



ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI
FAKULTA STROJNÍ
KATEDRA MATERIÁLU A STROJÍRENSKÉ METALURGIE

DISERTAČNÍ PRÁCE

k získání akademického titulu doktor
v oboru

MATERIÁLOVÉ INŽENÝRSTVÍ A STROJÍRENSKÁ METALURGIE

Mini-tixoforming ocelí

Autor: Ing. Filip Vančura
Vedoucí práce: Prof. Dr. Ing. Bohuslav Mašek

Plzeň, 2017

Prohlášení o autorství

Předkládám tímto k posouzení a obhajobě písemné zprávě ke státní doktorské zkoušce zpracovanou během studia na Fakultě strojní Západočeské univerzity v Plzni.

Prohlašuji, že jsem tuto zprávu vypracovala samostatně, s použitím odborné literatury a pramenů, uvedených v seznamu, který je součástí této práce.

V Plzni dne:

.....

podpis autora

Autorská práva

Podle Zákona o právu autorském č.35/1965 Sb. (175/1996 Sb. ČR) § 17 a Zákona o vysokých školách č. 111/1998 Sb., je využití a společenské uplatnění výsledků Písemné práce k doktorské zkoušce, včetně uváděných vědeckých a výrobně-technických poznatků nebo jakékoliv nakládání s nimi možné pouze na základě autorské smlouvy za souhlasu autora a Fakulty strojní Západočeské univerzity v Plzni.

ANOTACE

Pomocí inovativních technologických postupů lze získávat i u konvenčních a léta používaných materiálů atypické struktury se specifickými mechanickými a fyzikálními vlastnosti. Různé technologie tváření v semi-solid stavu představují právě takový dynamicky se rozvíjející obor. Přesto, kvůli technologické náročnosti celého procesu, zůstává zpracování ve fázi vývoje. Mezi jednu z inovativních metod v oblasti semi-solid zpracování patří technologie mini-thixoformingu. Protože je zaměřena na produkty velmi malých rozměrů, lze při ní, oproti klasickým postupům tixoformingu dosahovat vedle mimořádně strmých gradientů ohřevu i extrémně vysoké rychlosti solidifikace a chlazení. Tyto podmínky pak zásadně ovlivňují vývoj vznikajících struktur a materiálových vlastností. Navíc lze stejně jako u konvenčního tixoformingu dosáhnout tvarově komplikovaných součástí s vysokou přesností, a to pouze v jediném tvářecím kroku.

Spolu s vyjmenovanými přednostmi je mini-thixoforming oproti klasickým metodám tváření v semi-solid stavu spojen s vyšší technologickou náročností. Kvůli velmi malým objemům materiálů je zde nutno velmi přesně řídit teplotní i deformační průběhy procesu. Při ochlazování jsou dosahovány extrémní rychlosti ochlazování, mimo jiné především díky velmi malé tloušťce stěny produktu. Nicméně právě díky dosažení schopnosti tyto procesní atributy urádit, se nabízí i konkurenční výhoda díky schopnosti s nimi také pracovat.

Hlavním cílem této práce ve zmíněné oblasti bylo nalezení souvislosti mezi mikrostrukturou výchozího polotovaru a mikrostrukturou po zpracování vzorku nad křivkou solidu zvolené oceli. Vzhledem k vysoké rychlosti procesu mini-thixoformingu byla v průběhu zpracování zachována historie vstupní struktury, která se dále promítla do výsledné struktury materiálu a byl pozorován a zdokumentován její vliv na vlastní proces tváření. Aby bylo možné zjistit vliv vstupní struktury na výsledný stav po semi-solid zpracování, byla provedena příprava různých vstupních mikrostruktur z oceli X210Cr12. Jednalo se o vysokoteplotní žihání na zhrubnutí zrna, vysokoteplotní cyklování a také procesy s intenzivní plastickou deformací (SPD) a to ECAP (equal channel angular pressing) a HPT (high pressure torsion). Vysokoteplotní žihání pro zhrubnutí zrna bylo provedeno při teplotě 1150°C po dobu 24 a 48 hodin s volným chlazením v peci. Pro rozpuštění primárních karbidů chromu $M_{23}C_7$ byla teplota ohřevu ještě zvýšena na 1200°C s výdrží 1 hodinu a následným volným chlazením v peci, nebo do oleje. Naopak ke zjemnění zrna bylo využito metody cyclic heating treatment (CHT), kdy rychlými přechody mezi křivkami A_{c3} a M_s bylo docíleno vyššího počtu krystalizačních zárodků, a tím i většího počtu zrn ve stejném objemu materiálu. Další modifikace struktury byla provedena tvářením za tepla při teplotě 900°C. Zjemnění zrna pomocí intenzivní deformace metodou ECAP bylo provedeno na speciálním lisu. Válcová ocelová tyč byla vložena s minimální vůlí a zapouzdřena do pouzdra o rozměrech průřezu kanálu pro ECAP. Pouzdro bylo vyrobeno z technicky čistého hliníku o 99,5 hm% a variantně z austenitické oceli 1.431. Bylo využito dvou nástrojů pro ECAP. ECAP s rozměry kanálu 50x50 mm s úhlem kanálu 90°. V tomto případě mělo hliníkové pouzdro rozměry 50x50x210 mm. V něm byla uložena tyč z oceli X210Cr12 o průměru 15 mm a délce 90 mm. Průchod kanálem byl proveden jak za pokojové teploty, tak

po ohřevu vzorku na 550°C. Druhý nástroj pro ECAP měl rozměry kanálu 10x10 mm s úhlem vnitřního kanálu 120°C. Pro tuto variantu bylo vyrobeno pouzdro z austenitické oceli o rozměru 10x10x60 mm, ve kterém byla uložena tyč z oceli X210Cr12 o průměru 7 mm a délce 50 mm. Jako další tvářecí metoda pro zjemnění zrna byla použita metoda high pressure torsion. U metody HPT je zjemnění zrna dosaženo kombinací tlaku a současného intenzivního torzního přetvoření. HPT probíhalo na vzorku o průměru 35 mm při teplotě 650°C. Vstupní polotovar byl kotouč o výšce 9 mm a průměru 35 mm. Torzním tvářením byla výška zredukována na 7,5 mm a průměr rozšířen na 38 mm.

Z připravených materiálů byly vyrobeny vzorky vhodné k zpracování mini-thixoformingem. Vzorky získané zpracováním v semi-solid stavu byly podrobeny řadě analýz a hlavní pozornost byla věnována vlivu procesu na atributy struktury a velikosti zrna.

Klíčová slova: minini-thixoforming, semi-solid zpracování, X210Cr12, SPD metody

ANNOTATION

With the help of innovative technological procedures, even conventional and well-tried materials can acquire atypical structures with specific mechanical and physical properties. One such dynamically developing area is the field of various semi-solid forming technologies. However, due to its technological demands, it is still in its developing phase. One of the innovative methods of semi-solid processing is mini-thixoforming. As it deals with products of minute dimensions, it (unlike conventional thixoforming methods) enables both exceptionally steep thermal gradients and extremely fast solidification and cooling. These conditions then dramatically influence the development of emerging structures and material properties. Furthermore, just as with conventional thixoforming, high-precision complicated shapes of pieces can be achieved within a single forming step.

Apart from the listed advantages, mini-thixoforming (as opposed to traditional methods of forming in semi-solid state) is more technology-demanding. Due to the extremely small volumes of materials it is necessary to very accurately control both thermal and deformational progress of the process. During cooling, extremely fast cooling occurs – this is (among other factors) due to the very small thickness of the wall of the product. However, the ability to control and manage these process attributes provides an important competitive advantage.

The main aim of this work in its interest area was to find a correlation between the microstructure of the initial semi-finished piece and the microstructure after working the sample above the solid line of the selected steel. Due to the high speed of the process of mini-thixoforming, the history of the initial structure was kept during the forming, which further imprinted itself into the resulting structure of the material. Its influence on the forming process as such was observed and recorded. In order to determine the influence of the initial structure on the resulting state after semi-solid processing, different initial microstructures of X210Cr12 steel were prepared. The methods employed were: high temperature annealing for grain growth, high temperature cycling as well as processes with severe plastic deformation (SPD), namely ECAP (equal channel angular pressing) and HPT (high pressure torsion). High temperature annealing to facilitate grain growth was carried out at a temperature of 1150°C for the duration of 24 and 48 hours with free cooling in the furnace. In order to dissolve primary $M_{23}C_7$ chromium carbides the heating temperature was further increased to 1200°C for the duration of 1 hour followed by free cooling in the furnace or submerged in oil bath. Grain refinement, by contrast, was achieved through the method of cyclic heating treatment (CHT), where quick transitions between lines A_{C3} and M_s result in a higher number of crystallizing nuclei as well as a higher number of grains in the same volume of material. Another modification of structure was achieved by heat forming at 900°C. A special press was used for grain refinement by way of ECAP intensive deformation. A cylindrical steel bar was inserted with minimum clearance and enclosed in a case with dimensions corresponding to the cross-section of the channel for ECAP. The case was made of technologically clean aluminium of 99.5wt%, or alternatively of 1.431 austenitic stainless steel. Two ECAP tools were used: One with channel dimensions of

50x50mm and a channel angle of 90°. In this instance, the aluminium case had dimensions of 50x50x210mm. Inside it was a X210Cr12 steel bar with a diameter of 15mm and a length of 90mm. The passage through the channel was carried out both at room temperature and after heating the sample to 550°C. The second ECAP tool had channel dimensions of 10x10mm and an inner channel angle of 120°. For this option, the case was of austenitic stainless steel with dimensions of 10x10x60mm, with an encased bar of X210Cr12 steel with a diameter of 7mm and a length of 50mm. Another grain-refining forming method used was high-pressure torsion (HPT). HPT achieves grain refinement by a combination of pressure and simultaneous intensive torsion forming. HPT was carried out on a sample of a diameter of 35mm at a temperature of 650°C. The initial semi-finished piece was a disc with a thickness of 9mm and a diameter of 35mm. By way of torsion forming its thickness was reduced to 7.5mm and its diameter extended to 38mm.

The prepared materials were worked into samples suitable for the process of mini-thixoforming. The samples produced by working in semi-solid state were subjected to a number of analyses and special attention was devoted to the influence of the process on structural attributes and grain size.

Keywords: thixo-forming, mini-thixoforming, semi-solid processing, X210Cr12, SPD

OBSAH

1	Úvod	4
2	Tixotropní stav	4
2.1	Využití tixotropního chování při tváření kovů	5
2.2	Materiály používané pro tixotropní tváření	6
2.2.1	Slitiny hliníku	6
2.2.2	Slitiny hořčíku	7
2.2.3	Oceli	7
2.3	Numerická simulace procesu	11
2.4	Modelování tixotropního chování	11
2.4.1	Rozdělení kapalin a jejich vlastnosti	11
2.4.1.1	Newtonské kapaliny	11
2.4.1.2	Nenewtonské kapaliny	12
2.4.2	Tvar formy	15
2.4.2.1	Modelování chování materiálu a identifikace parametrů	16
3	Současné metody používané pro tváření v semi-solid stavu	17
3.1	Možnosti přípravy vstupních polotovarů	18
3.1.1	Odlévání do chlazené kokily	19
3.1.1.1	Tepelné zpracování polotovarů	20
3.1.2	Metody ohřevu do semi-solid stavu	20
3.1.2.1	Ohřev v peci	21
3.1.2.2	Indukční ohřev	21
3.1.2.3	Odporový ohřev	21
3.1.2.4	Kombinovaný vysokofrekvenční odporově – indukční ohřev	22
3.2	Jednotlivé technologie zpracování v semi-solid stavu	22
3.2.1	Rheocasting	23
3.2.2	Tixocasting	23
3.2.3	Tixomolding	24
3.2.4	Thixoforging	24
3.2.5	Thixoextrusion	24
3.2.6	Thixorolling (tixoválcování)	25

3.3 Vady	25
4 Motivace a cíle práce.....	26
5 Experiment a diskuze výsledků.....	27
5.1 Použitý software, přístroje a metody.....	28
5.2 Volba materiálu.....	29
5.2.1 Fyzikální vlastnosti oceli X210Cr12.....	31
5.2.2 Experimentální zařízení.....	32
5.2.3 Příprava výchozích stavů pro semi-solid zpracování.....	35
5.2.3.1 Vysokoteplotní žhání ke zhrubnutí zrna	35
5.2.3.2 Teplotní cyklování.....	37
5.2.3.3 SPD metody.....	38
5.3 Semi-solid zpracování	51
5.3.1 Zkušební těleso pro tixofforming	51
5.3.2 Podle využití zařízení	51
5.3.2.1 Bez využití formy	51
5.3.2.2 S využitím formy	58
5.3.3 Vývoj struktury v průběhu zpracování	65
5.3.3.1 Vysokoteplotní mikroskop.....	68
5.3.4 Rozdělení podle druhu zpracování přípravy mikrostruktury.....	69
5.3.4.1 Torzní tváření	69
5.3.4.2 Zrychlený ohřev.....	75
5.3.4.3 Rychlá deformace	91
6 Shrnutí provedených experimentů a výsledků.....	91
6.1.1 Vliv rychlosti ohřevu.....	93
6.1.1.1 Analýza struktur	94
6.2 Měření mechanických vlastností.....	95
6.2.1 Tepelné zpracování oceli X210Cr12 po tixofformingu.....	96
7 Diskuse výsledků	97
8 Závěr.....	100
9 Seznam zkratk	102
10 Seznam použité literatury	104
11 Seznam publikací	107

1 ÚVOD

Konkurence v oblasti trhu s materiály neustále roste. Stále více stoupá využití plastů, keramiky, kompozitů, nebo jiných, dnes již více či méně, konvenčních materiálů, jakými jsou např. amorfni kovové materiály, superplastické kovové materiály, slitiny s tvarovou pamětí, supravodivé slitiny a další. Nicméně i přes tyto alternativy ocel díky svým vlastnostem zažívá v posledním desetiletí jistou renezanci a drží si stále své nezastupitelné místo mezi konstrukčními materiály. Tuto pozici má díky novým metodám zpracování, vylepšování současných konvenčních výrobních technologií a vývoji nových postupů zpracování. Mezi tyto postupy lze zařadit vedle jiných i zpracování v oblasti semi-solid stavu, například tixofforming. Při tixofformingu je materiál zpracováván v polotuhém stavu, což s sebou na jednu stranu nese technologické problémy s ohřevem a manipulací s polotovarem, na druhou stranu tento stav umožňuje dosahovat tvarově přesného a složitého produktu a plně využít potenciálu běžně i méně dostupných středně a výše legovaných ocelí. Jedním z perspektivních odvětví tixofformingu v posledních letech je mini-tixofforming. Jedná se o technologii vyvinutou pro zpracování velmi malých objemů materiálu, kde výsledkem jsou produkty s malými rozměry. V mikrostruktuře materiálu se stejně jako při využití osatních metod tixofformingu po zpracování vyskytují strukturní složky, které jsou při použití jiné technologie neobvyklé. Zároveň je ale navíc možno dosáhnout produktů složitého tvaru o rozměrech v řádech jednotek milimetrů.

Tixofforming obecně je technologie, která nabízí možnost zpracování některých jinak těžko tvářitelných materiálů. Tváření probíhá v jednom nebo několika málo tvářecích krocích, bez nutnosti následného tepelného zpracování, což představuje významnou úsporu času při manipulaci, plánování, skladování apod. Tato skutečnost samozřejmě přispívá i k cenové výhodnosti.

V současné době se tato technologie pomalu rozšiřuje do komerčního sektoru. Zatím k tomu dochází zejména v oblasti zpracování slitin hliníku a zinku, protože je díky nižším teplotám semi-solid stavu proces technologicky jednodušší. Zpracování ocelí v semi-solid stavu zatím zůstává předmětem spíše základního výzkumu. Tváření velmi malých součástí v tixotropním stavu, kterým se zabývá tato práce, bylo ve světové literatuře zatím popisováno jen ve velmi omezeném rozsahu.

2 TIXOTROPNÍ STAV

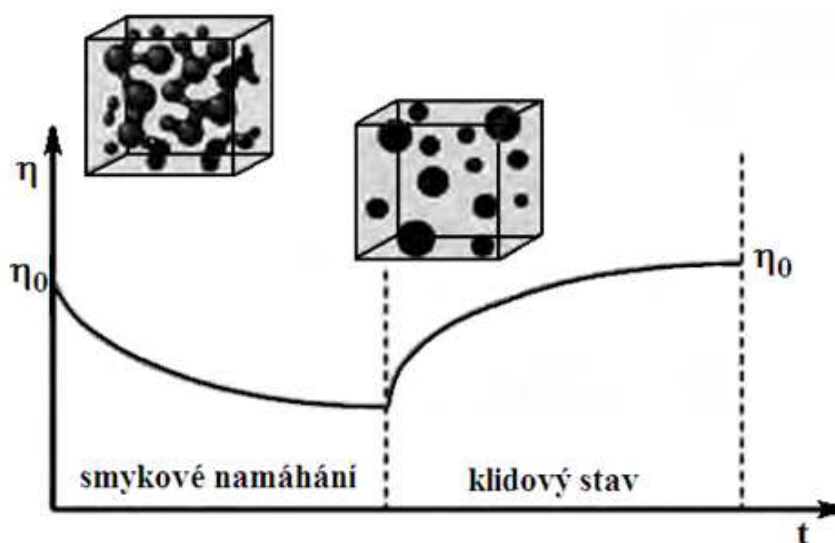
O moderním zpracování materiálů v semi-solid stavu se lze poprvé dočíst v sedmdesátých letech 20. století, kdy bylo poprvé popsáno tixotropní chování pro slitinu olova a cínu. Tato zpráva okamžitě zaujala vědecké týmy po celém světě [1]. Popisovala totiž tixotropní chování, což je vlastnost materiálu umožňující jeho tváření v semi-solid stavu.

Jedná se o reologickou vlastnost některých pseudoplastických a plastických systémů, které se v klidovém stavu projevují vysokou viskozitou. Pokud je však tento systém vystaven smykovému namáhání (např. míchání) dochází k výraznému poklesu viskozity. Je-li systém v klidu, viskozita opět roste a limitně se blíží původní hodnotě (Obr. 1). K růstu viskozity v klidovém stavu dochází proto, že globulární částice mají tendence se shlukovat a spojovat do větších celků a tím zvyšovat viskozitu celého systému. Při smykovém namáhání dojde k rozdrobení těchto shluků a díky tomu i k poklesu viskozity celého systému [2].

Tixotropní vlastnosti jsou pozorovány i u některých gelů s reverzibilními i ireverzibilními fyzikálními vazbami. Jsou-li vazebné síly původních disperzních částic v jejich síťovité struktuře „dostatečně“, slabé, je možné gel protřepáním převést opět na roztok, protože slabé vazby mezi částicemi jsou porušeny mechanickými účinky třepání. Ponecháme-li „ztekucený“ roztok v klidu, vazby se pomalu obnoví, dojde k opětovné gelaci a viskozita časem naroste do původní hodnoty [3].

V současné době je tixotropie využívána např. v průmyslu barev (je žádoucí, aby barva byla tekutá pouze při natírání), v kosmetice, potravinářství, farmacii, ale i ve sportu, kde například běžecké lyžování by bez tohoto jevu nemohlo probíhat tak, jak ho známe.

Nově se tato vlastnost využívá i v oblasti tváření kovů.



Obr. 1 – Časová závislost tixotropního chování [2]

2.1 Využití tixotropního chování při tváření kovů

Tixotropní chování pro kovy bylo popsáno až v padesátých letech 19. století, a to jako deformační chování, které je definováno poklesem viskozity ve vztahu k nárůstu smykového poměru a času smyku v polotuhém stavu. Aby slitiny kovů v semi-solid stavu vykazovaly

tixotropní chování, musí mít vhodnou mikrostrukturu. Tou se rozumí tvar pevné fáze, co nejbližší globulárnímu a optimální podíl fáze tekuté.

Ve srovnání s konvenčním procesem, stačí během tváření materiálu v polotuhém stavu relativně malá tvářecí síla, která prostřednictvím působení smykové napjatosti a deformace vyvolá v materiálu pokles viskozity. Naproti tomu potřebné tvářecí teploty jsou obvykle podstatně vyšší, což má mimo jiné za následek i zvýšené teplotní namáhání formy.

Podíl tuhé fáze by se měl teoreticky pohybovat mezi 10 – 60 %. Přesný podíl závisí na volbě konkrétní technologie zpracování v semi-solid stavu [2]. Z tohoto důvodu jsou pro tixotváření vhodnější slitiny s nízkou citlivostí k podílu tuhé fáze, protože je u nich méně pravděpodobná nežádoucí solidifikace při ochlazení během plnění formy. Díky tomu lze během procesu snáze regulovat teplotu.

Obzvláště vysoké požadavky jsou na nástroje kladeny při tváření v polotuhém stavu kovů, resp. ocelí, kde tváření probíhá při vysokých teplotách. Jedná se zejména o nízkou teplotní citlivost, odolnost vůči teplotním šokům a odolnost vůči opotřebení.

Dalším důležitým faktorem určujícím vhodnost slitiny pro tixotváření jsou mikrostrukturní charakteristiky materiálu ve stavu před vlastním tvářením. Jedná se především o následující atributy: velikost zrna, tvarového faktoru, jakost povrchu.

2.2 Materiály používané pro tixotropní tváření

Zpracování kovů v semi-solid stavu umožňuje rozšíření škály využití různých kovů. Pokud je rovnán výsledný produkt s odlitky nebo výkovky, může být kvalita konečného výsledku lepší a s menším výskytem vad. Hlavními skupinami materiálu využívaných pro tixotropní tváření jsou zejména slitiny hořčíku a hliníku, u kterých je v současnosti již dosaženo komerčního nasazení. Zpracování ocelí je v současnosti předmětem výzkumu a v komerční praxi není doposud využíváno. Nejnovějším trendem je i použití speciálních materiálů jako kombinace kovu a keramiky, neboť metoda semi-solid zpracování umožňuje spojování těchto jinak obtížně spojitelných materiálů.

2.2.1 Slitiny hliníku

Mezi vůbec nejrozšířenější materiály používané pro semi-solid procesy jsou slitiny hliníku. Pro tixotropní tváření jsou využívány zejména slitiny na bázi Al-Si. Hliník a křemík tvoří jednoduchou binární eutektickou soustavu s eutektickým bodem na 12,2 at. % při teplotě 577° C. Při vyšším obsahu křemíku vzrůstá bod tavení slitiny, což je samozřejmě pro využitelnost procesu nevýhodné. Ve slitině substitučně přítomný křemík je jeden z mála slitinových prvků, který nezvyšuje hustotu slitiny.

Nadeutektické slitiny hliník – křemík nabízejí možnosti původních kompozitů (křemík ve funkci výplňové fáze), které jsou dobré pro aplikace v automobilovém průmyslu. Tyto

slitiny vykazují velmi specifické a zajímavé vlastnosti jako je vysoká pevnost a tvrdost a nízký koeficient tepelné roztažnosti. Díky velmi tvrdým křemičitým částicím rozptýleným v základním materiálu je odolnost proti opotřebení slitin Al-Si velmi vysoká. Proto jsou používány pro těžké opotřebení, často za zvýšených nebo středních teplot jako například na píсты, bloky motoru a klimatizační kompresory.

Použití slitin hliníku je nicméně znevýhodněno několika problémy. Konvenční lící techniky mají za následek růst křemičitých částic v tavenině. Tyto částice pak nepříznivě ovlivňují mechanické vlastnosti. Primární krystaly křemíku značně hrubou, především v důsledku širokého rozmezí tuhnutí této slitiny, a zhoršují lomovou houževnatost odlitku. Jestliže obsah křemíku převyšuje 18 hm. %, je hrubnutí křemíku a pokles tekutosti významnější a je téměř nemožné při konvenční rychlosti ochlazování při lití docílit dobré kvality odlitku.

Tixofforming umožňuje, aby byly z nadeutektické slitiny Al-Si obsahující 40-50% podíl tekuté fáze, tvářeny tvarově čisté součásti, které nechávají velikost křemičitých částic docela jemnou [4].

2.2.2 Slitiny hořčíku

Pro zpracování v semi-solid stavu jsou slitiny hořčíku o něco méně rozšířené než slitiny hliníku. V posledních letech se dostávají do popředí zájmu zejména díky své příznivé měrné hmotnosti a nízké teplotě tavení. To samozřejmě nahrává zpracování v semi-solid stavu, protože na rozdíl od např. oceli neklade tak vysoké nároky na ohřev vlastního materiálu, ani na namáhání formy a nástrojů. Mezi jedny z nejrozšířenějších patří slitiny Mg-Al-Zn (AZ), Mg-Al-Mn (AM), Mg-Al-Si (AS). Nejčastěji používané slitiny hořčíku představuje typ Mg-Al-Zn, obsahující 3 – 9 % Al, 0,2 – 1,5 % Zn a 0,15 – 0,5 % Mn (hm %). Hliník jako substitučně zpevňující prvek podstatně zvyšuje pevnost a tvrdost slitiny. Podobně působí v soustavě i zinek, který má pozitivní vliv na houževnatost. Nicméně jeho vliv nemá i v důsledku nižšího zastoupení takový význam. Mangan zvyšuje odolnost proti korozi a svařitelnosti. Mikrostruktura hořčíkových slitin je tvořena tuhým roztokem hliníku v hořčíku a intermediálními fázemi vyskytujícími se v kompaktní formě nebo jako součást segregančního eutektika [4]. Při 645°C je rozpustnost manganu v hořčíku 3,4 hm. %, při 200°C je jeho rozpustnost takřka nulová. Obsah manganu v současných slitinách nepřesahuje 2 hm. %, přičemž se dosahuje optimální korozivzdornosti a svařitelnosti. Nevýhodou binárních slitin Mg-Mn je velmi hrubé zrno v litém stavu a pouhé dva funkční skluzové systémy, Z těchto důvodů je jejich tváření velmi obtížné. Pro zjemnění zrna se používá přísada vápníku nebo ceru [5].

2.2.3 Oceli

Zpracování slitin železa nad teplotou solidu se většinou omezovalo pouze na odlévání tvárných nebo šedých litin a oceli vhodné k odlévání. Tixotváření však dokáže kombinovat

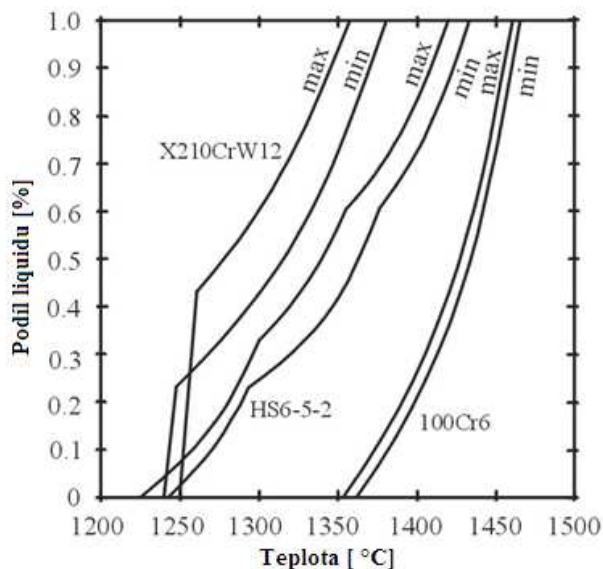
výhody odlitku, který má obecně relativně nízké náklady i při tvarově složité geometrii produktu s vynikajícími mechanickými vlastnostmi výkovku.

Nejčastěji využívaným materiálem pro tixotváření jsou termomechanicky zpracované válcované tyče z oceli 100Cr6 nebo z nástrojové oceli M2. Ta je nejčastěji využívána jako modelový materiál pro tixotváření díky velmi příznivému teplotnímu intervalu $f_s \in \langle 0,4; 0,6 \rangle$, nízké teplotní citlivosti a absenci martenzitu v tuhém stavu.

Díky svému speciálnímu deformačnímu chování přináší tixotváření, v porovnání s konvenčními metodami, výhody jako: možnost výroby i tvarově složitých součástí, výroba konečného tvaru v jednom kroku a tím snížení počtu závěrečných operací a především zpracování vysoce pevných ocelí za využití nízké tvářecí síly.

Naopak mezi nevýhody patří zejména úzký teplotní interval zpracování. Kromě toho je proces velmi náchylný také na stanovení a dodržení úzkého rozmezí hodnot rychlosti deformace při tixotváření tak, aby požadovaný tvar zatekl a měl dobrou povrchovou jakost. Z mikrostrukturního pohledu je potřeba zajistit rovnoměrný odvod tepla z formy, aby nevznikaly vysoké teplotní gradienty a mikrostruktura produktu zůstala homogenní a bez vad. Další nevýhodou jsou vysoké tvářecí teploty. Navíc je ocel velice náchylná k vysokoteplotní korozi a nevytváří se u ní ochranná povrchová vrstva tak jako u hliníku, což má za následek tvorbu zoxidované vrstvy na povrchu tovaru - okují. Tyto okuje mohou být podobně jako u výkovku při zpracování zalisovány pod povrchem výrobku, což samozřejmě ovlivňuje mechanické vlastnosti konečného výrobku, protože se potom stávají iniciačním místem budoucích trhlin. Vzniku okují na povrchu polotovaru se dá účinně předejít ohřevem v ochranné atmosféře, nicméně to celý proces významně prodraží.

Jako příklad pro posouzení rozdílného chování různých ocelí při ohřevu byly vybrány 3 oceli. X210CrW12, HS6-5-3 a 100Cr6, pro každou navíc různé tavby s jiným chemickým složením. Pro tyto oceli byly spočítány křivky liquidu pro minimální a maximální obsah jednotlivých prvků specifikovaných normou ISO [6]. Změna chemického složení vede k rozdílnému chování během tavení u oceli HS6-5-3 a X210CrW12, u oceli 100Cr6 dochází pouze k posunu křivky liquidu. Změna tvaru křivky je dána rozdílnou stabilitou karbidů, která je dána jejich složením (Obr. 2).



Obr. 2 - Změna podílu tekuté fáze v závislosti na teplotě pro maximální a minimální podíl legujících prvků daných normou [7].

Optimální podíl tekuté fáze, které je nutné dosáhnout pro tváření, se liší v závislosti od následné metody tváření. Dilatometrická analýza (DTA) ocelí prokázala předpoklad, že šířka semi-solid intervalu závisí zejména na obsahu uhlíku a rozpouštění karbidů. Aby bylo dosaženo dostatečně širokého intervalu semi-solid stavu, byl doporučen obsah uhlíku vyšší než 1 % [8].

Kromě vlivu na množství objemového podílu tuhé a tekuté fáze má uhlík velký vliv i na výsledný tok materiálu během plnění formy a na morfologii mikrostruktury. Pro detailní popis mikrostruktury v semi-solid stavu je třeba znát objem, velikost, tvar a rozložení pevných částic. Získat tento komplexní popis struktury v semi-solid stavu je však velmi obtížné, proto jsou parametry běžně stanovovány na plně ztuhlém objemu pomocí metalografických technik [9]. 2D analýza obrazu poskytuje uspokojivé výsledky pro stanovení velikosti frakce, ale nedává uspokojivý obraz o komplexním 3D rozložení clusterů [10].

Tvar zrna je charakterizován jeho kruhovitostí, kterou je možné popsat kruhovým faktorem [11]:

$$F = 4 \pi \frac{A}{U^2} \quad (1)$$

kde:

A [mm²] - plocha zrna

U [mm] - obvod

V případě kruhového tvaru zrna se $F=1$, ve všech ostatních případech se hodnota pohybuje mezi 0 a 1. V některých případech se používá převrácená hodnota F . V tom případě má ideálně kruhové zrno hodnotu 1, ostatní nepravidelné a dendritické struktury mají hodnotu větší než 1. Pokud nejsou zrna dostatečně globulární, tixotropní chování nemůže být dosaženo, protože dochází ke shlukování zrn a není možné dosáhnout laminárního proudění. K popisu stavu shlukování nebo propojení pevných částic je rozhodující tzv. dotykový faktor pevné fáze C_{fs} (Contiguity of the Solid Phase). Tento dotykový faktor pevné fáze je definován jako [12]:

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

kde:

S_v^{ff} - rozhraní pevné fáze

S_v^{fs} - rozhraní kapalné fáze

Pokud je C_{fs} roven nule, všechny pevné části jsou kompletně obklopeny tekutou fází. Úplný počet shluklých částic pevné fáze je dán objemovým dotykem pevné fáze [13]:

$$C_{sfs} = V_s \cdot C_{fs} \quad (3)$$

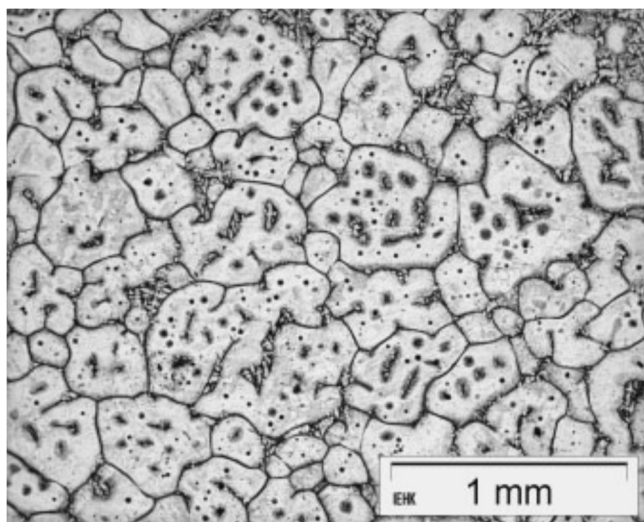
kde:

V_s - podíl pevné fáze

C_{fs} – dotykový faktor pevné fáze

Pokud objemový dotyk pevné fáze překročí hodnotu 0,3, nemůže být dosaženo tixotropního chování a materiál se chová jako pevné těleso [14]. Pokud je součinitel objemového dotyku menší než 0,1, tuhá fáze v objemu kovu nedokáže předejít vlastní deformaci materiálu před samotným tvářením, což sníží zpracovatelnost materiálu.

Dalším důležitým mikrostrukturním parametrem je tekutá fáze zachycená uvnitř zrna. Tekutá fáze uzavřená uvnitř pevného zrna svým podílem logicky nijak nepřispívá k celkové viskozitě nataveného materiálu [15]. Podíl uvězněné fáze lze pozorovat i po ztuhnutí uvnitř jednotlivých zrn (Obr. 3). K tomuto jevu negativně přispívá délka výdrže na teplotě v semi-solid stavu. S rostoucí délkou se podíl fáze uvězněné uvnitř zrn, popř. uvnitř spojených shluklých zrn zvyšuje, proto by měla být doba výdrže na dané teplotě co nejkratší. Další z možných příčin tohoto jevu může být vyřádkování karbidů u nástrojových ocelí válcovaných za tepla [16] [17].



Obr. 3 - Mikrostruktura oceli po tixoformingu. Tmavé oblasti uvnitř zrn jsou pozůstatky nastaveného kovu uvězněného uvnitř zrna během zpracování.

2.3 Numerická simulace procesu

2.4 Modelování tixotropního chování

Modelování semi-solid procesů patří mezi velmi obtížné úlohy, protože do procesu vstupují okrajové podmínky, jako je proměnná viskozita, velikost konglomerátů, velikost jednotlivých natavených pevných částic, proměnná teplota, smykové napětí, napětí v kapalině a další. Ideální model pro popis tixotropního chování by měl vycházet z toho, že reologické a fyzikální vlastnosti jsou proměnné v čase, tato změna však není okamžitá a je nelineární [18]. Pro porozumění této problematice je nejprve nezbytné uvést elementární rozdělení kapalin a jejich chování.

2.4.1 Rozdělení kapalin a jejich vlastnosti

2.4.1.1 Newtonské kapaliny

Podle Newtonova zákona je možné spočítat tečné napětí v ideálně viskózní kapalině podle vzorce (Obr. 4):

$$\tau = \eta \cdot \frac{du}{dx} = \eta \cdot \dot{\gamma} \quad (4)$$

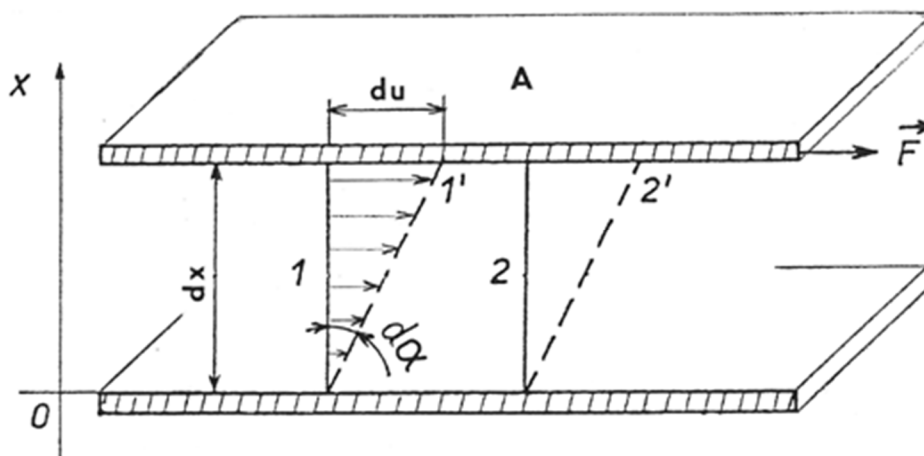
kde:

τ - tečné napětí [Pa]

η - dynamická viskozita [s^{-1}]

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

Dynamická viskozita pak charakterizuje vnitřní tření v newtonovské kapalině. Tato hodnota závisí pouze na okamžité teplotě a tlaku. Pro technickou praxi je často využívána kinematická viskozita, což je podíl viskozity a hustoty kapaliny [19]. Tekutiny podléhající tomuto zákonu se nazývají Newtonovské. Obvykle se jedná o nízkomolekulární látky [20]



Obr. 4 - Rychlostní profil toku v kapalině mezi nepohyblivou a pohybující se deskou [20].

2.4.1.2 Neneutonské kapaliny

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

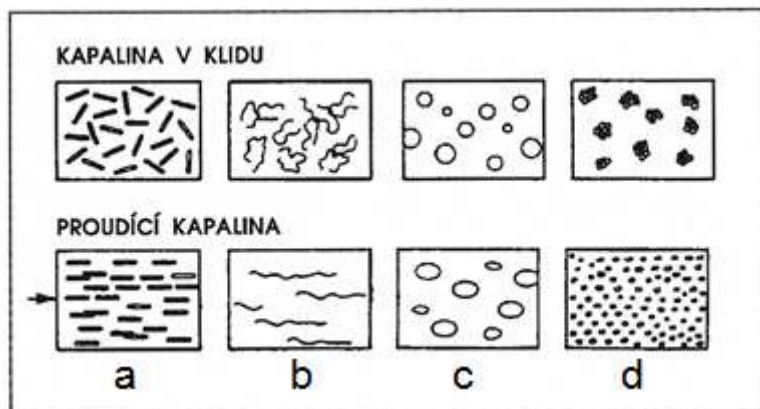
$$\tau = \eta_z \cdot \dot{\gamma} \quad (5)$$

kde:

η_z - zdánlivá viskozita [s^{-1}]

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

η_z je ovšem tzv. zdánlivá viskozita. Závisí na dalších faktorech, jako je rychlost deformace, smyková rychlost kapaliny okrajové a počáteční podmínky anebo v neposlední řadě na historii předchozí deformace kapaliny. (Obr. 5) [20]. Nejedná se tedy o látkovou konstantu, ale spíše o komplexní vlastnost kapaliny v daném čase.



Obr. 5: Vliv toku na uspořádání částic v neneutronské kapalině, a) orientace, b) napřímení, c) deformace d) rozmělnění.

Nenewtonovské kapaliny můžeme dále rozdělit do tří tříd:

1) Časově nezávislé – U těchto kapalin je smyková rychlost v každém časovém okamžiku jednoznačnou funkcí pouze smykového napětí.

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

3) Viskoelastické kapaliny - Jedná se o takové komplexní systémy, které vykazují nejen vlastnosti poddajných těles, ale rovněž tak i tokové vlastnosti kapalin. Tyto systémy se tedy po provedené deformaci a následném odlehčení částečně elasticky zpětně přetvoří, tj. v rámci elastických přetvoření se přiblíží k původní konfiguraci [21].

1) Časově nezávislé kapaliny můžeme rozdělit do 4 skupin

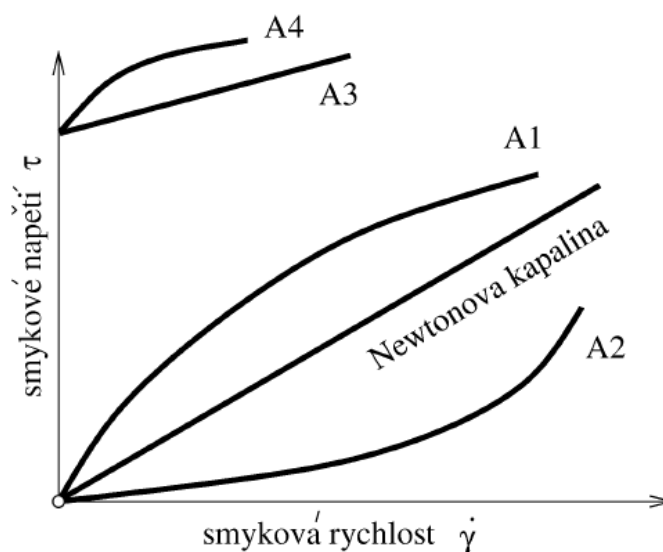
- a) pseudoplastická kapalina
- b) dilatantní kapalina,
- c) Binghamova plastická kapalina,
- d) Cassonova plastická kapalina.

a) Pseudoplastické kapaliny (strukturně viskózní, nebo také strukturně viskózní, „smykově“ řidnoucí), jejichž zdánlivá viskozita se s rostoucím gradientem rychlosti zmenšuje (Obr. 6). Podle průběhu tokové křivky se někdy rozlišují dvě podskupiny: pravé pseudoplastické kapaliny a strukturně viskózní kapaliny, u nichž lze stanovit dvě limitní hodnoty zdánlivé viskozity.

b) Dilatantní kapalina, která má stejně jako pseudoplastická kapalina nulovou mez tečení, ale její zdánlivá viskozita se se vzrůstající smykovou rychlostí zvyšuje ($n > 1$, $\tau_0 = 0$). (Obr. 6). Toto chování je poměrně řídké a bylo pozorováno v některých vysoce koncentrovaných suspenzích (např. v PVC plastisolech).

c) Binghamské kapaliny, jsou kapaliny s plastickou složkou deformace, u nichž dochází k toku až po překročení určitého prahového smykového napětí, tzv. meze toku (kluzu) τ_k (Obr. 6). Mezi tyto kapaliny můžeme řadit olejové barvy, zubní pasty, bláto, bahno atd. V klidovém stavu je tato kapalina „seskupena“ do 3D odporu schopné struktury, která nevykazuje žádné měřitelné deformační pohyby až do té doby, dokud napětí v kapalině nedosáhne kritického smykového napětí. Po dosažení této kritické hodnoty napětí, resp. po překročení hodnoty napětí τ_y , začne kapalina téci a systém vykazuje „newtonské“ smykové napětí. Naznačený pokles smykového napětí o hodnotu τ_y bývá obvykle vyvolán celkovou makroskopickou restrukturalizací neneutronské kapaliny.

d) Cassonova plastická kapalina, je charakterizována materiálovými parametry s hodnotami $n < 1$, $\tau_0 > 0$ (Obr. 6). Typickým představitelem této třídy kapalin je např. krev a synoviální kapaliny.



