20°C/s-tah. Pořízená řádkovací elektronovou mikroskopií.

3.7 Podíl austenitu ve struktuře po tahové zkoušce

Jak již bylo zmíněno v předchozích kapitolách, podíl zbytkového austenitu po tahové zkoušce měřený na špičce vzorku po tahové zkoušce podstatně poklesl. Tento jev byl způsoben plastickou deformací, která svojí deformační energií vychýlila austenit z jeho energeticky metastabilní polohy, což mělo za následek přesun austenitu do jeho při těchto podmínkách stabilnější polohy tj. transformace na martenzit. Tato skutečnost byla potvrzena metalograficky (leptání na austenit) i měřením rentgenovou difrakcí. Následující obrázky difraktogramů před a po tahové zkoušce ukazují porovnání austenitických a feritických píků (Obr. 3-42). O úbytku austenitu ve struktuře svědčí vymizení píků austenitu u vzorků po tahové zkoušce.



Obr. 3-42 – Přehled difraktogramů z XRD analýzy pro vzorky hodnocené před (vlevo) i po (vpravo) tahové zkoušce

4 Diskuse výsledků

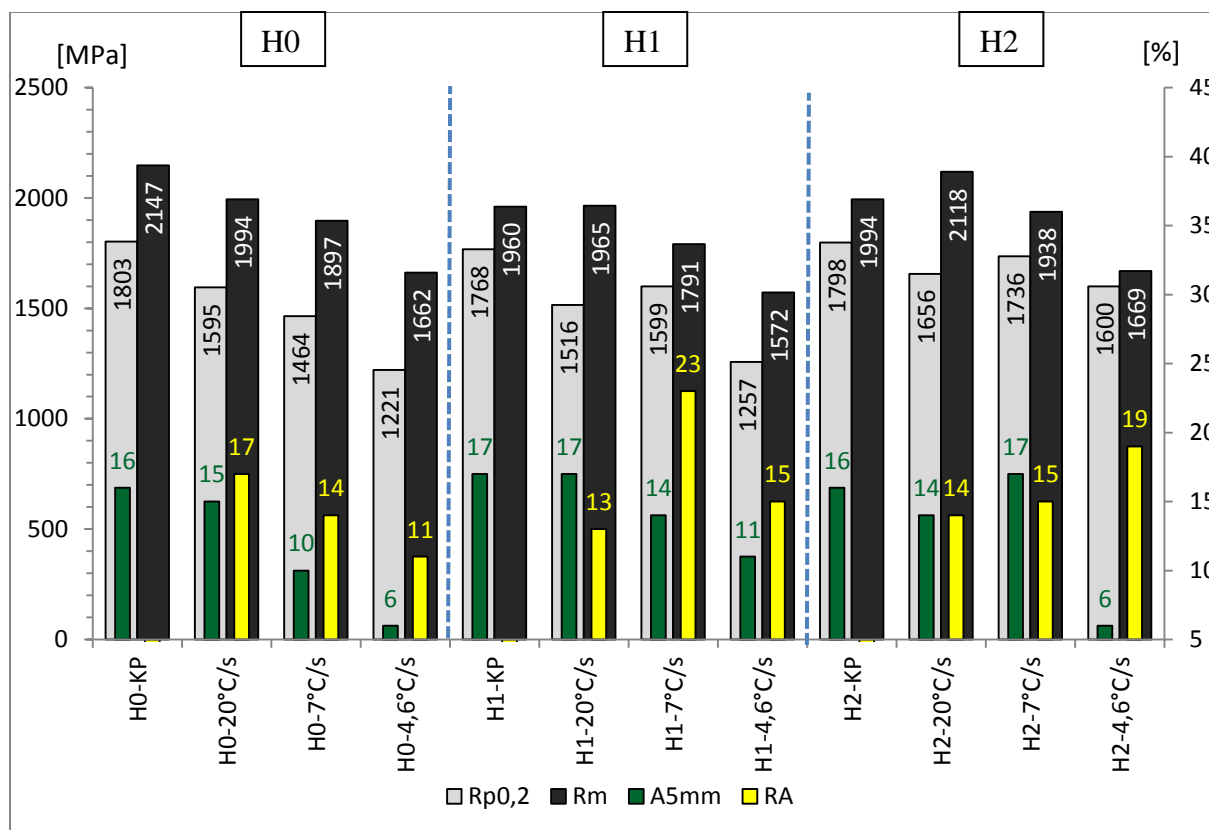
Cílem této práce bylo zjistit změny mechanických vlastností vysocepevných nízkolegovaných ocelí s různým podílem křemíku a manganu v závislosti na změně parametrů procesu. Na těchto ocelích byl proveden nový postup tepelného zpracování tzv. QP proces s vloženou inkrementální deformací s různou rychlostí ochlazování. Byl zjišťován vliv těchto parametrů na vývoj struktury a mechanické vlastnosti a zkoumán i vliv různého chemického složení (Tab. 4-1). Pro srovnání byly vzorky z experimentálních taveb také zpracovány kalením a popouštěním (Tab. 4-2).