Obr. 6 - Tokové křivky (křivky tečení) kapalin, A1 – pseudoplastická kapalina, A2 – dilatantní kapalina, A3 – Binghamova kapalina, A4 – Cassonova kapalina) [21]

2) Časově závislé kapaliny můžeme rozdělit:

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

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

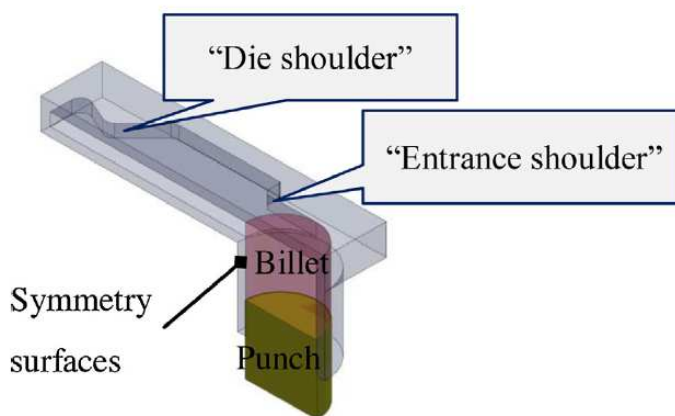
Tixotropní časové závislé chování však vykazují i některé látky ze skupiny **1**), např. pseudoplastické kapaliny, u kterých není zanedbatelný čas nutný k přechodu na stacionární viskozitu prostřednictvím odpovídajících relaxačních procesů (např. efekty přeorientování a nového uspořádání molekul u makromolekulárních substancí). Podobně některé kapaliny, většinou kapaliny s malými smykovými rychlostmi, vykazují jistou korespondenci s diletantní nebo reopektickou kapalinou, která může v jejich strukturách gradovat až v průběhu smykového zatížení [21].

3) Viskoelastické newtonské kapaliny vykazují jak elastické vlastnosti těles, tak i viskózní vlastnosti kapalin. Rovněž tyto kapaliny nelze popsat jednoduchou reologickou konstitutivní rovnicí typu $\gamma = f(\tau)$. Někteří autoři pak sestavují modely pro tixotropní chování právě na základě viskoelastického modelu [22].

Pro simulaci toku materiálu bylo během let zkoušeno mnoho programů k simulaci procesů semi-solid zpracování. Vzhledem k obtížnosti této úlohy a s přihlédnutím k tomu, že v současné době neexistuje software vyvinutý pouze pro tyto druhy procesů, je nezbytné pro tento druh úlohy požit software určený pro simulace tváření nebo odlévání. Jedny z nejlepších výsledků byly dosaženy v software FORGE.

2.4.2 Tvar formy

Pro numerické simulace je velmi důležitý návrh dutiny formy. Ta by měla obsahovat kanál otočený o 90° oproti vtokové soustavě, nebo průvlak, kde dochází k stříhovému napětí a tím ke vzniku tixotropního chování materiálu (Obr. 7).



Obr. 7 - Návrh formy pro simulaci tixoformingu [23]

2.4.2.1 Modelování chování materiálu a identifikace parametrů

Pro chování materiálu během procesu tváření může být použito více výpočtových modelů. Jako jeden z nejlepších se jeví model navržený Cezardem et al., a dále zdokonalený Favierem et al. [23]. Tento model zahrnuje vliv čtyř parametrů: podíl pevné fáze, podíl volné kapalně fáze, dotyky zrn pevné fáze, kapalnou fází polapenou v zrnech. Pro simulaci se nejlépe osvědčil viskoelastický model, který umožňuje zahrnutí podíl pevné fáze, konglomerátů zrn i volné kapalně fáze [24].

Konglomeráty zrn při procesu tváření zvyšují celkovou viskozitu materiálu, než dojde k jejich rozdrobení. Vývoj mikrostruktury potom závisí na rychlosti deformace, podílu pevné a kapalně fáze a vnitřní proměnné f_A^S , která zahrnuje počet aktivních zrn, jejich velikost a soudržnost hranic. Pro výpočet zákona zahrnující konglomeraci a diskonglomeraci zrn lze použít následující rovnici:

$$\dot{f}_A^S = K_{ag} f^S \cdot (1 - f_A^S) - K_{dg} \cdot (1 - f_A^S) \cdot f_A^S \cdot \sqrt{3} \dot{\epsilon}_{aq} \quad (6)$$

Kde:

f_A^S – podíl zrn

K_{ag} – materiálový parametr popisující aglomeraci zrn

K_{dg} – materiálový parametr popisující disaglomeraci zrn

$\sqrt{3} \dot{\epsilon}_{aq}$ – stran rate dle Vom Miesese

Pevná frakce v aktivní zóně s podílem vyšším než 0,4 představuje 3D kostru, zatímco pevná frakce v aktivní zóně s podílem nižším než 0,4 představují kapalně suspenze izolovaných aglomerátů pevné látky [23]. Pro modelování je uvažována pevná i kapalná fáze jako viskózní izotropní a nestlačitelná a platí následující konstitutivní rovnice:

$$\bar{s} = 2\eta \dot{\bar{\epsilon}} \quad (7)$$

kde

$$\eta = K_0 (\epsilon_{eq} + \epsilon_0)^n e^{-\beta T} (\sqrt{3} \dot{\epsilon}_{eq})^{ms-1} \quad \text{pro pevnou frakci}$$

$$\eta = K^l \quad \text{pro liquid}$$

\bar{s} – deviator napětí

$\dot{\bar{\epsilon}}$ – tensor napětí

$\dot{\epsilon}_{eq}$ - ekvivalentní strain rate dle Vin Miesese

K_0, K^l, β – materiálové konstanty

T – teplota

Pro určení viskozity semi-solid stavu je možné použít následující rovnici [25]:

$$\frac{\eta - \eta_f}{\eta_i - \eta_f} = e^{-(a+b(\sqrt{3\dot{\epsilon}_{eq}})^q)t} \quad (8)$$

Kde:

η_i – počáteční viskozita

η_f –viskozita na konci procesu

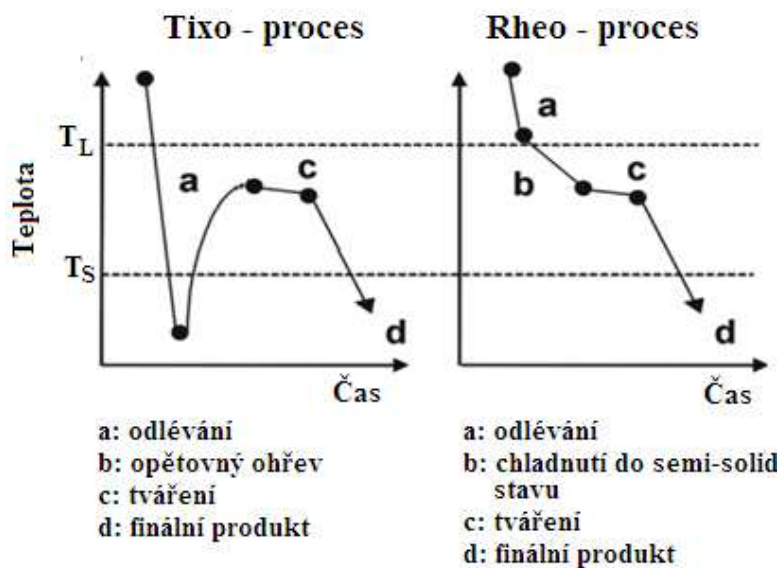
a,b,q – materiálové parametry

Materiálové parametry a,b,q popisují tvar velikost a rozložení pevné a tekuté fáze během procesu semi-solid zpracování a odvíjí se zejména odtepelné, termomechanické historie zpracování materiálu a způsobu ohřevu do semi-solid stavu.

3 SOUČASNÉ METODY POUŽÍVANÉ PRO TVÁŘENÍ V SEMI-SOLID STAVU

V posledních dvou desetiletích byla vyvinuta široká škála technologií umožňující zpracování materiálu v semi-solid stavu. Valná většina byla vyvinuta pro zpracování materiálu v semi-solid stavu protože nelze použít technologie odlévání ani tváření zatepla. Co se týká tepelné historie, je možné zpracování rozdělit na dvě základní skupiny a to tixo-procesy a rheo-procesy.

U tixo-procesu je tvářený materiál nejprve odlit některou z konvenčních metod a plně solidifikován. Po té je znovu ohřát do semi-solid stavu, kde je tvářen. U rheo-procesu je materiál ochlazen do semi solid stavu přímo po odlití materiálu a následně tvářen (Obr. 8). [26]



Obr. 8 - Schématické znázornění tixo a rheo procesu [19]

Výhodou procesů rheo-castingu a rheo-formingu je oproti tixo metodám výrazná úspora nákladů, která je dána zejména absencí nákladů na opětovný ohřev materiálu na tvářecí teplotu a také menším počtem manipulačních kroků. Vstupní polotovary i výsledný produkt jsou vyrobeny v souvislém výrobním procesu.

3.1 Možnosti přípravy vstupních polotovarů

Vstupní mikrostruktura hraje výraznou roli na tvařitelnost materiálu během semi-solid zpracování. Proto je nezbytné splnit několik požadavků popsanych v kapitole 2.2.3. Oceli.

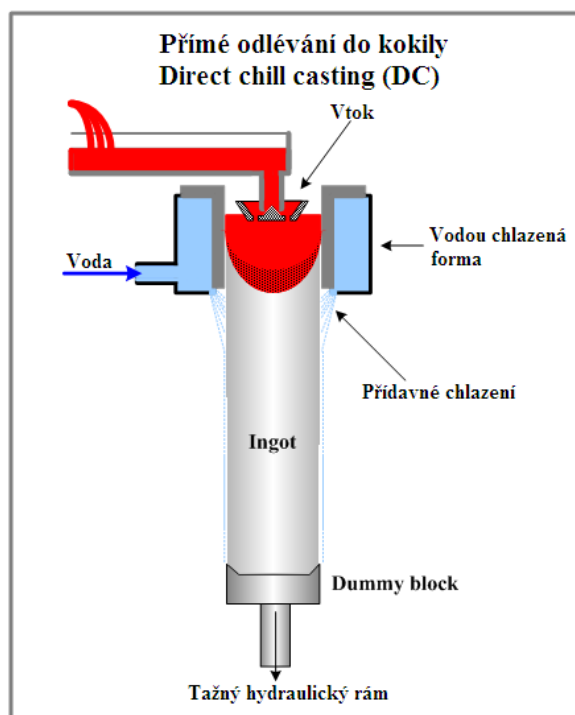
Ideálně by měl být vstupní polotovar jemnozrný s homogenním rozložením jednotlivých fází. Absolutně nepřijatelná je dendritická struktura, neboť při ohřevu do semi-solid stavu dojde nejprve k natavení fází vyplňující mezidendritický prostor, dendritické útvary však zůstanou zachovány a vytváří komplexní celky, které brání vzniku tixotropního chování. Nedojde tak k reologickému jevu, potřebnému poklesu viskozity a požadovanému vyplnění dutiny formy. Tento problém se vyskytuje i u rheo-procesů pokud dojde při tuhnutí ke vzniku souvislých dendritů. Dendritické odmíšení má bohužel tendence vznikat u materiálů s širokým semi-solid intervalem. Je tedy nezbytné zabránit vzniku těchto struktur již při přípravě polotovaru.

Obdobně negativní dopad, který však není tak výrazný, jako v předchozím případě, je příliš hrubé zrno. Při procesu tvářeni může dojít k zablokování vstupního kanálu formy shlukem zrn a nebo odmíšení tekuté a pevné fáze během procesu tvářeni.

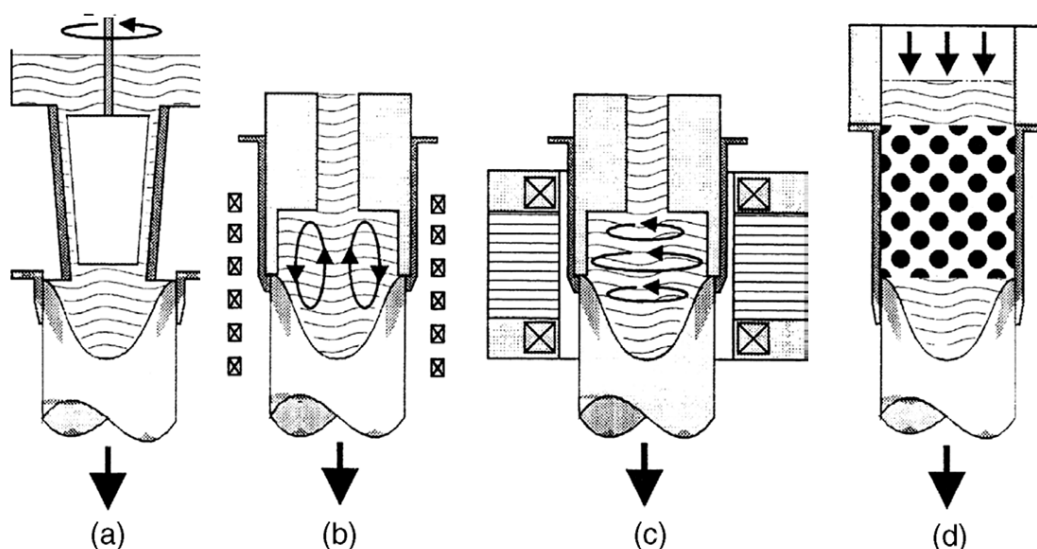
Pro rheo i tixo procesy je tedy nezbytné věnovat patřičnou pozornost samotné přípravě materiálů a zabránit vzniku dendritické struktury při samotném odlévání.

3.1.1 Odlévání do chlazené kokily

Jedná se o konvenční metodu odlévání využívanou zejména při výrobě sochorů hliníku pro následné kování, lisování a válcování (Obr. 9). [27] Bohužel jsou výsledné struktury nevhodné pro následné semi-solid zpracování, proto je nezbytné celý proces vhodným způsobem modifikovat. Při odlévání a následném tuhnutí je míchání nezbytné, aby se zabránilo vzniku výrazných dendritických struktur. V průběhu let bylo vyzkoušeno několik metod, jak toho dosáhnout. Jako nepříliš účinné se ukázalo mechanické míchání taveniny (Obr. 10a). Proto bylo přistoupeno k magnetohydrodynamickému míchání, které může být prováděno vodorovně, svisle, popř. kombinací obou způsobů (Obr. 10b, 10c). Alternativou k tomu může být takzvané pasivní míchání a chemické zjemnění zrna. V pasivním míchání dochází k protékání tekutého kovu skrz systém překážek (např. keramických kuliček) a zároveň k ochlazování do semi-solid stavu (Obr. 10d). Smykové napětí generované tímto nuceným prouděním zabrání vytvoření shluku hrubých dendritů. [28]



Obr. 9 - Znázornění procesu přímého odlévání do chlazené kokily [27]



Obr. 10 - Znáornění jednotlivých metod pro zjemnění zrna [28]

- a) mechanické míchání
- b) vertikální magnetohydrodynamické míchání
- c) horizontální magnetohydrodynamické míchání
- d) pasivní míchání

3.1.1.1 Tepelné zpracování polotovarů

V určitých případech se před vlastním procesem tváření provádí tepelné zpracování polotovaru, pro dosažení jemnozrné homogenní mikrostruktury. Jedná se zejména o materiály, které nebyly primárně určeny pro zpracování v semi-solid stavu. Obvyklé přípravné operace zahrnují tváření pro zjemnění zrna a homogenizaci chemického složení s následným rekrystalizačním žháním.

V některých případech lze použít metodu zvanou SIMA – Strain Inducted Melt Activated [28]. Polotovar je mírně ohřát nad hranici solidu, kdy již dochází k natavení zrn. Tímto postupem lze dosáhnout výrazného zjemnění zrna.

3.1.2 Metody ohřevu do semi-solid stavu

Vlastní ohřev polotovaru patří mezi důležité činnosti při semi-solid zpracování. Rychlostí ohřevu a výdrží na teplotě spolu s použitou metodou ohřevu ovlivňuje velikost zrna, rozložení jednotlivých fází a homogenitu materiálu. Nevhodně zvolený ohřev může způsobit zhrubnutí zrna nebo vyloučení vměstků. První uvedené má vliv na špatnou zabíhavost materiálu, tvorba vměstků a chemického odmíšení pak negativně ovlivňuje výsledné mechanické vlastnosti [29]. Mezi další parametry, které je nezbytné kontrolovat s vysokou přesností, patří konečná teplota, její přesné dodržení a homogenita teplotního pole. V závislosti

na těchto parametrech je pak dán podíl solidu a liquidu, což je klíčové pro průběh vlastního procesu tváření [30]. Požadavky na ohřev materiálu jsou tedy následující:

- Ohřev musí být dostatečně rychlý, aby nedošlo k nežádoucímu zhrubnutí zrna
- Řízení teplotního pole musí být dostatečně přesné, aby bylo dosaženo požadovaného podílu tuhé a kapalné složky
- Teplotní pole musí být homogenní v celém objemu polotovaru
- Ohřev musí být reprodukovatelný

3.1.2.1 Ohřev v peci

Býval klasickým ohřevem pro semi-solid zpracování, v současné době se stále více využívá ohřev indukční. Mezi hlavní výhody pecního ohřevu patří robustnost a spolehlivost a jednoduchá možnost automatizace. Je zde také možnost ohřevu v inertní atmosféře nebo vakuu což snižuje nebezpečí vzniku vad způsobených zapečením oxidické vrstvy do produktu. Mezi nevýhody pak patří časová náročnost, která se zvyšuje riziko zhrubnutí zrna. Navíc je zde nutnost následné manipulace s nataveným polotovarem, což je dále umocněné přehřátím tvářeného polotovaru nad požadovanou teplotu, neboť během přenosu z pece do tvářecího zařízení dochází k jeho chladnutí. Ohřev v peci se tedy používá pro technologie zpracování s podílem liquidu do 30% neboť je zde vyšší soudržnost materiálu.

3.1.2.2 Indukční ohřev

V současné době nejpoužívanější druh ohřevu při tixotropních procesech. Jeho hlavní výhodou je vysoká rychlost a flexibilita. Oproti ohřevu v peci je výrazně rychlejší, neboť je teplo generováno vířivými proudy uvnitř ohřívajícího polotovaru. Určitou nevýhodou představuje skin efekt. Tento nežádoucí jev roste s velikostí použité frekvence, neboť je proudová hustota největší na povrchu tělesa a středem k ose tělesa klesá. V praxi to znamená, že se polotovar ohřívá od povrchu směrem do středu a tím vzniká výrazný teplotní gradient. Typicky se ohřev realizuje tak, že se povrch rychle ohřeje na požadovanou teplotu, poté je snížen výkon na takovou hodnotu, aby byly eliminovány ztráty radiací a ochlazením povrchu a zároveň docházelo k prohřátí jádra. Nežádoucí účinky skin efektu na koncích polotovaru mohou být do určité míry potlačeny speciální konstrukcí cívek [31]. Tento jev může být také potlačen nižší použitou frekvencí. Na druhou stranu, při nízké frekvenci dochází k nežádoucímu nárůstu sil působících na těleso, což může být kritické, pokud se již ohřívající polotovar nachází v semi-solid stavu [32].

3.1.2.3 Odporový ohřev

Ohřev je realizován odporem materiálu při průchodu elektrického proudu, při kterém vzniká teplo v důsledku Joulova jevu ve vodivém pevném prostředí. Tento efekt roste s obsahem vměstků a jiných překážek v mikrostruktuře ohřívajícího materiálu, které představují

překážky při průchodu elektronového plynu objemem materiálů. Vedle vměstků jsou těmito překážkami i mikrostrukturní rozhraní o vysoké energii, jako například hranice zrn a subzrn, napjatost na mezifázovém rozhraní, nebo energetická distorze po fázové transformaci, např. u nerovnovážných strukturních složek.

Tento druh ohřevu není při zpracování v semi-solid stavu příliš rozšířen. Rychlost ohřevu je dána použitými parametry zdroje a odporem daného materiálu. S rostoucí vodivostí výrazně klesá generované množství tepla, proto je např. pro hliníkové slitiny velmi obtížné dosáhnout vysokých teplot. V omezené míře lze tento princip použít pro vysoce legované oceli, které mají již dostatečný elektrický odpor. V tomto případě je však nutný velmi dobrý kontakt mezi elektrodami a ohříváním materiálem.

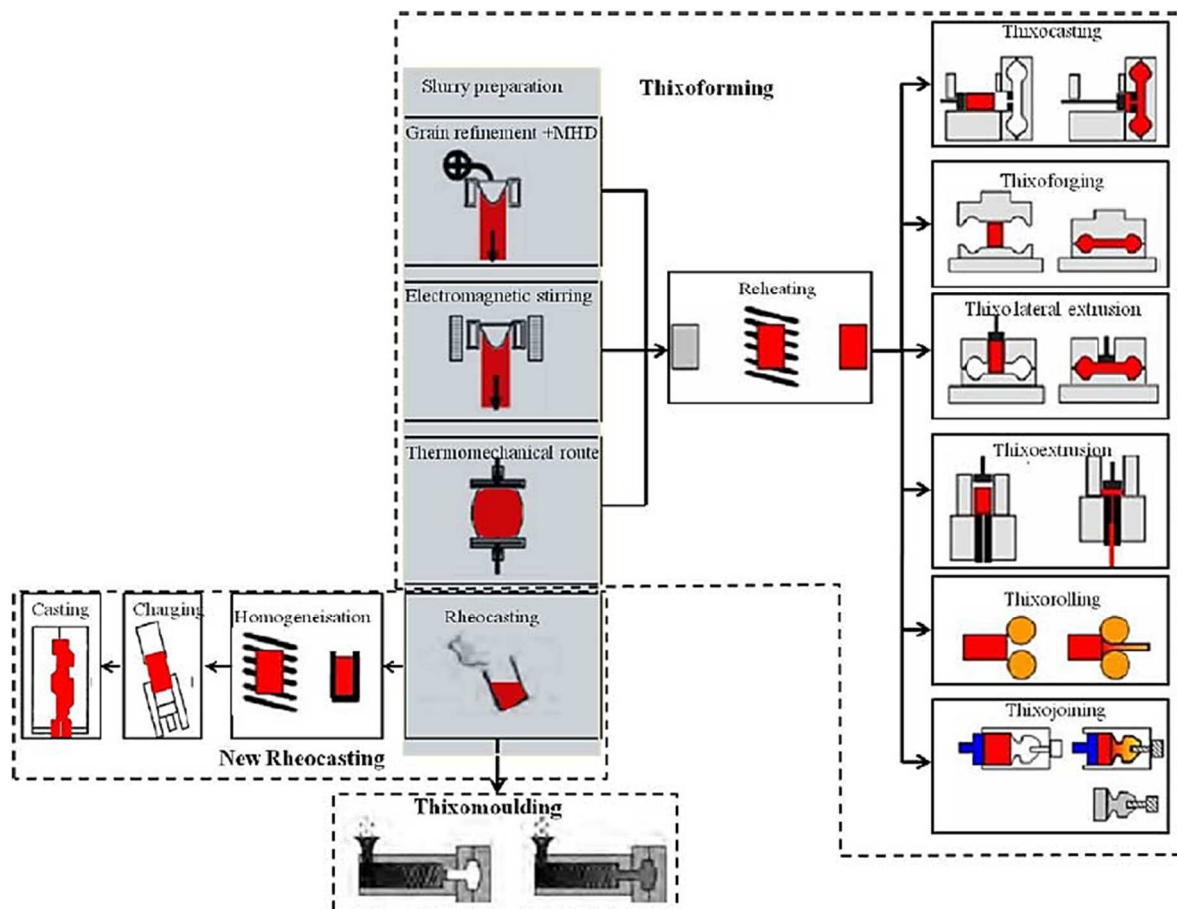
3.1.2.4 Kombinovaný vysokofrekvenční odporově – indukční ohřev

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

Pro odporový ohřev se v praxi používají převážně zdroje pracující na síťové frekvenci 50 Hz. Při použití této frekvence je však nezbytné použít vysoce výkonný zdroj pro dosažení vysoké rychlosti ohřevu a maximální teploty. To je možné eliminovat použitím spínaného zdroje. Ten může pracovat se stejnosměrným nebo střídavým proudem. Při ohřevu stejnosměrným proudem vycházejí vzhledem k velmi malému odporu vzorku velké ztráty na výstupním usměrňovači a účinnost zdroje se pohybuje hluboko pod hranicí 50 %. Při ohřevu střídavým proudem odpadají ztráty na usměrňovači. Navíc s rostoucí frekvencí roste vlivem skin efektu efektivní odpor vzorku, a tedy klesá hodnota proudu potřebného pro ohřev a roste maximální dosažitelná účinnost zdroje, která se pohybuje okolo 80 % [33].

3.2 Jednotlivé technologie zpracování v semi-solid stavu

V uplynulých letech byla vyvinuta široká škála technologií zpracování materiálu v semi-solid stavu. V anglicky psané literatuře se ustálila zkratka SSM - Semi Solid Metal processing. Pokud je podíl liquidu v rozmezí 40 – 60% jedná se o technologie rheocasting, tixocasting a tixomolding. Pro zpracování v semi-solid stavu s nižším podílem natavené fáze jedná se o technologie thixoextrusion, thixo lateral extrusion, thixorolling, thixofforming (Obr. 11).



Obr. 11 – Znárodnění jednotlivých procesů zpracování v semi-solid stavu [34]

3.2.1 Rheocasting

Jedná se o první metodu zpracování materiálu v semi-solid stavu. Původně byla vyvinuta jako nový způsob odlévání v šedesátých letech 18. století, kdy však ještě nebylo povědomí o tixotropním chování kovů. [37]. Během rheocastingu probíhá tváření tuhneoucího materiálu přímo z taveniny a podíl liquidu se pohybuje mezi 40 – 60 % [2] [38]. V současnosti se používá v omezené míře pro zpracování hliníkových slitin.

3.2.2 Tixocasting

I v tomto případě se pohybuje podíl tekuté fáze v rozmezí 40 – 60 %. Oproti předchozí metodě je použit solidifikovaný polotovár, který je ohřát na teplotu tváření. Tixocasting se skládá z tří základních kroků: příprava polotovarů, ohřev na požadovanou teplotu a vlastní proces tváření.

Celý proces je možné provést na stroji pro vysokotlaké odlévání s teplou komorou adaptovanou na polotovary v semi-solid stavu.

3.2.3 Tixomolding

Během tixomoldingu dochází ke vstříkávání nataveného kovu do formy a nejčastěji je používán pro hořčíkové slitiny. V současné době je experimentováno s recyklací materiálů po třískovém obrábění. [35]. Do zásobníku je nasypán odpad ve formě třísek, ty jsou nataveny a šnekovým šroubem promíchány a stlačeny. Následně je provedeno vstříknutí do dutiny formy. Podíl pevné fáze může v tomto případě činit až 65 %. [39].

3.2.4 Thixoforging

Tixokování je proces podobný kování v uzavřené zápustce. V porovnání s ním jsou však pro tváření potřebné velmi malé síly. Na druhou stranu zde dochází k většímu teplotnímu namáhání zápustky. Podíl nataveného kovu by se měl pohybovat mezi 10 – 35 %. Po ohřevu na požadovanou teplotu je polotovar umístěn mezi dvě otevřené poloviny zápustky a stlačován pohyblivým horním kovádkem. Při tixokování není žádoucí tváření na bucharech, neboť při prudkém dopadu kovádky na ingot by došlo k rozstříkání nataveného kovu. Tento odstříknutý zoxidovaný kov by byl následně zakován zpět do povrchu výrobku a tím by výrazně snížil jeho povrchovou kvalitu. I po vyplnění celé dutiny zápustky je ještě nějakou dobu udržován tlak ve formě, než dojde k plné solidifikaci tvářeného kusu. Tím je částečně eliminována poróznost daná smrštěním výrobku během chlazení [40].

3.2.5 Thixoextrusion

Počátky této technologie spadají do roku 1979, kdy byly prováděny experimenty na slitinách olova a hliníku [41]. Při tomto tvářecím procesu je ohřátý polotovar vložen do komory lisu a poté protlačován zúženým tvářecím kanálem, který zároveň slouží jako nástroj. Podle konceptu nástroje lze tixoprotlačování rozdělit na izotermální a neizotermální protlačování.

Pro izotermální protlačování se používají keramické nástroje vzhledem ke kombinaci vysokého teplotního a mechanického namáhání a z důvodu menší teplotní vodivosti. Během procesu je teplota tvářeného polotovaru konstantní, obvykle je pro její udržení nutné použít indukční dohřev přímo v nástroji a chlazení nastává až po výstupu z formy.

V druhém případě nastává ochlazení povrchu polotovaru do pevného stavu již záhy po kontaktu s protlačovací maticí, přičemž se utvoří pevná skořepina v místě kontaktu s maticí. Díky ochlazení v uzavřené dutině nástroje nedochází k intenzivní oxidaci povrchu a ani oxidy vzniklé na povrchu se nedostanou do velké hloubky pod povrch tvářeného polotovaru z důvodu nižší teploty polotovaru oproti předchozí variantě. Při protlačování s průběžným ochlazením povrchu polotovaru přímo v průtlačné matici je nezbytná její větší

délka, aby došlo k utužení polotovaru i ve středu jeho délky. V některých případech jsou používány chlazené nástroje.

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

3.2.6 Thixorolling (tixoválcování)

Tixoválcování představuje asi nejméně rozšířenou metodou zpracování v semi-solid stavu. Je využívána spíše pro experimenty a laboratorní účely, v praxi zatím není využívána. [42]

3.3 Vady

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

Vady při semi-solid procesech můžeme rozdělit na makroskopické a mikroskopické. Makroskopické vady představuje zejména nedostatečné vyplnění dutiny formy a špatná povrchová jakost výrobku, dutiny a řediny uvnitř produktu. Pokud nebude brána do úvahy špatná konstrukce formy, jsou nejčastější příčiny těchto vad následující:

- pomalé plnění
- špatná teplota tváření
- nevhodný materiál pro semi-solid procesy
- nízká teplota nástroje
- zapečení oxidů (okují).

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

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

Vady povrchu materiálu jsou způsobeny špatnou kvalitou povrchu nástroje, podílem solidu a likvidu, předčasným chladnutím, nízkým tlakem během procesu zpevňování a nízkou teplotou nástroje [43].

4 MOTIVACE A CÍLE PRÁCE

Tváření kovů v tixotropním stavu je jedna z alternativních metod tváření, kterou je možné vyrábět členité a tvarově složité polotovary. Celý proces je realizován v jednom tvářecím kroku v uzavřené dutině formy, přičemž síly potřebné pro tváření jsou díky tixotropnímu stavu materiálu minimální ve srovnání s konvenčními tvářecími procesy. Nezanedbatelnou výhodou je také možnost zpracování jinak obtížně tvářitelných a obrobitelných materiálů. Zpracování kovů v tixotropním stavu je však technologicky velmi náročný proces, který dosud není zvládnut na technologicky uspokojivé úrovni a to zejména pro kovy s vyšší teplotou tavení. Navíc proces mini-thixoformingu nebyl ve světové literatuře dosud nikdy popsán.

Motivací pro tuto práci bylo pokusit se objasnit vztah mikrostruktury před a po tixo zpracování. Tedy, za prvé připravit jednotlivé mikrostrukturní stavy ze stejné oceli tak, aby mezi mikrostrukturami byly pokud možno co největší rozdíly. Za druhé zpracovat tento materiál v semi-solid stavu a popsat vliv výchozí struktury na mikrostrukturu výslednou.

Cíle práce:

1. Volba vhodného experimentálního materiálu
 - a. Charakterizování vstupního stavu: mikrostruktura, mechanické vlastnosti
 - b. Výběr porovnávaných atributů: mikrostrukturní charakteristiky, mechanické vlastnosti
 - c. Příprava vstupních polotovarů
 - d. Zajištění výroby vzorků pro semi-solid zpracování z připravených vstupních polotovarů
2. Modifikace vstupního stavu materiálu
 - a. Modifikace struktur pomocí tepelného zpracování
 - b. Modifikace struktur metodou ECAP
 - c. Modifikace struktur pomocí HPT
3. Návrh technologie mini-tixoforming
 - a. Vytipování a tvorba režimu pro vlastní semi-solid zpracování: bez deformace, s deformací, deformace s formou, bez formy, silový nebo deformační mód
 - b. Volba parametrů režimu: rychlost ohřevu, ochlazení, rychlost deformace

- c. Výběr tvaru formy pro tixo-tváření
 - d. Realizace navrhnutého semi-solid zpracování
 - e. Optimalizace jednotlivých parametrů procesu v závislosti na struktuře připraveného vstupního stavu: rychlost ohřevu, teplota ohřevu, doba výdrže na teplotě, rychlost ochlazování, rychlost deformace
4. Analýza produktů získaných přípravou mikrostruktury pro semi-solid zpracování
- a. Metalografická analýza struktur
 - b. Popis zvolených mikrostrukturních atributů: analýza fází, velikost a tvar zrna, karbidů, textura
 - c. Analýza mechanických vlastností
5. Analýza produktů získaných semi-solid zpracováním
- a. Metalografická analýza struktur vzniklých tixotropních tváření
 - b. Popis zvolených mikrostrukturních atributů: analýza fází, velikost a tvar zrna, textura
 - c. Analýza mechanických vlastností
6. Hodnocení získaných struktur
- a. Porovnání a hodnocení mikrostrukturních atributů vzhledem k připraveným polotovarům
 - b. Porovnání a hodnocení mikrostrukturních atributů v závislosti na režimu a připraveném polotovaru v semi-solid stavu
 - c. Porovnání mechanických vlastností

5 EXPERIMENT A DISKUZE VÝSLEDKŮ

Zpracování kovů v polotuhém stavu slibuje rozšíření škály využití různých kovů. Ve srovnání s odléváním a běžným tváření může být kvalita konečného výsledku lepší a s menším výskytem počtu vad. Jelikož se, a to zejména u zpracování ocelí, jedná o technologicky náročný proces, je velmi důležitá příprava před samotným návrhem zařízení.

Proto byl experimentální program rozdělen do několika částí. Nejprve byl vybrán vhodný materiál pro tváření v semi-solid stavu, byla provedena analýza jeho vstupních vlastností a charakterizace mikrostruktury prostřednictvím zvolených atributů. Metody charakterizace

vstupních stavů musela být v průběhu experimentu vylepšována spolu s požadavky na obtížnost hodnocení dosažených mikrostruktur.

Na základě těchto poznatků byly navrženy technologické postupy, prostřednictvím kterých mělo být dosaženo výraznější modifikace těchto atributů.

Dále bylo na základě předchozích experimentů a poznatků stanoven režim zpracování v semi-solid stavu, dále SS stavu, který by, alespoň v první fázi experimentu dovozoval porovnání dosažených výsledků v tomto projektu s výsledky projektu předcházejícího. Tento režim byl v průběhu práce dále modifikován tak, aby bylo dosaženo požadovaného cíle práce.

Podobně jako u vstupních struktur bylo třeba podniknout stejné kroky i u struktur vzniklých SS zpracováním.

V neposlední řadě bylo nutno vyvinout a dále rozvíjet i metodiku porovnávání vstupních a výstupních stavů.

5.1 Použitý software, přístroje a metody

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

Výpočet vstupních hodnot pro FEM simulace a určení podílu tekuté fáze v závislosti na teplotě ohřevu bylo provedeno v programu JMatPro. Tento program je zaměřen na komplexní stanovování fyzikálních a termofyzikálních vlastností za rovnovážných i nerovnovážných podmínek, vlastností a chování materiálu během tuhnutí, fázové transformace a mechanické a chemické vlastnosti [45].

Pro sestavení fázového diagramu byl použit software ThermoCalc s databází TCFE6 - TCS Steels/Fe-Alloys Database, Version 6.2 [46].

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

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

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

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

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

Analýza transparentních fólií byla provedena transmisním elektronovým mikroskopem JEOL JEM-2010 s katodou LaB_6 s urychlovacím napětím 200kV a rozlišením cca 1,5 nm. Pořízené snímky ve světlém i tmavém poli s využitím aperturní clony byly zpracovány v analytickém softwaru Image analySIS ITEM.

5.2 Volba materiálu

Protože tixotváření ocelových polotovarů zatím není ve světové literatuře příliš popsáno a většina vědeckých týmů zabývajících se touto problematikou experimentuje se slitinami Mg a Al, byla pozornost v této práci soustředěna právě na oceli. Na základě požadavků kladených na materiál pro zpracování v semi-solid stavu (2.2.3), byla pro experiment zvolena ocel X210Cr12 (ČSN 19436) (Tab. 1).

I přesto, že dodávaný stav, ve kterém je materiál zpravidla vyžihán naměkko, se tento materiál vyznačuje, s využitím konvenčních metod, obtížnou tváritelností a obrobitelností [47].

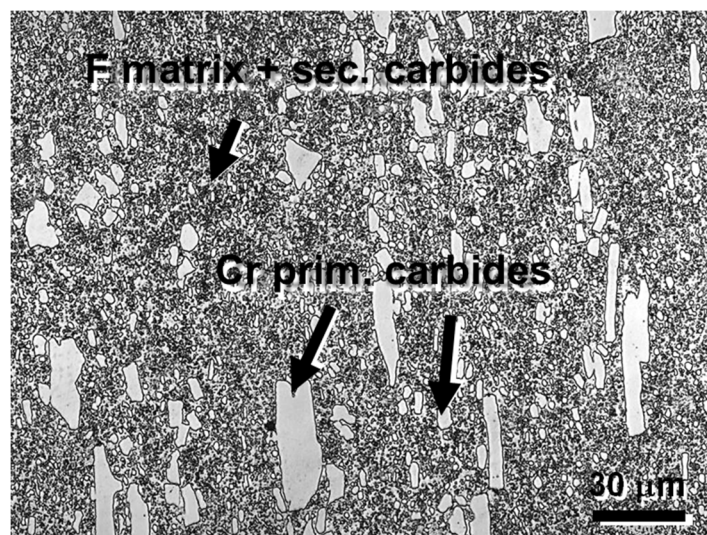
Naproti tomu, materiál disponuje širokým spektrem využití a to zejména na nástroje pro stříhání za studena s vysokou výkonností a dlouhou životností, nástroje pro drcení a mletí odolné proti opotřebení, díly forem pro tváření plastů, lisování kovových i nekovových prášků, nástroje pro obrábění měkkých kovových materiálů a nástroje pro obrábění nekovových silně abrazivních materiálů [48].

Tab. 1 – Chemické složení oceli X210Cr12 podle materiálového listu

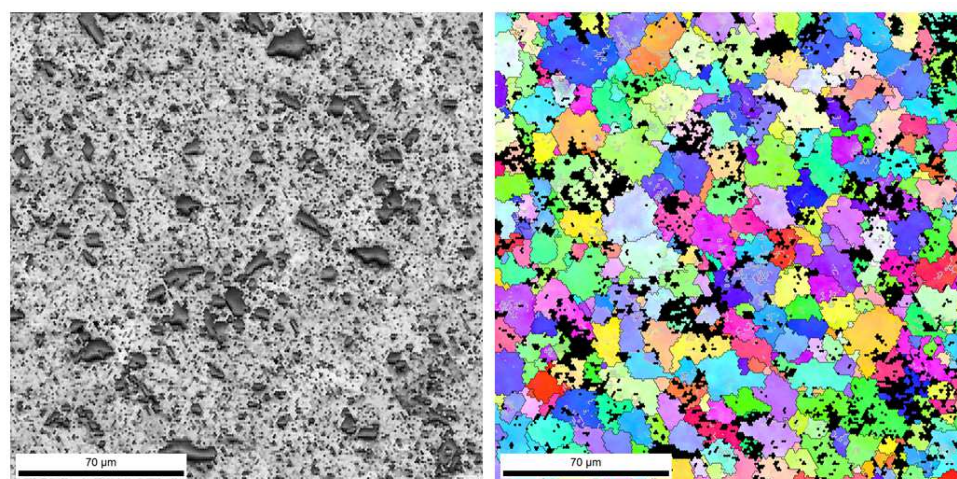
Prvek	C	Cr	Mn	Si	Ni	P	S
Chemické sl. [hm%]	1,8 – 2,05	11- 12,5	0,2 – 0,45	0,2 – 0,45	max 0,5	max 0,03	max 0,035

Struktura materiálu ve výchozím stavu (dále VS) je tvořena primárními karbidy chromu a globulárním cementitem uloženým ve feritické matici (Obr. 12). Tvrdost vyžihaného stavu byla stanovena na 211 HV10. Vzhledem ke komplikované přehlednosti struktury nebylo možné metodami světelné a řádkovací elektronové mikroskopie rozlišit velkoúhlové hranice zrn, a tudíž ani velikost zrna jako jednoho z hlavních vyhodnocovaných atributů podle cílů práce. Proto bylo využito metod EBSD (Obr. 13). Parametry procesu byly: krok 1 μm , index

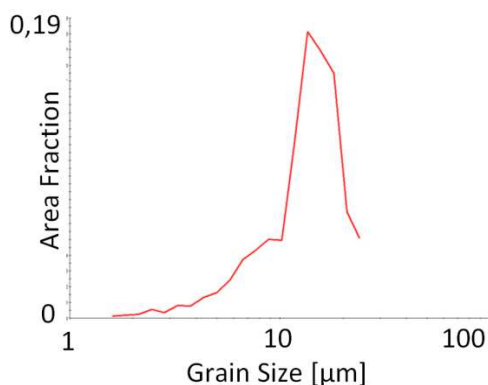
shody CI 0,5; minimální úhel nekoherence pro rozlišení velkoúhlových hranic a tím i jednotlivých zrn byl nastaven na min. 15°, max. 180°. Velikost zrna byla na základě výsledků analýzy stanovena statistickým softwarem, který byl součástí EBSD aparatury, na 13,5 μm (Obr. 14).



Obr. 12 - VS, CM, struktura experimentálního materiálu



Obr. 13 – Výchozí stav oceli X210Cr12, REM, Band Contrast (vlevo), OIM obrazec (vpravo)

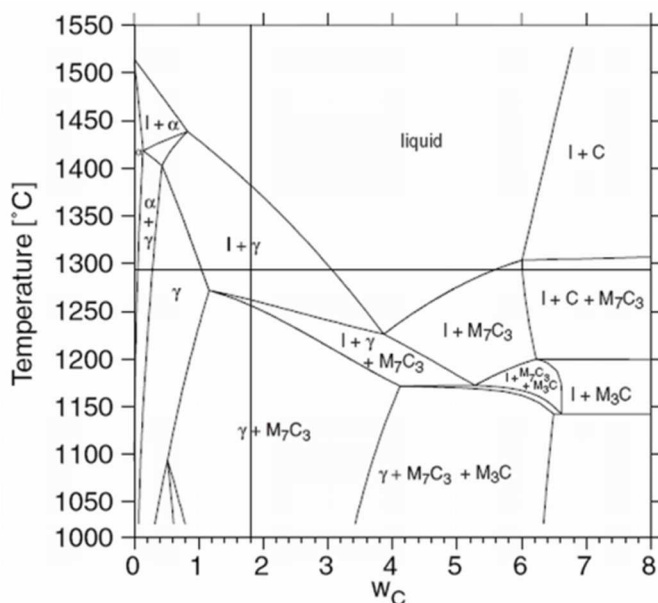


Obr. 14 - Vyhodnocení velikosti zrna výchozího stavu statistickým softwarem podle výsledků EBSD analýz. Závislost velikosti zrna na objemovém podílu.