| | vzorek | chemické složení [%] | | rychl. ochl. [°C/s] | proces zpracování | R _{p0,2} [Mpa] | R _m [MPa] | A _{5mm} [%] | HV10 [-] | RA [%] |
|----|---------------|----------------------|------|---------------------|-------------------|-------------------------|----------------------|----------------------|----------|--------|
| | | Si | Mn | | | | | | | |
| H0 | H0 vých. stav | | | | | | 981 | 30 | 290 | |
| | H0-4,6°C/s | 2,03 | 0,59 | 4,6 | 900°C/100s | 1221 | 1662 | 6 | 515 | 11 |
| | H0-7°C/s | | | 7 | 200°C/10s | 1464 | 1897 | 10 | 509 | 14 |
| | H0-20°C/s-v | | | 20 | 250°C/600s | 1542 | 1970 | 14 | 532 | |
| | H0-20°C/s | | | 20 | | 1595 | 1994 | 15 | 546 | 17 |
| H1 | H1 vých. stav | | | | | | 813 | 20 | 250 | |
| | H1-4,6°C/s | 2,6 | 0,59 | 4,6 | 950°C/100s | 1257 | 1572 | 11 | 454 | 15 |
| | H1-7°C/s | | | 7 | 200°C/10s | 1599 | 1791 | 14 | 552 | 23 |
| | H1-20°C/s | | | 20 | 250°C/600s | 1516 | 1965 | 17 | 570 | 13 |
| | | | | | | | | | | |
| H2 | H2 vých. stav | | | | | | 842 | 20 | 245 | |
| | H2-4,6°C/s | 2,6 | 1,17 | 4,6 | 950°C /100s | 1600 | 1669 | 6 | 588 | 19 |
| | H2-7°C/s | | | 7 | 200°C/10s | 1736 | 1938 | 17 | 603 | 15 |
| | H2-20°C/s | | | 20 | 250°C/600s | 1656 | 2118 | 14 | 644 | 14 |
| | | | | | | | | | | |

Tab. 4-1 - Přehled mechanických vlastností pro různé režimy zpracování QP procesem pro všechny experimentální materiály.

| tavba | vzorek | chem.složení [%] | | režim tepelného zpracování | R _m [MPa] | R _{p0,2} [MPa] | A _{5mm} [%] | HV10 [-] | RA [%] |
|-------|--------|------------------|------|--|----------------------|-------------------------|----------------------|----------|--------|
| | | Si | Mn | | | | | | |
| H0 | H0-KP | 2,03 | 0,59 | austenitizace | 2147 | 1803 | 16 | 607 | <5 |
| H1 | H1-KP | 2,6 | 0,59 | 900°C | 1960 | 1768 | 17 | 588 | <5 |
| H2 | H2-KP | 2,6 | 1,17 | kalení do vody popouštění 250°C/2h | 1994 | 1798 | 16 | 592 | <5 |

Tab. 4-2 - Přehled mechanických vlastností vzorků zpracovaných kalením a popouštěním.



Obr. 4-1 – Hodnoty pevnosti v tahu, meze kluzu, podílu RA a tažnosti jednotlivých vzorků

Vyšší rychlost ochlazování se pozitivně projevuje jak na zvyšování pevnosti, meze kluzu a tvrdosti, tak i na zvyšování tažnosti (Obr. 4-1). Nejvýhodnější rychlostí ochlazování z teploty 820°C na 200°C je rychlost 20°C/s. Při této rychlosti byl získán nejlepší poměr pevnosti a tažnosti. Snížení rychlosti ochlazování způsobilo vyloučení volného feritu nebo perlitu ve struktuře, což vedlo ke snížení hodnot pevnosti oproti nejvyšší rychlosti ochlazování 20°C/s.

Tento vliv rychlosti ochlazování je u materiálu H0 dobře patrný, neboť s rychlejším ochlazováním rostou jak pevnostní hodnoty, tak i tažnost a podíly stabilizovaného austenitu. Vyšší rychlost chlazení se projevuje i zvyšováním hodnot tvrdostí. U vzorku se střední rychlostí ochlazování H0-7°C/s tvrdost mírně poklesla, avšak u následujících vzorků zvyšování tvrdosti se vzrůstající rychlostí ochlazování pokračuje. Nejvyšších hodnot mechanických vlastností bylo dosaženo u oceli zpracované režimem s nejvyšší rychlostí ochlazování s dochlazením na vzduchu tj. H0-20°C/s. Tento materiál dosáhl meze pevnosti 1994 MPa při tažnosti 15% a tvrdosti 546 HV10. Struktura obsahovala 17% zbytkového austenitu. Celkově mez pevnosti zaznamenala dvacetiprocentní nárůst mezi režimem s nejnižší rychlostí ochlazování a režimem s rychlostí nejvyšší. Hodnota tažnosti režimu s nejrychlejším ochlazováním činila dvouapůlnásobek hodnoty tažnosti režimu s nízkou rychlostí chlazení. Nárůst tažností mezi jednotlivými režimy je u materiálu H0 poměrně strmý a činí až 65%.

Materiál H1 dosáhl nejvyšších hodnot mechanických vlastností po zpracování režimem s nejvyšší rychlostí ochlazování, kdy byla naměřena mez pevnosti 1965MPa a

tažnosti 17%. Změřená tvrdost měla hodnotu 570 HV10 a podíl zbytkového austenitu dosáhl hodnoty 13%. Vliv zvyšující se rychlosti ochlazování se opět projevuje zvyšováním pevnostních hodnot, tažnosti a tvrdosti. Procentuální nárůst meze pevnosti z hodnoty vzorku H1-4,6°C/s na hodnotu vzorku s nejvyšší rychlostí ochlazování činil 25%. Tažnost narůstala mezi jednotlivými režimy pomaleji než u tavby H0, nárůst činil průměrně 25%. Nejvyšší podíl zbytkového austenitu byl naměřen u vzorku se střední rychlostí ochlazování a to 23%. Nejnižší hodnota podílu RA byla naměřena u vzorku zpracovaného nejvyšší rychlostí ochlazování s hodnotou 13%.

Vliv rychlosti ochlazování na hodnoty mechanických vlastností na materiál H2 se opět projevil zvyšováním těchto hodnot. S rostoucí rychlostí ochlazování dochází ke zvyšování meze pevnosti v tahu, meze kluzu a tvrdosti. Nejvyšší rychlost ochlazování způsobila zvýšení meze pevnosti o 27% v porovnání s hodnotou meze pevnosti u režimu s nejpomalejším ochlazováním. Nejvyšší tažnost byla naměřena pro střední rychlost ochlazování 7°C/s a dosáhla 17%. U vzorku zpracovaného režimem s nejvyšší rychlostí ochlazování byla naměřena tažnost 14%, tažnost u režimu s nejnižší rychlostí ochlazování klesla na 6%. Vysoká tažnost vzorku H2-7°C/s byla pravděpodobně způsobena přítomností malých ostrůvků feritu ve struktuře (Obr.). U vzorku s nejvyšší rychlostí ochlazování byla dosažena nejvyšší pevnost 2118 MPa a mez kluzu 1656 MPa. Podíl RA u této tavby klesá s rostoucí rychlostí ochlazování.

Na vývoji mechanických vlastností se podílelo i rozdílné chemické složení experimentálních taveb. S rostoucím obsahem křemíku byl zjištěn mírný pokles pevnosti, ale u hodnot tažnosti a tvrdosti byl naopak zaznamenán výraznější nárůst. Zvyšující se obsah manganu ve slitině působil na zvýšení meze kluzu, pevnosti a tvrdosti, ale způsobil pokles tažnosti. Nejvyšších hodnot meze pevnosti bylo dosaženo u tavby H2 a nejrychlejšího ochlazování, tj. 20°C/s, kdy byla získána hodnota 2118 MPa s tažností 14%.