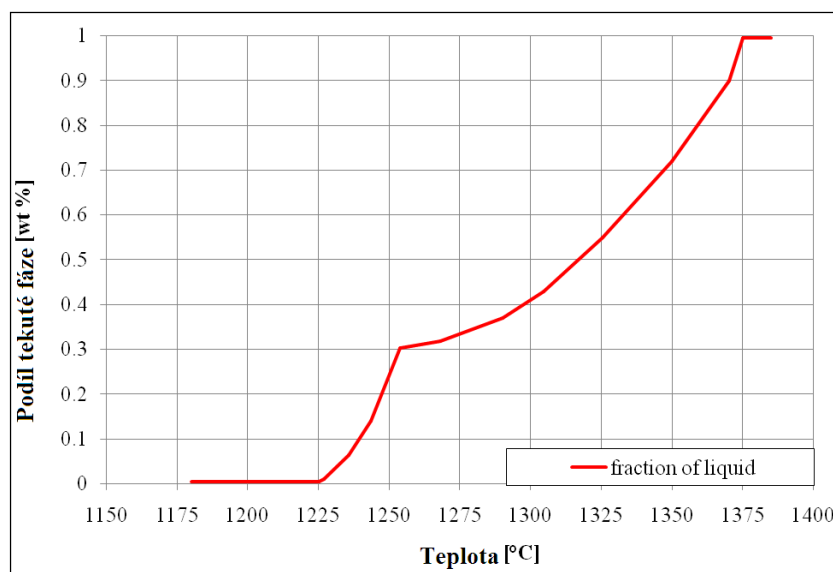
5.2.1 Fyzikální vlastnosti oceli X210Cr12

Pro zpracování materiálu v semi-solid stavu je důležité znát fyzikální vlastnosti a chování materiálu nejen v tomto intervalu, ale i v průběhu celého ohřevu. Stanovit všechna potřebná data experimentálními metodami je však velice obtížné a časově náročné, proto byl v minulosti pro určení fyzikálních parametrů použit simulační program JMatPro a Thermo Calc. Pomocí ThermoCalcu byl sestaven řez ternárním diagramem Fe-C-Cr pro koncentraci chromu 12% (Obr. 15). Z něj je možné poznat jednotlivé fáze během procesu tavení a identifikovat vzniklé karbidy. Pomocí JMatPro pak byly spočteny podíly jednotlivých fází v závislosti na teplotě ohřevu a to od pokojové teploty až po úplné roztavení materiálu. Dále pak také další fyzikální parametry, jako roztažnost, elektrická a tepelná vodivost, hustota, měrné teplo a další. (Obr. 16).

Na základě výpočtu v programu JMatPro začíná tavení oceli X210Cr12 při teplotě 1225°C a k úplnému roztavení dojde při teplotě 1373°C. To znamená, že interval mezi solidem a liquidem je široký 148°C a je dostatečně široký pro semi-solid zpracování. Při teplotě 1257°C je na křivce udávající podíl liquidu zřetelné výrazné zakřivení indikující výrazný růst této funkce. V tomto bodě dochází k úplnému rozpuštění karbidů chromu. V dalším průběhu ohřevu se podíl tekuté fáze zvyšuje pouze tavením austenitu.



Obr. 15: Řez ternárním diagramem Fe-C-Cr pro koncentraci 12% chrómu, spočtený v programu ThermoCalc



Obr. 16 - Křivka podílu tekuté fáze jako funkce teploty [40]

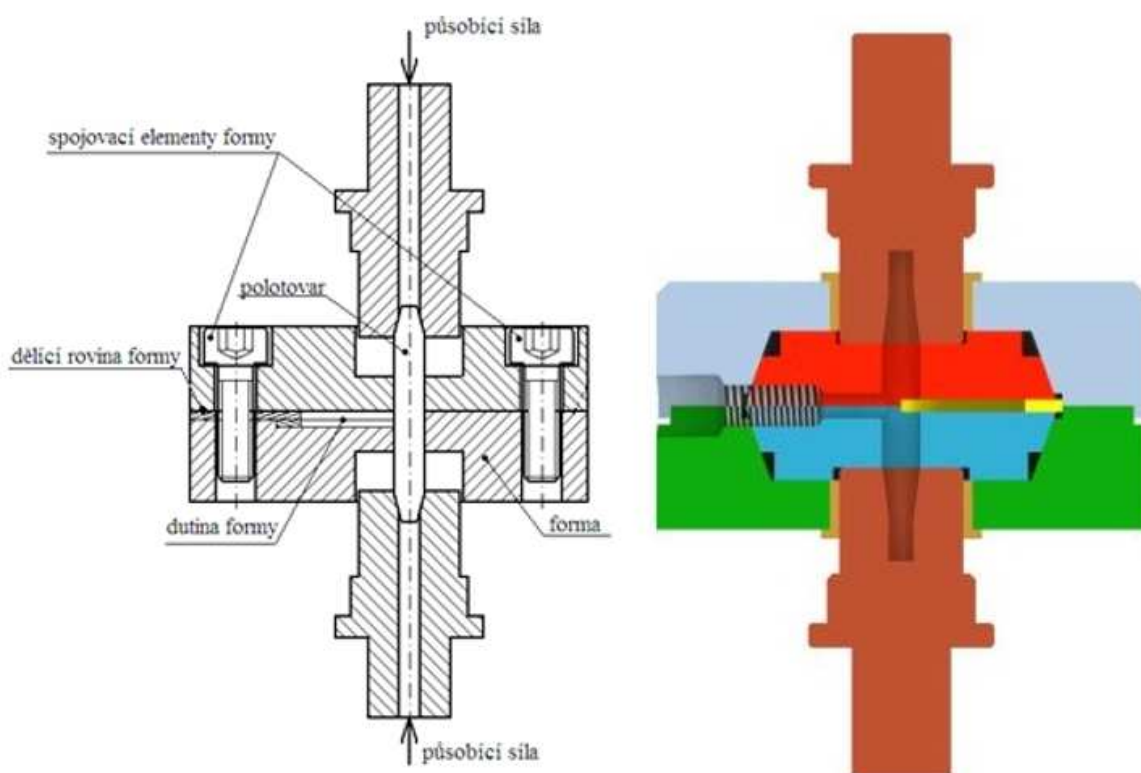
5.2.2 Experimentální zařízení

Pro výrobu malých součástí tixotvářením bylo v minulosti vyvinuto speciální zařízení, které je schopno uřídit proces, který sice pracuje s materiálem o malém objemu, nicméně proces, na který jsou kladeny požadavky na odezvy a reakci v řádu setin až desetin vteřiny a to jak v oblasti posuvu deformačního členu, tak i v oblasti řízení teploty.

S ohledem na tyto požadavky bylo navrženo zařízení s principem příčného stranového vytlačování (Obr. 17).

Této konstrukci, musel být přizpůsoben i způsob ohřevu vzorku, který by umožňoval provádět ohřev přímo v dutině tvářecí formy tak, aby odpadla manipulace s nataveným materiálem a současně bylo možno také přesněji dodržet a kontrolovat teploty ohřevu a zpracování.

Tomu vyhovovala kombinace vysokofrekvenčního odporového ohřevu a indukce, který byl na pracovišti Západočeské univerzity navržen a následně i sestaven [49]. Proud je do vzorku přiváděn měděnými elektrodami, které jsou chlazeny vodou, aby nedošlo k jejich teplotní degradaci.



Obr. 17 - Schematické znázornění konstrukce a principu formy s upnutým polotovarem v podélném řezu [50]

Vlastní forma byla vyrobena ze slitiny titanu. Nejdůležitějším požadavkem na vlastní formu, resp. její materiál, byla její nemagnetičnost, aby nedocházelo k elektromagnetické indukci ve formě a tudíž k ohřevu formy v elektromagnetickém poli.

Pro snadnou manipulaci s nástrojem a jednoduchou manipulaci se zkušebními vzorky je forma rozdělena na spodní a horní část. Vzájemné spojení je zajištěno šrouby. Ve spodní části formy jsou vybrání, do kterých je možno umístit tvarové vložky, jejichž tvar vymezuje dutinu, do které je vtačen polotuhý materiál při zpracování a vymezuje tak finální tvar produktu ze

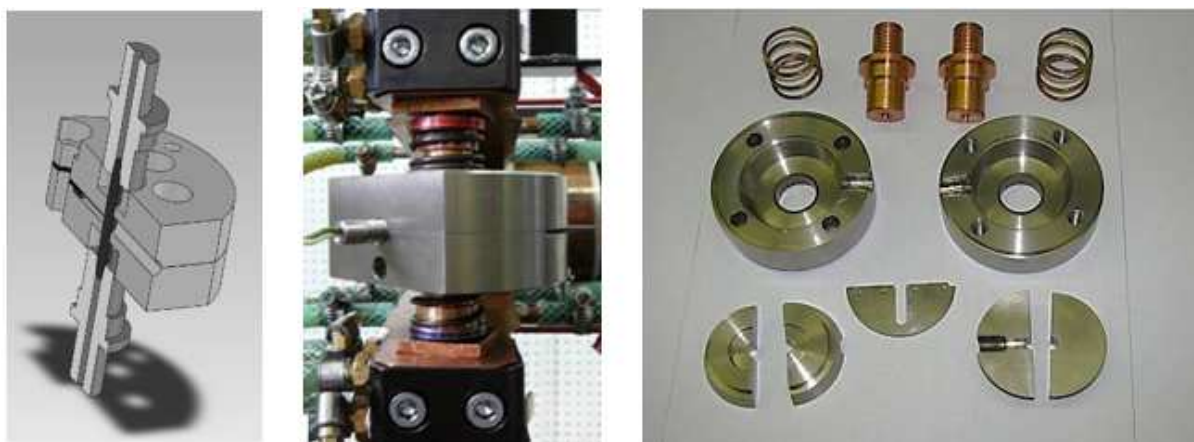
zpracovávaného materiálu. Výměnou vložek lze tedy snadno měnit tvar výsledného tixoformovaného produktu (Obr. 18).



Obr. 18 - Příklady různých tvarů produktů. S přímou drážkou (vlevo), s rádiusem (vpravo)

Teplota polotovaru je snímána a řízena termočlánkem, který je ke vzorku přiveden korundovou trubičkou [50]. Tím je zabráněno přístupu vzduchu do dutiny formy a zároveň výtoku kovu během tváření (Obr. 19). Doba vzorkování i odezvy řízení teploty je v řádu setin sekundy.

Vlastní forma pro tváření je namontována do pracovního prostoru termomechanického simulátoru. Díky tomu je možné přesně řídit požadovaný deformační průběh zpracování. Zařízení lze využít i bez formy, kdy je vzorek upnut a řízen stejným způsobem, jako v případě, kdy je využita forma (Obr. 20).



Obr. 19 - Vzorek uložený ve formě a upnutý v čelistech stroje. V modelovém řezu (vlevo), skutečný pohled (uprostřed). Rozložená forma s elektrodami (vpravo).



Obr. 20 - Polotovar umístěný v čelistech formy (vlevo), variantní řešení pro zpracování se závitovým uchycením vzorku, před zahájením režimu (uprostřed) a v průběhu zpracování (vpravo).

Zařízení je schopno pracovat ve dvou módech. V silovém, kdy je definována síla vyvinutá posuvem čelistí na upnutý vzorek v [kN]. Reakční doba a rychlost posuvu jsou při takovém nastavení na maximální dosažitelné hodnotě. Ve druhém nastavení je zadáván posun deformačního členu v definovaném čase [s].

5.2.3 Příprava výchozích stavů pro semi-solid zpracování

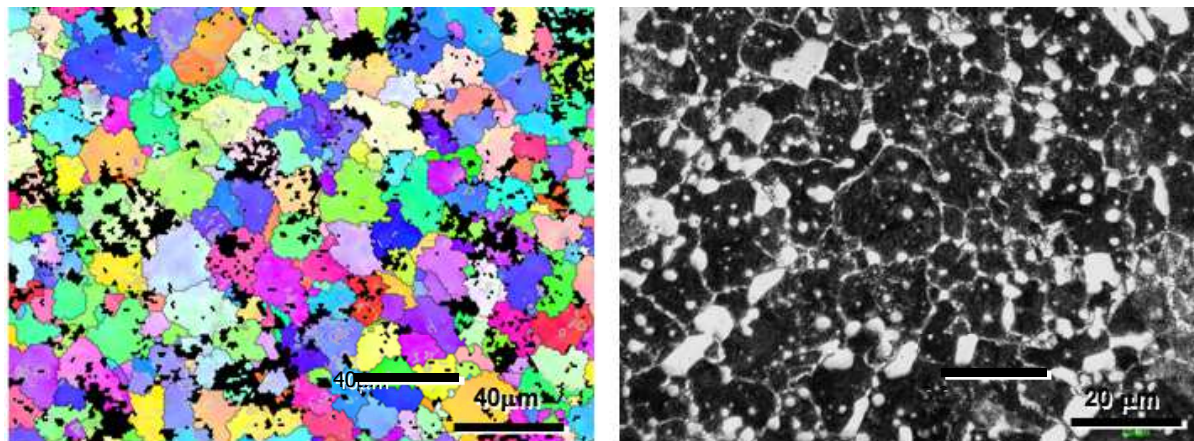
Aby bylo možno připravit zásadně odlišné výchozí mikrostruktury pro následné zpracování v semi-solid stavu, bylo použito několik metod.

5.2.3.1 Vysokoteplotní žihání ke zhrubnutí zrna

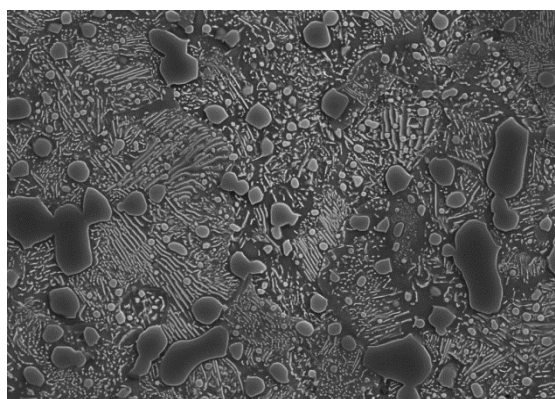
Aby byla zjištěna míra vlivu velikosti struktury, respektive hrubozrné struktury, byl navržen experiment s vysokoteplotním dlouhodobým žiháním.

V prvním návrhu experimentu byl proveden ohřev vzorků v elektrické peci bez využití ochranné atmosféry, která byla předehřáta na teplotu 1050°C. Vzorky z experimentálního materiálu, tyče o průměru 15 mm a o délce 300 mm, byly vloženy do pece po dobu 24 a 48 h. Po uplynutí této doby byla pec vypnuta a vzorky ponechány v komoře, kde chladly na teplotu okolí cca. 10 h. Povrch vzorku byl opatřen lakem proti oduhličení, na bázi uhlíku Cordusal Z1100, který snižuje difuzní gradient uhlíku směrem k volnému povrchu ohřívajícího vzorku a brání tak jeho oduhličení. Účinnost laku byla výrobcem garantována do teploty 1100°C, což bylo bráno v potaz při určování T žihání spolu s informacemi z rovnovážného digramu pro daný materiál.

Rozdíl oproti výchozímu stavu se projevil zejména ve zvýraznění velkoúhlových hranic zrn a ve změně charakteru cementitu z globulárního na lamelární (Obr. 22). To mělo patrně i největší vliv na nárůst tvrdosti z původních 211 HV30 na 250 HV30. Velikost zrna se žíháním nezměnila (Obr. 21).

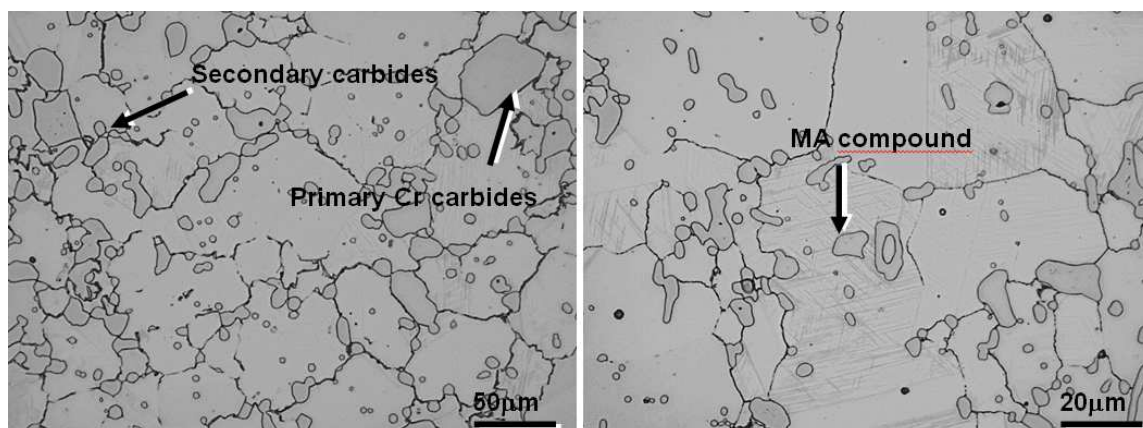


Obr. 21 – EBSD mapa výchozího stavu (vlevo), mikrostruktura po dlouhodobém žíhání, světelný mikroskop (vpravo)

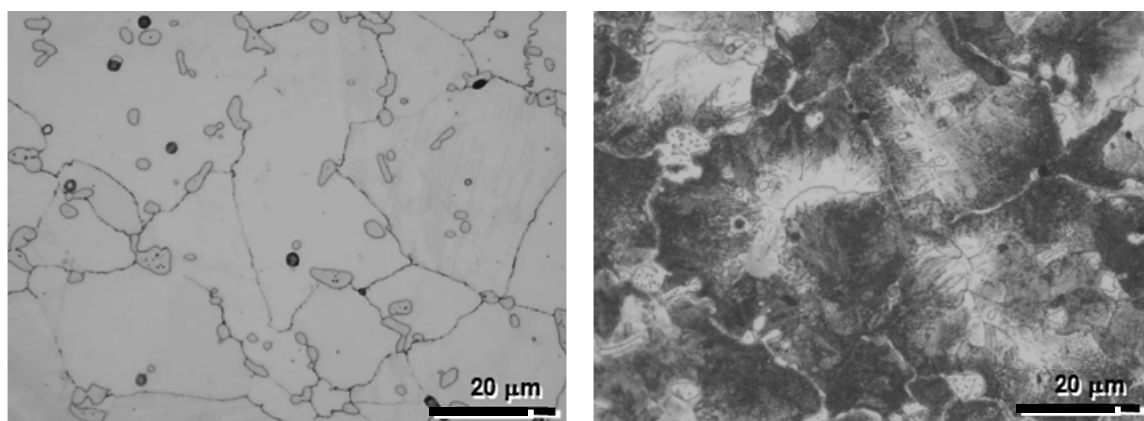


Obr. 22 - Lamelární cementit po dlouhodobém žíhání

Během dalšího experimentu byla změněna výše teploty ohřevu na 1200°C při zkrácení výdrže na teplotě na 1 hodinu (Obr. 23). Vzorky byly ochlazeny buď do vody, do oleje, nebo byly ponechány v peci, kde chladly na teplotu okolí cca. 11 h. Mikrostruktura vzorků chlazených do vody, nebo do oleje byla stejná. V obou případech byla struktura tvořena velkými austenickými zrn, jejichž velikost místy dosahovala několika stovek μm , zrn M-A složky, která byla tvořena martenzitickými jehlicemi rozloženými v zrnech austenitu a primárními chromovými karbidy (Obr. 24). U vzorků ponechaných při ochlazování v peci byla patrná částečná transformace austenitu na perlit. Mikrostruktura pomalu ochlazeného vzorku v peci byla tvořená velkými feritickými zrn s podílem lamelárního cementitu a primárních karbidů chromu, ve které byly patrné známky oduhličení. Velikost zrna byla stanovena 43 až 59 μm .



Obr. 23 - Vysokoteplotní žhání 1200 °C/1 h, voda



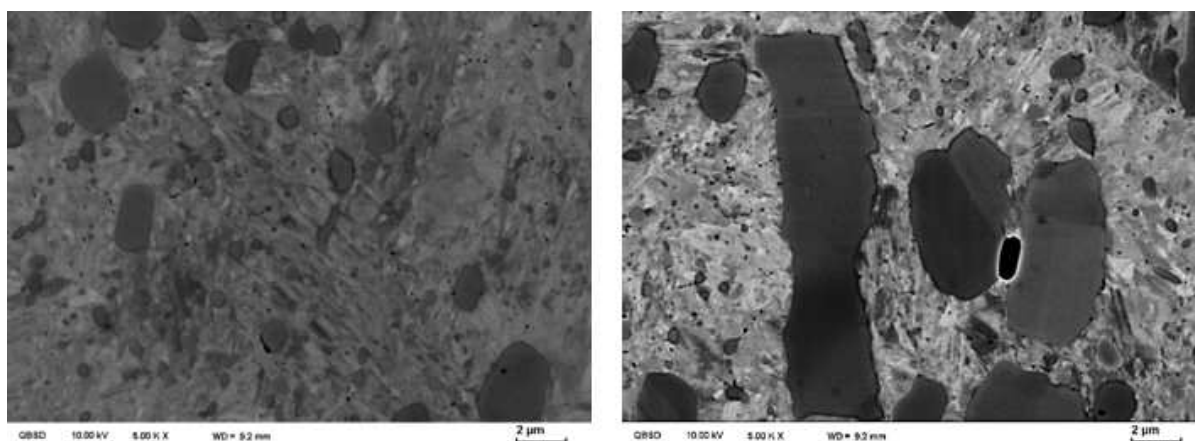
Obr. 24 - Vysokoteplotní žhání 1200°C/1 h; olej (vlevo), pomalé chladnutí v peci (vpravo)

5.2.3.2 Teplotní cyklování

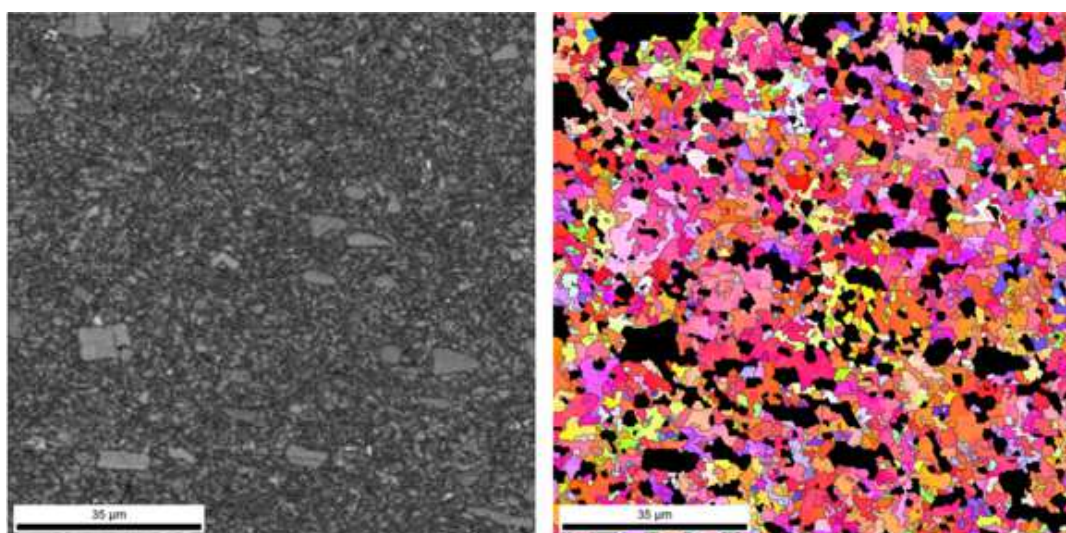
Ke zjemnění struktury tepelným zpracováním bylo využito teplotní cyklování, kdy základní myšlenkou tohoto procesu je teplotní přechod přes křivku A_{c1} . U oceli X210Cr1 bylo navíc možno využít, díky vysoké teplotě M_s , také transformaci do martenzitu. Při každé fázové transformaci, překrytalizaci, dochází ve struktuře k tvorbě nových transformačních zárodků v původním objemu transformovaného zrna. Je-li transformace dostatečně rychlá a celý cyklus se několikrát opakuje, mělo by být dosaženo výrazného zjemnění struktury. V experimentu osciloval vzorek mezi teplotami 830°C až 150°C, kdy ohřev na teplotu trval 10 s, ochlazení 4 s. Vzorek byl ochlazován vodní mlhou.

Výsledná mikrostruktura vzorku byla tvořena martenzitem a primárními chromovými karbidy. Při pozorování na řádkovacím mikroskopu bylo navíc možno sledovat v zrnech i ve velkých primárních karbidech chromu dvojčata (Obr. 25, Obr. 26). Celkem byly odzkoušeny vzorky s počtem cyklů $N = 6$, 10 a 20. K hodnocení velikosti zrna muselo být využito EBSD analýzy, která byla provedena u vzorků s $N = 10$ a $N = 20$ cyklů. Velikost zrna

byla stanovena statistickým softwarem na 1,7, resp. na 1,8 μm , index shody (CI) byl 0,65, resp. 0,34, při vzdálenosti dvou spotů 0,40 μm .



Obr. 25 - EBSD analýza, N = 20, band contrast (vlevo), OIM obrazec (vpravo)



Obr. 26 – Martenzitická struktura po teplotním cyklování, REM, BSE (vlevo), EBSD mapa (vpravo)

5.2.3.3 SPD metody

A. Torzní tvářeni

Kromě teplotního cyklování byly ke zjemnění struktury využity i metody SPD (Severe Plastic Deformation). Nejprve byla odzkoušena metoda torzního tvářeni (dále TT), kdy byl vzorek o diskovém tvaru deformován v systému krut - tlak (Obr. 28).

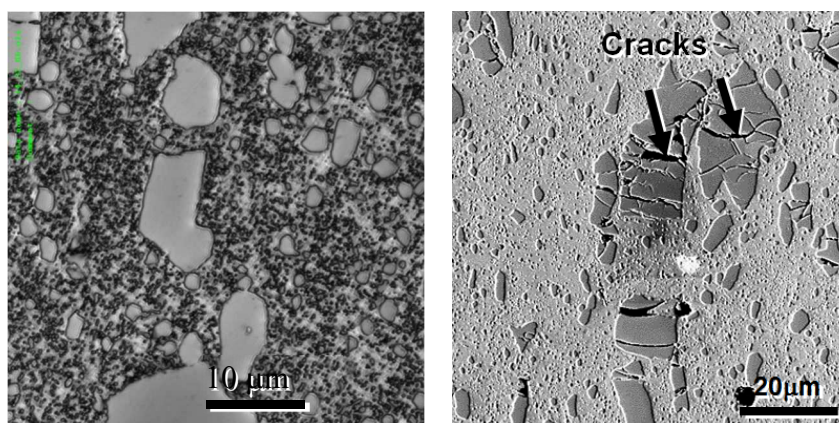
Vstupním polotovarem byl disk o průměru 35 mm, který byl torzním tvářením zdeformován na průměr 38 mm a výšku 7,5 mm (Obr. 29). Při prvních experimentech zastudena docházelo ke vzniku trhlin na okrajích polotovaru, které se podařilo eliminovat

zpracováním za zvýšené teploty v intervalu 400 až 650°C. Tento interval teplot by měl u experimentálního materiálu odpovídat teplotě nutné pro nastartování odpevňovacích procesů dynamické a postdynamické rekrytalizace.



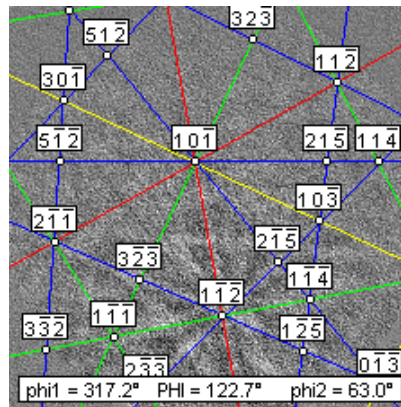
Obr. 28 - Schéma torzního tváření (vlevo) a výsledné polotovary po HPT (vpravo)

Vzorky byly po zpracování bez trhlin. Mikrostruktura byla tvořena feritickou matricí, ve které byly rozloženy karbidy. Při analýze mikrostruktury byla jasně patrná deformace primárních karbidů chromu. Tvrdost oproti VS vzrostla z 211 na 495 HV₃₀. Velikost zrna nebyla na světelném ani konfokálním mikroskopu rozlišitelná. Proto byla provedena EBSD analýza, kterou ovšem komplikovala skutečnost, že materiál byl magnetický.



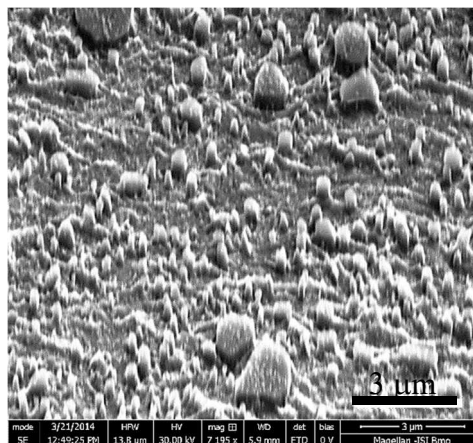
Obr. 29 - Vzorek po TT, CM (vlevo), REM (vpravo)

Matrice byla navíc hodně zdeformována, přičemž velké primární karbidy chromu vytvářely vzhledem k odleštěnému vlnnému povrchu matrice příliš vysoký reliéf. Tato skutečnost byla eliminována za pomoci vibračního leštění, nicméně při provádění analýzy byl CI index jen cca. 0,1, což znamenalo, že výsledek analýzy by nebyl dostatečně věrohodný (Obr. 30).



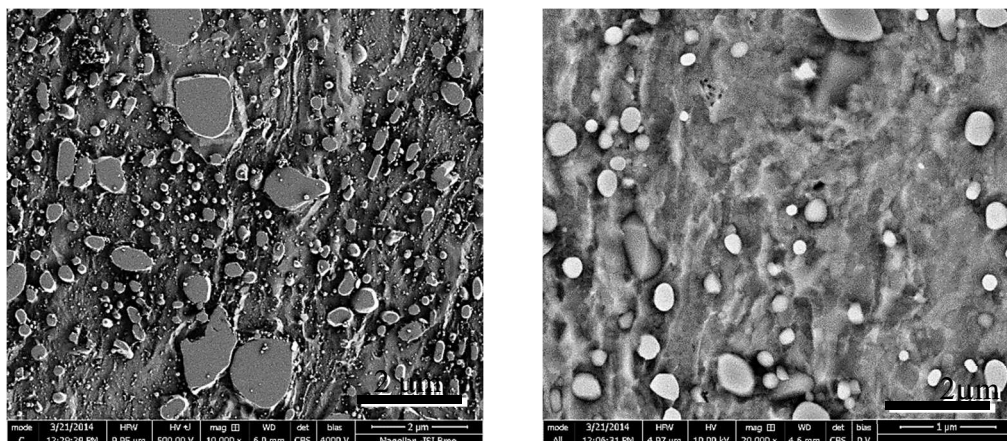
Obr. 30 - Kukichiho linie reflektované se vzorkem proložené zadanou maticí z databáze softwaru pro porovnání zadané matrice. Obraz, resp. linie, je velmi „zašuměný“, tzn. že míra shody (CI) je příliš nízká.

Další pokus o popis struktury následoval na Ústavu přístrojové techniky AVČR na REM s vysokým rozlišením MAGELAN. Pokus o provedení EBSD opět selhal ze stejných příčin, jako v posledním případě, reliéf odleštěného povrchu vzorku byl příliš vysoký (Obr. 31).



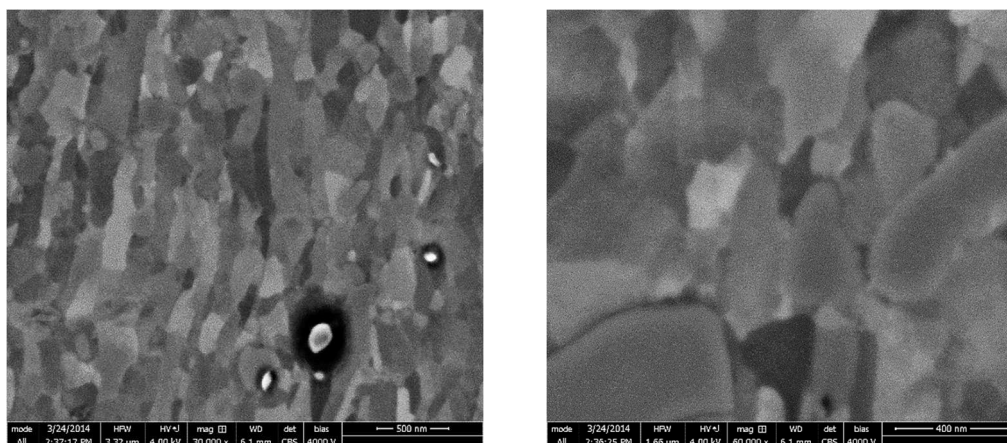
Obr. 31 - REM Magelan, vzorek po TT natočen v držáku pro provedení EBSD analýzy

Následovaly pokusy o nafocení struktury při velkých zvětšeních, s cílem rozeznat velkoúhlové hranice zrn. Ze snímků je dobře patrná textura matrice po deformaci, nikoliv informace o velikosti zrna (Obr. 32).



Obr. 32 - Vzorek po TT, REM Magelan

Následovaly další pokusy, kdy byl po vložení vzorku do komory mikroskopu proveden 2 minutový cyklus plasmového čištění. Z těchto snímků se konečně podařilo rozpoznat velikost zrna, která nepřesahovala 0,5 μm (Obr. 33).

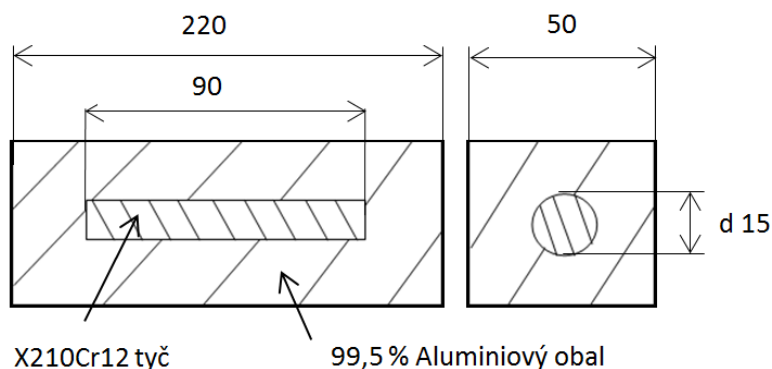


Obr. 33 - Vzorek po teplotním cyklování a plasmovém čištění v komoře mikroskopu REM Magelan,

B. Zpracování metodou ECAP

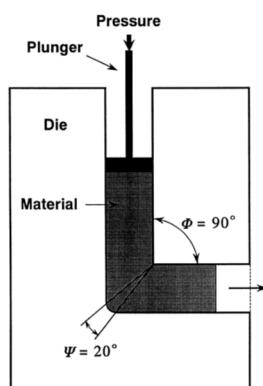
Druhou alternativou z oblasti SPD metod bylo vedle teplotního cyklování využití metody ECAP (Equal Channel Angular Pressing), kdy je vzorek čtvercového průřezu protlačován kanálem, který má úhel v kolenu 90°, popř. 120°. Experiment se běžně provádí za pokojových teplot, popř. i za teplot zvýšených. Ve významné většině případů se protlačují neželezné kovy, většinou čisté, popř. jejich slitiny s nízkým obsahem přísady. V dalších případech ultra nízkouhlíkové oceli. Nicméně v tomto případě byla experimentálním materiálem ledeburitická ocel primárně určená pro tváření za studena s tažností $A = 16 \%$ při $R_{p0,2} = 320 \text{ MPa}$ a $R_m = 695 \text{ MPa}$ s obsahem C 2,2 [%].

Kvůli ochraně kanálu a zařízení obecně, nebyl zpracováván celý ocelový hranol, ale jen tyč o $d = 15$ mm, která byla uložena s přesahem, v hliníkovém kvádru o sl. Al 99,5 % [hm %] a o straně 50 a délce 220 mm (Obr. 34). Aby bylo docíleno uložení s přesahem, byla ocelová tyč ponořena do nádoby s dusíkem a díky smrštění následně vložena do vyvrtané díry v pouzdře.



Obr. 34 - Schematický řez použitým vzorkem pro ECAP

Experiment probíhal na zařízení pro ECAP speciálně vyvinutém na pracovišti TUC (Technische Universität Chemnitz) ke studiu nanotechnologií ve větších objemech. Úhel v kolenu kanálu byl 90° (Obr. 35) s kanálem o straně 50 mm. Proces proběhl při pokojové teplotě.



Obr. 35 - Schematický řez kanálem pro ECAP s úhlem v kolenu 90°

Po prvním průchodu zařízením byla vrchní vrstva obalu odfrézována. Tyč z oceli X210Cr12 praskla na pěti místech (Obr. 36), při metalografické analýze bylo možné pozorovat, že velké primární karbidy chromu nebyly procesem nijak ovlivněny. Neuhnuly se svých původních vyřádkovaných poloh určených prvovýrobou při válcování, ani nepopraskaly.

Nicméně tvrdost oproti výchozím 211 HV 30 vzrostla na 315 HV30, což dokazuje jisté zpevnění materiálu, které ale zároveň způsobilo porušení materiálu (Obr. 37).

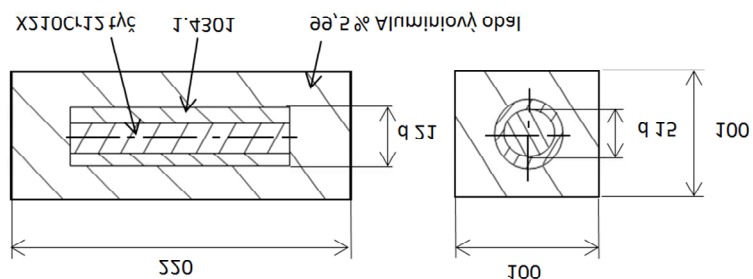


Obr. 36 - Vzorek po 1 průchodu kanálem (nahore) a po vyjmutí z obalu (dole)



Obr. 37 - Mikrostruktura ECAPované tyče po 1 průchodu v podélném řezu

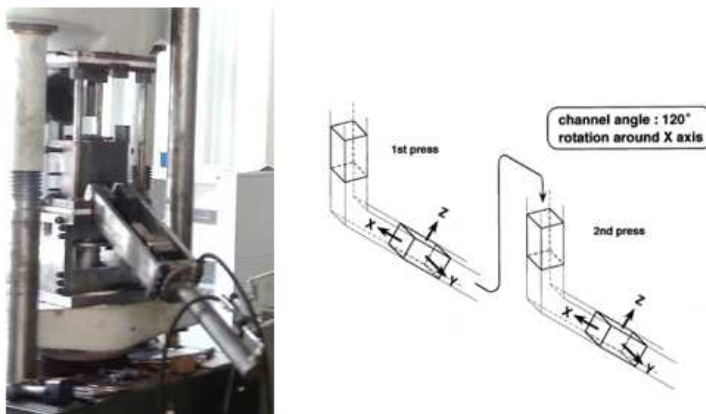
Experiment byl opakován. Ocelová tyč byla nalisována do ocelové trubky z austenitické oceli 1.431 a celá tato sestava byla opět umístěna do aluminiového pouzdra (Obr. 38).



Obr. 38 - Schematický řez vzorkem pro ECAP, vylepšená konstrukce s austenitickou trubkou
- 43 -

Procesní podmínky byly zaměřeny na maximální sílu při maximální rychlosti, vzorek byl předeřt v komorové peci na teplotu 300°C, nicméně zařízení neumožnovalo předeřt kanálu. Výsledek se oproti předcházejícímu případu takřka nezměnil s výjimkou menšího počtu prasklin. Nicméně ani v jednom případě nedošlo k deformaci v nejpravděpodobnější skluzové rovině pod úhlem 45°, která se projeví jako čáry vytvářející reliéf na povrchu vzorku pod úhlem právě 45° a je většinou rozlišitelný pouhým okem.

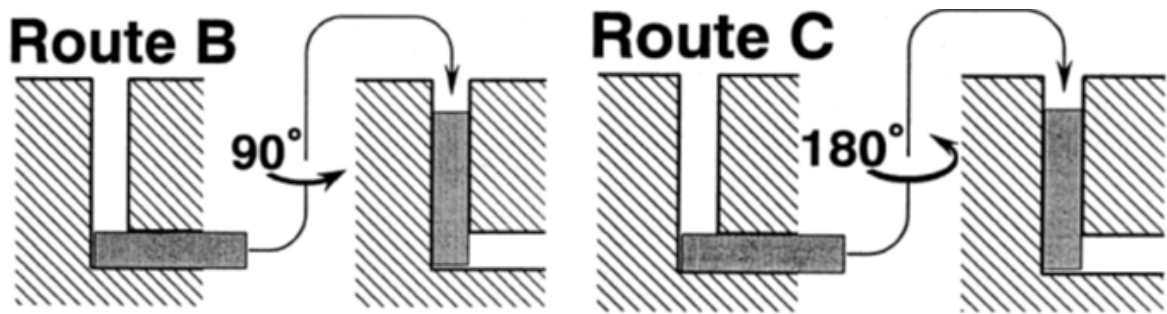
Po těchto neúspěších bylo přistoupeno k použití zařízení ECAP s menším průřezem kanálu, 15x15 mm a úhlem v kolenu 120° a možností předeřt až na 350°C (Obr. 39), což u oceli X210Cr12, která má křivku solidu v rovnovážném diagramu při 1220°C, dávalo naději na předpoklad, když už ne k dynamické rekrytalizaci, tak alespoň k zotavení materiálu v průběhu zpracování.



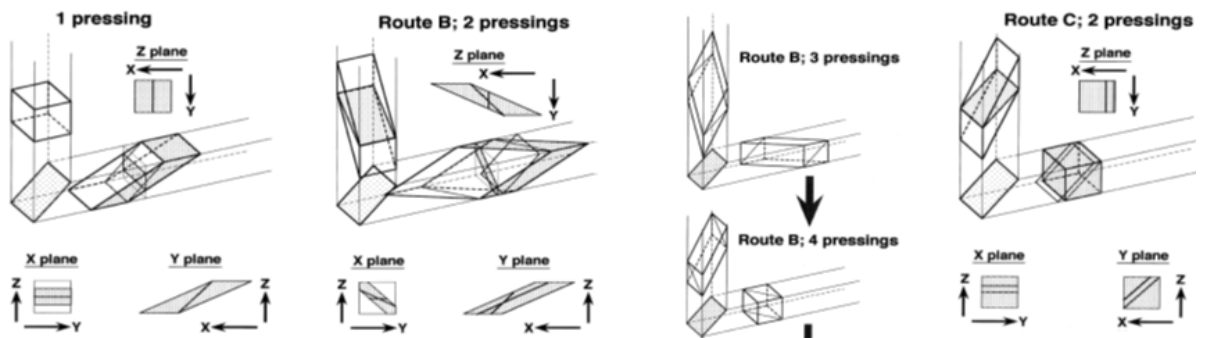
Obr. 39 - Zkušební zařízení s vloženým nářadím pro ECAP. Úhel v kolenu $\psi = 120^\circ$ (vlevo), schéma průchodu vzorku kanálem s úhlem v kolenu $\psi = 120^\circ$ (vpravo)

První experiment byl proveden pro 1 a 2 průchody při teplotě okolí 20°C. Vzorek podobně jako v předcházejících případech popraskal a struktura nevykazovala známky zjemnění.

Při předeřt kanálu na 350°C a dvou průchodech vzorek po vyjmutí pouzdra nevykazoval porušení. Byly proto stanoveny 4 průchody při rozdílné orientaci vkládání vzorku do kanálu. Vzhledem k naplnění cílů práce, jímž bylo dosažení co nejvýraznějšího zjemnění zrna, byly navrženy 2 typy průchodů. Route B a Route C. Při orientaci B je vzorek vždy pootočen o 90° pokaždé ve stejném směru kolem své podélné osy. Při orientaci C je vzorek vždy otočen o 180° kolem své podélné osy. (Obr. 40).



Obr. 40 - Schéma průchodu vzorku kanálem ECAP

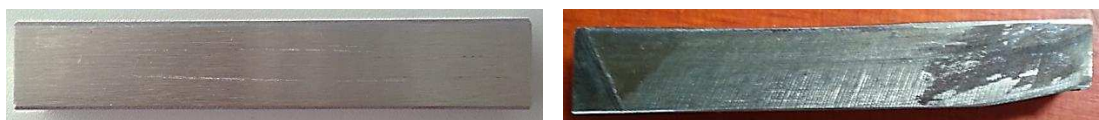


Obr. 41 - Schéma 1. a 2. průchodu vzorku kanálem zařízení pro ECAP, s úhlem v kolenu $\psi = 90^\circ$; 1. průchod (vlevo), 2. až 4. průchod Route B (uprostřed), Route C (vpravo)

Dosáhnout více jak 4 průchodů nebylo možné, protože deformované konce pouzdra se po každém průchodu musely odřezat, tak aby do kanálu vždy vstupovaly rovná čela kvádřového obalu (Obr. 41). Po třetím zarovnání čel již byla překročena minimální vzdálenost konce aluminiového obalu a uvnitř umístěné ocelové tyče. 4. průchod byl ale i tak proveden, což se odrazilo na deformaci uvnitř pouzdra umístěných vzorků (Obr. 42, Obr. 42).

Podmínky zpracování byly stanoveny na maximální sílu 310 kN, při rychlosti protlačování 15 mm za min. a protitlaku od 15 do 20 MPa. Protitlak byl zařazen do procesu z důvodů eliminace trhlin ve vzorku.

Tvrdość materiálu po obou variantách a 4 průchodech vzrostla z původních 211 na 380 HV30. Kromě toho byla ještě při počátečním odhadu minimální vzdálenosti čela pouzdra od konce uvnitř nalisovaného vzorků ještě provedena, Route C, pouze s třemi průchody (Obr. 44, Obr. 45). Dosažená tvrdość pak byla 350 HV30.



Obr. 42 - Ochranné pouzdro se vzorkem uvnitř. Před tvářením (vlevo) po 1 průchodu s odřezanými konci (vpravo)



Obr. 43 - Vzorky po 2 průchodech bez odřezaných konců

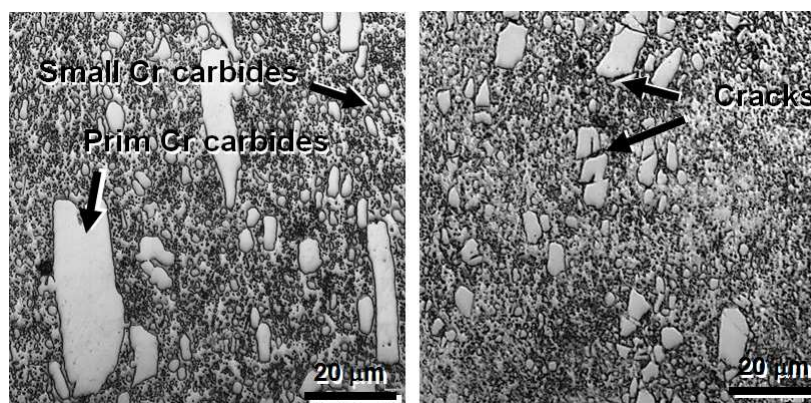


Obr. 44 - Odfrézovaná pouzdra vzorků po 4 průchodech (vlevo), vzorky z X210Cr12 bez pouzdra (vpravo)



Obr. 45 - Detail odfrézovaného pouzdra po 4 průchodech (vlevo), vzorek X210Cr12 bez pouzdra (vpravo). Na povrchu jsou viditelné skluzové čáry svědčící o tom, že deformace ve stříhových rovinách proběhla úspěšně.

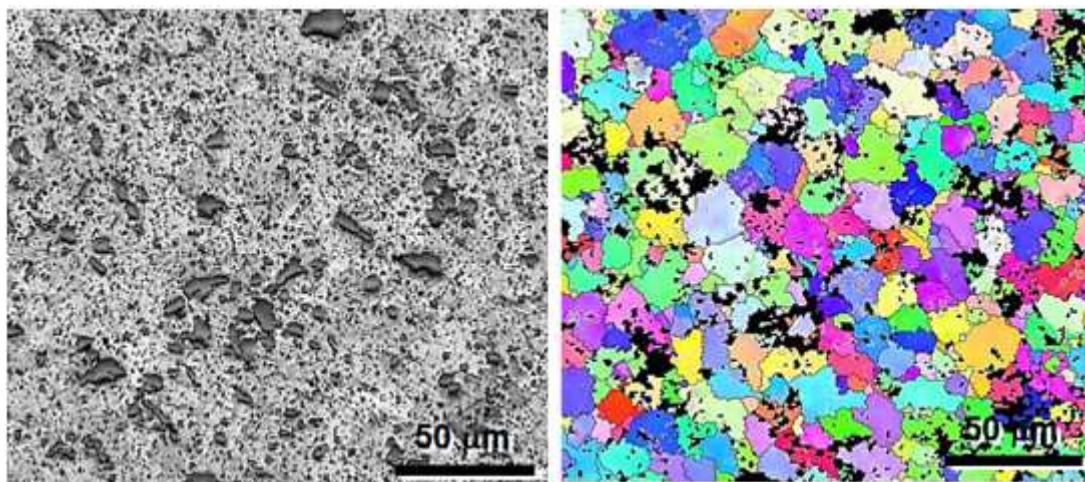
V porovnání s výchozím stavem byly v mikrostruktuře po tomto zpracování popraskané velké primární chromové karbidy, které byly navíc vychýleny se svého původně vyřádkovaného uspořádání (Obr. 46).



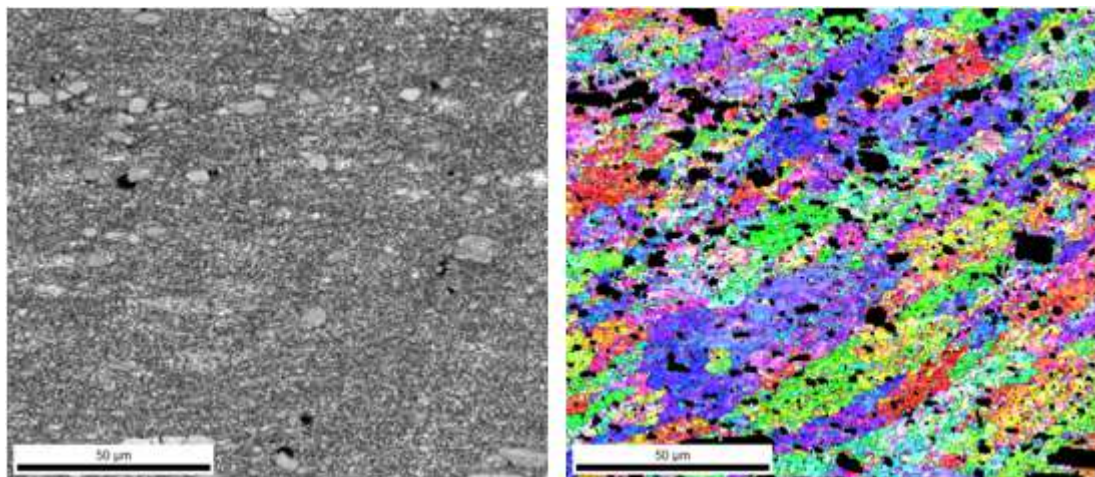
Obr. 46 - Porovnání výchozího stavu (vlevo) se strukturou po ECAP (vpravo)

Nicméně velikost zrna, jako hlavního parametru, nebyla díky nízké přehlednosti struktury možná rozlišit. Musela proto být znovu, stejně jako u výchozího stavu provedena EBSD analýza, kterou ovšem komplikoval magnetismus materiálu a výška reliéfu Cr karbidů. K porovnání reliéfu muselo být použito vibrační leštění (Obr. 47).

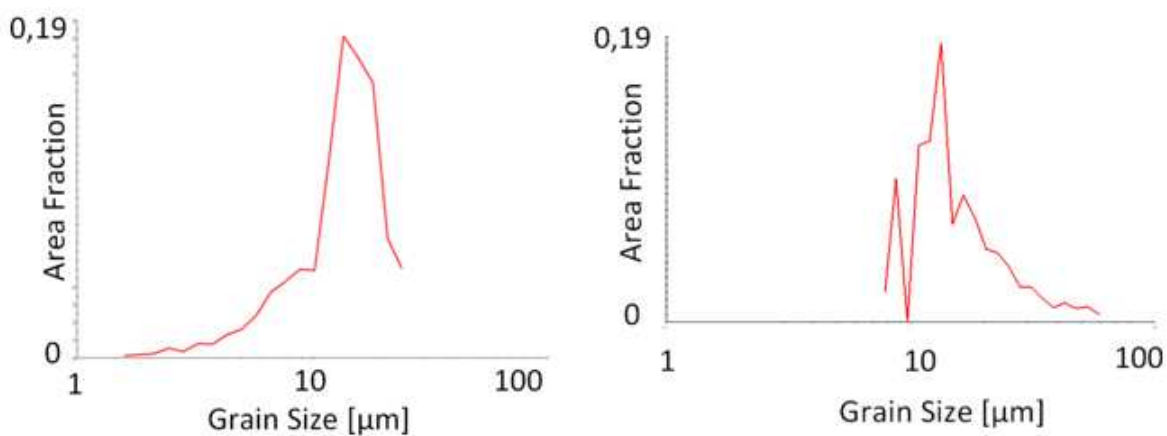
Provedení Route C3 průchody kanálem prokázalo, že i v porovnání s pásovým kontrastem (band contrast) nastalo zjemnění struktury. O tom svědčí diagonální protažení zrn v podélném řezu vzorkem, které by, po 3. průchodu Route C, mělo podle očekávání nastat (Obr. 48).



Obr. 47 – Výchozí stav, Band contrast (vlevo), EBSD analýza (vpravo)

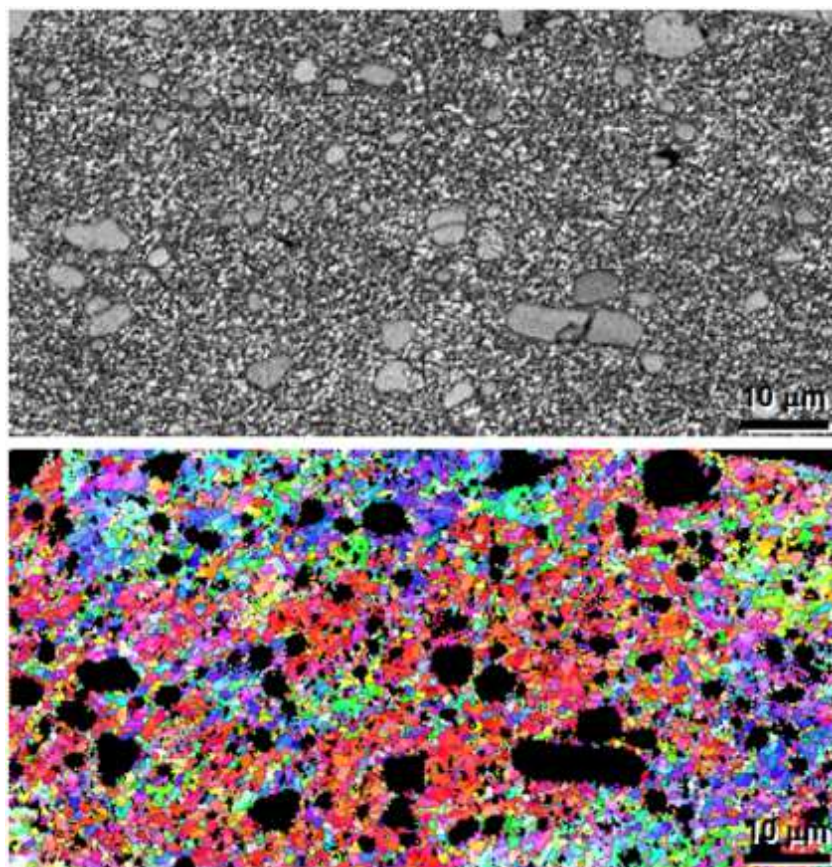


Obr. 48 - ECAP 3 průchody Route C, Band contrast (vlevo), OIM mapa (vpravo)

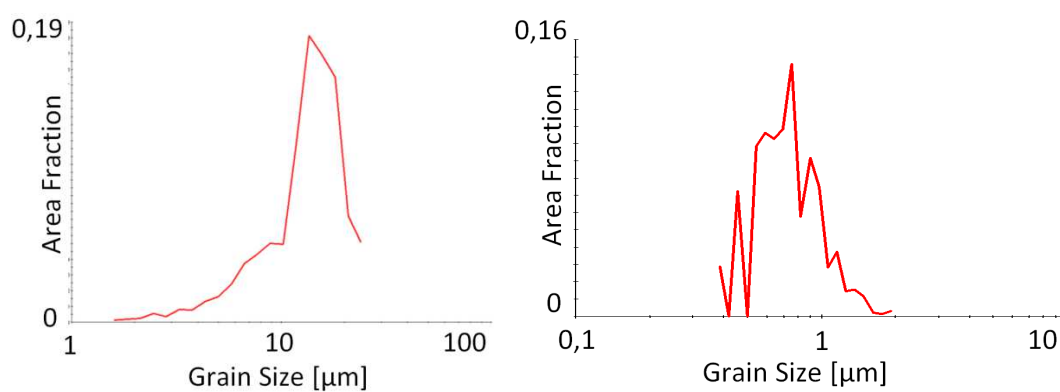


Obr. 49 - Výsledky EBSD analýzy, vyhodnocení velikosti zrna výchozího stavu (vlevo) a ECAP 3C (vpravo)

Po vyhodnocení velikosti zrna po 3 průchodech Route C (dále ECAP 3C) statistickým softwarem, došlo ke zjemnění zrna oproti výchozímu stavu ze 13,5 μm na 1,25 μm (Obr. 49). Po 4 průchodech Route C (dále ECAP 4C) bylo v mikrostruktuře dosaženo zjemnění zrna dokonce na 0,75 μm (Obr. 50).

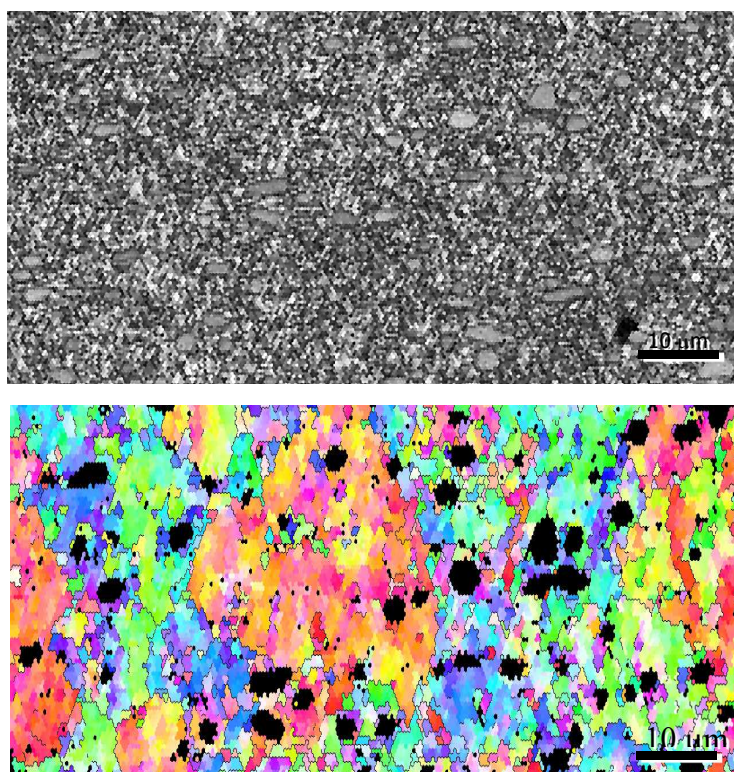


Obr. 50 - ECAP 4C, Band contrast (nahore) EBSD OIM mapa (dole)



Obr. 51 - Výsledky EBSD analýzy, vyhodnocení zrna výchozího stavu (vlevo) a stavu po deformaci (vpravo)

Čtyři průchody Route B (dále ECAP 4B) vykázaly v porovnání se stejným počtem průchodů Route C o něco menší zjemnění mikrostruktury na 0,91 μm (Obr. 51, Obr. 52).



Obr. 52 - ECAP 4B, Band contrast (nahore), EBSD OIM mapa (dole)

Tab. 2 – Shrnutí provedených experimentů a výsledků

	Výchozí stav	Teplotní cyklování	Torzní tváření	ECAP 3,4C;4B	Dlouhodobé žíhání	Vysokoteplotní žíhání
Velikost zrna [μm]	13,5	1,8	0,5	0,75 – 1,25	13,5	20-200
Tvrдость [HV30]	211	650	495	375	250	300

Vysvětlivky k tabulce:

- ECAP - equal channel angular pressing
- 3C, 4C, 4B - číslice udává počet průchodů, písmeno změnu typu orientace vz. při dalším průchodu
- Dlouhodobé žíhání – 1100°C/48 h
- Vysokoteplotní žíhání – 1200°C/1 h

5.3 Semi-solid zpracování

5.3.1 Zkušební těleso pro tixoforming

Zkušební těleso, polotovar pro minitixoforming, použité v experimentu pro tváření ve formě i bez formy byl válec délky 46 mm, o průměru 6 mm s kuželovými konci, které jsou upraveny podle styčných ploch na měděných elektrodách. To je nezbytné pro přenos proudu do zkušebního vzorku během ohřevu (Obr. 53).



Obr. 53 - Zkušební vzorek pro semi-solid zpracování v zařízení pro minitixoforming

Popis následujících experimentů je uveden chronologicky.

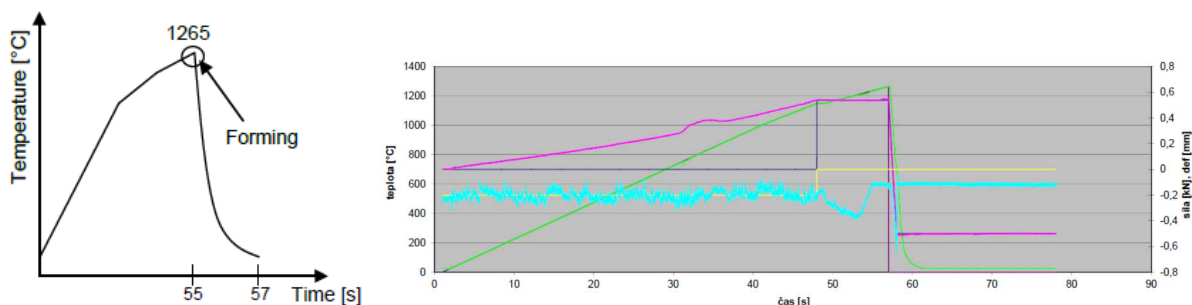
5.3.2 Podle využití zařízení

5.3.2.1 Bez využití formy

A. S deformací

Zařízení pro minitixoforming umožňuje semi-solid zpracování bez využití formy. První experimenty proto proběhly v tomto provedení, ovšem s využitím deformace. Ta byla nastavena v režimu posunu deformačního členu o 2 mm v čase 0,3 s, vzorek byl chlazen přídatným zařízením. Tím byly ochlazovací pistole, které chladily středovou oblast vzorku směsí vody strhávané proudem vzduchu (vodní mlhou). Tento režim vznikl s ohledem na nebezpečí rozptýlu nataveného kovu do nechráněného okolí zařízení, navzdory tomu, že předchozí experimenty využívaly režim v silovém modu s nastavenou silou při zatížení 7,5 [kN]. Tyto experimenty ovšem probíhaly s využitím formy. Rychlost režimu v deformačním módu byla nastavena podle předcházejících záznamů silového režimu, pouze deformace musela být z výše uvedených důvodů menší. Čas a teplota ohřevu vyplývaly opět z předchozích experimentů a byly stanoveny na 56 s a 1265°C. Ohřev byl stupňovitý, kvůli dilataci materiálu při překrytalizaci v blízkém okolí křivky A_{c1} a natavení v blízkém okolí křivky T_s . Při teplotě 850°C bylo tedy navrženo první zpomalení ohřevu a při T 1150°C byla vedle dalšího zpomalení do ohřevu zařazena i prodleva 1 s (Obr. 54).

Tato náhrada procesu bez využití formy byla zvolena, protože dovoľovala pracovat mnohem rychleji, jelikož manipulační časy byly v takovém případě mnohem kratší než u využití formy. Navíc režimy využívající formu jsou technologicky méně úspěšné, tzn., že ne vždy se podaří dodržet nastavené podmínky režimu, nebo není docíleno kompletního produktu. K tomu dochází např. vlivem porušení geometrie přípravou zdeformovaných vstupních stavů, nedokonalou přiléhavostí kuželů, opotřebením formy, nebo elektrod, apod.



Obr. 54 - Schéma zpracování v SS stavu se zařazenou deformací (vlevo), záznam režimu z TMS (vpravo)

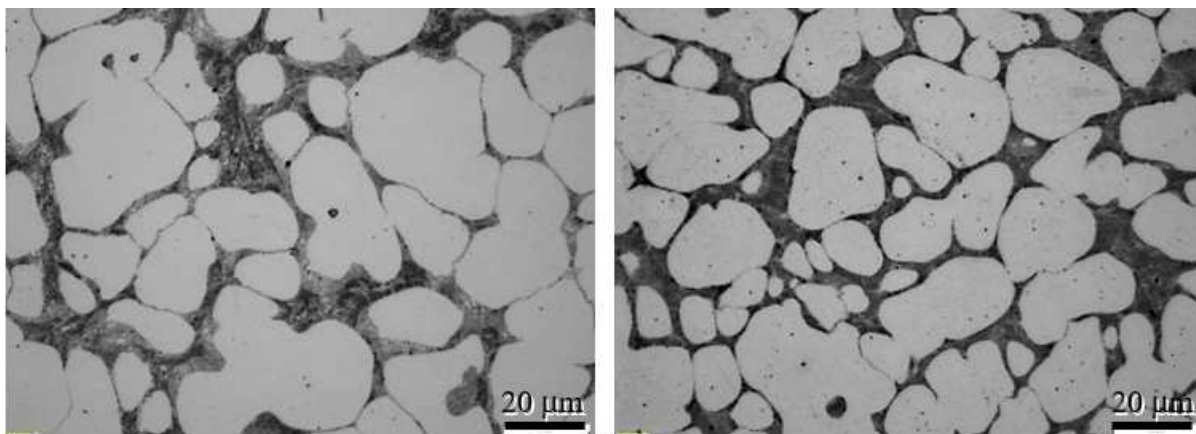
První vzorky zpracované v tomto i v dalších režimech byly hodnoceny nejprve v příčném řezu v rovině produktu a až později bylo přistoupeno i přes obtížnější přípravu vzorků k vyhodnocování v podélném řezu. Struktury byly po metalografické přípravě naleptány v 2% Nitalu.

V této oblasti má struktura homogenní a izotropní charakter, eutektické síťové je rozloženo mezi zrna A (Obr. 55). Při bližším pozorování je možné povšimnout si rozdělení jednoho uzavřeného eutektického útvaru mezi zrna na jednotlivé segmenty. Eutektikum je možno rovněž pozorovat i jako izolované inter-granulární oblasti o velikosti jednotek μm uvnitř austenitických zrn. V oblasti produktu obsahovala mikrostruktura stejné strukturní složky, nicméně bylo v ní možno pozorovat dendritické útvary i mnoho vad typu vměstků a staženin, ředin apod. Detailní rozbor struktury napříč vzorkem byl proveden později a je uveden ve výsledcích níže v textu.

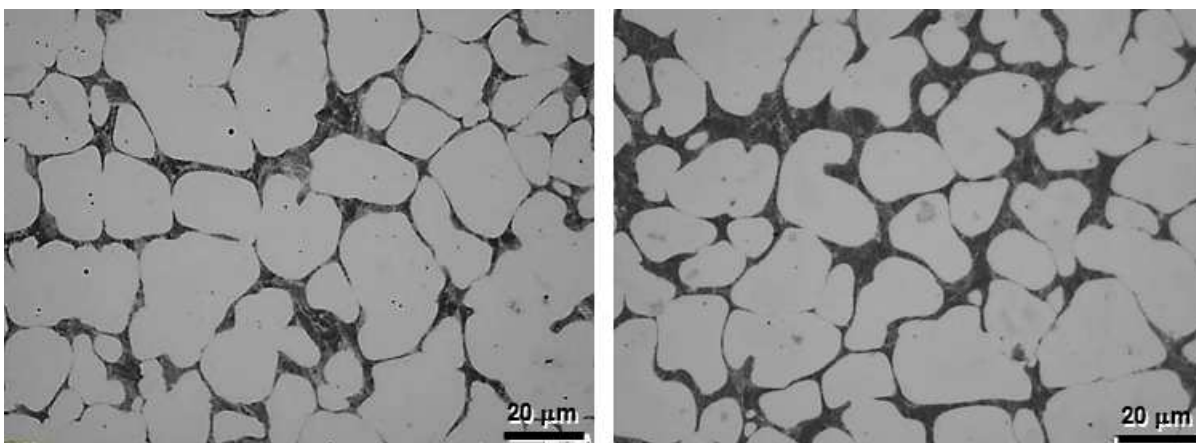
Pro porovnání s VS byly za stejných podmínek zpracovány oba stavy po dlouhodobém žhání a stav po teplotním cyklování (Obr. 56). Porovnání bylo provedeno ve středové oblasti vzorku, jak už bylo řečeno, v příčném řezu. Struktura ani v jednom případě nevykazovala odchylky v žádném ze stanovených sledovaných parametrů. Tzn., že se nelišila ani velikost zrna, která byla stanovena lineární průsečikovou analýzou v obou případech v průměru na 10 až 13 μm při zvoleném objektivu se Z 20 x a min. v 5 obrazových polích.

Rozptylem se rozumí naměření jiné průměrné hodnoty ve sledovaném poli. Tzn., že pro 5 hodnocených polí v tomto případě vycházely průměrné hodnoty v každém z nich od 10 do 13 μm . Tato nerovnoměrnost je dána pravděpodobně poměrně vysokou mírou disipace

energie ve vzorku, díky které se nachází i v relativně homogenní středové oblasti vzorku oblasti s takto rozdílnou velikostí zrna. Z tohoto důvodu začaly být vzorky později porovnávány v menším zvětšení, aby byla představa o dosaženém výsledku přehlednější. Tvrdost byla v obou případech cca. 350 HV30.



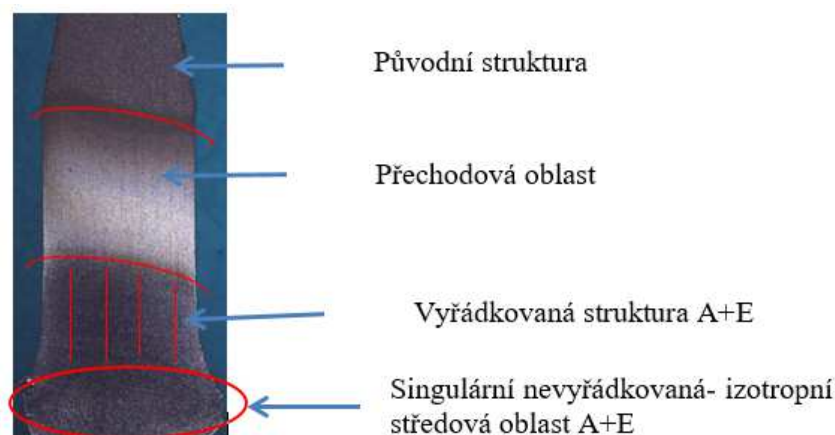
Obr. 55 – Mikrostruktura po semi-solid zpracování, deformace 2 mm/0,3; příčný řez, středová oblast výchozího stavu (vlevo), dlouhodobé žíhání 24 a 48 h (vpravo)



Obr. 56 - Stejný výsledek nastal i v porovnání VS s teplotním cyklováním (dále TC) zpracovaným za stejných podmínek

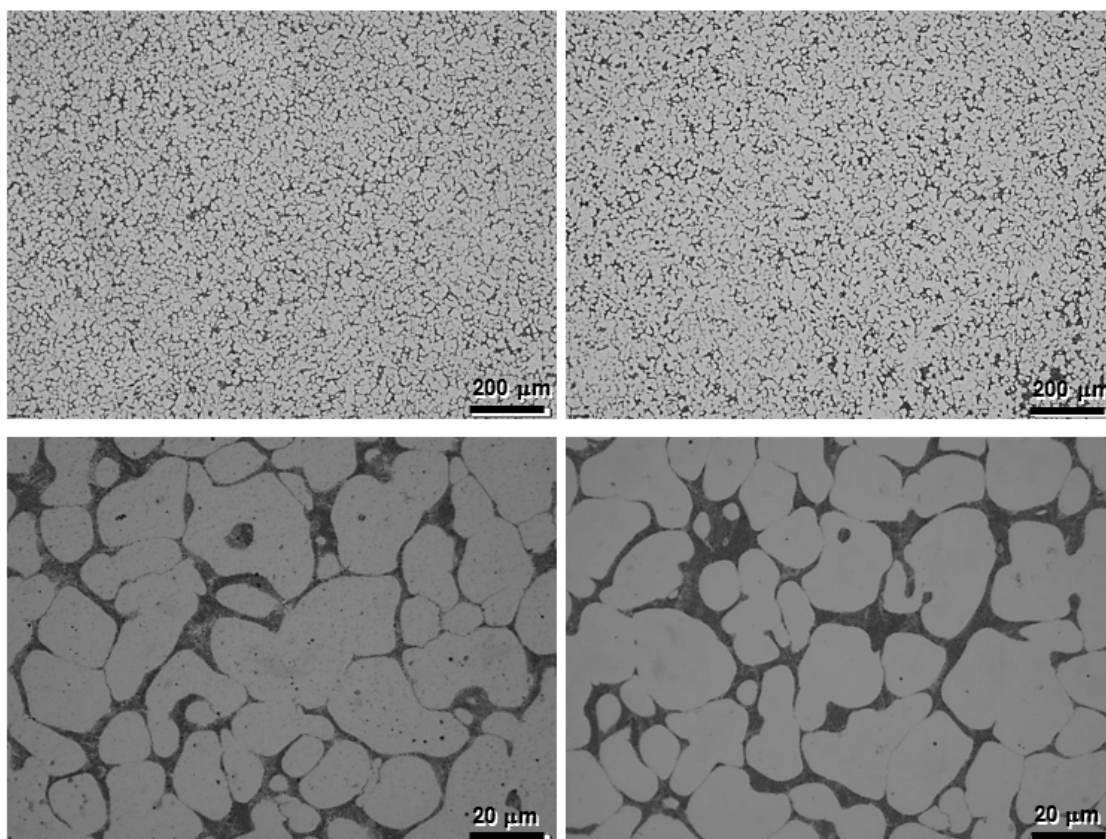
Z pozdějšího makroskopického rozboru VS v podélného řezu vyplynulo, že vzorek podle předpokladu dosahuje zadané teploty jen v oblasti středu. Při dalším pozorování byl řez rozdělen do několika poměrně dobře rozlišitelných a ostře ohraničených oblastí. Od středu směrem ke koncovým kuželům maximální dosažená teplota klesá a v okolí kuželů není materiál ani austenitizován. Následuje přechodová oblast v délce několika milimetrů, kterou nebylo možno naleptat v Nitalu. Směrem ke středu byla struktura tvořena globulárními i polygonálními zrnky austenitu. Ty jsou uloženy v eutektickém síťovi, které kopíruje řádkovitost karbidů ve struktuře výchozího stavu, vzniklých z prvovýroby oceli při válcování. Uprostřed vzorku se nachází singulární zóna, která je výsledkem turbulentního proudění

vlivem vložené deformace do středové oblasti vzorku. V této oblasti má struktura homogenní a izotropní charakter, eutektické síťoví je rozloženo mezi zrna A (Obr. 57). Eutektikum je možno rovněž pozorovat i jako izolované inter-granulární oblasti o velikosti jednotek μm uvnitř austenitických zrn. (Obr. 55). V oblasti produktu obsahovala mikrostruktura stejné strukturní složky, nicméně v ní bylo možno pozorovat dendritické útvary i mnoho vad typu vměstků a staženin, ředin apod. Detailní rozbor makro struktury v celé délce řezu vzorkem byl proveden později a je uveden ve výsledcích níže v textu.



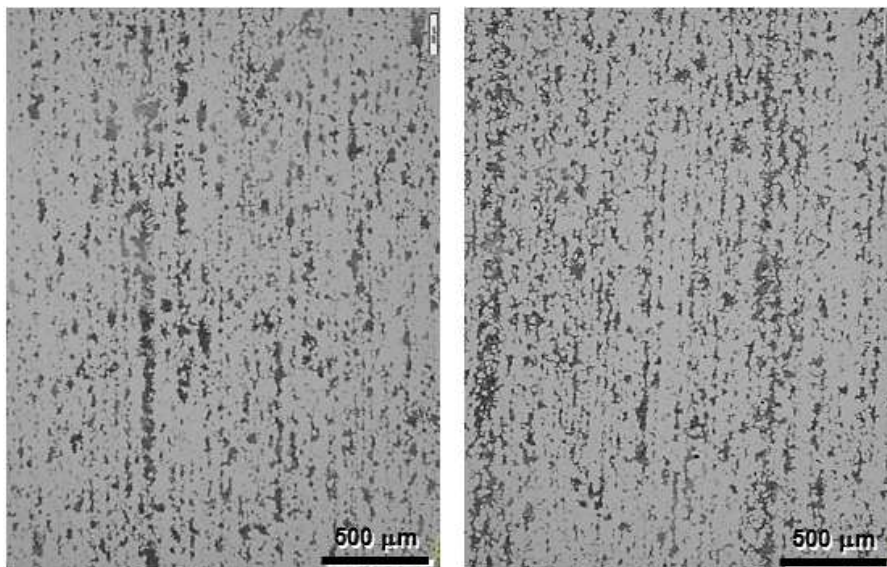
Obr. 57 - Podélný řez vzorkem zpracovaným v semi-solid stavu s vyznačenými oblastmi stereo lupy

V podélném řezu proběhlo poprvé porovnání výchozího stavu se stavem zjemněným po teplotním cyklování. Pozorování bylo provedeno nejprve ve středové oblasti vzorku v místě kolmém na rovinu produktu. Hodnocení výsledku nepřineslo žádnou změnu ani ve velikosti zrna, ani v rozložení, nebo tvaru eutektika (Obr. 58). Rozdíl nepřineslo ani porovnání s příčným řezem, nicméně na základě tohoto srovnání byla alespoň potvrzena představa o prostorovém tvaru a uložení austenitických zrn.



Obr. 58 – Mikrostruktura po semi-solid zpracování, deformace 2 mm/0,3 s; podélný řez, středová oblast, výchozí stav (vlevo), teplotní cyklování (vpravo)

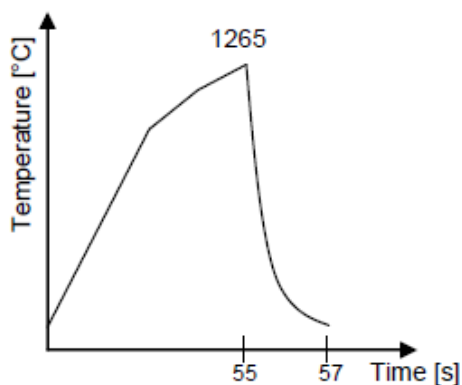
Produkt byl hodnocen jako celistvý fragment, bez děr a ředin. Mikrostruktura samotného produktu byla analyzována v příčném řezu, což byla jediná možnost, protože podélný řez nepřípadal vzhledem k rozměrům produktu v úvahu. Rozložení a tvar austenitických zrn zůstaly oproti středové oblasti beze změny. V okrajových oblastech produktu se mírně změnil tvar eutektika ve směru teplotního gradientu. Tvrdost zůstala stejná. Mimo sledovanou středovou oblast byla struktura vyřádkována. Vyřádkování u teplotního cyklování stavu bylo oproti výchozímu stavu méně pravidelné. Velikost a tvar austenitického zrna zůstaly beze změny (Obr. 59). Hodnota tvrdosti se pohybovala kolem 380 HV30.



Obr. 59 - Mikrostruktura po semi-solid zpracování, deformace 2 mm/0,3 s; forma, podélný řez, mimo středovou oblast; VS (vlevo), TC (vpravo)

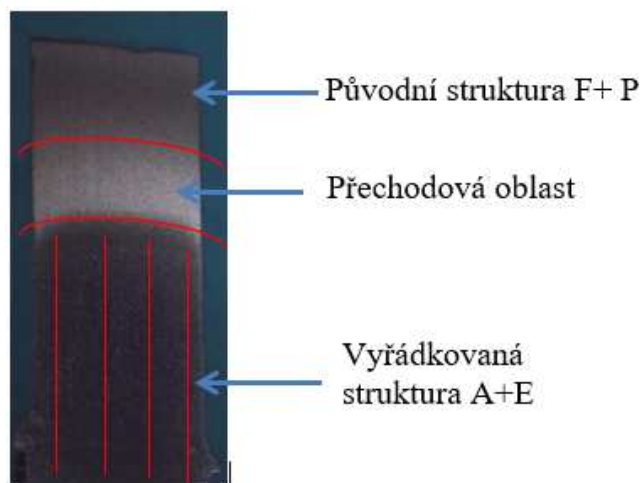
B. Bez deformace

Paralelně se zpracováním vzorků s režimem se zařazenou deformací, byly zpracovány i vzorky v režimu bez využití deformace. Ostatní procesní parametry zůstaly zachovány. Ohřev byl opět stupňovitý na teplotu 1265°C za 56 s, ale bez deformace, ochlazení za 2 s na 20°C (Obr. 60).



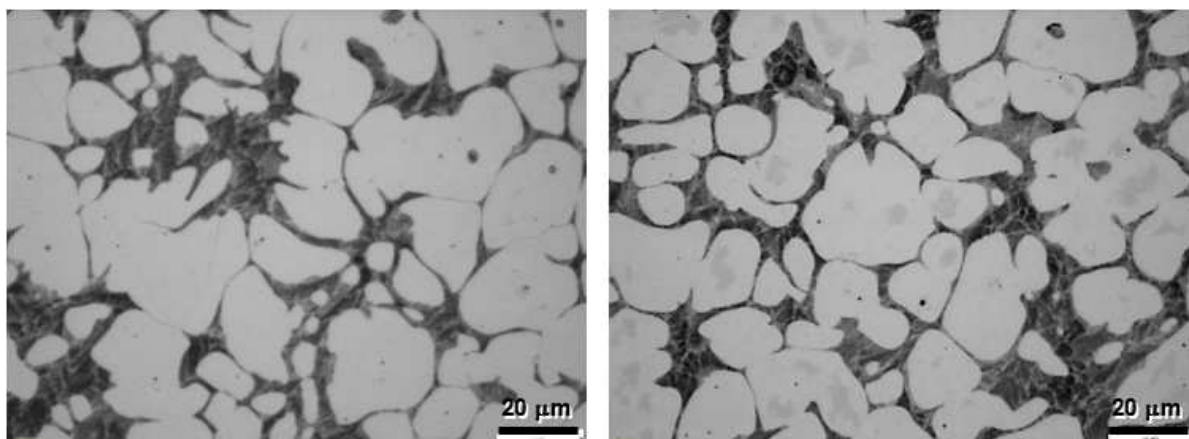
Obr. 60 - Schéma zpracování v SS stavu bez deformace

Z vyhodnocení makra v podélném řezu vzorkem je zřejmé, že vznikla stejná textura jako u předchozího zpracování, samozřejmě bez singulární zóny ve středové oblasti vzorku (Obr. 61).



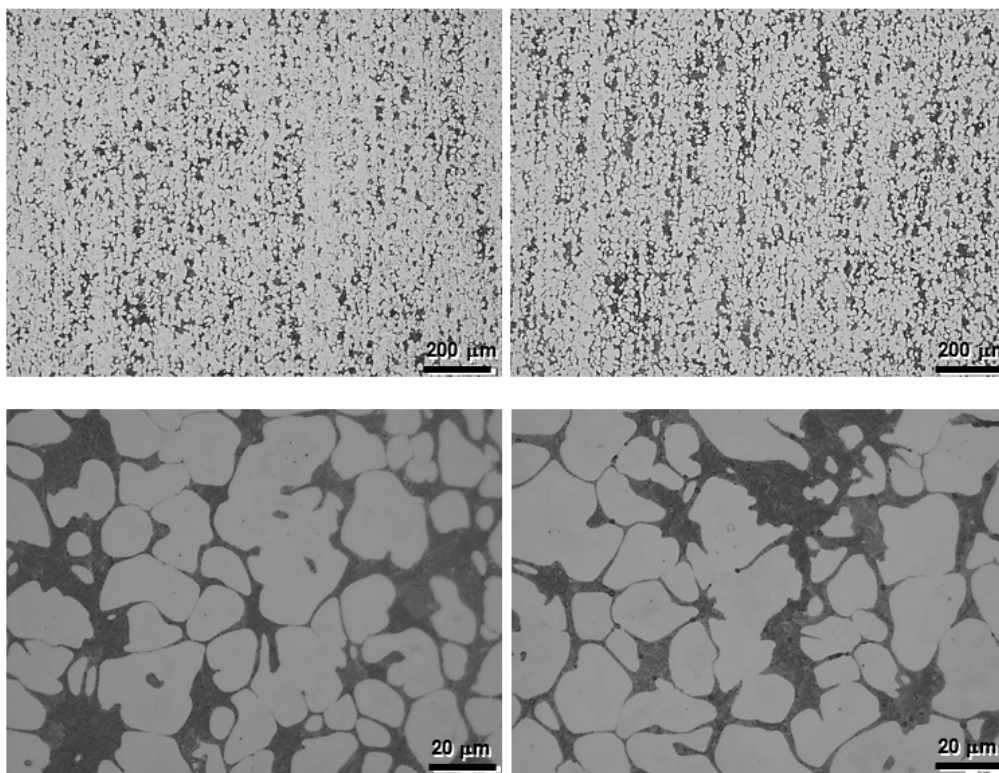
Obr. 61 - Podélný řez vzorkem s vyznačenými oblastmi, stereolupa

Stejně jako v předešlém režimu byly nejprve hodnoceny výchozí stavy akterý byl porovnáván se stavem po dlouhodobém žíhání v příčném řezu. Mikrostruktura i tvrdost těchto stavů zůstala v porovnání s přechodnými výsledky beze změny (Obr. 62).