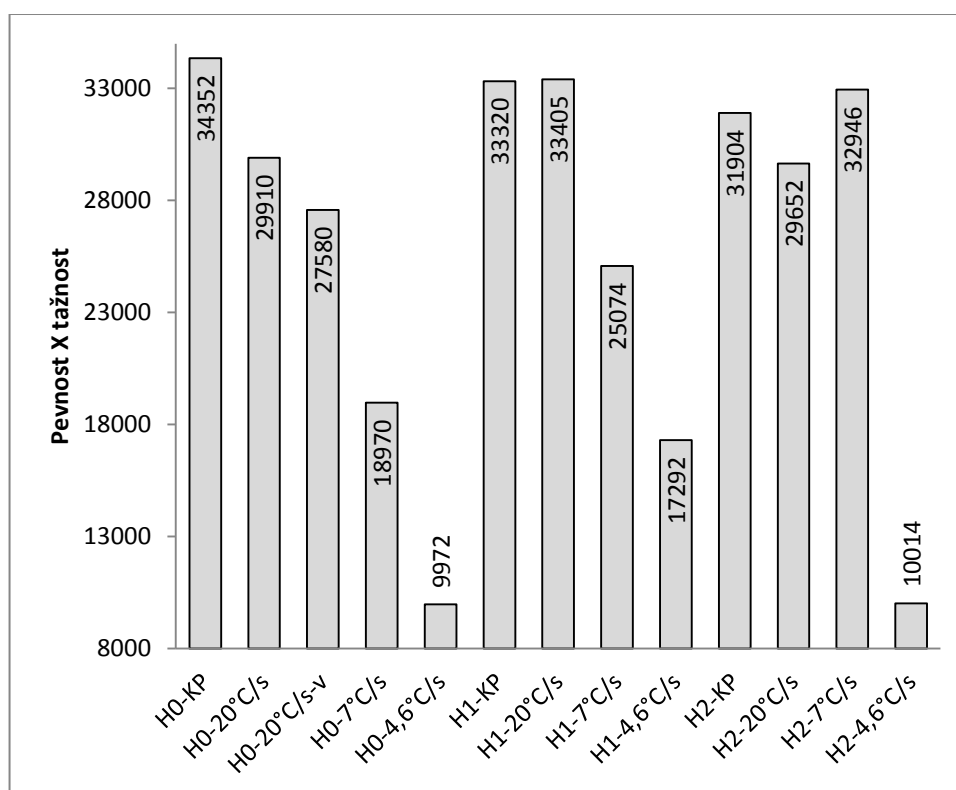
Chemické složení se projevilo i na vývoji struktury při jednotlivých rychlostech ochlazování. Nejvýrazněji se snižování rychlosti ochlazování projevilo na tavně H1, kdy se ve struktuře v malé míře objevoval ferit i při režimu s nejvyšší rychlostí ochlazování a s klesající rychlostí ochlazování se jeho množství ve struktuře zvyšovalo. Od střední rychlosti ochlazování byl detekován také perlit, jehož množství rovněž rostlo s klesající rychlostí chlazení. Tyto výrazné změny ve struktuře má na svědomí vyšší procentuální podíl křemíku, který byl v oceli H1 v koncentraci 2,6%, což je o 0,57% více, než v oceli H0. Jak již bylo popsáno výše v kapitole o experimentálním materiálu, křemík způsobuje posun křivek ARA diagramů do kratších časů, což má za následek rychlejší fázové přeměny a tím i nutnost vyšších rychlostí ochlazování pro dosažení martenzitické struktury. U oceli H0 byl tento vliv rychlosti ochlazování na vývoj struktury méně markantní díky nižší koncentraci křemíku, avšak ke změnám ve struktuře docházelo. V režimu s rychlostí ochlazování 7°C/s docházelo ve struktuře k vylučování ostrůvků volného feritu a pro nejnižší rychlost ochlazování se objevovaly navíc i kolonie perlitu. Naopak nejmenší závislost změn struktury na rychlosti ochlazování vykazoval materiál H2, který byl ovlivněn vyšší koncentrací manganu v porovnání s ocelí H1. Mangan má opačný vliv na křivky ARA diagramů než křemík a způsobuje jejich posun k delším časům. Zvýšení koncentrace manganu z 0,59% na 1,17% způsobilo zpomalení vylučování feritu a perlitu ve struktuře, takže se i při střední rychlosti

ochlazování vyskytoval ve struktuře jen malý podíl feritu, u režimu s nejnižší rychlostí ochlazování podíl feritu výrazněji nevzrostl a objevil se jen velmi malý podíl perlitu.