Obr. 62- Semi-solid zpracování bez deformace, příčný řez, středová oblast; výchozí stav (vlevo), dlouhodobé žíhání 24 h (vpravo)

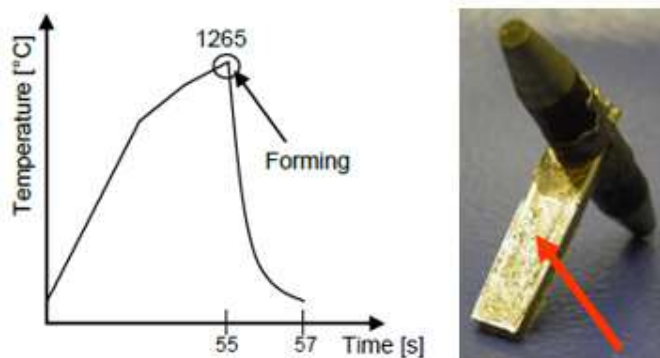
V následujícím experimentu byl porovnán VS se stavem po teplotním cyklování v podélném řezu ve středové oblasti. Výsledek nepřinesl žádné rozdíly v mikrostruktuře, ani v mechanických vlastnostech (Obr. 63).



Obr. 63 – Semi-solid zpracování bez deformace, podélný řez, středová oblast; výchozí stav (vlevo), teplotní cyklování (vpravo)

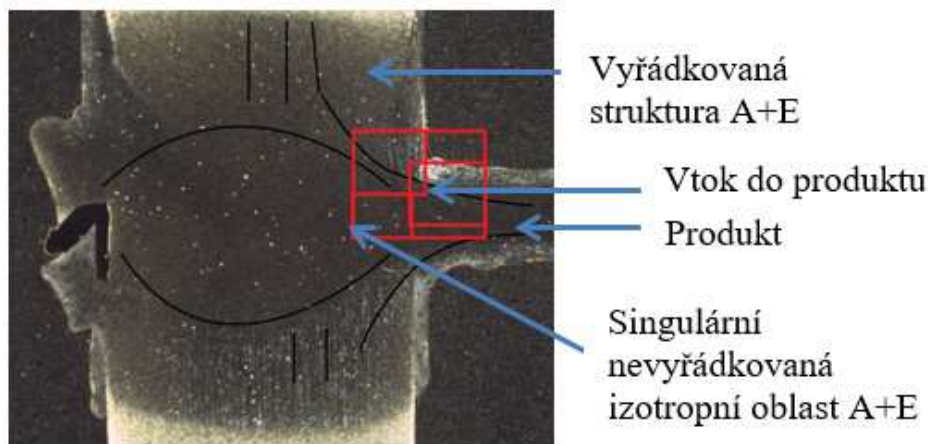
5.3.2.2 S využitím formy

V dalším kroku byl kvůli porovnání a díky odstranění některých technologických závad navržen režim s využitím formy při zachování dosavadních parametrů. Stupňovitý ohřev na 1265°C za 56 s následnou deformací 2 mm za 0,3 s. Ochlazení nataveného materiálu je zajištěno odvodem tepla stěnami formy, kdy je materiál ochlazen na pokojovou teplotu ve středové oblasti vzorku, kde je teplota snímána termočlánkem za cca 60 s, v oblasti produktu se jedná o jednotky sekund. V experimentu byl využit tvar formy s příomou drážkou (Obr. 65).



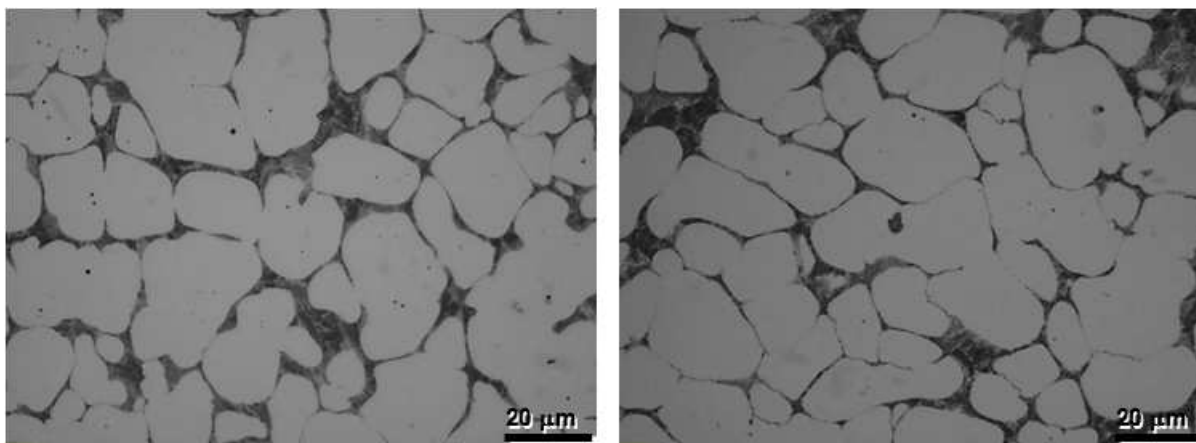
Obr. 65 - Schematické znázornění režimu (vlevo), použitý tvar produktu po využití formy (vpravo)

Největší rozdíl nastal v produktu vzniklém v dutině formy, kde mikrostruktura materiálu byla vlivem rychlé soldifikace s vysokým gradientem částečně dendritická. Stejně jako v případech s využitím deformace vznikla ve střední oblasti singulární zóna (Obr. 66).



Obr. 66 - Podélný řez vzorkem s vyznačenými oblastmi, stereo lupa

Takto bylo nejprve provedeno porovnání oblasti výchozího stavu tvářeného bez formy a s formou při zachování stejné deformace. Výsledek porovnání zůstal beze změny (Obr. 67).



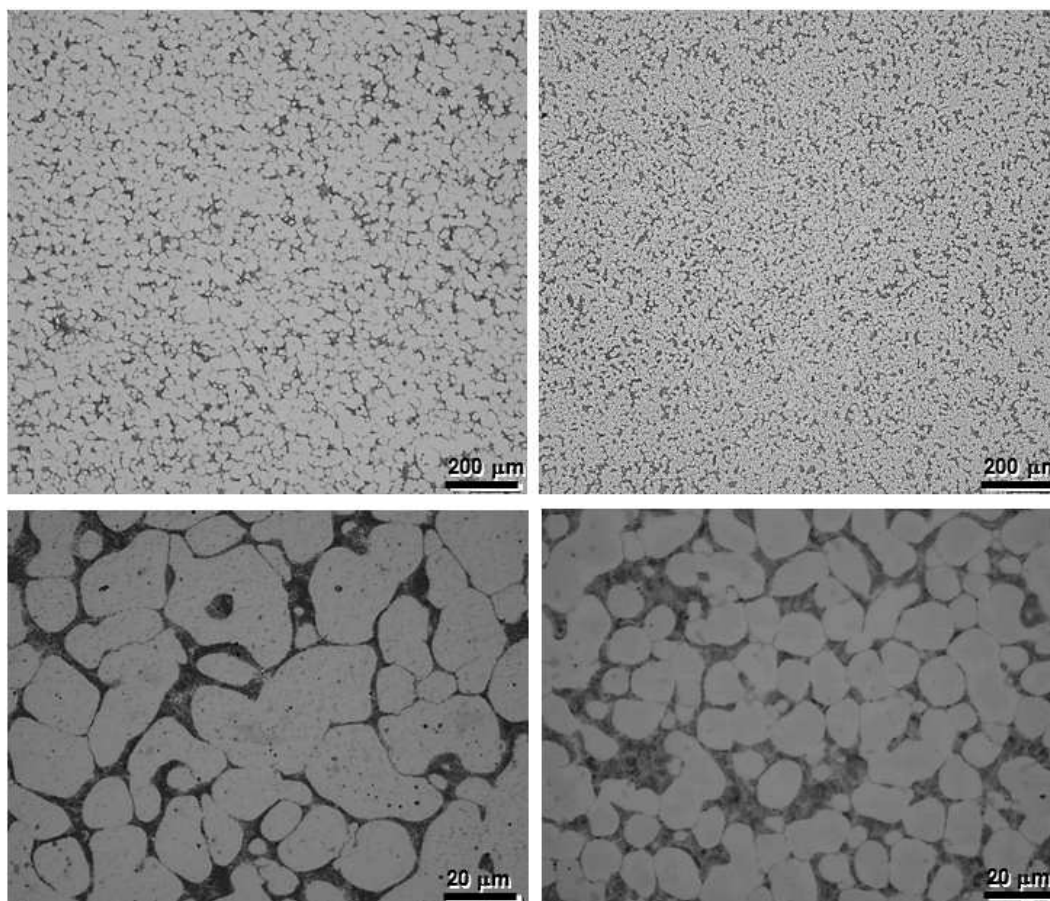
Obr. 67 – Porovnání výchozího stavu tvářeného s a bez formy

Při dalším porovnání, tentokrát výchozího stavu s materiálem zpracovaném teplotním cyklováním, došlo k chybě měření termočlánku v průběhu zpracování. Poslední informace o teplotě naměřené termočlánkem byla 1149°C, nicméně ohřev trval celý stanovený čas, tj. 56 s. Při následné deformaci nezatekl natavený materiál ze středu vzorku do drážky vymezující tvar produktu, ale vytekl místo toho do technologické mezery mezi stěnou formy a povrchem vzorku.

Tato mezera brání přenosu proudu z ohřívaného vzorku do formy při odporově-indukčním ohřevu. Aby soustava vzorek – forma plnila dobře svoji funkci, musí být mezera mezi vzorkem a tvarem formy co nejmenší, aby natavený materiál vytekl do vymezeného tvaru

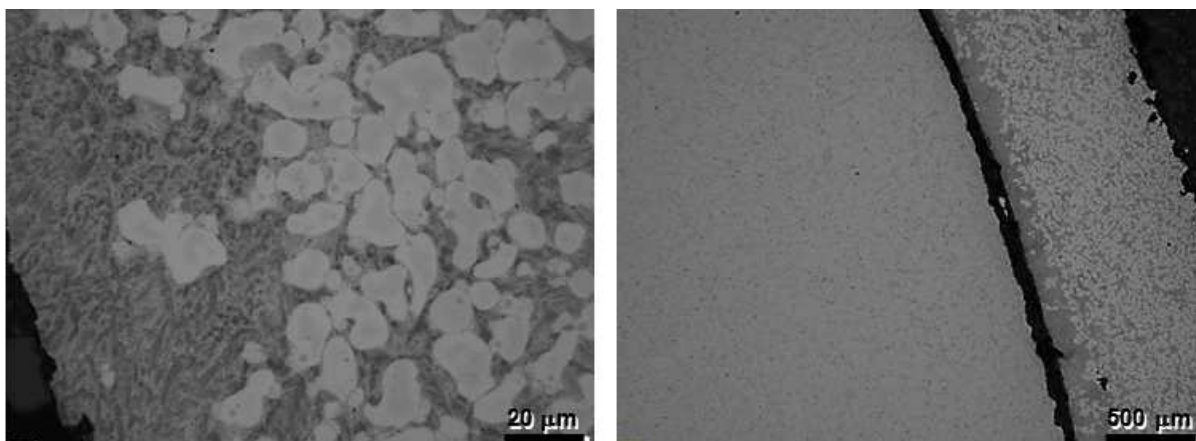
v dutině formy a ne do této mezery, jak tomu bylo v předešlém případě. Chyba termočlánku byla pravděpodobně způsobena dotykem vzorku se stěnou formy a došlo tak k ohřevu celé soustavy forma – vzorek. V takovém případě dojde ke zvýšení příkonu ohřevu na maximum a vzorek tak může dosáhnout ve středové oblasti vyšší teploty, než je zadáno v režimu.

Mikrostruktura ve středové oblasti vzorku po tomto experimentu byla výrazně jemnější. Velikost austenitického zrna poklesla z původních 10 až 13 na cca 4-5 μm . Rozložení eutektika však zůstalo stejné, je však patrný jeho zvýšený podíl ve struktuře. (Obr. 68).

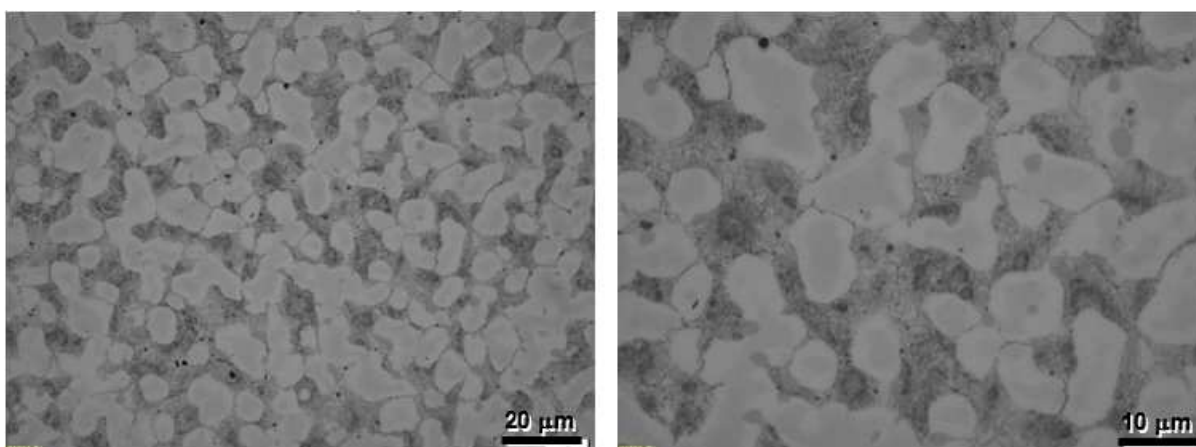


Obr. 68 – Porovnání zpracování výchozího stavu (vlevo) a stavu po teplotním cyklování (vpravo)

Při dalším rozboru vzorku byl prozkoumán okraj vzorku středové oblasti. Pozorování bylo vzhledem k rozměrům objektu v příčném řezu. Mezi vzorkem a produktem je vidět mezera, ve které je patrná zalisovací hmota. Na tomto rozhraní je možné pozorovat zejména u produktu natavený okraj (Obr. 69).



Obr. 69 – Výrazné odmišení eutektické fáze ve středové části vzorku, příčný řez, vstupní stav zpracován teplotním cyklováním

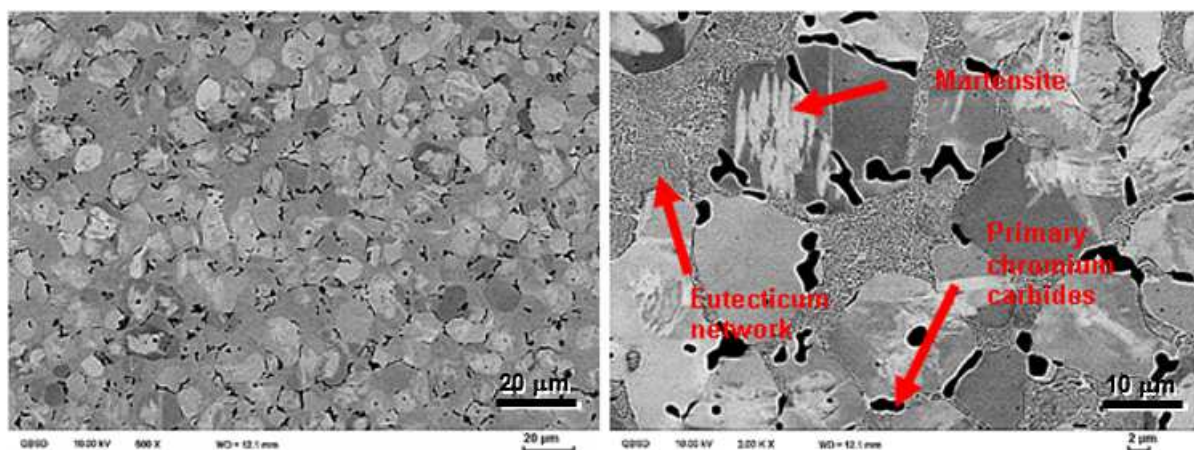


Obr. 70 – Zvýšený obsah eutektika ve středové části produktu, teplotní cyklování

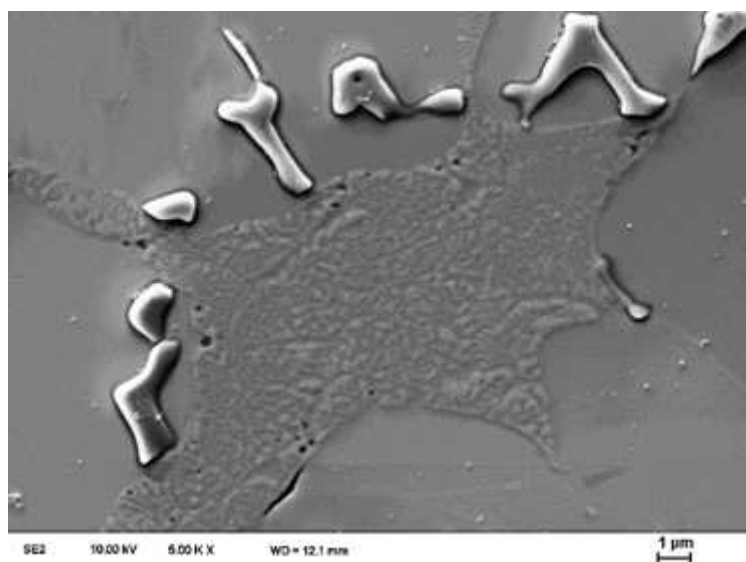
V mikrostruktuře produktu byl v některých místech pozorován ještě vyšší obsah eutektika, než ve středové oblasti vzorku (Obr. 70).

Z toho vyplývá, že dosažená teplota uprostřed válcové části vzorku byla vyšší, než v režimu zadaných 1265°C. Teplota původní středové oblasti vzorku, která je deformací vytlačena a tvoří konečný produkt, musela být ještě vyšší kvůli vyššímu obsahu ztuhlé fáze.

Při pozorování na REM byly ve struktuře pozorovány martenzitické desky s fragmenty blíže nespécifikované fáze, příliš malé pro provedení spotu pro EDX chemickou analýzu. Ty se v zobrazení zpětně odraženými elektrony jeví jako tmavé, v sekundárních elektronech jako světlé (Obr. 71, Obr. 72). Mohlo by se jednat o roztříštěné fragmenty primárních chromových karbidů.



Obr. 71 – Detail mikrostruktury po teplotním cyklování, deformace 2 mm/0,3 s, forma; REM BSE,

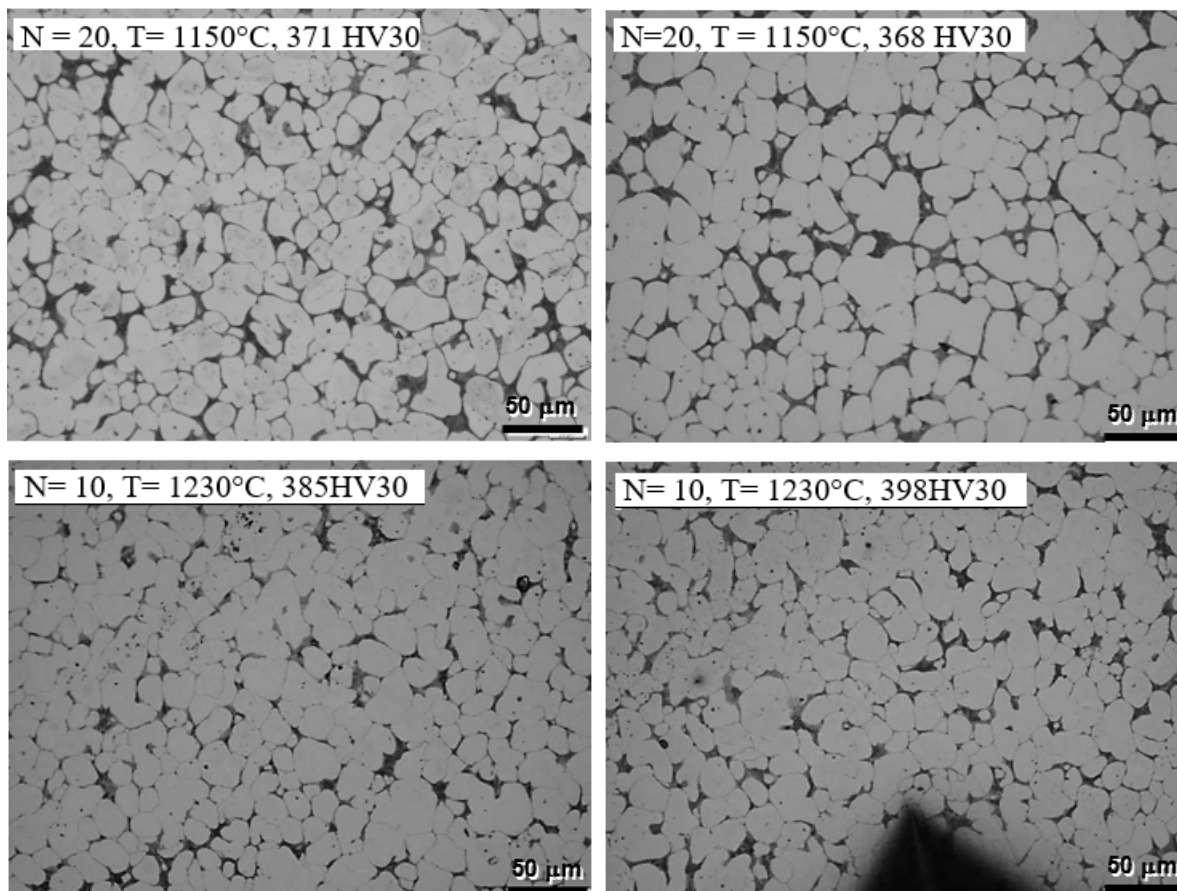


Obr. 72 – Detail fragmentu v mikrostruktuře, deformace 2 mm/0,3 s, forma; REM SE, teplotní cyklování

Po tomto „fenomenologickém“ objevu byla snaha o zopakování výsledku, ovšem ve snaze o dodržení definovaných procesních podmínek. K tomuto účelu musely být vzorky po teplotním cyklování přerovnány na soustruhu, protože po dvaceti cyklech, tzn. dvaceti fázových transformací na martenzit, byla vlivem fázové, ale i strukturální deformace do značné míry porušena válcovitá geometrie vzorku.

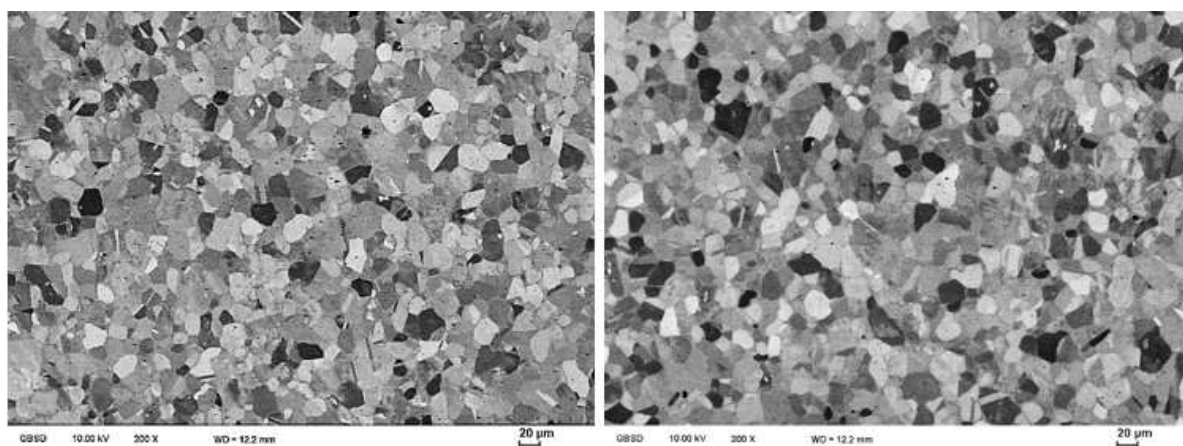
To mělo pravděpodobně vliv na předcházející experiment, protože vzorek se pravděpodobně při ohřevu a s ním spojené dilataci dotkl stěny formy, čímž klesl příkon do vzorku samotného, protože v takovém případě je odporově ohřívána celá soustava vzorek – forma. Zároveň byl počet tepelných cyklů po předchozí analýze, která zjistila stejný efekt, snížen z 20 na 10 cyklů.

I přes tato opatření se ani po provedení tří dalších pokusů dodržet podmínky experimentu nepodařilo (Obr. 73).

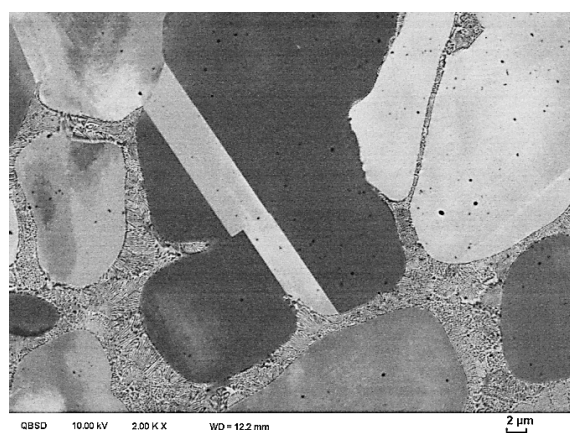


Obr. 73 – Porovnání mikrostruktur po teplotním cyklování. N = počet cyklů, deformace 2 mm/0,3 s, forma

Rozdíly nebyly pozorovány ani na řádkovacím mikroskopu (Obr. 74). V obou pozorovaných případech však byly objeveny strukturní složky, které nebyly na SM rozlišitelné. Ve struktuře bylo možné sledovat dvojčata a to jak v zrnech austenitu tak i primárních karbidů chromu. Dosud se nepodařilo odhalit, zda jsou vysokoteplotního, nebo deformačního původu. V austenitických zrnech byly k pozorování světlé oblasti. Při analýze na EDAX byla potvrzena domněnka, že se jedná o místa indikující lokálně zvýšený podíl atomů Cr (Obr. 75).

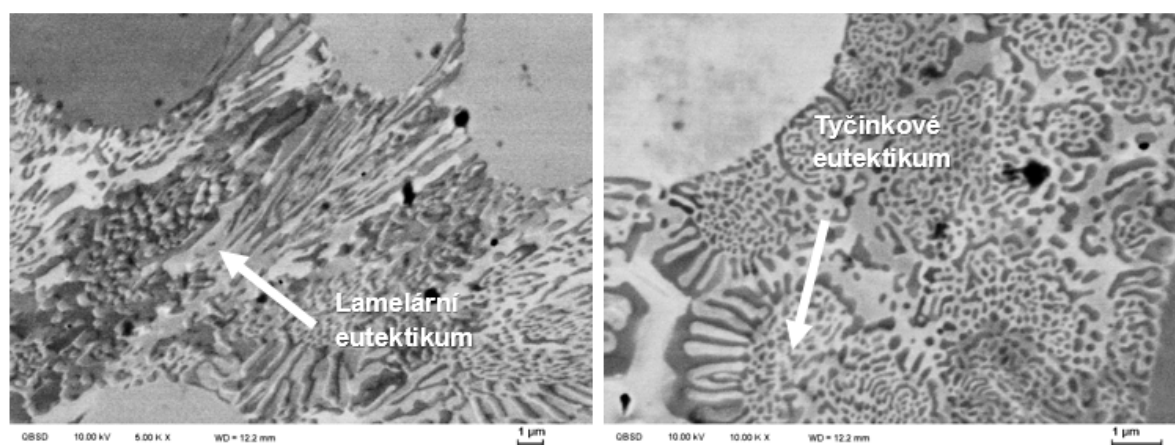


Obr. 74 – Porovnání stavů po teplotním cyklování N = 10 (vpravo) a N= 20 (vlevo)



Obr. 75 – Detail dvojčete v mikrostruktuře

V neposlední řadě bylo zkoumáno eutektikum, které bylo na SM velmi špatně rozlišitelné. Bylo vysledováno, že v obou případech je možné pozorovat eutektikum lamelárního i tyčinkového charakteru (Obr. 76).



Obr. 76 - Ukázka lamelárního (vlevo) a tyčinkového (vpravo) eutektika, teplotní cyklování
REM

Souhrn výsledků ve sledované středové oblasti je uspořádán v následující tabulce.

Tab. 3 – Souhrn výsledků ve sledované středové oblasti po SS zpracování v podélném řezu

	Velikost zrna [μm]	Rozdíl v uspořádání, nebo objemu E oproti VS [A/N]	Tvrдость [HV30]
Bez deformace			
Výchozí stav	10 - 13	-	380
Dlouhodobé žihání	10 - 13	N	350
Teplotní cyklování	10 - 13	N	387
Deformace 2 mm / 0,3 s, bez formy			
Výchozí stav	10 - 13	-	389
Dlouhodobé žihání	10 - 13	N	373
Teplotní cyklování	10 - 13	N	389
Deformace 2 mm / 0,3 s, tvářeno ve formě			
Dlouhodobé žihání	10 - 13	-	365
Teplotní cyklování	10 - 13	N	388
Teplotní cyklování *	4-5	A	595

* Výsledek nedodržel zadané parametry režimu zpracování

Nevýraznějším výsledkem bylo zpracování teplotním cyklováním s tvářením do formy, kdy v průběhu procesu odpadl termočlánek. Takto se podařilo dosáhnout zrnitosti v rozmezí 4 až 5 μm . Zároveň byl ale pozorován i vyšší obsah eutektika. Díky tomu nemohlo být přesně posáno, vlivem čeho ke zjemnění došlo.

Tento experiment však vyvolal zájem o vývoj struktury v průběhu ohřevu a ochlazení vzorku. Mimo to také zahájil sérii pokusů s podstatně rychlejší rychlostí ohřevu. Dalším rozhodnutím bylo na základě dosavadních výsledků pokračovat v porovnávání mikrostruktury po SS zpracování ve středové oblasti vzorku v podélném řezu.

5.3.3 Vývoj struktury v průběhu zpracování

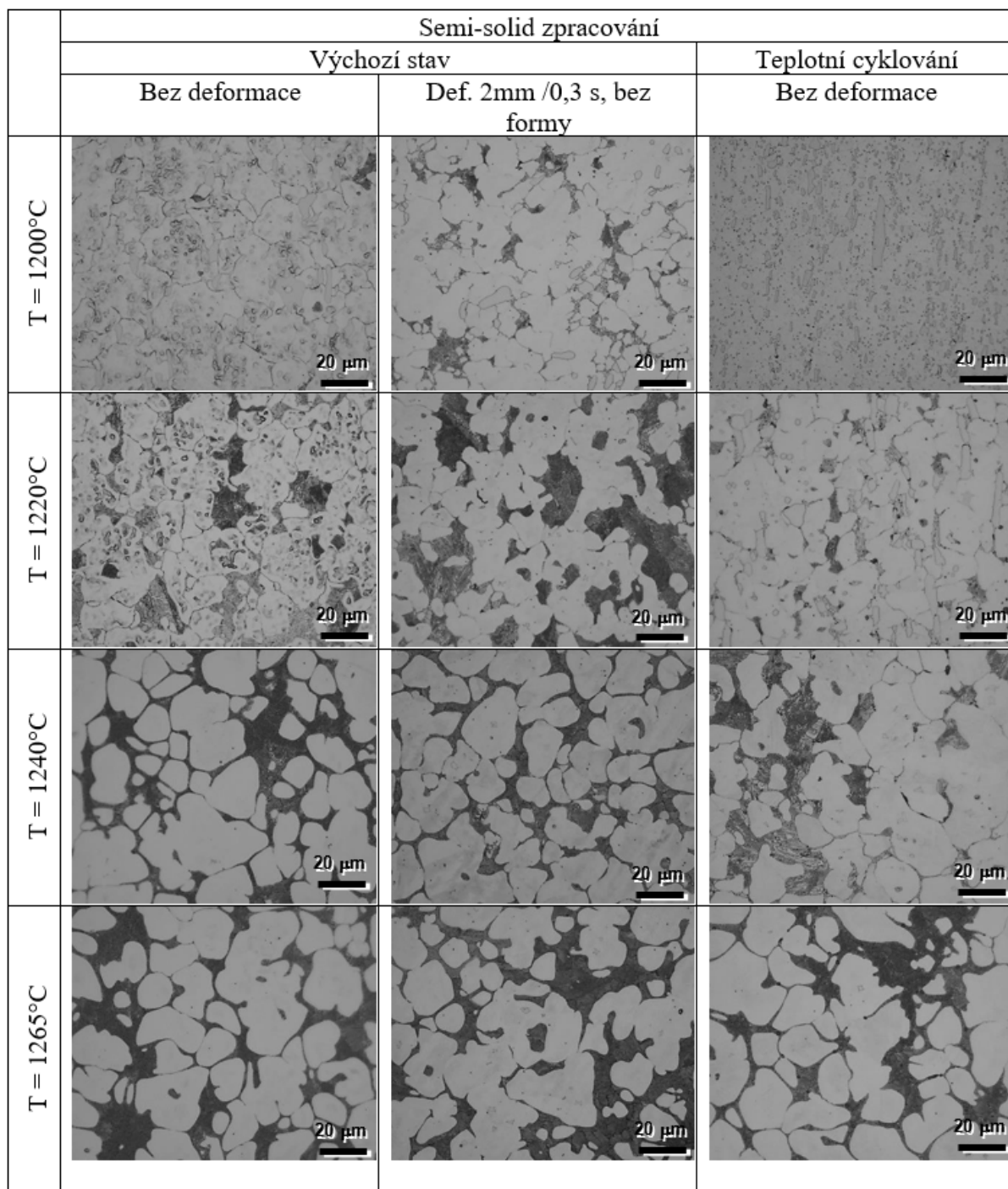
K tomuto účelu byla využita modifikace předchozích režimů. Ta spočívala v různých teplotách ohřevu na 1200, 1220, 1240 a 1265°C. Čas ohřevu byl nad spočtenou křivkou solidu 1150°C zkracován v poměru k původnímu času ohřevu nad touto křivkou, který byl

8 s. Celkový původní čas ohřevu byl 56 s. Zkrácené časy ohřevu nad křivkou solidu byly 3,5; 4,9; 6,3 s a původních 8 s. Následovala, stejně jako v přechozích režimech, rychlá solidifikace za 2 s na teplotu okolí. VS byl zpracován bez i s deformací. Deformace byla opět 2 mm/0,3 s. Stav po teplotním cyklování byl zpracován pouze bez deformace.

Největší rozdíly ve výsledcích porovnání, vznikly v rozmezí teplot mezi 1200 a 1240°C. Patrný rozdíl byl mezi VS zpracovanými s deformací i bez deformace. U VS bez deformace byl v mikrostruktuře jasně patrný vyšší podíl nerozpuštěných sekundárních karbidů a zároveň nižší obsah kompletně transformovaného eutektika. To svědčilo o tom, že deformace vyvolaná v materiálu urychluje rozpuštění nestabilních strukturních složek při teplotách procesu do 1240°C. Vysvětlení by se dalo nalézt v lokálním zvýšení teploty ve středové oblasti vzorku, kde vlivem deformačního odporu tuhých oblastí objemu vzorku, ale i viskoelastického chování již natavených objemů materiálu, dochází k lokálnímu nárůstu teploty. Tvrdosti jednotlivých vzorků ve středové oblasti byly naměřeny: bez deformace 374, 382, 404 a 389 HV30, s deformací 363, 397, 411 a 380 HV30.

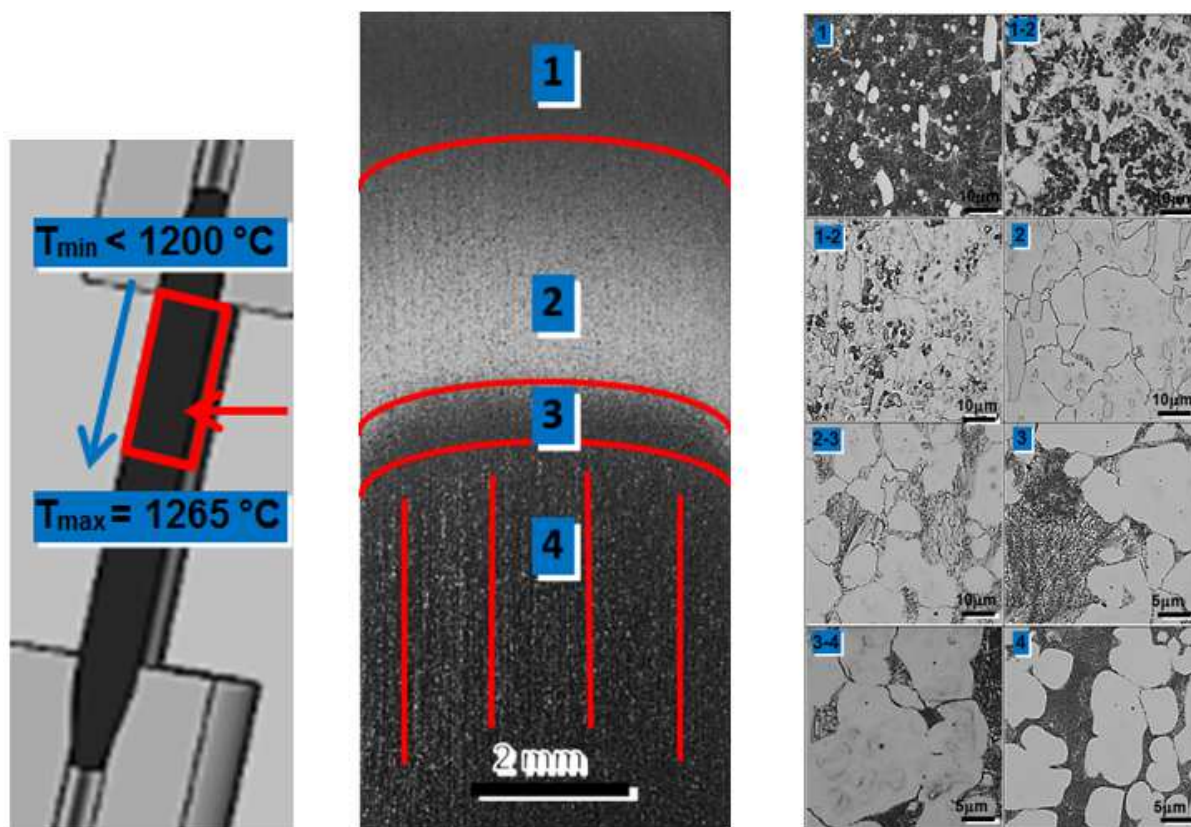
Tento efekt se projevil i v případě vzorků bez deformace připraveného teplotním cyklováním, kde ovšem byl vzhledem ke dvěma předcházejícím případům mnohem více patrný nižší objem eutektika i vzhledem k VS bez deformace, nižší podíl nerozpuštěných sekundárních karbidů, kterých ale bylo více v porovnání s VS tixovaným s využitím deformace. To by se dalo vysvětlit rozdílnou výchozí strukturou, která byla v případě teplotně cyklovaného stavu oproti stavu výchozímu martenzitická a ne feritická. To mělo patrně za následek i mírný posun křivek změny rozpustností v rozpádových, nebo rovnovážných diagramech materiálu směrem k vyšším teplotám a časům. Tvrdosti jednotlivých vzorků ve středové oblasti byly naměřeny 356, 363, 401 a 404 HV30.

Při teplotě 1240°C se rozdíly mezi oběma zpracováními VS minimalizovaly, teplotně cyklovaný stav stále vykazoval nižší obsah úplného i neúplného eutektika. Při teplotě zpracování 1265°C se výsledné rozdíly mezi jednotlivými stavy srovnaly. Velikost zrna byla ve všech případech beze změny (Obr. 77).



Obr. 77 - Vývoj struktury v teplotním intervalu od 1200 do 1265°C s deformací i bez deformace; výchozí stav a teplotní cyklování

Dalším experimentem bylo podrobnější zkoumání vzorku po SS zpracování v podélném řezu. S využitím posledních zjištění, a zároveň díky použití nového leptadla V₂A, byla odhalena do té doby Nitalem nenaleptatelná přechodová oblast, která je tvořena homogenním austenitem. Dále byla potvrzena teorie, ve které je vedoucí fází eutektika rozpadající se primární KCr. Tento jev lze pozorovat v přechodové oblasti a horní části vzorku (Obr. 78). V této souvislosti byl i upřesněna informace o teploty ve vzorku v průběhu ohřevu na teplotu v TMS (Obr. 84).



Obr. 78 - Řez vzorkem upnutým v simulátoru s vyznačenou rostoucí teplotou od konce směrem ke středu (vlevo), vývoj makrostruktury v řezu válcovým vzorkem po tixoformingu (uprostřed), vývoj mikrostruktury v jednotlivých oblastech vzorku (vpravo)

5.3.3.1 Vysokoteplotní mikroskop

Součástí tohoto experimentu bylo i zpracování vzorku na vysokoteplotním mikroskopu. Vzorek byl ohřát na teplotu 1265°C za cca 4 minuty. Výstupem této analýzy je přiložené video, které v materiálovém dokumentuje přechod do semi-solid stavu a ohřev na teplotu solidu. Při ohřevu lze pozorovat rozpuštění karbidů v matrici, překristalizaci na austenit a v SS stavu i ztrátu stability strukturních složek, která se místy projevuje soubornou a okamžitou ztrátou tvaru, která se projevuje jako „exploze“. Překážkou v hodnocení je vznik zplodin při

odpařování materiálu při překročení T_s na sklíčko mezi vakuovou komorou mikroskopu, ve které je umístěn vzorek, a objektivem.

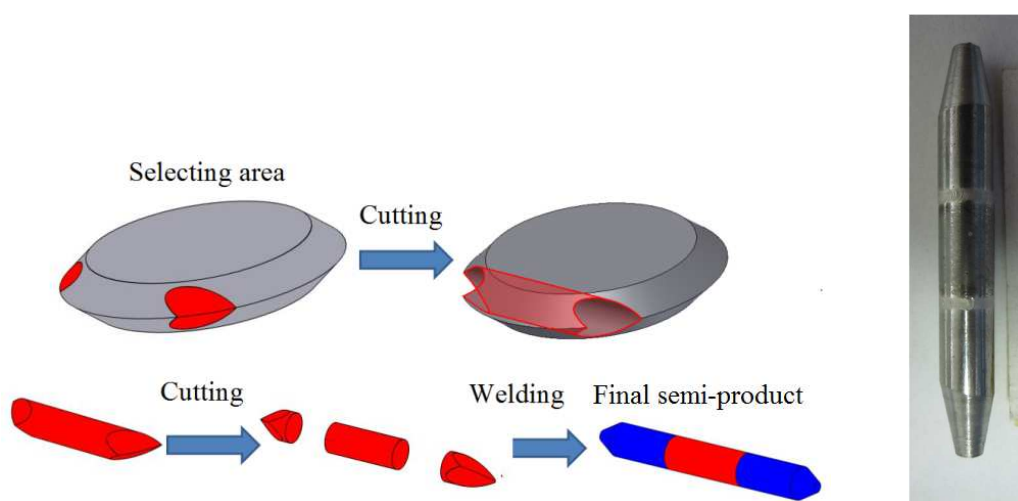
V dalším pokračování jsou experimenty rozděleny podle druhu zpracování přípravy mikrostruktury.

5.3.4 Rozdělení podle druhu zpracování přípravy mikrostruktury

5.3.4.1 Torzní tváření

V průběhu předcházejících experimentů, které zkoumaly vliv deformace s formou i bez formy na makro i mikrostrukturu po SS zpracování, se podařilo vyřešit obtíže se zhotovením vzorků pro TMS připravených torzním tvářením. Disk o průměru 38 mm a o výšce 7,5 mm vykazovala podle zhotoveného makro-výbrusu nehomogenní strukturu, kdy středová oblast vzorku o průměru cca 5 mm měla výrazně hrubozrnější strukturu. Navíc ze žádné oblasti disku nebylo možno zhotovit vzorek pro termomechanický simulátor o rozměrech $d = 6 \text{ mm}$, $l = 48 \text{ mm}$.

Bylo proto navrženo řešení, kdy se z disku vyřezal pouze zkoumaný střed budoucího válcového vzorku pro TMS o délce od 12 do 15 mm a kuželové konce vzorku na něj byly navařeny se stejného materiálu X210Cr12, ovšem ve výchozím stavu (Obr. 79).

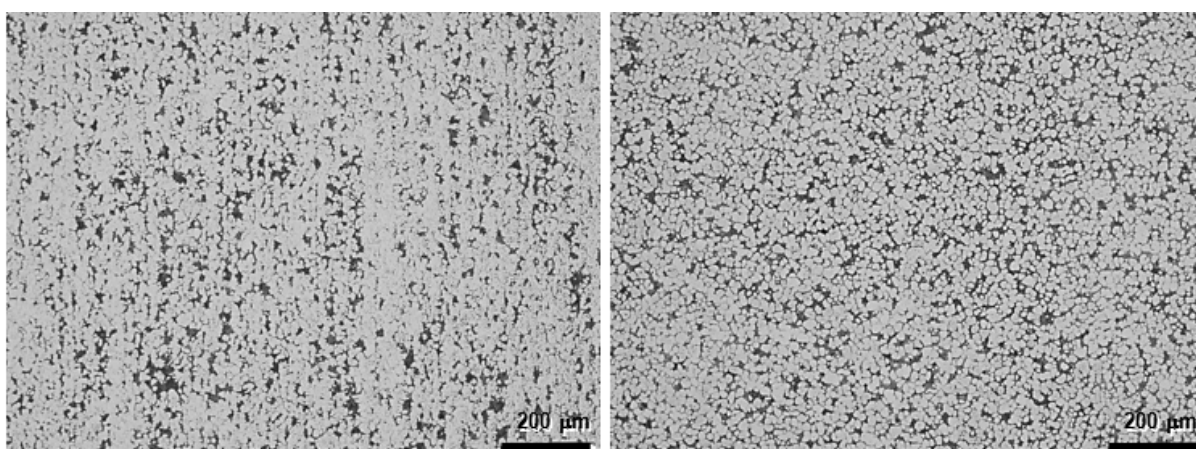


Obr. 79 - Model odběru vzorku z disku a navaření koncovek (vlevo), skutečná svařená sestava pro SS zpracování na TMS (vpravo)

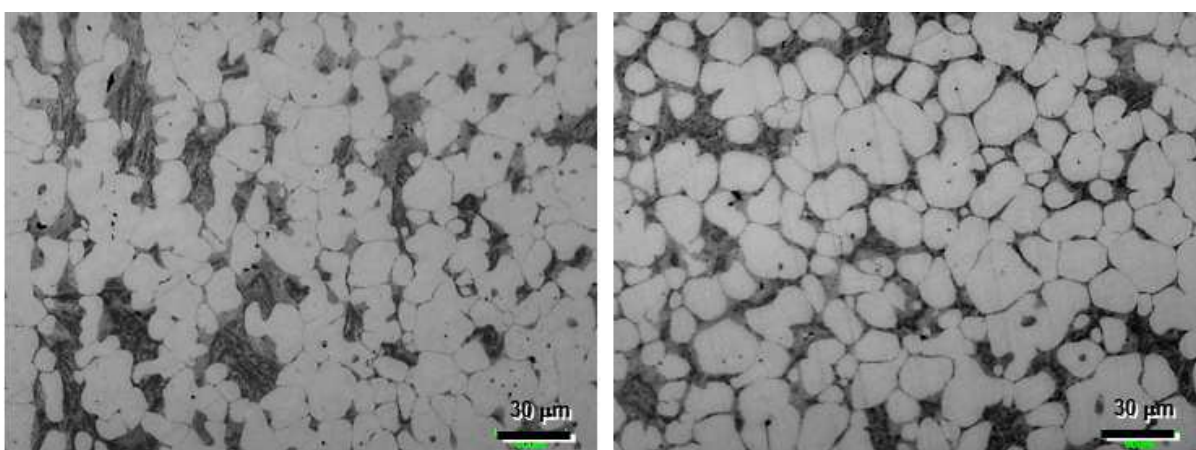
Tyto experimenty byly na základě předchozích zjištění provedeny již jen v podélném řezu. Předmětem pozorování byla celá oblast plochy řezu. Uvedené výsledky a porovnání jsou

opět jen ze středové oblasti vzorku. Režimy zůstaly ve stejném nastavení jako v předcházejících experimentech.

Nejprve byl porovnán VS se stavem po torzním tváření v režimu bez deformace. Oproti výchozímu stavu nejevila textura torzně tvářeného vzorku po semi-solid zpracování stopy vyřádkování. To svědčí především o pohybu matrice a zejména o pohybu velkých primárních chromových karbidů v průběhu přípravy materiálu torzním tvářením. Distribuce eutektika byla i díky této skutečnosti rovnoměrnější, tvar a velikost austenitických zrn se významně nezměnil. Zrna byla více oddělena eutektikem a zároveň byla struktura rovnoměrnější i v různých oblastech sledované plochy řezu v podélném řezu vzorkem. To svědčí o rovnoměrnějším rozložení energie v objemu vzorku po zpracování TT. Díky tomu se snížil i rozptyl velikosti zrna v závislosti na vyhodnocování měření z jednotlivých obrazů na 11 až 12 μm (Obr. 80, Obr. 81).

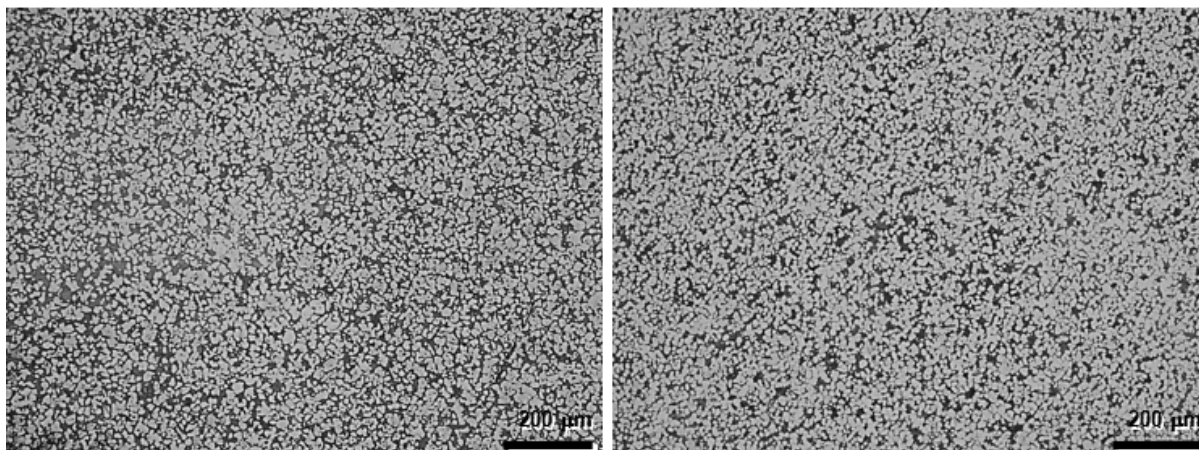


Obr. 80 – Porovnání vyřádkování výchozího stavu (vlevo) a torzně tvářeného vzorku (vpravo) po semi-solid zpracování bez deformace, světelný mikroskop

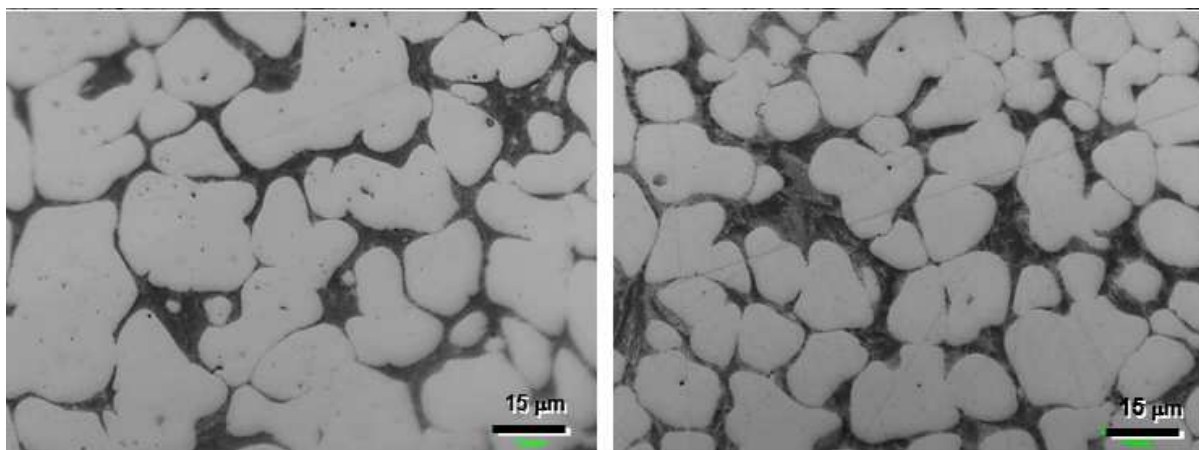


Obr. 81 – Detail mikrostruktury bez deformace, výchozí stav (vlevo), torzně tvářeno (vpravo), konfokální mikroskop

Na tyto výsledky navazovalo porovnání VS s TT stavem v režimu se zařazenou deformací 2 mm za 0,3 s. Stejně jako v předcházejících vzorků se zařazenou def. bylo u výchozího stavu eutektikum rozloženo stejnoměrně, velikost zrna se ale oproti VS bez def. nezměnila (Obr. 82). TT stav naproti tomu vykazoval pokles velikosti zrna z 11 až 12 μm na 8 až 9 μm (Obr. 83).



Obr. 82 – Porovnání výchozího stavu (vlevo) a torzně tvářeného vzorku (vpravo) po zpracování v semi-solid stavu s deformací, světelný mikroskop



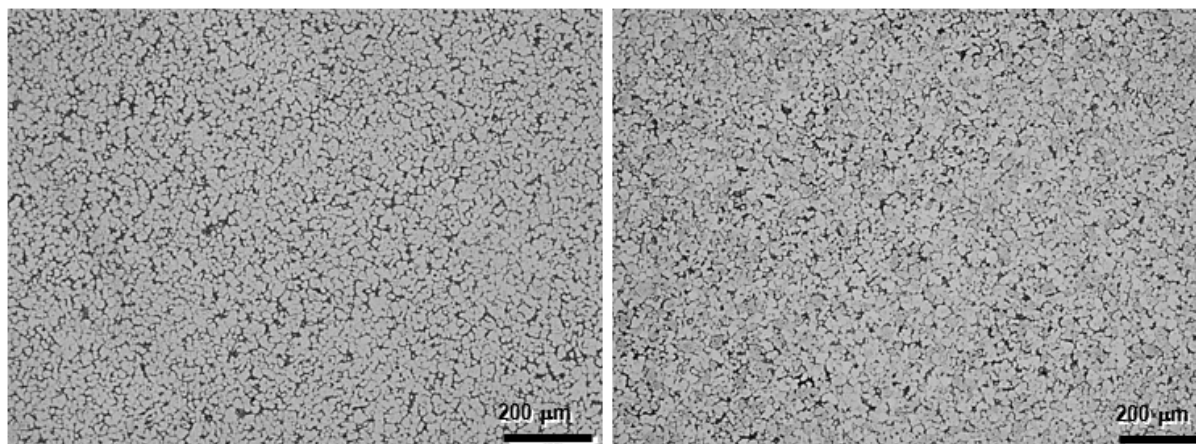
Obr. 83 – Detail výchozího stavu (vlevo) a torzně tvářeného vzorku (vpravo) po zpracování v semi-solid stavu s deformací, konfokální mikroskop

Porovnání výsledků je pak zaznamenáno v Tab. 4

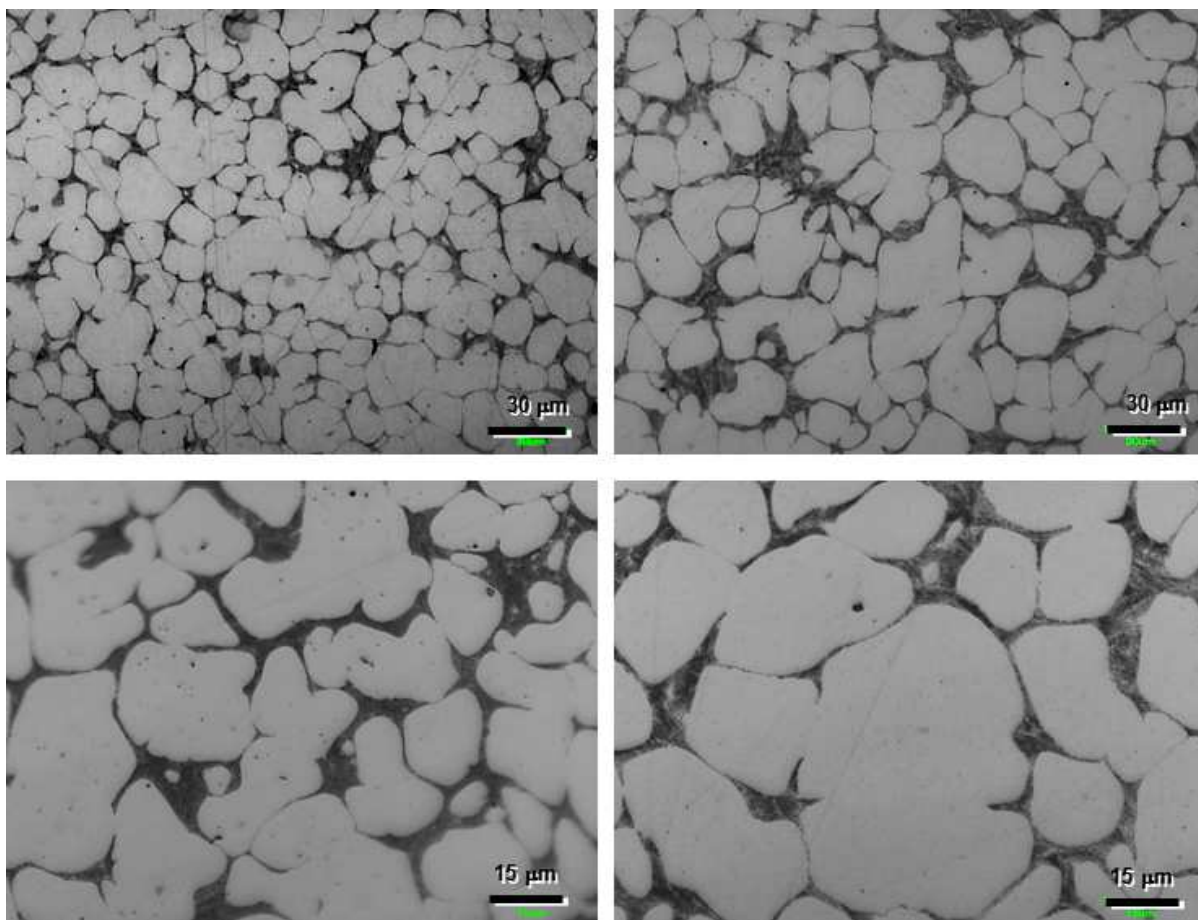
Tab. 4 - Souhrn výsledků ve sledované středové oblasti TT vz. po SS zpracování

	Velikost zrna [μm]	Rozdíl v uspořádání E [A/N]	Tvrдость [HV30]
Bez deformace			
Výchozí stav	10 - 13	-	380
Torzně tvářeno	11 - 12	A	365
Deformace 2 mm / 0,3 s			
Výchozí stav	10 - 13	-	389
Torzně tvářeno	8 - 9	A	361

Dále byl experiment doplněn o tvářeni výchozího stavu s vloženou deformací o velikosti 7 mm za 0,3 s, oproti do té doby aplikovaným 2 mm. Aby mohl být velký objem vytlačeného materiálu analyzován, musel být vzorek hodnocen v příčném řezu. Tento byl sice porovnán s VS s deformací 2 mm za 0,3s který ale byl hodnocen v podélném řezu. Přesto nebyl mezi oběma případy zjištěn žádný rozdíl v rozložení eutektika, nicméně velikost zrna u takto zpracovaného vzorku paradoxně vzrostla v průměru na 17, až 20 μm tvrdost zůstala na podobných 362 HV30 (Obr. 84, Obr. 85).



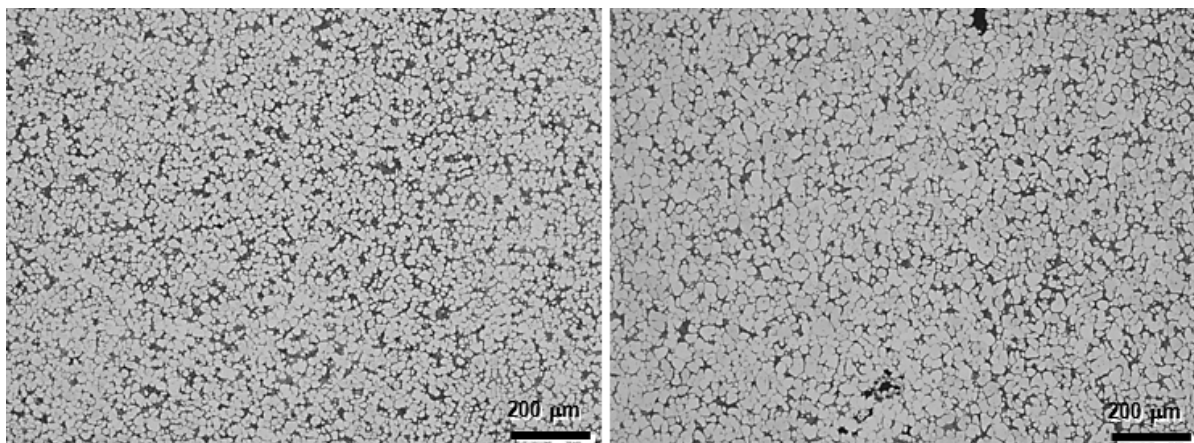
Obr. 84 – Výchozí stav, deformace 2 mm/0,3 s podélný řez (vpravo), 7 mm/0,3 s příčný řez (vlevo), světelný mikroskop



Obr. 85 – Detail mikrostruktur, deformace 2 mm/0,3 s podélný řez (vpravo), 7 mm/0,3 s příčný řez (vlevo), konfokální mikroskop

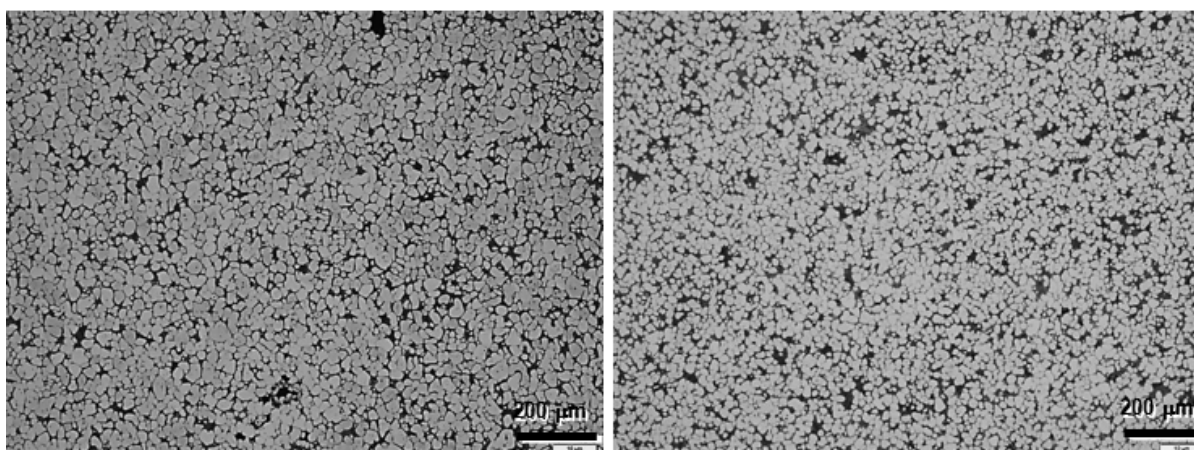
Tento rozdíl byl vysvětlen až při revizi průběhu režimu zpracování vzorku, kdy proces proběhl podle zadaných parametrů, ale po 1 s od ukončení ochlazení vzorku chybou v zadání režimu skokově vzrostla teplota až na původních 1265°C po dobu 2 s podle záznamu, načež odpadl termočlánek a informace o teplotě se ztratila. Režim byl samozřejmě následně ukončen.

Další experiment byl založen na myšlence tixovat již odtixovanou strukturu. Vzorek z VS byl přiveden stejně jako v předcházejících případech do SS stavu na teplotu 1265°C za 56 s a následně ochlazen. Na rozdíl od předchozích experimentů nebyl ochlazen na pokojovou teplotu vodní mlhou za 2 s, ale na vzduchu za cca 40 s. Odvod tepla byl zajištěn kuželovými konci vzorku uloženými ve vodou chlazených měděných elektrodách experimentálního zařízení. Mikrostruktura tohoto vzorku vykazovala výrazně zhrubnuté austenitické zrno, které mělo velikost 18 až 20 μm. Tento efekt nastal patrně v důsledku delší prodlevy na teplotě v semi-solid stavu při ochlazování (Obr. 86).

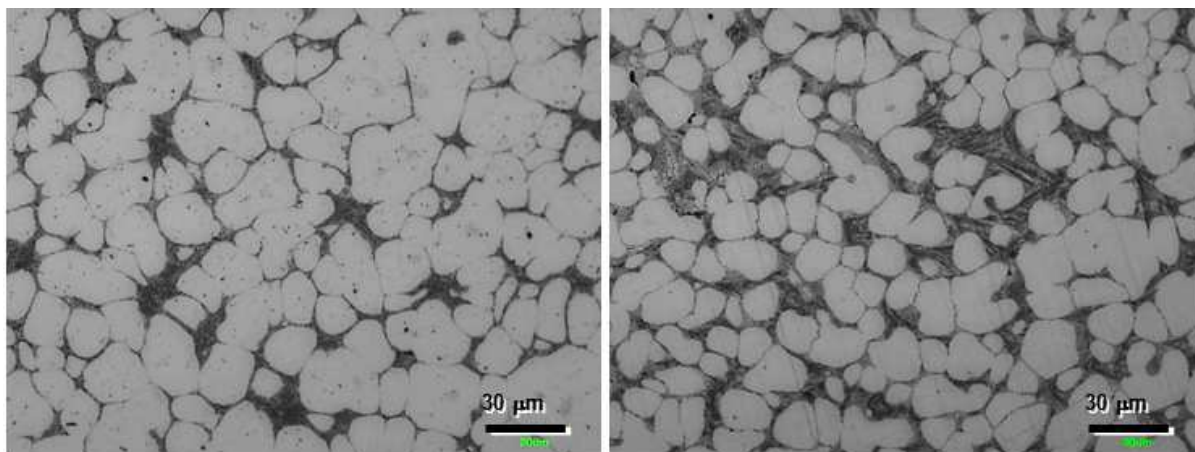


Obr. 86 – torzně tvářený stav, semi-solid zpracování bez deformace. Ochlazení 2 s (vlevo), ochlazení na vzduchu 40 s (vpravo)

Po ochlazení na vzduchu byl vzorek umístěn do formy, kde byl za stejných podmínek znovu přiveden do SS stavu a tixoformován s deformací 2 mm za 0,3 s. V porovnání s výchozím polotovarem došlo ke zjemnění z 18 až 20 μm , na 10 – 11 μm . Rozložení eutektika zůstalo beze změny, ale lehce se zvýšil jeho podíl ve sledované oblasti (Obr. 87, Obr. 88).



Obr. 87 - Ochlazení 40 s bez deformace (vlevo). Def. 2 mm/0,3 forma provedeno po ochlazení za 40 s bez deformace (vpravo), torzně tvářeno, světelný mikroskop



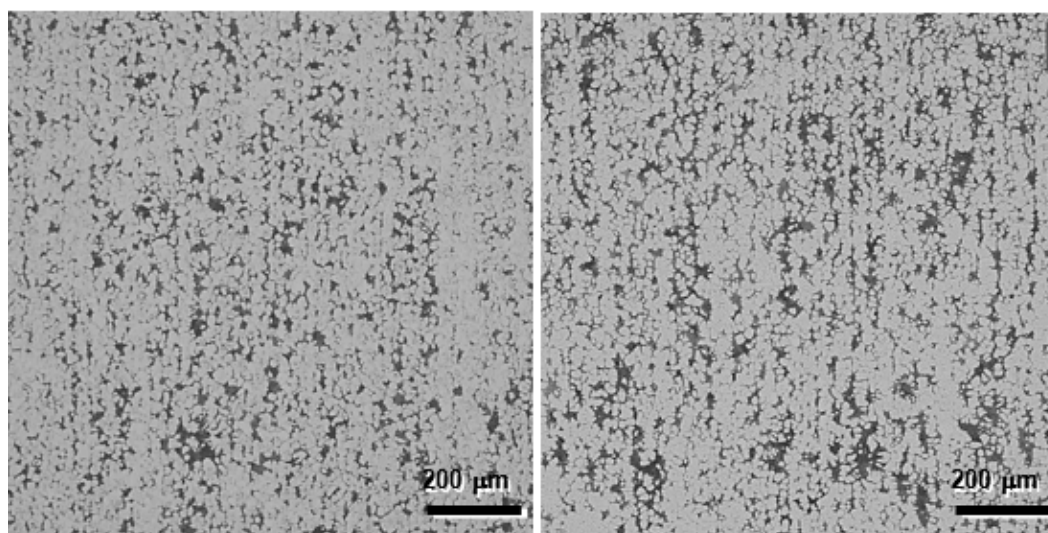
Obr. 88 – Detail mikrostruktury, def. 2 mm/0,3 s forma. VS (vlevo), TT po ochlazení za 40 s. bez deformace (vpravo), konfokální mikroskop

Tyto výsledky nebyly zatím zcela ukončeny a budou předmětem dalšího zkoumání.

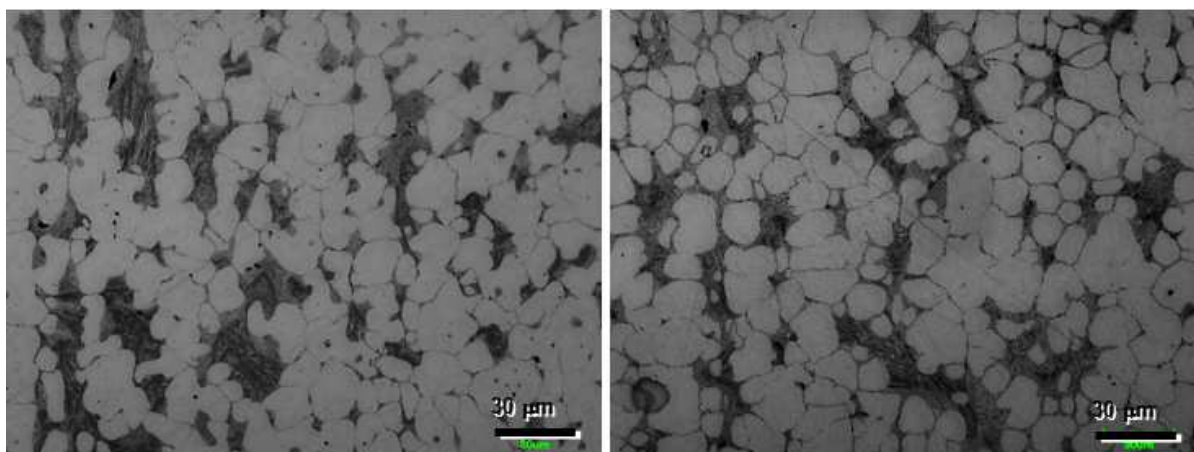
5.3.4.2 Zrychlený ohřev

Po serii těchto experimentů byl zkoušena změna rychlosti ohřevu. Namísto původních 56 s byl celkový čas stupňovitěho ohřevu zkrácen na 9 s. Parametry ochlazení a případné deformace a ochlazení zůstaly nezměněny.

Při porovnání vzorků z VS, s rozdílnou rychlostí ohřevu nevyplývaly významnější rozdíly. Struktura zůstala vyřádkovaná, velikost austenitických zrn i podíl eutektika se nezměnily (Obr. 89, Obr. 90).

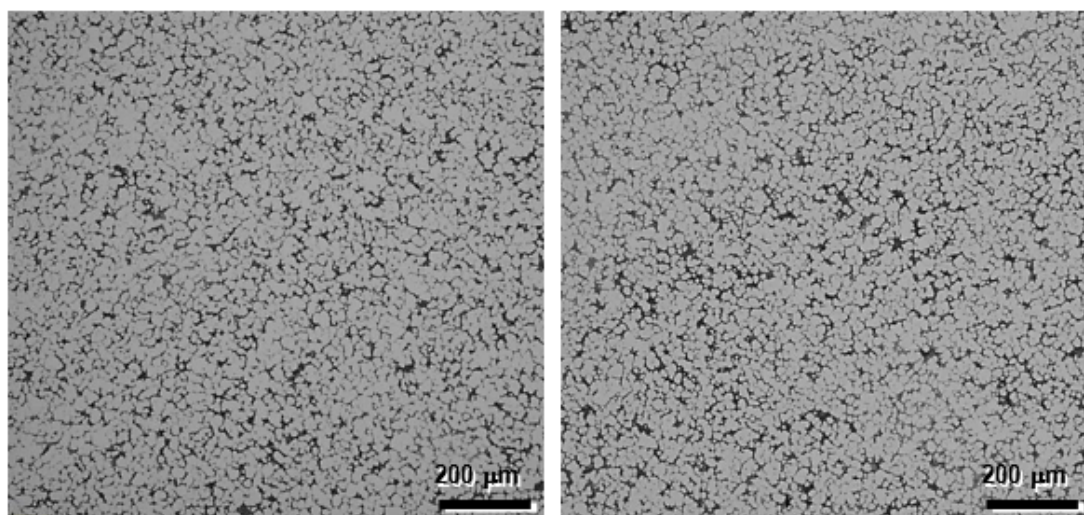


Obr. 89 – Porovnání zrychleného a běžného ohřevu do SS stavu, bez deformace, ohřev 56 s (vlevo), ohřev 9 s (vpravo), světelný mikroskop

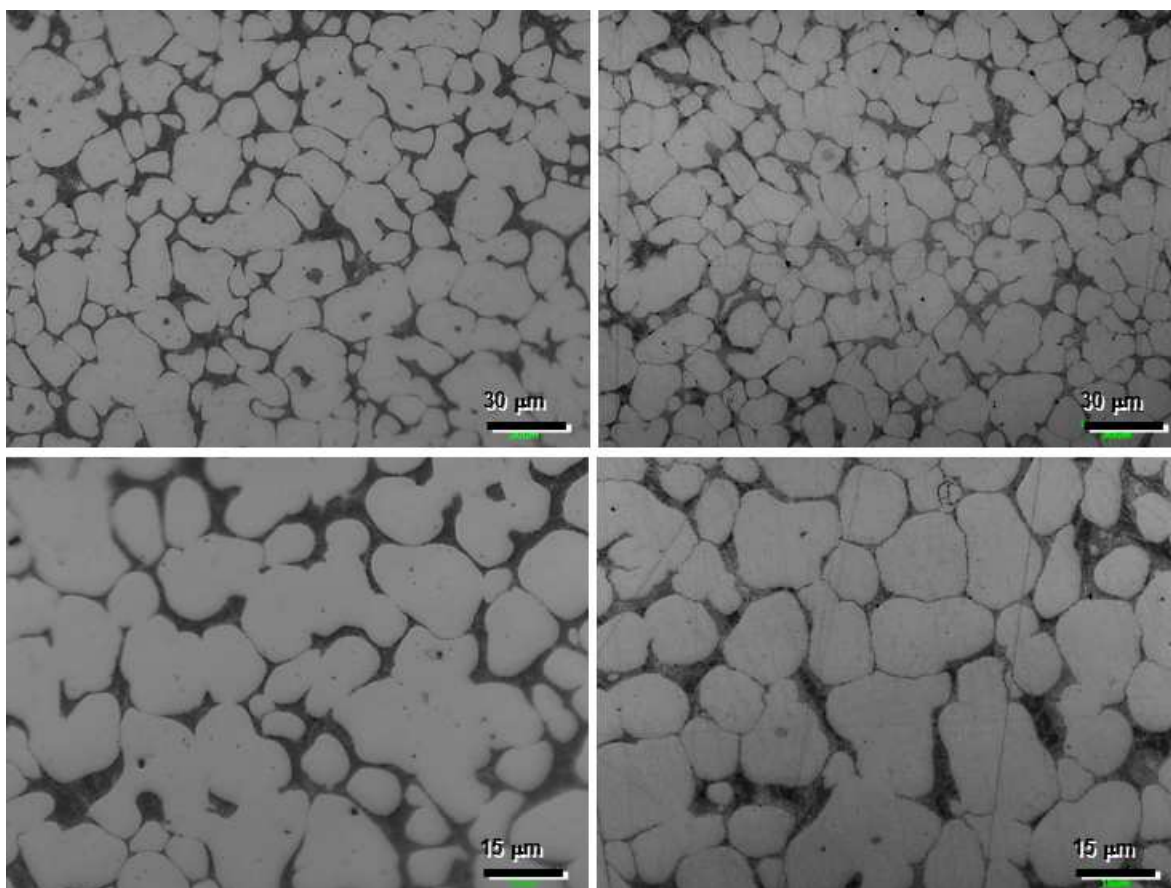


Obr. 90 – Detail mikrostruktury zrychleného a standardního ohřevu, ohřev 56 s (vlevo), ohřev 9 s (vpravo), konfokální mikroskop

Rozdíl nepřineslo ani porovnání VS s deformací nebo bez def. se zrychleným ohřevem (Obr. 91, Obr. 92).

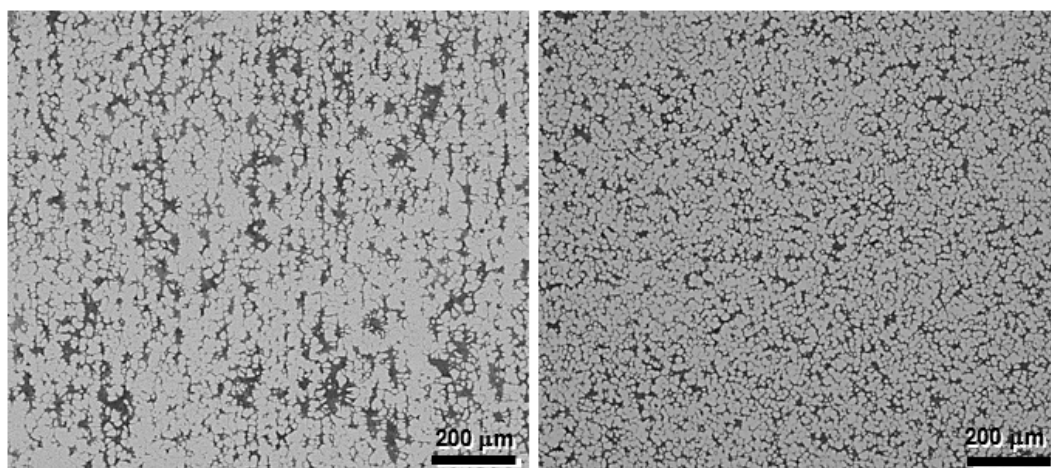


Obr. 91 - Porovnání zrychleného a běžného ohřevu do SS stavu s deformací, ohřev 56 s (vlevo), ohřev 9 s (vpravo), světelný mikroskop

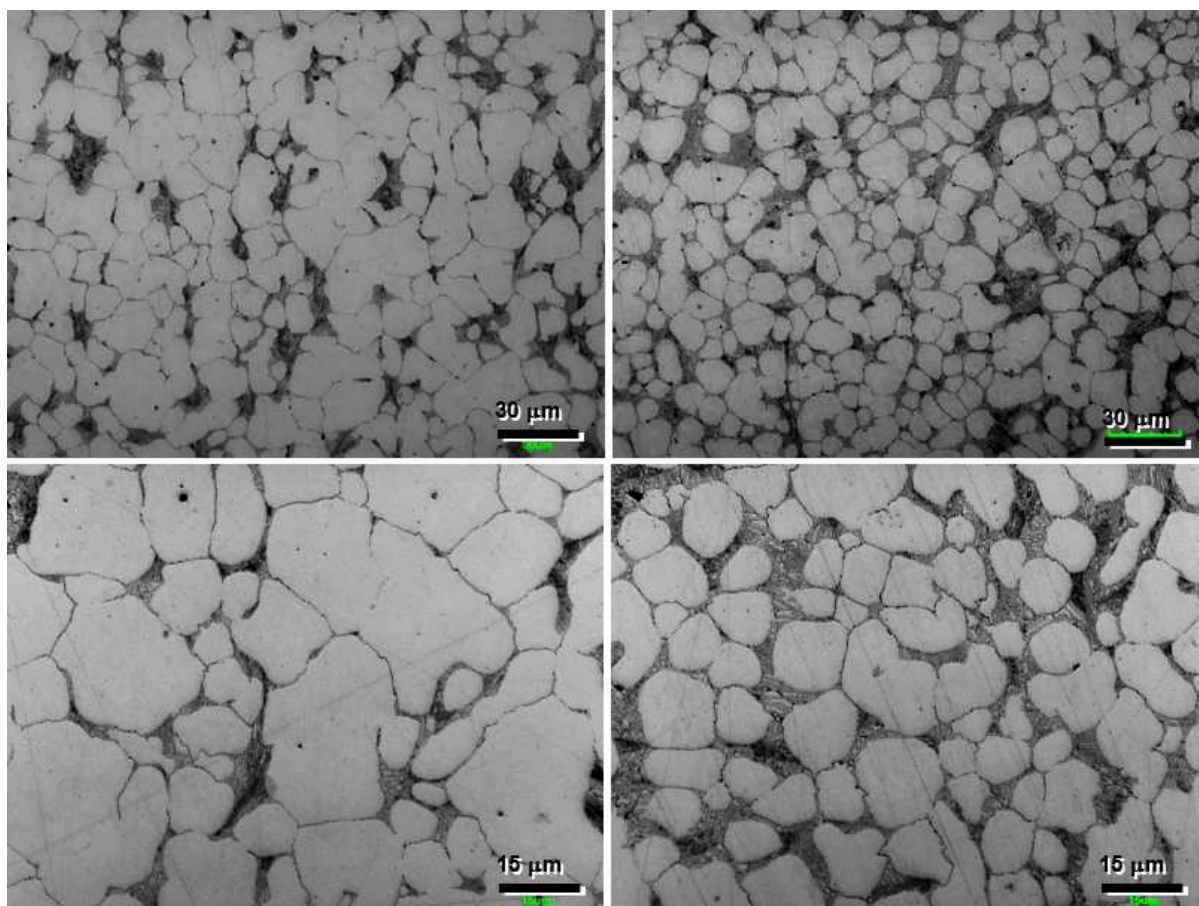


Obr. 92 – Detail mikrostruktury zrychleného a běžného ohřevu do SS stavu s deformací, ohřev 56 s (vlevo), ohřev 9 s (vpravo), konfokální mikroskop

Výraznější výsledek přineslo porovnání rychlého ohřevu výchozího a a torzně tvářeného stavu, kdy došlo ke zjemnění austenitického zrna na cca. polovnu z 10 až 13 μm na 5 až 6 μm (Obr. 92, Obr. 93). Podíl eutektika zůstal v obou případech beze změny. Rozložení eutektika u TT stavu bylo oproti VS pravidelné, bez vyřádkování, stejně jako v případě pomalého ohřevu.

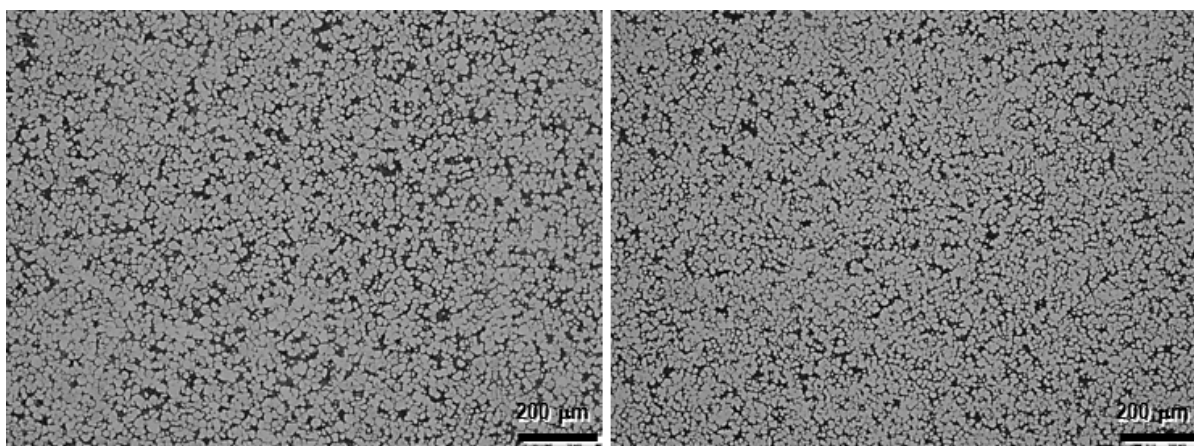


Obr. 93 – Porovnání výchozího stavu (vlevo) a torzně tvářeného stavu (vpravo) při zrychleném 9s ohřevu bez deformace

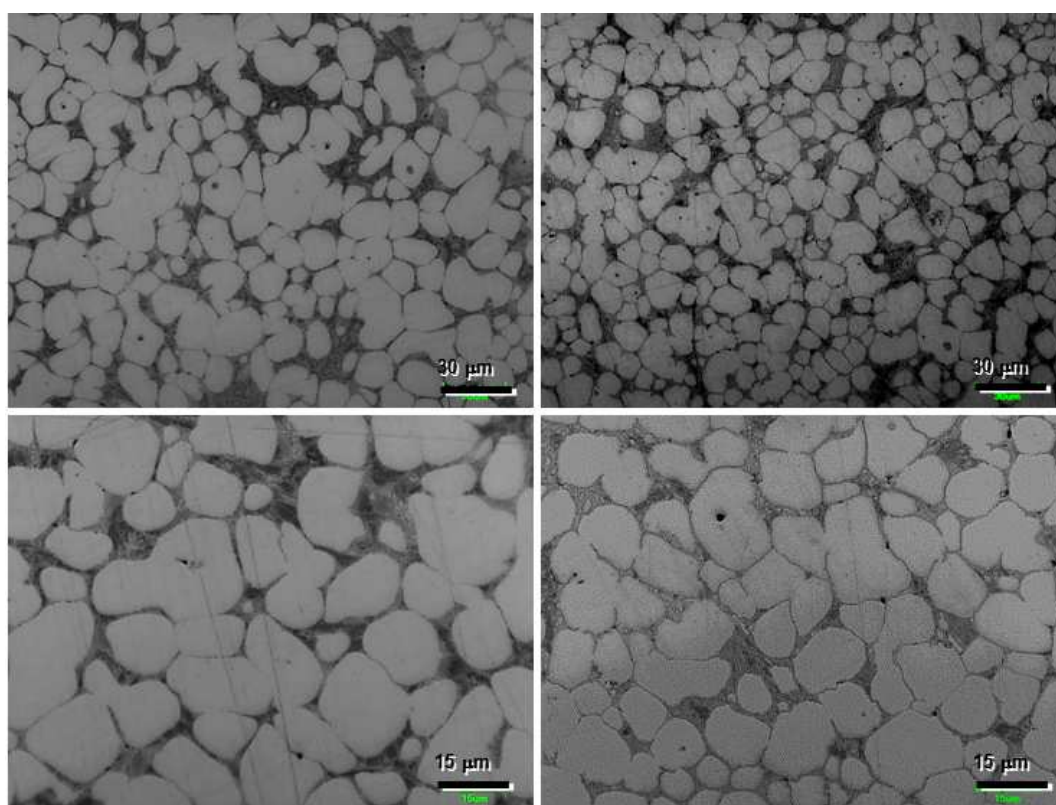


Obr. 94 – Detail mikrostruktur po zrychleném ohřevu 9 s, VS (vlevo), TT (vpravo) konfokální mikroskop

Zrychlený ohřev TT stavu bez deformace se oproti původnímu ohřevu neprojevil jemnozrnější strukturou (Obr. 95, Obr. 96).