U vzorků zpracovaných kalením a popouštěním bylo dosaženo obdobných hodnot mechanických vlastností jako u vzorků zpracovaných QP procesem. Hodnota pevnosti v tahu byla kalením a popouštěním překonána jen u tavby H0, kdy byla získána hodnota meze pevnosti 2147 MPa oproti 1994 MPa dosažená zpracováním QP. Tavby H1 a H2 dosahují lepších pevnostních hodnot zpracováním QP procesem. Kalením a popouštěním byly v porovnání s QP procesem získány mírně vyšší hodnoty meze kluzu. Tažnosti obou zpracování jsou srovnatelné, neboť malé rozdíly mezi jednotlivými hodnotami mohou představovat chybu měření. U tavby H0 a H2 byla tažnost po kalení a popouštění stanovena na 16% a u H1 na 17%. Tavba H1 zpracovaná QP procesem překonává hodnotami mechanických vlastností kalení a popouštění díky mírně vyšší pevnosti při stejné tažnosti.

Mikrostruktura kalených a popouštěných vzorků byla tvořena téměř výhradně martenzitem a malým podílem bainitu a zbytkového austenitu.

Tepelné zpracování Quenching and Partitioning s integrovanou inkrementální deformací je vhodným zpracováním pro získávání ocelí s dobrým poměrem mechanických vlastností pevnost X tažnost (Obr. 4-2). V porovnání s tepelným zpracováním kalením a popouštěním dosahují oceli zpracované QP procesem obdobných hodnot pevnosti a tažnosti, avšak při podstatně nižších časech zpracování. To má za následek i menší energetické náklady na zpracování a může tak být označeno jako produktivnější.



Obr. 4-2 – Přehled součinu pevnost X tažnost jednotlivých vzorků (součin pevnosti v MPa a tažnosti v %)

5 Závěr

Tepelné zpracování Quenching and Partitioning modifikované o inkrementální deformaci je vhodným zpracováním nízkolegovaných ocelí pro dosažení dobré kombinace mechanických vlastností. Vhodnou volbou parametrů procesu jako je teplota přechlazení, teplota a doba přerozdělení a dalších parametrů je možné ovlivňovat výslednou kombinaci mechanických vlastností pevnost/tažnost podle konkrétních požadavků a tím produkovat ocel s optimálními vlastnostmi pro konkrétní aplikaci. Výsledné vlastnosti lze také ovlivnit volbou obsahu legujících prvků, které umožňují další přizpůsobování výsledných mechanických vlastností požadovaným hodnotám.

Při zkoumání vlivu rychlosti ochlazování na mechanické vlastnosti byly použity 3 režimy QP procesu s rozdílnými rychlostmi ochlazování ($4,6^{\circ}\text{C/s}$, 7°C/s , 20°C/s). Jako nejvhodnější byla označena nejvyšší ochlazovací rychlost, neboť režimy s nejvyššími rychlostmi ochlazování dosahovaly nejlepších hodnot mechanických vlastností. Chemické složení ocelí ovlivňovalo jak hodnoty mechanických vlastností, tak i vývoj mikrostruktury. Křemík způsoboval mírný pokles pevnostních hodnot, ale působil na zvyšování tažnosti a tvrdosti. Mangan mírně snižoval tažnost a pozitivně se projevoval na zvyšování meze pevnosti a meze kluzu. Přísada těchto prvků má vliv i na změnu ARA a IRA diagramů, a tím ovlivňují kinetiku reakcí rozpadu austenitu. Křemík způsobuje zkracování časů těchto reakcí, což mělo za následek větší strukturní změny v závislosti na rychlosti ochlazování. Mangan tyto reakce naopak prodlužuje a struktura je tak ke změnám v závislosti na rychlosti chlazení méně náchylná.