Obr. 95 – Porovnání různých rychlostí ohřevu do semi-solid stavu torzně tvářeného stavu, ohřev 56 s (vlevo), ohřev 9 s (vpravo), bez deformace, světelný mikroskop

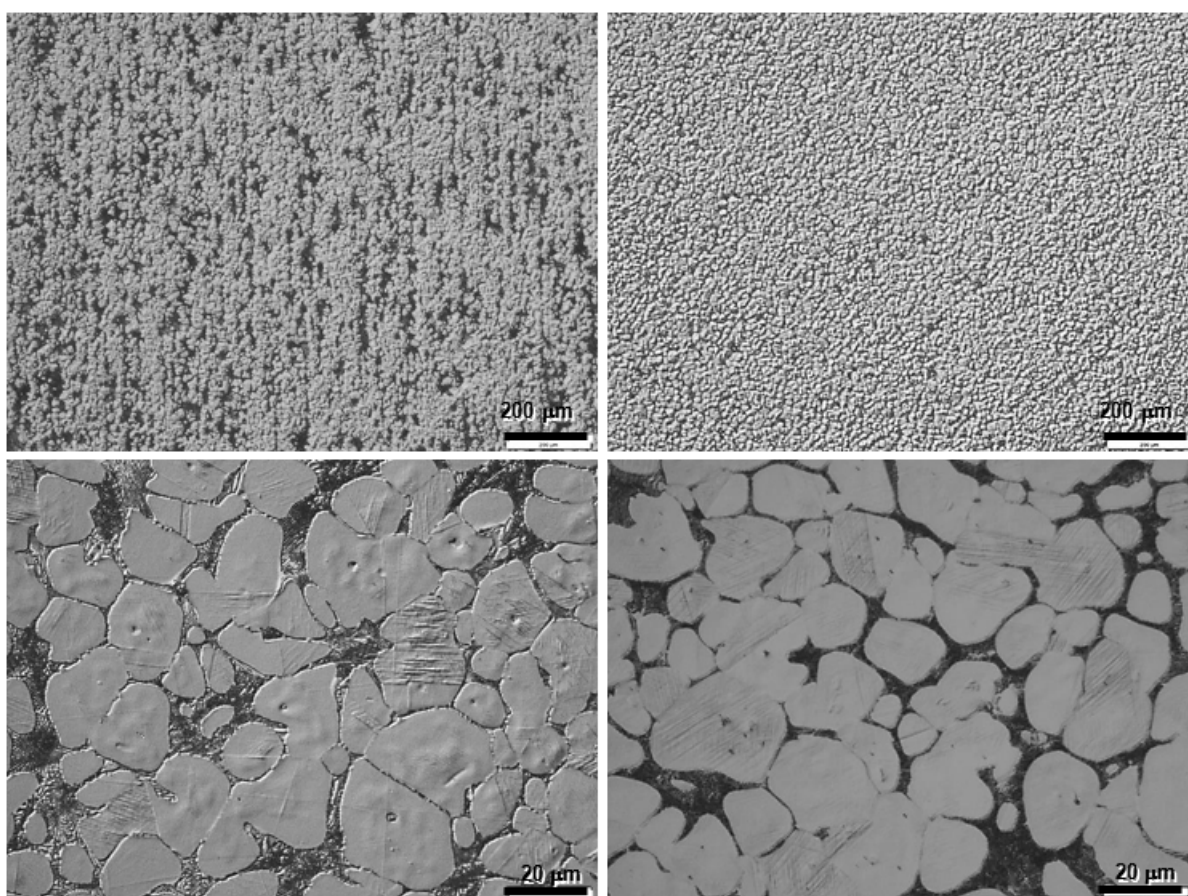


Obr. 96 - Porovnání různých rychlostí ohřevu do semi-solid stavu torzně tvářeného stavu, ohřev 56 s (vlevo), ohřev 9 s (vpravo), bez deformace, konfokální mikroskop

Po provedení této serie analýz bylo přistoupeno k focení a anlyze struktur naleptaných ve V₂A a focených na SM v polarizovaném světle. Nejprve bylo provedeno porovnání struktru dvou vzorků VS zpracovaných s i bez deformace s ohřevem za 9 s a rychlým ochlazením. Velikost zrna i rozložení eutektika zůstaly stejně, jako v případě ohřevu za 59 s beze změny.

Rozdíl nastal jen díky rozdílné poloze polarizátoru, kdy na vzorku bez deformace bylo využito výraznější polarizace, v druhém případě byla aplikována jen nevýrazná polarizace.

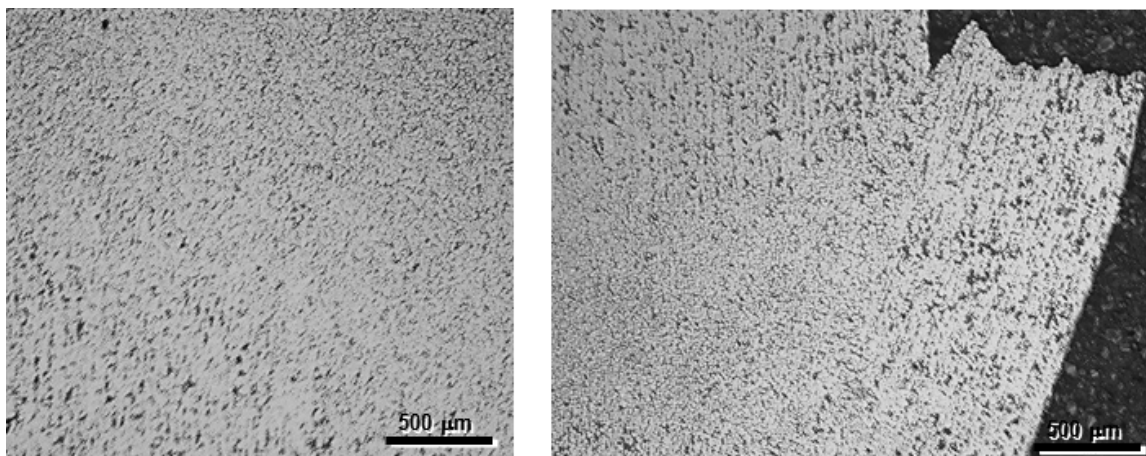
Tato metoda vedla ke zdůraznění mikrostrukturních znaků, jako dvojčat, M-A složky, nerozpuštěných sekundárních karbidů a v neposlední řadě i ke zdůraznění vzájemného kontrastu mezi zrny austenitu, M-A složky a eutektika. Proto byla tato metoda přijata jako hodnotící metoda, s výjimkou porovnání při malých zvětšeních, kdy je samozřejmě nemožné dosahovat díky vysokému reliéfu povrchu vzorku dostatečné hloubky ostrosti (Obr. 97).



Obr. 97 – Výchozí stav, leptáno V₂A, polarizované světlo, dvě polohy polarizátoru. Bez deformace, výrazná polarizace (vlevo), s deformací, nevýrazná polarizace (vpravo), světelný mikroskop

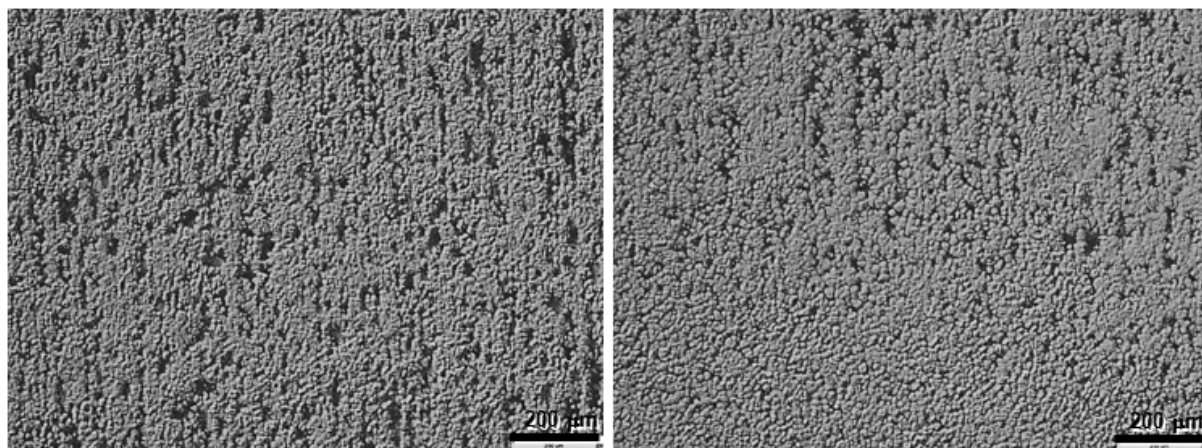
Po tomto zjištění byla opakovaně provedena kontrastnější analýza textury vzorku v podélném řezu. Byl využit vzorek ve VS s vloženou deformací 2 mm za 0,3 s a se zrychleným ohřevem.

Ze serie snímků lze dobře sledovat přechod z vyřádkované okrajové oblasti do středu, kde je struktura vlivem míchání při deformaci homogení bez vyřádkování (Obr. 98). Navíc došlo, patrně vlivem rychlého ohřevu, k ostrému teplotnímu přechodu a vylomení celého segmentu okraje vzorku do strany, na kterém je jasně patrná řádkovistost, namísto vytvoření tvaru produktu. (Obr. 99, Obr. 100).

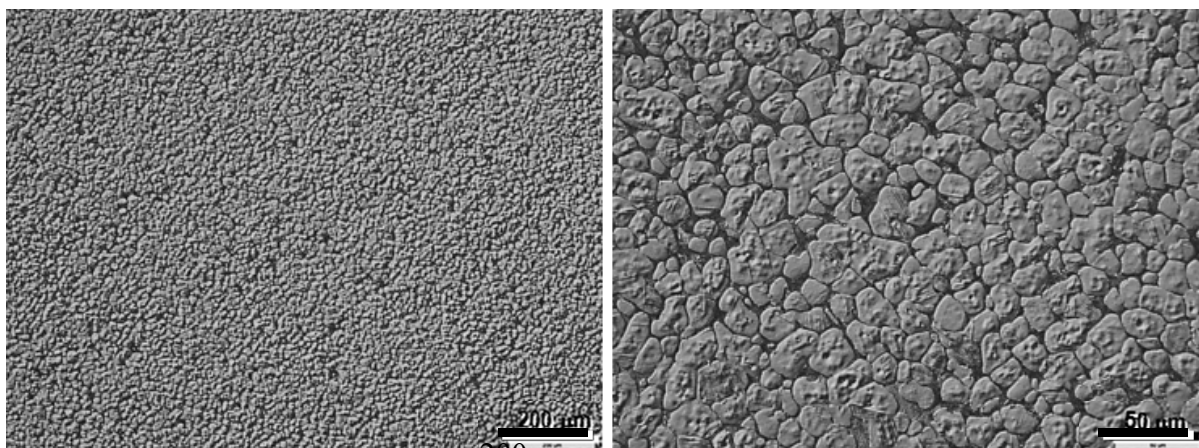


Obr. 98 - Středová oblast, podélný řez, levá polovina (vlevo), pravá polovina vylomení celistvého kusu vzorku (vpravo)

Porovnání VS a TT stavu bez deformace v polarizovaném světle potvrdilo závěry původní analýzy v nepolarizovaném světle.

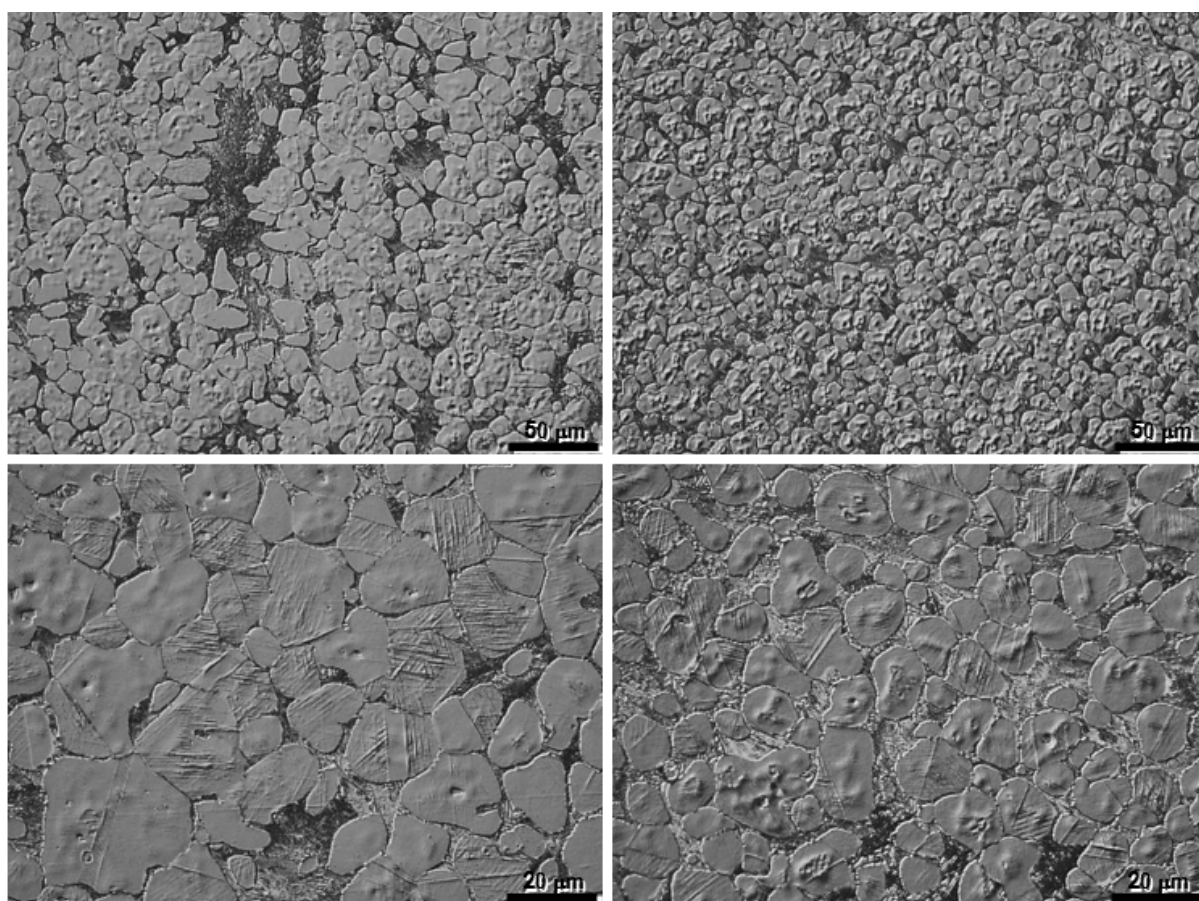


Obr. 99 - Vyřádkované eutektikum nad přechodem do středové singulární oblasti (vlevo), přechod z vyřádkované do středové obl. (vpravo)



Obr. 100 - Středová oblast, singulární oblast

V následujících snímcích je porovnán VS se TT stavem bez deformace, porovnání dokládá předchozí závěry. Díky nové metodice focení v polarizovaném světle jsou výsledky přehlednější (Obr. 101).



Obr. 101 - SM, polarizované světlo, bez deformace, VS (vlevo), TT (vpravo)

Výsledky porovnání TT stavu s VS při rychlém ohřevu jsou uvedeny v následující tabulce.

Tab. 5 – Výsledky porovnání TT a VS stavu. Ohřev 1265°C/9 s.

	Velikost zrna [μm]	Rozdíl v uspořádání E [A/N]	Tvrдость [HV10]
Bez deformace			
Výchozí stav	10-13	-	367
Torzně tvářeno	5-6	A	402
Deformace 2 mm / 0,3 s			
Výchozí stav	10-13	-	366

A. ECAP

Po provedení této serie porovnání VS s TT stavem v různých režimech zpracování, mohl být zahájena obdobná řada experimentů na vzorcích připravených za pomoci ECAP. Výroba vzorků byla podobná jako v případě TT. Vzorky po ECAP se musely po vyjmutí z ochranného pouzdra kvůli deformaci způsobené průchody kanálem přepracovat na soustruhu (Obr. 102). Potom byly naděleny středy o délce 12 mm, na které se navařily koncové kužely stejně, jako v případě TT vzorků.

Zároveň bylo rozhodnuto, že na velikost zrna, jako hlavního hodnotícího parametru pro porovnání vlivu výchozí struktury na strukturu vzniklou po SS zpracování nemá zpracování ve formě ani zpracování s vloženou deformací oproti zpracování v SS stavu, tj. jen ohřev do SS stavu a rychlá solidifikace výrazný vliv. Proto byla následující serie experimentů provedena bez formy i bez deformace.

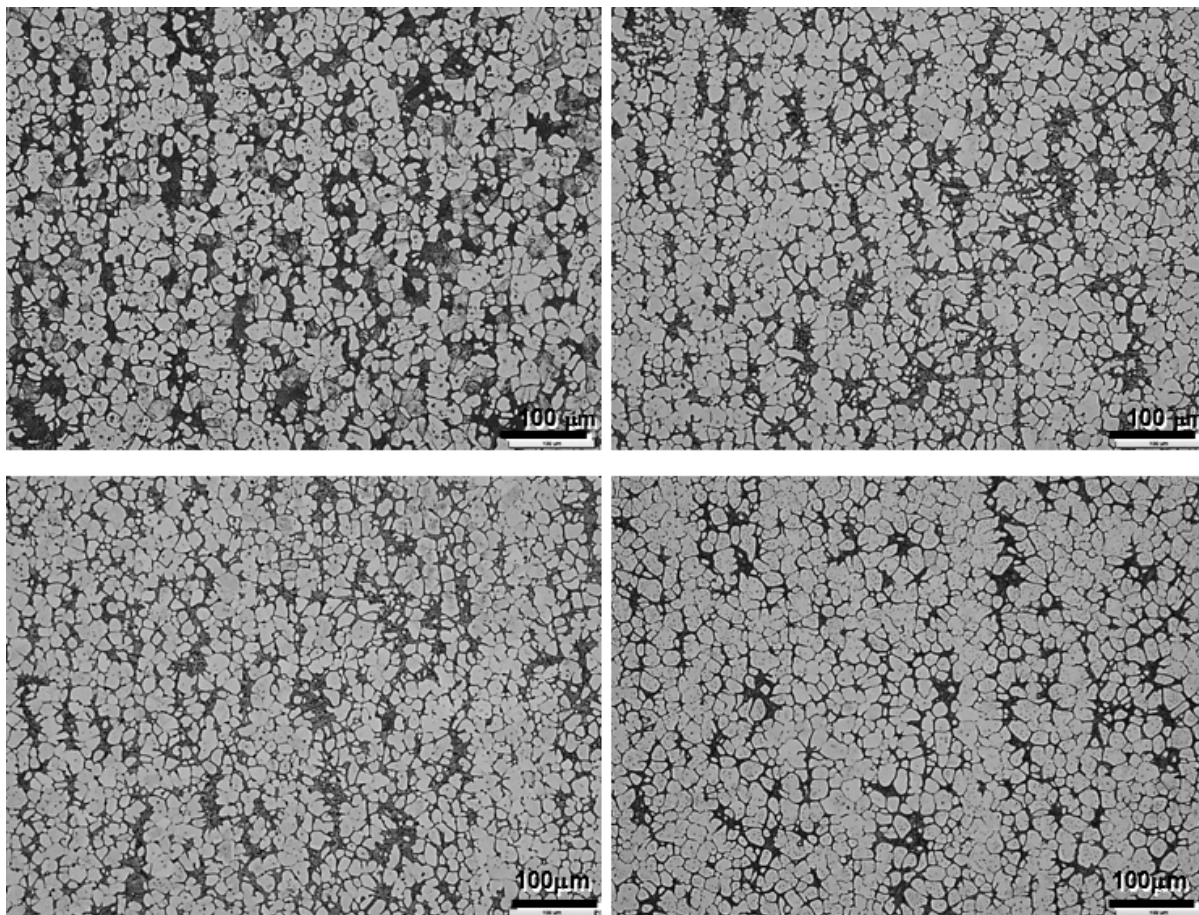


Obr. 102 - Vzorek po 4 průchodech kanálem ECAP

Byly zpracovány tři stavy po ECAP. Tři a čtyři průchody kanálem „Route C“ s označením ECAP 3C a 4C a čtyři průchody kanálem „Route B“ s označením ECAP 4B.

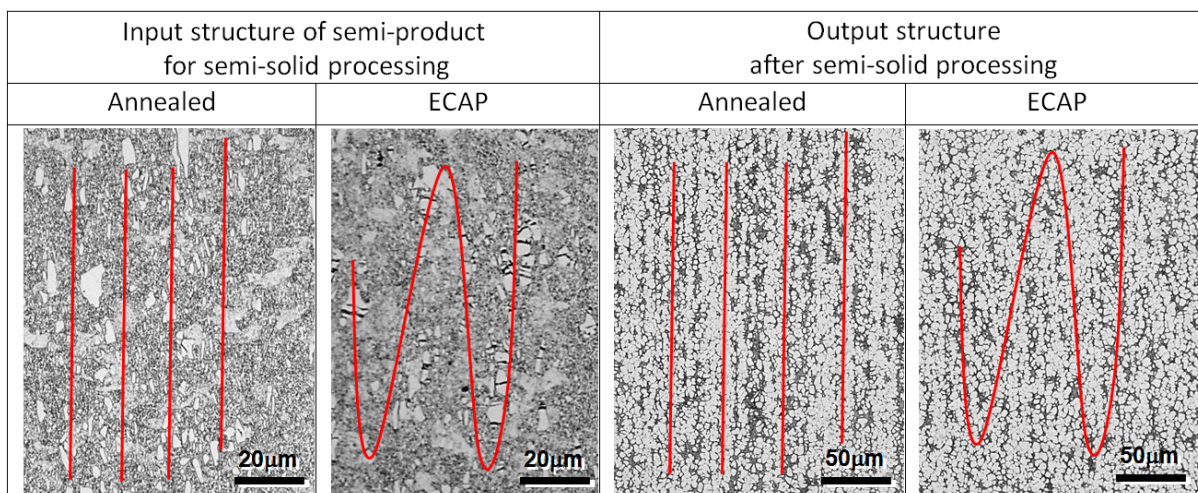
Všechny čtyři vzorky byly ohřáty na teplotu 1265°C stupňovitým ohřevem za 9s a následně ochlazený na pokojovou teplotu za 2 s.

V porovnání všech ECAPem připravených stavů s VS, se velikost zrna ve sledované oblasti nezměnila. Mírně patrná byla změna v pravidelnosti a v orientaci eutektického síťoví, které oproti žíhanému stavu nevytváří tolik úsečkově pravidelně orientovaných oblastí a má méně pravidelný charakter (Obr. 103).



Obr. 103 - Zleva z vrchu: VS, 4B, 3C, 4C

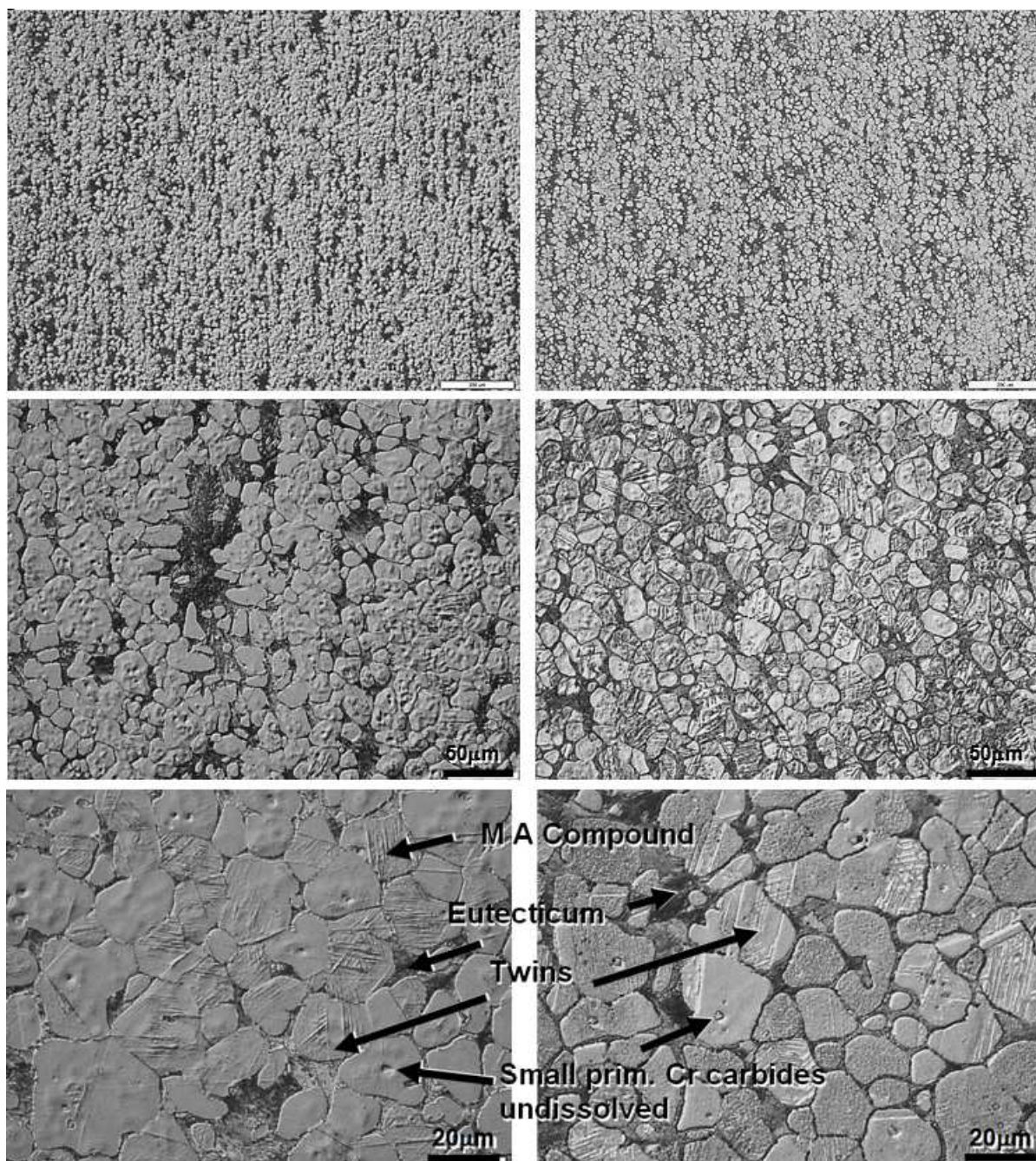
Nejvýraznější rozdíly byly pozorovány u vzorku 4C (Obr. 104).



Obr. 104 - Vliv uspořádání primárních karbidů na uspořádání eutektického síťoví ve stavu před a po ECAP 4C a semi-solid zpracování

Při podrobnějším zkoumání a porovnání vzorku ECAP 4C bylo dále patrné, že eutektické síťoví bylo rozloženo i po hranicích jednotlivých polygonálních zrn a nevytvářelo hrubší uskupení. Rovněž velikost a tvar zrna jsou mírně odlišné. U ECAPem modifikované struktury byl tvar polygonálních útvarů více pravidelný (Obr. 105).

S porovnání ostatních sledovaných mikrostrukturních charakteristik, nebyl pozorován žádný významější rozdíl. Struktura v obou případech obsahovala malé nerozpuštěné karbidy Cr uvnitř zrna, M-A složku a dvojčata. Rovněž rozdíl v tvrdosti byl nevýrazný, oproti původním 350 HV30 u VS vzrostla na 380 HV30.



Obr. 105 – Porovnání struktury výchozího stavu (vlevo) a ECAPu 4C (vpravo)

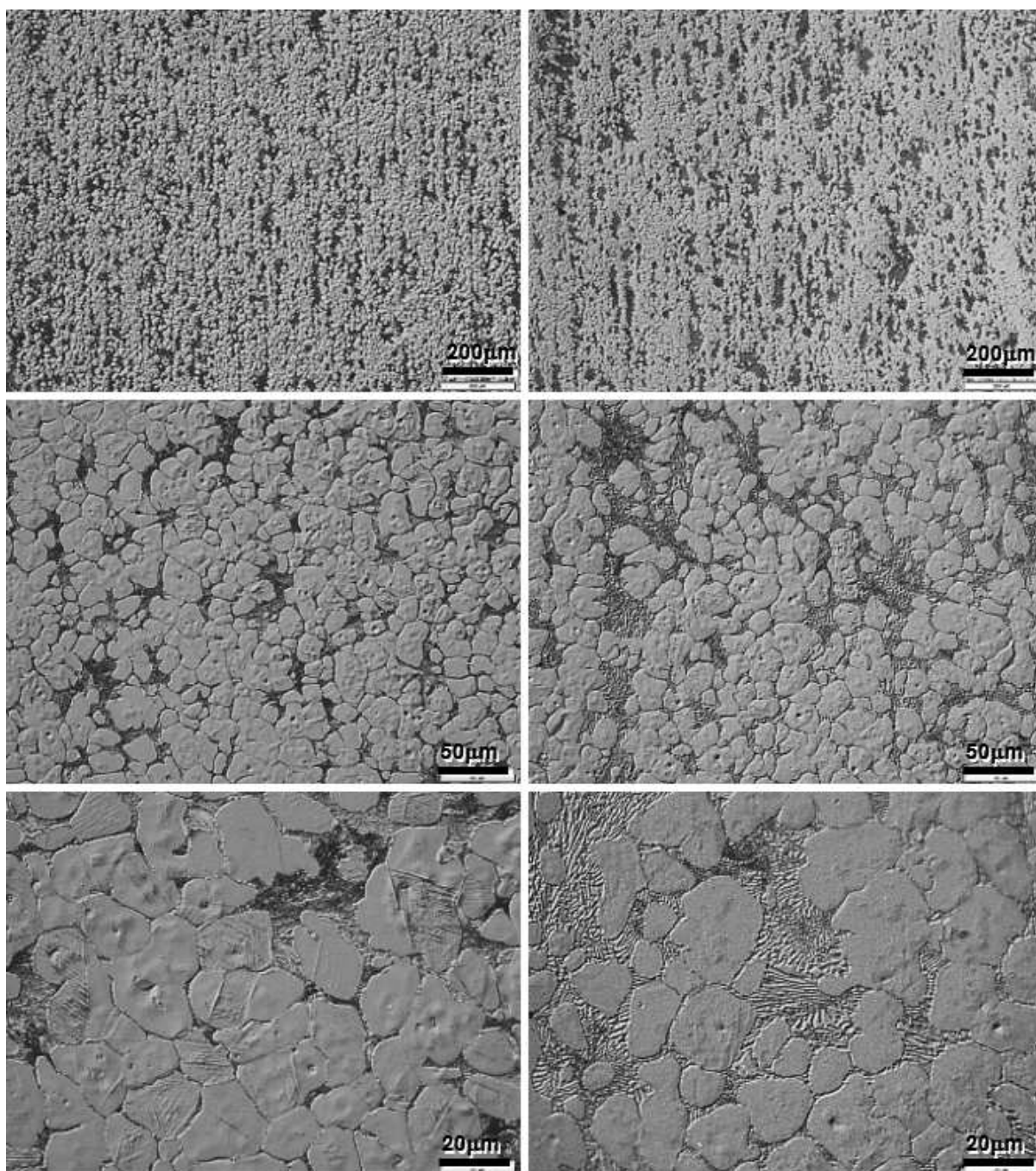
Tab. 6 – Shrnutí dosažených výsledků. Ohřev 1265°C/9 s

	Velikost zrna [μm]	Rozdíl v uspořádání E [A/N]	Tvrдость [HV30]
Bez deformace			
Výchozí stav	10-13	-	367
ECAP, 4 průchody route C	10-13	A	383

B. Teplotní cyklování

V režimu zrychleného ohřevu bylo provedeno i pozorování TC stavu. V tomto případě byl TC stav připraven cyklováním mezi 150°C až 1000°C, namísto původních 850°C. Bylo provedeno 10 cyklů. Vzorek nese označení TC1000. Tvrдость vzorku byla naměřena 802 HV30.

V porovnání s VS je u vzorku TC 1000 oblasti s většími shluky eutektika, při větším zvětšení je patrné že se v zrnech nevyskytují dvojčata, ani M-A složka (Obr. 106).



Obr. 106 - VS (vlevo), TC1000 (vpravo)

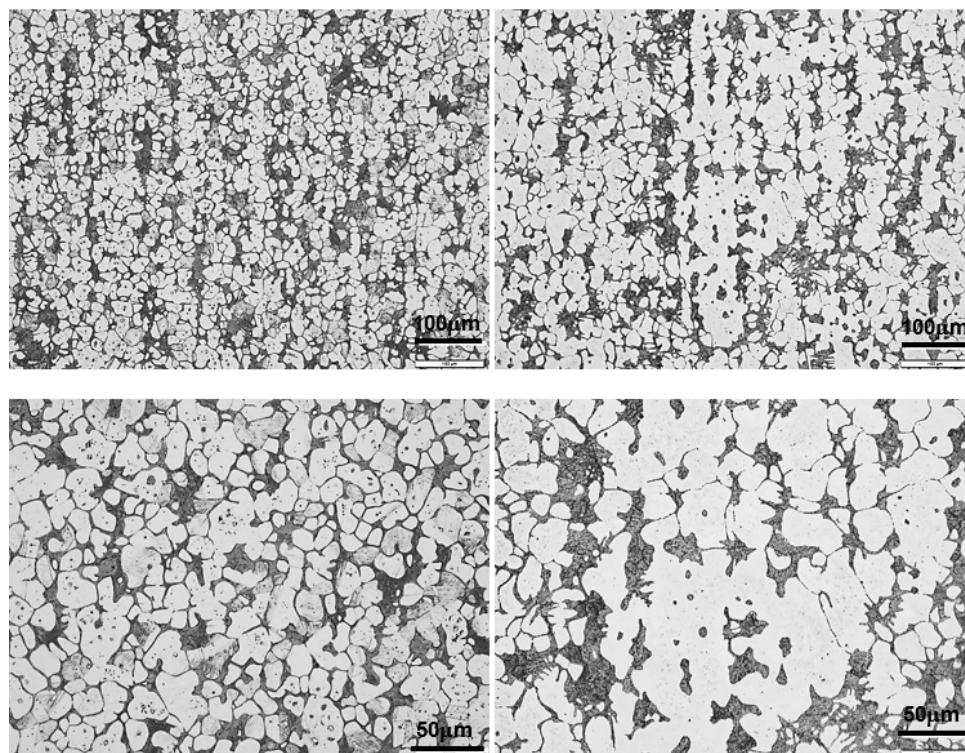
Tab. 7 – Shrnutí dosažených výsledků Ohřev 1265°C/9 s

	Velikost zrna [μm]	Rozdíl v uspořádání E [A/N]	Tvrdost [HV30]
Bez deformace			
VS	10-13	-	367
TC	10-13	A	374

C. Vysokoteplotní žihání na zhrubnutí zrna

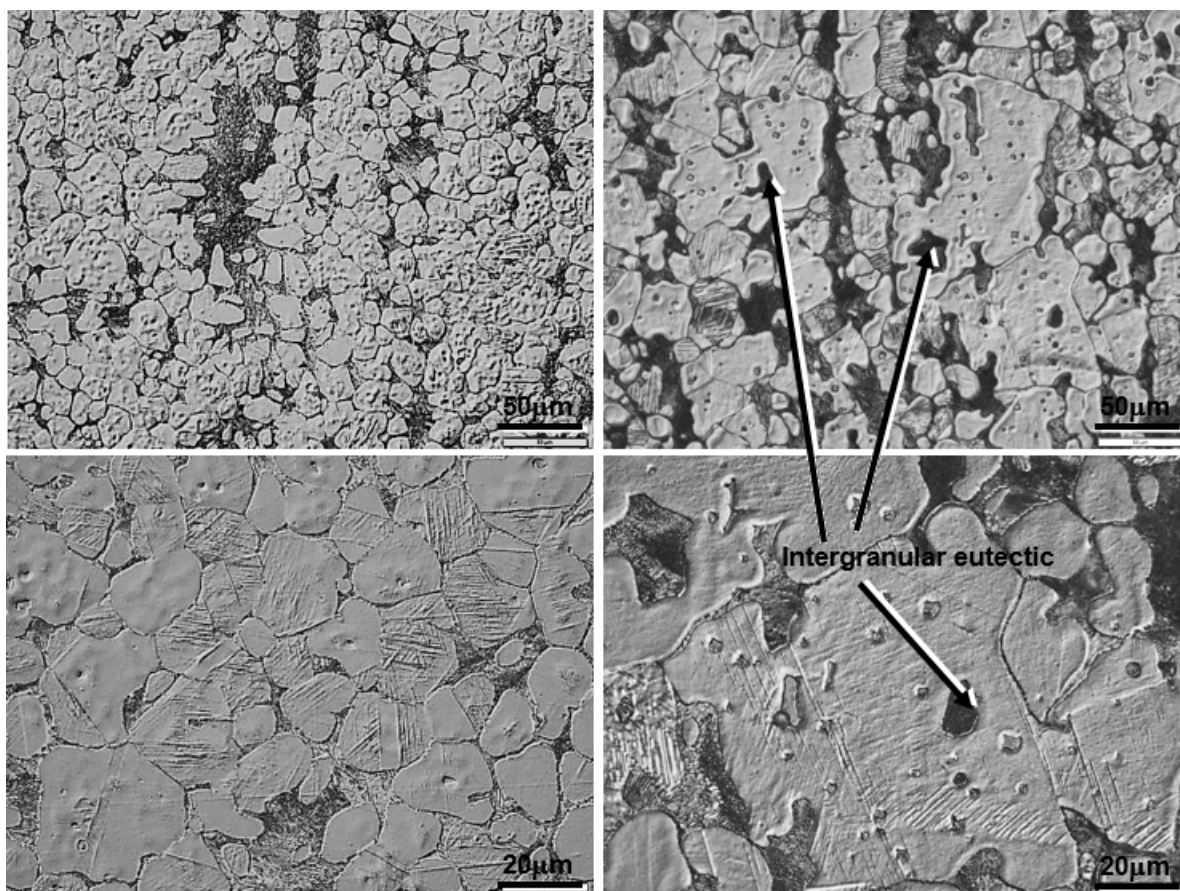
Další experiment byl zaměřen na SS zpracování vysokoteplotně žihaného stavu ke zhrubnutí zrna bez deformace s rychlým stupňovitým ohřevem za 9 s a rapidní solidifikací na teplotu 20°C za 2 s.

Porovnání s VS stavem přineslo velmi významný výsledek v hodnocení velikosti zrna, které vyrostlo z původní 10 až 13 μm na 43 až 59 μm . Široký rozptyl velikosti zrna byl dán velkými rozdíly mezi hodnocenými poli. V některých oblastech vzorku se dokonce objevovala zrna, jejichž maximální velikost dosahovala hodnoty až 200 μm . Vliv přenosu hrubozrnné výchozí struktury po zpracování SS stavu byl velmi dobře patrný (Obr. 107).



Obr. 107 – porovnání výchozího stavu VS (vlevo) a žihaného stavu na teplotě 1200°C/1h (vpravo)

Při dalším porovnání je u stavu po vysokoteplotním žihání jasně patrný vyšší podíl intergranulárního eutektika uvnitř zrna (Obr. 108). Další rozdíly v mikrostruktuře nebyly pozorovány. Tvrdost u žihaného stavu poklesla oproti VS z 350 na 340 HV 30 (Tab. 8).



Obr. 108 - VS (vlevo), VŽ (vpravo)

Tab. 8 – Shrnutí dosažených výsledků Ohřev 1265°C/ 9s

	Velikost zrna [µm]	Rozdíl v uspořádání E [A/N]	Tvrdost [HV30]
Bez deformace			
Výchozí stav	10-13	-	367
Vysokoteplotní žihání 1200°C/1h	43-59	A	380

5.3.4.3 Rychlá deformace

Poslední provedenou serií experimentů bylo zkoumání vlivu rychlosti deformace na vzorek. Došlo ke změně zadávání režimu pro TMT simulátor. Z původního zadání posunu aktivačního členu v [mm] za jednotku času v [s] na zadání maximální síly působící na deformační člen v [kN]. V takovémto případě vyvíjí simulátor automaticky maximální možnou rychlost deformace. Čím vyšší je tedy zadaná hodnota síly, tím je deformační rychlost vyšší. V tématu se standartně pracovalo v zadání režimu se 7 kN. Pro experiment byly doplněny hodnoty 3 a 9 kN, což bylo maximum, co byla upínací sestava včetně měděných elektrod podle zkušeností schopna přenést bez poškození. Z důvodu ochrany zařízení byla aplikována deformace s využitím formy, aby se zejména při vyšších rychlostech zabránilo uníku nataveného kovu mimo vymezenou oblast.

Nicméně ani na jednom se vzorků se změnou rychlosti nevznikl ve formě požadovaný produkt.

6 SHRUTÍ PROVEDENÝCH EXPERIMENTŮ A VÝSLEDKŮ

Tab. 9 – Příprava výchozí mikrostruktury pro semi-solid zpracování

	Výchozí stav	Teplotní cyklování	Torzní tváření	ECAP 4C	Dlouhodobé žihání	Vysokoteplotní žihání
Velikost zrna [μm]	13,5	1,8	$\geq 0,5$	0,75 – 1,25	13,5	43-59
Tvrдость [HV30]	211	650	495	375	250	300

Použité zkratky pro jednotlivé připravené stavy:

- dlouhodobé žihání – 1100°C / 48 h
- vysokoteplotní žihání - 1200°C / 1h

Tab. 10 - Zpracování připravené výchozí mikrostruktury v semi-solid stavu s rychlostí ohřevu 56s

	Výchozí stav	Teplotní cyklování	Torzni tváření	Dlouhodobé žhání
Ohřev 56 s				
Bez deformace				
Velikost zrna [μm]	10 - 13	10 - 13	11 - 12	10 - 13
Rozdíl v uspořádání E [A/N]	-	N	A	N
Tvrдость [HV30]	380	371	365	350
Deformace 2 mm / 0,3 s				
Velikost zrna [μm]	10 - 13	10 - 13	8-9	
Rozdíl v uspořádání E [A/N]	-	N	A	
Tvrдость [HV30]	389	365	361	
Forma				
	VS	TC	TC* (fenomen)	
Velikost zrna [μm]	10 - 13	10-13	4-5	
Rozdíl v uspořádání E [A/N]	-	N	A	
Tvrдость [HV30]	365	388	595	

Tab. 11 Zpracování připravené výchozí mikrostruktury v semi-solid stavu s rychlostí ohřevu 9s

Ohřev 9 s					
Bez deformace					
	Výchozí stav	Teplotní cyklování	Torzní tváření	ECAP	Vysokoteplotní žíhání
Velikost zrna [μm]	10-13	10-13	5-6	10-13	43-49
Rozdíl v uspořádání E [A/N]	N	A	A	A	A
Tvrдость [HV30]	367	374	402	383	380
Deformace 2 mm / 0,3 s					
Velikost zrna [μm]	10-13	-	-	-	-
Rozdíl v uspořádání E [A/N]	N	-	-	-	-
Tvrдость [HV30]	366	-	-	-	-

6.1.1 Vliv rychlosti ohřevu

V prvních experimentech byly vyzkoušeny režimy s 14 s dobou ohřevu na teplotu tváření, aby byla co nejvíce zdůrazněna historie předchozího zpracování. Pro porovnání vlivu rychlosti ohřevu a výdrže na ní byly navrženy další strategie zpracování a to s kratší i delší dobou ohřevu do semi-solid oblasti. U zvýšení rychlosti ohřevu bylo nezbytné upravit i používaný tvar polotovaru. Pro dosažení co největší dynamiky byl průměr aktivní části ztenčen na 3 mm. Díky tomu bylo možno zrealizovat celý proces ohřevu za extrémně krátkou dobu 3 s. Po dosažení teploty 1265°C byl vzorek zchlazen vodní mlhou podobnou rychlostí, jakou probíhá ochlazení ve formě. Tento zrychlený režim byl odzkoušen na výchozím stavu materiálu i na modifikovaném stavu pomocí metody ECAP a HPT.

Pro zjištění vlivu pomalejšího ohřevu byla použita doba ohřevu na 60 s. Ohřev byl proveden lineárně s rychlostí 21 K/s, což je 5x pomaleji než v předchozím případě. Pro pomalý

ohřev byly použity výchozí stavy modifikované SPD metodami i struktura zhrublá vysokoteplotním žháním na austenitizační teplotě. Dále byl zjišťován vliv výdrže v semi solid oblasti. Pro zjištění vlivu byly zkoušeny 3 výdrže a to 60s, 300s a 600s. Strategie s prodlouženou dobou ohřevu byly odzkoušeny na výchozím stavu materiálu.

6.1.1.1 Analýza struktur

Po zrealizování zkoušek tváření v semi-solid stavu byla provedena metalografická analýza na výbrusu v podélném řezu. Výsledná struktura byla ve všech případech tvořena polyedrickým austenitem obklopeným velmi jemnou směsí karbidů a austenitu. Jako velmi zajímavý se jeví fakt, že zkrácení doby ohřevu na 3s nemělo vliv na velikost polyedrických austenitických zrn oproti režimu s 14s ohřevem. V případě modifikované vstupní struktury pomocí HPT byla dokonce průměrná velikost při 3 s ohřevu 9,4 μm , což je o 0,9 μm větší hodnota, než u ohřevu 14s. U vstupních stavů zpracovaných metodou ECAP byla vysoká shoda velikosti výsledné struktury obou rychlostí ohřevu a naměřené odchylky se pohybovaly do 0,4 μm (Tab. 12). Největší rozdíl byl zaznamenán u výchozího stavu materiálu, kde měl zrychlený ohřev největší vliv na zjemnění polyedrických zrn. U zrychleného režimu byla průměrná velikost 9,2 μm oproti 10,9 μm změřených u pomalejšího ohřevu. U všech režimů nejrychlejšího ohřevu však byla zaznamenána zvýšená tvrdost oproti pomalejším. Tento rozdíl činil řádově 50 HV 10 a lze jej přisuzovat mírně odlišným podmínkám chlazení. Při zpracování ve formě proběhne proces tváření za 0,3 s a stejnou dobu trvá přechod se semi-solid do plně solidifikovaného stavu. Při zpracování tenkých vzorků tj. bez formy proběhlo chlazení ze semi-solid do solid stavu rychleji a to řádově za 0,1 s. Ačkoliv se tento rozdíl může jevit nevýznamný, způsobí vyloučení jemnějšího karbidického síťoví po hranicích polyedrických austenitických zrn. A tím je také dán nárůst celkové tvrdosti.

U vzorků ohřátých na teplotu tváření za 60 s byl obecně pozorován mírný nárůst velikosti zrna a to ve všech případech. Tento rozdíl je v řádech jednotek mikrometrů. Je tedy možno prohlásit, že prodloužení doby ohřevu má vliv na zhrubnutí výsledné struktury, avšak materiál si stále uchovává vliv vstupního stavu.

Velký vliv na celkový vývoj mikrostruktury má doba prodlevy na semi-solid teplotě. Již při výdrži 60 s došlo k zhrubnutí zrna a to na průměrnou hodnotu 21,9 μm . Při prodloužení této doby na 300 s došlo k dalšímu zhrubnutí a to na 27 μm . Po prodlevě 600 dosáhla průměrná velikost dokonce 35,5 μm .

Tab. 12 Vliv velikosti vstupního zrna a rychlosti ohřevu

Stav	Vel. vstupního zrna [μm]	Ohřev 3 s		Ohřev 14 s		Ohřev 60 s	
		Velikost aust. zrn [μm]	Tvrdość [HV10]	Velikost aust. zrn [μm]	Tvrdość [HV10]	Velikost aust. zrn [μm]	Tvrdość [HV10]
Výchozí	13.7	9.2 \pm 0.7	402	10.9 \pm 1.4	358	18.5	332
ECAP 3 průchody B	1.6	8.6 \pm 0.8	390	9 \pm 0.9	359	11.3 \pm 1.1	341
ECAP 4 průchody B	0.8	5.5 \pm 0.5	412	5.5 \pm 0.5	389	9.8 \pm 0.8	360
ECAP 4 průchody C	0.9	8.1 \pm 0.6	399	8.3 \pm 0.6	352	10.1 \pm 1.2	351
HPT	> 1	9.4 \pm 0.7	393	8.5 \pm 1	360	9.9 \pm 1.2	364
Teplotní cyklování	1.6	-	-	7.6		-	-
Vysokoteplotní žhání	41	-	-	12.6 \pm 1.3	391	14.6 \pm 1.8	380

6.2 Měření mechanických vlastností

Stanovení mechanických vlastností bylo z důvodu vysoké křehkosti materiálu provedeno pomocí zkoušky tlakem. Měření proběhlo na válcových vzorcích o rozměrech $\text{Ø}5 \times 5 \text{ mm}$. Materiály byly zkoušeny před a po mini-tixoformingu a to vstupní i modifikovaný stav. Od každého materiálu byly testovány 4 různé stavy. Doba ohřevu byla ve všech případech 60s. Jako porovnávací kritérium byla vybrána mez kluzu v tlaku $R_{p0.2}$.

Výchozí stav oceli X210Cr12 vykazoval z důvodů vysoké křehkosti poměrně nízkou hodnotu meze kluzu v tlaku a to 520 MPa (Tab. 13). Po modifikaci materiálu pomocí metody ECAP došlo po čtyřech průchodech k výraznému nárůstu meze kluzu a to na průměrnou hodnotu 1035 MPa. Historii zpracování si materiál uchoval i po přechodu přes semi-solid stav. Po zpracování mini-tixoformingem výchozího stavu dosáhla mez kluzu v tlaku $R_{p0.2}$ na hodnoty 755 MPa. U modifikovaného dosáhla díky zjemnění struktury 890 MPa. Nárůst lze přisuzovat zejména zjemnění zrna a pravděpodobně i mírnému zlepšení uniformity rozložení austenitických útvarů v karbidickém síťoví.

Tab. 13 - Zpracování připravené výchozí mikrostruktury v semi-solid stavu

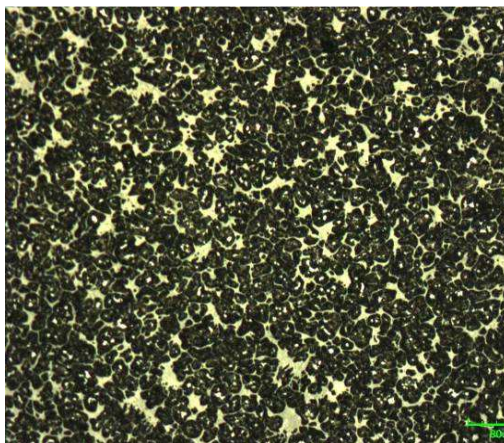
	Mez kluzu v tlaku $R_{p0.2}$ [MPa]			
	Výchozí stav	ECAP	Tixo VS	Tixo ECAP
X210Cr12	520	1035	755	890

6.2.1 Tepelné zpracování oceli X210Cr12 po tixoformingu

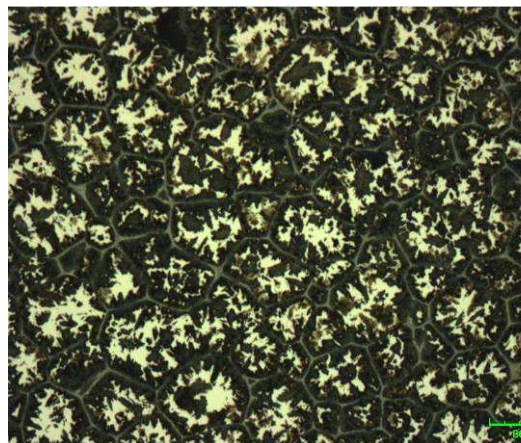
Jelikož je po zpracování mini-tixoformingem struktura oceli X210Cr12 složená z více než 95% austenitu, což není u tohoto typu oceli za běžných podmínek stabilní fáze při pokojové teplotě, je důležité znát míru její stability při teplotní expozici. Proto bylo po procesech tváření v semi-solid stavu provedeno žihání v peci, které bylo aplikováno na vzorcích se vstupní modifikovanou i nemodifikovanou strukturou. Žihání bylo odzkoušeno na teplotách 200, 350, 500, 550°C s dobou výdrže 1 h.

Původní předpoklad rozpadu austenitu při teplotě 200°C se nepotvrdil. Po jedné hodině výdrže na této teplotě nebyla metalograficky patrná žádná změna ve struktuře a i RTG difrakční fázová analýza potvrdila zachování původního obsahu zbytkového austenitu. Ani zvýšení teploty expozice na 350°C nezpůsobilo viditelné změny mikrostruktury. I podíl zbytkového austenitu zůstal stejný. Tento jev byl nezávislý na velikosti vstupního zrna nebo modifikaci struktury před semi-solid zpracováním. První viditelné změny mikrostruktury byly pozorovatelné od teploty 500°C. Na hranicích polyedrických zrn došlo během teplotní expozice ke vzniku velmi jemného perlitu. Množství perlitu bylo velmi malé a i díky tomu zůstal podíl zbytkového austenitu 90%.

Teprve při teplotě 550°C došlo k rozpadu austenitu. V rozmezí těchto teplot se tedy nachází hranice, nad kterou probíhají difúzní procesy s dostatečnou rychlostí a intenzitou, aby došlo k rozpadu austenitu na velmi jemnou perlitickou strukturu. V případě tohoto zpracování byly pozorovány rozdíly ve výsledné struktuře v závislosti na velikosti vstupní struktury. U modifikovaných stavů proběhl rozpad austenitu prakticky v celém objemu zrna (Obr. 109). U materiálu zpracovaného pouze mini-tixoformingem bez předchozí modifikace došlo k rozpadu austenitu pouze z větší části. U struktury zhrublé dlouhodobým žiháním na semi-solid teplotě proběhla transformace pouze v 2/3 objemu zrna (Obr. 110).



Obr. 109: Mini-tixoforming s následnou expozicí 550°C/1h, vstupní stav modifikován metodou ECAP, 4 násobný průchod B



Obr. 110: Mini-tixoforming s následnou expozicí 550°C/1h, struktura zhrublá výdrží 600 s na semi-solid teplotě

7 DISKUSE VÝSLEDKŮ

Pro experimentální ověření přenosu atributů struktury přes semi-solid stav byl zvolen materiál X210Cr12. Chemické složení tohoto materiálu zaručuje pro tento proces široký interval mezi solidem a liquidem.

Experimentální program byl proveden na termomechanickém simulátoru s nástroji speciálně vyvinutými pro zpracování v SS stavu. Pro dosažení semi-solid stavu byl použit vysokofrekvenční odporově-indukční ohřev, který umožňuje vysokou rychlost náběhu teplot. Řádově se může jednat až o několik stovek °C/s.

Experimenty byly popisovány chronologicky, tak jak byly postupně prováděny s ohledem na průběžně dosažené výsledky a poznatky ze zvolené metodiky vyhodnocování sledovaných parametrů.

Pro experimentální materiál byly nalezeny vhodné parametry pro semi-solid zpracování. Ocel X210Cr12 má vhodnou teplotu tváření v semi-solid stavu kolem 1265°C a nejeví výraznější citlivost na teplotní odchytku tváření.

V průběhu experimentu byly připraveny různé výchozí stavy mikrostruktury pro semi-solid zpracování. Vzorky byly nejprve hodnoceny v příčném řezu. Hlavním hodnotícím parametrem byla zvolena velikost zrna. Ta byla později doplněna i o sledování a hodnocení textury v podélném řezu vzorky a byla prezentována rozložením primárních karbidů chromu. Pro vyhodnocení velikosti zrna v komplikované struktuře zvoleného materiálu byla využita elektronová mikroskopie včetně EBSD. Nejvýraznějších výsledků bylo

prokazatelně dosaženo u vysokoteplotně žíhaného stavu ke zhrubnutí zrna, u teplotně cyklovaných stavů (TC) a u ECAPovaných vzorků, zejména u stavu po čtyřech průchodech Route C (ECAP 4C). U vzorků připravených torzním tvářením (TT) se nepodařilo zjemnění struktury prokázat ani za pomoci REM, ačkoli o něm z dosud provedených pokusů o analýzu nepanovalo mnoho pochyb.

Zpracování SS probíhalo v různých režimech. V prvních fázích experimentu byly nejprve provedeny zkoušky tvářením v semi-solid stavu při konstantní teplotě ohřevu 1265°C a délce stupňovitého ohřevu 56 s, postupně se zařazením deformace, bez deformace a s deformací do formy. Deformace byla zvolena jak v modu řízeného posuvu deformačního členu, tak i v silovém modu. Mezi oběma mody zadání podmínek deformace nebyly pozorovány rozdíly.

Vzorky po SS zpracování byly hodnoceny nejprve v příčném řezu, v průběhu experimentu se zavedením sledování textury prezentované rozložením eutektika, bylo přistoupeno

i k hodnocení v podélném řezu. Hodnocení bylo prováděno na SM i ŘEM. Ve všech případech byla mikrostruktura tvořena většinou polygonálními zrny austenitu s podílem útvarů globulárního austenitu, obklopených eutektickým síťovím. Na vzorcích bez deformace se projevovalo řádkovité uspořádání struktury VS, kde vyřádkované primární karbidy chromu byly po SS zpracování nahrazeny rovnoběžně uspořádanými podélnými útvary eutektika. Vzorky s vloženou deformací s formou i bez formy, ve střední oblasti singulární zóny, kde nebyla struktura vlivem míchání vyřádkována a kde byl mezi austenitickými zrny nižší a rovnoměrněji rozdělený podíl eutektika. Struktura ve vzniklém produktu, ať už volného, bez drážky, nebo produktu v drážce byla částečně dendritická, v ostatních oblastech stejná jako ve středu vzorku.

Na základě těchto zjištění byly další jednotlivé vzorky sledovány a vzájemně porovnány pouze ve středové oblasti.

SS zpracování s ohřevem za 56 s nepřineslo žádné mikrostrukturní rozdíly po SS zpracování mezi jednotlivými připravenými stavy s výjimkou TC zjemněné struktury zpracované do formy, kde se podařilo dosáhnout velikosti zrna oproti VS s cca poloviční hodnotou tj. z 10 -13 na 4-5 μm . Dále byly ve struktuře pozorovány další neznámé fragmenty. Bohužel se jednalo jen o singulární výsledek, který již se nepodařilo zopakovat. Termočlánek se v průběhu experimentu oddělil a celý vzorek tak patrně dosáhl vyšší než požadované teploty. Skutečná teplota tvářením nebyla známa. Další rozdíl byl pozorován u TT zpracovaného vzorku, u kterého nebylo pozorováno vyřádkování v celém objemu vzorku i v režimu bez využití deformace. Nicméně tento experiment inicioval strukturní analýzu s využitím REM a také zájem o strukturu materiálu v okolí křivky solidu. Dále pak i zrychlený ohřev vzorku na tixoformovací teplotu za 9s.

REM analýzou byly objeveny další mikrostrukturní detaily, jako dvojčata dosud neznámého původu a jehlicovité útvary uvnitř austenitických zrn. Tento celek byl vyhodnocen jako M-A složka. Rovněž bylo v detailu prozkoumáno eutektikum, které bylo morfologicky rozděleno na lamelární a tyčinkové. Zároveň byl pozorován vliv velikosti teplotního gradientu na velikost lamel. Zejména pak v okolí vtoku materiálu do formy, kdy délka lamel eutektika byla přímo úměrná rostoucímu gradientu odvodu tepla.

Pro zmapování vývoje struktury s rostoucí teplotou nad křivkou solidu byla provedena série experimentů s teplotami ohřevu mezi 1200 až 1265°C. Při 1200°C byla struktura tvořena austenitem a bylo proto nutno přejít na leptání V₂A namísto dosavadně používaného nitalu. Tato změna napomohla ke sledování některých strukturních detailů, jako např. zviditelnění M-A složky, nebo dvojčat, předtím viditelných jen na REM mikroskopu. Nejvýznamnějším objevem bylo pozorování rozpadu primárních karbidů chromu a tvorby eutektika, z čehož vyplynulo, že primární karbidy chromu jsou vedoucí fází při vzniku eutektika.

V další části experimentu bylo přistoupeno k režimu s rychlejším ohřevem vzorku a to za 9 s. Ostatní parametry zpracování jako ochlazení za 2 s na pokojovou teplotu a velikost deformace 2 mm za 0,3 s zůstaly beze změny. Tento režim přinesl ve výsledku výrazné zjemnění TT vzorku na 5 až 6 μm i bez vložené deformace. Zajímavé závěry přinesl i režim s pomalým ochlazením vzorku na vzduchu cca. za 40 s, bez využití deformace, kde struktura ve sledované oblasti vzorku byla stejně jako u rychle ochlazených vzorků homogenní, ale průměrná velikost zrna dosahovala 19 - 20 μm.

U VŽ se naopak podařilo zachovat výrazně hrubozrnnou strukturu o velikosti průměrné velikosti s rozptylem 42 až 59 μm i po SS zpracování. Navíc bylo možno pozorovat i mnohem větší obsah intergranulárního eutektika. U ECAPem připravených vzorků bylo po SS zpracování možno pozorovat změnu charakteru orientace E síťové, která bylo méně pravidelně vyřádkované, naopak více pravidelně uspořádané mezi A zrn, která měla sice oproti VS stejnou velikost, ale měla více pravidelný tvar.

Byly provedeny a vyhodnoceny tlakové zkoušky na minitlakových zkušebních tělesech na TMS, s rychlostmi deformace 0,1; 1 a 100 s⁻¹. Takto odzkoušen byl ovšem zatím jen VS, proto nebyly tyto výsledky v této práci prezentovány.

Celkem bylo zpracováno jen na TMS téměř 90 vzorků, z nichž byly až na malé výjimky všechny analyzovány a většina z nich byla i prezentována v této práci a v 15 dalších publikacích. Kromě toho bylo vyrobeno a připraveno několik desítek dalších modifikací VS speciálními technikami, které byly použity jako vstupní polotovary pro SS zpracování.

8 ZÁVĚR

V rámci dizertační práce byl zkoumán přenos atributů výchozí struktury polotovaru na výslednou strukturu velmi malých demonstrátorů z nástrojové oceli, které vznikly procesem mini-thixoforming. Zpracování proběhlo s přechodem přes semi-solid stav a to za vysoce specifických podmínek rychlého ohřevu, solidifikace a chlazení. Pro modifikaci vstupních stavů materiálu byly mj. použity SPD metody, HPT a ECAP. U nástrojové oceli X210Cr12, se pomocí těchto metod podařilo zmenšit průměrnou velikost zrna z 14 μm na hodnotu menší než 1 μm a to včetně rozdrobení primárních karbidů chromu. Úspěšně provedený ECAP na nástrojové oceli patří rovněž mezi významné výsledky této práce.

Velikost vstupní struktury má, zejména u nástrojové oceli, výrazný vliv na zabíhavost materiálu do dutiny formy. Se zjemněním vstupní struktury materiál vykazoval lepší schopnost vyplnit ostré kontury dutiny. Oproti tomu u uměle zhrublé vstupní struktury nedošlo k úplnému vyplnění ani základního tvaru dutiny bez členitého tvaru. Pro úspěšný proces mini-thixoformingu je tedy důležité použít vhodný vstupní stav materiálu. S velikostí vstupního zrna souvisí i technologie a rychlost ohřevu. Pro zjištění tohoto vlivu byly zkoušeny různé rychlosti ohřevu a výdrže na teplotě. Byly odzkoušeny zrychlené i zpomalené režimy ohřevu mezi 3 a 60 s. Extrémní zkrácení doby ohřevu na 3 s však již nemělo zásadní vliv na změnu velikosti zrna. U doby ohřevu 60 s došlo k mírnému zhrubnutí zrna oproti kratší době ohřevu. Tento nárůst byl řádově již jen v jednotkách mikrometrů.

Výsledná struktura oceli X210Cr12 po mini-thixoformingu byla tvořena polyedrickými zrny austenitu obklopenými karbidicko-austenitickým sítovím. Velikost austenitických zrn se lišila v závislosti na modifikaci vstupní struktury. Zpracováním původní nemodifikované struktury byly po mini-thixoformingu získány austenitické útvary o průměrné velikosti 18,5 μm . U polotovarů modifikovaných metodou ECAP bylo po zpracování v semi-solid stavu dosaženo velikosti polyedrických útvarů austenitu 5,5 μm . Tento výsledek představuje trojnásobné zjemnění oproti nemodifikované struktuře zpracované metodou mini-thixoforming a zhruba deseti- až čtyřicetinásobné zjemnění oproti běžným výsledkům dosažených klasickým tixoformingem. I v případě použití dalších polotovarů s jinak zjemněnou strukturou byly získány struktury s velikostí austenitických útvarů do 10 μm . V závislosti na modifikaci struktury polotovaru pak došlo k zvýšení meze kluzu v tlaku. U vstupní struktury byla změřena hodnota 520 MPa, která po mini-tixoformingu tohoto stavu vzrostla na 810 MPa. U stavu modifikovaného metodou ECAP došlo díky zjemnění zrna k mírnému nárůstu na hodnotu 890 MPa.

Při zkouškách teplotní stability austenitických struktur oceli X210Cr12 vzniklých po mini-thixoformingu bylo zjištěno, že vykazují neočekávaně vysokou míru stability. Do teplot expozice 500°C nedocházelo k výrazné změně podílu austenitu. Teprve při ohřevech nad 550°C a následném ochlazování na pokojovou teplotu došlo k postupnému rozpadu austenitu na velmi jemnou perlitickou strukturu.

V rámci tohoto výzkumu se podařilo zrealizovat několik doposud ojedinělých technik a jejich kombinací pro nekonvenční zpracování ocelí. Byly nalezeny všechny potřebné parametry pro jejich technické provedení. Podařilo se zjistit, jaký vliv má struktura polotovaru na strukturu produktu po přechodu přes semi-solid stav, což byl hlavní cíl práce. Zároveň byly vyrobeny tvarově složité demonstrátory o malých rozměrech, s modifikovanou a oproti běžně dosahovaným mikrostrukturám, výrazně zjemněnou strukturou.

9 SEZNAM ZKRATEK

SPD – severe plastic deformation, intenzivní plastická deformace

HPT – high pressure torsion, torzní tlakové tváření

ECAP - equal channel angular pressing

CHT- cyclic heat treatment, cyklické tepelné zpracování

τ - tečné napětí [Pa]

η - dynamická viskozita [s^{-1}]

$\dot{\gamma}$ – gradient rychlosti [P · s]

η_z - zdánlivá viskozita [s^{-1}]

at. % - atomová procenta

hm. % - hmotnostní procenta

DTA - diferenční termická analýza

DSC - diferenční skenovací kalometrie

T_L – teplota liquidu

T_S – teplota solidu

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

df/dT - derivace podílu tekuté fáze podle teploty

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

n.d. – not detectet, nebyl detekován

f_A^S – podíl zrn

K_{ag} – materiálový parametr popisující aglomeraci zrn

K_{dg} – materiálový parametr popisující disaglomeraci zrn

$\sqrt{3}\dot{\epsilon}_{aq}$ – stran rate dle Vom Miesese

\bar{s} – deviátor napětí

$\dot{\bar{\epsilon}}$ – tensor napětí

$\dot{\epsilon}_{eq}$ - ekvivalentní strain rate dle Vin Miesese

K_0, K^l, β – materiálové konstanty

η_i – počáteční viskozita

η_f –viskozita na konci procesu

a,b,q – materiálové parametry

A – austenit

MC – Karbid typu MC

M_6C – Karbid typu M_6C

L – liquidus

F – ferit

S^* - je teplotní citlivost materiálu

f_l/s - podíl tuhé a tekuté fáze

T – teplota [$^{\circ}C$]

C_{fs} - dotykový faktor pevné fáze

S_v^{ff} - rozhraní pevné fáze

S_v^{fs} - rozhraní kapalné fáze

V_s - podíl pevné fáze

EBSD - Electron Backscatter Diffraction, difrakce zpětně odražených elektronů

$R_{p0,2}$ - mez kluzu

HV tvrdost podle Vickerse

R_m – mez pevnosti

E – Youngův modul

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

A_g – rovnoměrná tažnost

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

Z - kontrakce

RT- pokojová teplota

10 SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY

- [1] Cezard, S. P. Thixoforming of Steel: A state of the Art from an Industrial Point of View, T. Proceedings of the 10th International Conference on Semi-Solid Processing of Alloys and Components, 16th – 18th September 2008, Aachen, ISBN: 3-908451-59-0, Hirt, G. (Ed.), pp. 641–646, Trans Tech Publications LTD, Zurich,
- [2] Thixoforming: Semi-solid Metal Processing. Edited by HIRT G. and KOPP R., pp 1 – 27, Copyright 2009 WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim ISBN: 978-3-527-3220 4-6
- [3] Bartovská, L., Šišková, M. Co je co v povrchové a koloidní chemii, 2005, dostupné online: http://vydavatelstvi.vscht.cz/knihy/uid_es-001/ebook.help.htm (přístup 12.4. 2011)
- [4] Čížek, L., Greger, M., Hubáčková, J., Pawica, L., Kocich, R., Juříčka, I., Tansky, T. Influence of Aluminium Content on Behaviour of Magnesium Cast Alloys in Bentonite and Furan Sand, METAL 2005
- [5] Kocich, R., Čížek, L., Greger, M., Hernas, A. Thixoformability of Magnesium Alloys
- [6] W. Püttgen, W. Bleck, Steel Res. 2004, 75, 531.
- [7] E. Balitchev, B. Hallstedt, D. Neuschütz: Steel Res. 2005, 76, 92.
- [8] Püttgen, W., Bleck, W., Hirt, G., Shimahara, H. Thixoforming of Steels – A Status Report,
- [9] Underwood, E. E. Quantitative Stereol., Addison-Wesley, Ser. in Metall. and Mater., Reading, M-A, 1970.
- [10] Suery, M. Keynote in Proc. 8th Int. Conf. Semisolid processing of alloys and composites, Limassol, Cyprus, 2004.
- [11] Püttgen, W., Bleck, W., Hirt, G. and Shimahara H., Thixoforming of Steels – A Status Report
- [12] Gurland, J. Trans. Metall. Soc. Aime, 1958, 8, 452.
- [13] Lee, H. C., Gurland J. Mat. Sci. Eng. 1987, 40, 59.
- [14] Uggowitzer, P. J., Gullo, G. C., Wahlen A. Vom Werkstoff zum Bauteilsystem, LKR-verlag Ranshofen, May 2000, p. 95.
- [15] Alexandrou A. et al. Proc. 8th Int. Conf. Semisolid processing of alloys and composites, Limassol, Cyprus, 2004.
- [16] Püttgen, W., Bleck, W., Seidl, I., Kopp, R., Bertrand, C. Adv. Eng. Mater. 2005, 7, 726.

- [17] Omar, M. Z., Atkinson, H. V., Palmiere, E. J., Howe, A. A., Kapranos, P. *Steel Res.* 2004, 75, 552.
- [18] Atkinson, H., *Modelling of semi-solid processing* (2008), ISBN-10: 3832272127
- [19] Pirkli, S., *Základy reologie a reometrie kapalin* [online], Ústav aplikované fyziky a matematiky – Univerzita Pardubice, [cit. 2014-06-18]. Dostupné z: <http://kf.upce.cz/Reologie%20a%20reometrie%20kapalin.doc>
- [20] *Modelování a měření v biomechanice* [online], Západočeská univerzita v Plzni, Katedra mechaniky, [cit. 2014-05-04]. Dostupné z: <http://www.kme.zcu.cz/granty/biofrvs/pdf/4-01FRVS-03.pdf>
- [21] Toorman, E.A., *Modelling the thixotropic behavior*, *Rheol Acta* (1997), pp 56 – 65
- [22] Janalík, J., *Viskozita tekutin a její měření*, [online]. Vysoká škola báňská – technická univerzita Ostrava (2010), [cit. 2014-05-06]. Dostupné z: <http://www.338.vsb.cz/PDF/TEXTviskozitaPDF.pdf>
- [23] Barnes, H. A., *Thixotropy – a review*, *Journal of Non-Newtonian fluids* 70 (1997), pp 1 – 33.
- [24] Neag, A., Favier, V., Bigot, R., Atkinson, V., *Journal of Materials Processing Technology*, 2016, 229, 338.
- [25] Liu, Y., Pavlovskaja, E., Hendry, D., *Int. J. Mech. Sci.* 2013, 72, 39–54.
- [26] Cezard, P., Favier, V., Bigot, R., Balan, T., Berveiller, M. *Comput. Mater. Sci.* 32, 323.
- [27] Favier, V., Atkinson, H.V., *Acta Mater.* 2011, 59, 1271.
- [28] Püttgen, W., Hallstedt, B., Bleck, W., Uggowitzer, P. J. *Acta Mater.* 2007, 55, 1033.
- [29] M. Kiuchi, R. Kopp, *Ann. of the CIRP* 2002, 51, 653.
- [30] http://www.substech.com/dokuwiki/doku.php?id=direct_chill_dc_casting&DokuWiki=e579a03e5 (přístup 25. 9. 2011)
- [31] Kiuchi, M., Sugiyama, S., Arai, K. *Study of metal forming in the mushy-state; 2nd Report. Extrusion of tube, bar and wire of alloys in mashy-state*, *Proceedings of the 20th International Machine Tool Design Conference*, (1979)
- [32] Young, K.P. and Fitze, R. (1994), *Proceedings of the 3rd S2P Conference*, Japan.
- [33] Hirt, G. (2000) *Proceedings of the 6th S2P, Conference*, Italy.
- [34] Becker E, Favier V, Bigot R, Cezard P, Langlois L., (2010) *Journal of Materials Processing Technology*, Vol. 210, p. 1482 - 1492
- [35] Kütke, F., Schönbohm, A., Abel, D. and Kopp, R. (2004) *Steel Research International*, 75 (8/9), 601–606.

- [36] Behrens, B.-A., Fischer, D., Haller, B., Rassili, A., Klemm, H., Flüss, A., Walkin, B., Karlsson, M., Robelet, M. and Cucatto, A. (2004) Proceedings of the 8th S2P Conference, Cyprus, Session 1.
- [37] Ronešová, A., Krupka, F., Mašek, B. Možnosti generování fázové modulace pro řízení měničů typu FULL BRIDGE, Sborník příspěvku konference VRŠOV 2006, ISBN 80-214-3247-0, 2006
- [38] Kiuchi, M. and Kopp, R., Mushy/Semi-Solid Metal Forming Technology – Present and Future, CIRP Annals - Manufacturing Technology, Vol. 51, p. 653-670
- [39] <http://www.cct-bw.de/frames/new-rheocasting.htm> (přístup 18.10.2011)
- [40] 2010, 210:1482-1492.
- [41] Decker, R. (1990) Casting semi-solids by thixomolding, Foundry Focus, Autumn/Winter, 22–23.
- [42] <http://www.nmfgmbh.de/deutsch/projekte/thixo.htm> (přístup 16.10.2011)
- [43] Wolf, A., Baur, J., Gullo, G.C. Thixoforging, dostupné na: http://www.cct-bw.de/veroeffentlichung_pdf/WoBa%20Massiv01%20english.pdf (přístup 16.10.2011)
- [44] [online], [cit. 2014-06-12]. dostupné z: <http://www.sentesoftware.co.uk/jmatpro.aspx>
- [45] [online], [cit. 2014-06-12]. dostupné z: <http://www.thermocalc.com/start/>
- [46] Young, K.P., Kyonka, C.P. and Courtois, J.A. (1982) Fine grained metal composition, US Patent 4,415,374, 30 March.
- [47] Forejt, M., Píška, M. Teorie obrábění, tváření a nástroje. 1. vyd. Brno, Akademické nakladatelství CERM, s.r.o., 2006. 226 s. ISBN 80-214-2374-9.
- [48] Materiálový list ČSN 41 9436
- [49] Ronešová, A., Mašek, B. Patent USA No. 7,480,155 - Digital Generator of Phase Shift Modulation (20. 1. 2009)
- [50] Ronešová, A., Mašek, B., Staňková, H., Štádler, C. Patent CZ c. 299758 - Způsob manipulace s materiálem a jeho tváření při teplotě mezi solidem a liquidem, (3. 10. 2008)

11 SEZNAM PUBLIKACÍ

Seznam literatury podle šablony ČSN ISO 690

Rok 2016

- [1] MAŠEK, B., JIRKOVÁ, H., VANČURA, F., ŠTÁDLER, C. Způsob tváření hybridních součástí zatepla. Praha, 2016.
- [2] MAŠEK, B., VOREL, I., ŠTÁDLER, C., URBÁNEK, M., FEDORKO, M., VANČURA, F. Heat treatment of closed-die forgings-process optimisation using modelling and FEM simulations. In XXXV. Verformungskundliches Kolloquium. Leoben: Lehrstuhl für Umformtechnik, Leoben, 2016. s. 11-14. ISBN: 978-3-902078-21-6
- [3] MAŠEK, B., AIŠMAN, D., VANČURA, F., WAGNER, M.F., JIRKOVÁ, H., RUBEŠOVÁ, K., OPATOVÁ, K. Development of unconventional processing of steels in semi-solid state. In Solid State Phenomena. Curych: Trans Tech Publications Ltd, 2016. s. 251-256. ISBN: 978-3-0357-1047-2 , ISSN: 1662-9779

Rok 2015

- [4] VANČURA, F., VOREL, I., PILEČEK, V., MAŠEK, B. Materiálově-technologické modelování procesu termomechanického zpracování zápuštěvého výkovku z mikrolegované oceli. Kovářství, 2015, roč. 53, č. duben 2015, s. 52-55. ISSN: 1213-9289
 - [5] VOREL, I., VANČURA, F., MAŠEK, B. Material-Technological Modelling of Controlled Cooling of Closed die Forgings from Finish Forging Temperature. In METAL 2015 24th International Conference on Metallurgy and Materials. Ostrava: © 2015 TANGER Ltd., 2015. s. 1-7. ISBN: 978-80-87294-58-1
 - [6] MAŠEK, B., JIRKOVÁ, H., AIŠMAN, D., VANČURA, F. Způsob tepelného zpracování vysokolegované oceli. Praha, 2015.
 - [7] VOREL, I., VANČURA, F., MAŠEK, B. Material-Technological Modelling of Controlled Cooling of Closed die Forgings from Finish Forging Temperature. In METAL 2015 24th International Conference on Metallurgy and Materials. Ostrava: © 2015 TANGER Ltd., 2015. s. 202-208. ISBN: 978-80-87294-62-8
 - [8] ČUBROVÁ, J., VOREL, I., VANČURA, F., MAŠEK, B. Effect of Amount of Deformation on Microstructure Evolution During Controlled Cooling of Forgings from Finish - 107 -
-

- Forging Temperature. In DAAAM 2015. Vienna: DAAAM International Vienna, 2015. s. 0892-0896. ISBN: 978-3-902734-07-5 , ISSN: 1726-9679
- [9] MAŠEK, B., VANČURA, F., PŘÍHODA, K., VANČURA, M. Poloprovoz termomechanického zpracování výkovků. 2015.
- [10] MAŠEK, B., VANČURA, F., PŘÍHODA, K., VANČURA, M., FEDORKO, M., URBÁNEK, M. Poloprovoz nízkonákladového zpracování výkovků. 2015.
- [11] VOREL, I., VANČURA, F., MAŠEK, B., FEDORKO, M., DUCHEK, M., URBÁNEK, M. Manipulační zařízení pro přesné monitorování parametrů potřebných pro přesný vývoj struktury v průběžných pecích. 2015.
- [12] VOREL, I., VANČURA, F., MAŠEK, B., FEDORKO, M., DUCHEK, M., URBÁNEK, M. Technologie řízeného ochlazování nahrazující technologii tepelného zpracování. 2015.
- [13] VOREL, I., VANČURA, F., MAŠEK, B., FEDORKO, M., DUCHEK, M., URBÁNEK, M. Technologie termomechanického zpracování výkovků s nerovnoměrným rozložením hmotnosti. 2015.
- [14] VOREL, I., VANČURA, F., PILEČEK, V., JIRKOVÁ, H., MAŠEK, B. Material-technological Modelling of C45 Steel die Forgings. In 25th DAAAM International Symposium Intelligent Manufacturing & Automation, 2014. Vienna: Procedia Engineering, 2015. s. 714-721. ISBN: neuvedeno , ISSN: 1877-7058
- [15] MAŠEK, B., VANČURA, F., AIŠMAN, D., JIRKOVÁ, H., WAGNER, M.F. Effect of Input Structure of Blank on Development of Final Structure when Processing at Temperatures between Solidus and Liquidus. In DAAAM 2014. Vienna: Procedia Engineering, 2015. s. 722-729. ISBN: neuvedeno , ISSN: 1877-7058
- [16] VOREL, I., VANČURA, F., FEDORKO, M., MAŠEK, B. Materiálově-technologické modelování tepelného zpracování výkovků v průběžných pecích. Kovárenství, 2015, roč. 53, č. duben 2015, s. 44-47. ISSN: 1213-9289
- [17] MALEČEK, L., FEDORKO, M., VANČURA, F., JIRKOVÁ, H., MAŠEK, B. Development of Numerical Models for the Heat-Treatment-process Optimisation in a Closed-Die Forging Production. Materiali in Technologije, 2015, roč. 49, č. 3, s. 471-475. ISSN: 1580-2949
- [18] VOREL, I., VANČURA, F., MAŠEK, B., FEDORKO, M., DUCHEK, M., URBÁNEK, M. Technologie termomechanického zpracování výkovků malých hmotností. 2015.

Rok 2014

- [19] MAŠEK, B., PILEČEK, V., VANČURA, F., JIRKOVÁ, H. Modelling a Process chain of die Forging Process. In XXXIII. Verformungskundliches Kolloquium. Leoben: Lehrstuhl für Umformtechnik, Leoben, 2014. s. 72-76. ISBN: 978-3-902078-19-3
- [20] VANČURA, F., MAŠEK, B., AIŠMAN, D., JIRKOVÁ, H., WAGNER, M. X., BÖHME, M. M. Modification of Metastable Microstructure of CPM15V Steel by Heat Exposure after Treatment in Semi-Solid State. Journal of Alloys and Compounds, 2014, roč. 586, č. 1, s. S159-S164. ISSN: 0925-8388
- [21] MAŠEK, B., VANČURA, F., JIRKOVÁ, H., BÖEHME, M., FRINT, P. Mini-thixoforming of Various Modified States of the Stock Structure of Tool Steel X210Cr12. MATERIALI IN TEHNOLOGIJE/MATERIALS AND TECHNOLOGY, 2014, roč. 48, č. 6, s. 875-880. ISSN: 1580-2949
- [22] PILEČEK, V., VANČURA, F., JIRKOVÁ, H., MAŠEK, B. Material-Technological Modelling of Closed Die Forging of 42CrMoS4 Steel. MATERIALI IN TEHNOLOGIJE/MATERIALS AND TECHNOLOGY, 2014, roč. 48, č. 6, s. 869-873. ISSN: 1580-2949

Rok 2013

- [23] VANČURA, F., PILEČEK, V., BUBLÍKOVÁ, P., JIRKOVÁ, H., MAŠEK, B. MATERIÁLOVĚ-TECHNOLOGICKÉ MODELOVÁNÍ VÝVOJE STRUKTURY VE STRATEGICKÉ ČÁSTI ZÁPUSTKOVÉHO VÝKOVKU. Kovářství, 2013, roč. 47, č. květen, s. 114-117. ISSN: 1213-9289
- [24] VANČURA, F. Významný projekt Technologické agentury České republiky pro České kovářství. Kovářství, 2013, roč. 46, č. únor 2013, s. 58. ISSN: 1213-9289

Rok 2011

- [25] MAŠEK, B., VANČURA, F., AIŠMAN, D., JIRKOVÁ, H. Relationship between initial and resulting microstructure of X210Cr12 steel upon short-term semi-solid state processing. In METAL 2011. Ostrava: TANGER, 2011. s. 205-209. ISBN: 978-80-87294-24-6
- [26] MAŠEK, B., VANČURA, F., JENÍČEK, Š. Controlled cooling of steel die forgings. In New trends in material technology. Chemnitz: Verlag der Gesellschaft für Unternehmensrechnung und Controlling m.b.H., 2011. s. 57-60. ISBN: 978-3-86367-008-5

- [27] MAŠEK, B., VANČURA, F., AIŠMAN, D., JIRKOVÁ, H. Minithixoforming of high chromium tool steel X210Cr12 with various initial states. In Annals of DAAAM for 2011 & Proceedings of the 22nd international DAAAM symposium. Vienna: DAAAM International Vienna 2011, 2011. s. 1307-1308. ISBN: 978-3-901509-83-4 , ISSN: 1726-9679
- [28] MAŠEK, B., VANČURA, F., JENÍČEK, Š. Řízené ochlazování, mikrolegované oceli, acikulární ferit. Kovářství, 2011, roč. Neuveden, č. 41, s. 27-30. ISSN: 1213-9289