Tepelně-mechanickým zpracováním Quenching and partitioning s parametry procesu AT $900(950)^{\circ}\text{C}/100\text{s}$, QT $200^{\circ}\text{C}/10\text{s}$ a PT $250^{\circ}\text{C}/600\text{s}$ s dvacetinásobnou inkrementální deformací v počáteční fázi ochlazování z AT, které probíhalo v závislosti na použitém režimu rychlostmi $4,6^{\circ}\text{C/s}$, 7°C/s a 20°C/s , byly dosaženy vysoké hodnoty mezí pevnosti a mezí kluzu při zachování přijatelné tažnosti. Nejvyšší získaná hodnota pevnosti dosahovala 2118 MPa při tažnosti 14% u materiálu H2 zpracovaném režimem s nejvyšší rychlostí ochlazování a nejlepší dosažená hodnota kombinace pevnost x tažnost byla získána 1965 MPa při tažnosti 17% u materiálu H1 režimem s rychlostí ochlazování 20°C/s . Kalením a popouštěním bylo dosaženo v porovnání se zpracováním QP procesem mírně lepších kombinací pevnost x tažnost pouze u materiálu H0. Výhodou QP procesu je kratší doba trvání celého zpracování a tím i menší energetická náročnost a vyšší produktivita v porovnání s kalením a popouštěním, které trvá podstatně déle. Zpracování Quenching and Partitioning tak může být označeno jako alternativní zpracování ke konvenčnímu kalení a popouštění. Možnosti tohoto procesu nejsou ještě zdaleka vyčerpány a stále probíhá intenzivní výzkum zabývající se zkoumáním vlivu QP procesu na zlepšování i jiných vlastností materiálu jako například vrubová houževnatost nebo únavové vlastnosti, u kterých dosahuje velmi uspokojivých výsledků.

6 Použitá literatura

- [01] AIŠMAN, D.: *Vliv parametrů tepelného zpracování na vývoj struktury nízkolegovaných vysocepevných ocelí*. Diplomová práce KMM ZČU, 2008.
- [02] EDMONDS, D. V., RIZZO, F. C., DE COOMAN, B. C., MATLOCK, D. K., SPEER, J. G.: *Quenching and Partitioning martensite - A novel steel heat treatment*. Materials Science and Engineering A, vol. 438 - 440, 2006, pp 25 – 34
- [03] DE MOOR, E., LACROIX, S., CLARKE, A.J., PENNING, J., SPEER, J. G.: *Effect of Retained Austenite Stabilized via Quench and Partitioning on the Strain Hardening of Martensitic Steels*. Metallurgical and Materials Transactions A, vol. 39A, 2008, p. 2595
- [04] SANTOFIMIA, M. J., ZHAO, L., SIETSMA, J.: *Overview of Mechanisms Involved During the Quenching and Partitioning Process in Steels*. Delft University of Technology, The Netherlands, 2011
- [05] BLECK, W.: *Using the TRIP effect - the dawn of a promising group of cold formable steels*. Proceedings of International Conference on TRIP - Aided High Strength Ferrous Alloys, Belgium, 2002.
- [06] CLARKE, A. J., SPEER, J. G., MILLER, M. K., HACKENBERG, R. E., EDMONDS, D. V., MATLOCK, D. K., RIZZO, F. C., CLARKE, K. D., MOOR, E. De.: *Carbon partitioning to austenite from martensite or bainite during the quench and partition (Q&P) process: A critical assessment*,
- [07] SANTOFIMIA, M.J., ZHAO, L., PETROV, R., SIETSMA, J.: *Characterization of the microstructure obtained by the quenching and partitioning process in a low-carbon steel*. Delft University of Technology, The Netherlands, 2008
- [08] SPEER, J.G., RIZZO ASSUNCAO, F.C., MATLOCK, D.K., EDMONDSC, D.V: *The "Quenching and PARTitioning" Process: Baground and Recent Progress*. Materials Reserch, vol. 8, No. 4, 417 - 423, 2005
- [09] MAŠEK, B., JIRKOVÁ, H., HAUSEROVÁ, D., KUČEROVÁ, L., KLAUBEROVÁ, D.: *The Effect of Mn and Si on the Properties of Advanced High Strength Steels Processed by Quenching and Partitioning*. www.scientific.net. Plzeň, 2010
- [10] MALINA, J., *Nekonvenční zpracování nízkolegovaných ocelí technologickými procesy na bázi inkrementálních deformací*. Disertační práce KMM ZČU, 2010.
- [11] STAŇKOVÁ, H.: *Inkrementální deformace při termoemchanickém zpracování ocelí s TRIP efektem*. Diplomová práce KMM ZČU, 2003.

- [12] JIRKOVÁ, H., KUČEROVÁ, L., MAŠEK, B.: *Effect of Quenching and Partitioning Temperatures in the Q-P Process on the Properties of AHSS with Various Amounts of Manganese and Silicon*. Research Centre of Forming Technology, University of West Bohemia in Pilsen, Pilsen, 2012
- [13] MAŠEK, B., KUČEROVÁ, L., JIRKOVÁ, H., KLAUBEROVÁ, D.: *The Role of a Cooling rate in Thermo-Mechanical Treatment with Incorporated Q-P Process*. FORTECH, University of West Bohemia in Pilsen, 2011
- [14] GRUM, J., BOŽIČ, S., ŽUPANČIČ, M.: *Influence of quenching process parameters on residual stresses in steel*. Faculty of Mechanical Engineering, University of Ljubljana, Slovenia, 2001
- [15] CALIK, A.: *Effect of cooling rate on hardness and microstructure of AISI 1020, AISI 1040 and AISI 1060 steels*. Süleyman Demirel University, Technical Education Faculty, Machine Education Department, Isparta, Turkey. 2009
- [16] GIRAULT, E., JACQUES, P., HARLET, P., MOLS, K., VAN HUMBEECK, J., AERNOUDT, E., DELENNAY, F.: *Metallographic Methods for Revealing the Multiphase Microstructure of TRIP-Assisted Steels*
- [17] VANDER VOORT, G. F.: *Etching Isothermally Treated Steels*.
- [18] PRŮCHA, V.: *Získání vícefázových struktur různými strategiemi nových typů zpracování vysokopevných ocelí*. Bakalářská práce KMM ZČU 2011
- [19] SANTOFIMIA, M.J., ZHAO, L., PETROV, R., SIETSMA, J.: *Characterization of the microstructure obtained by the quenching and partitioning process in a low-carbon steel*. Delft University of Technology, The Netherlands, 2008
- [20] VANDER VOORT, G. F.: *Color metallografy*. ASM Handbook, Volume 9: Metallografy and microstructures, p493-512, Buehler Ltd., 2004
- [21] ANGELI, J., KNEISSL, A. C., FÜREDER, E.: *Ätztechniken für die Phasencharakterisierung von niedriglegierten, hochfesten Mehrphasenstählen*. Montanuniversität Leoben, Austria
- [22] MAŠEK, B., JIRKOVÁ, H., KLAUBEROVÁ, D., PETRENEC, M., BERAN, P.: *Unconventional Thermomechanical Treatment of Advanced High Strength Low-Alloyed Steel*. 7th International DAAAM Baltic Conference "INDUSTRIAL ENGINEERING", Tallin, Estonia, 2010

- [23] AISMAN, D. et al. Testing the Influence of the Q-P Process on the Development in High Strength Low-alloyed Steels, In Proceedings of the 19th International DAAAM Symposium, Trnava: DAAAM International, Vienna Austria, 2008, p.007-008
- [24] KUČEROVÁ, L. et al. Optimization of Q-P Process Parameters with Regard to Final Microstructures and Properties. In Conference proceedings of Annals of DAAAM for 2009. Vienna: DAAAM International Vienna, 2009, p.1035-1036
- [25] HAUSEROVÁ, D.: Výzkum transformačního chování vysokopevné oceli, *Diplomová práce, ZČU v Plzni*, 2008, Plzeň
- [26] PLUHAŘ, J., KORITTA, J. *Strojírenské materiály*. SNTL, Praha 1966
- [27] SKÁLOVÁ, J., KOUTSKÝ, J., MOTYČKA, V.: *Nauka o materiálech*. Západočeská univerzita v Plzni, Plzeň, 2008