

ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI
FAKULTA STROJNÍ

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

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

Tixoforming obtížně tvařitelných nástrojových ocelí

Autor: **Kateřina OPATOVÁ**

Vedoucí práce: **Dr.-Ing. Hana Jirková, Ph.D.**

Akademický rok 2018/2019

Prohlášení o autorství

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

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

V Plzni dne:

.....
podpis autora

ANOTAČNÍ LIST BAKALÁŘSKÉ PRÁCE

AUTOR	Příjmení Opatová	Jméno Kateřina		
STUDIJNÍ OBOR	2301R016 – Materiálové inženýrství a strojírenská metalurgie			
VEDOUcí PRÁCE	Příjmení (včetně titulů) Dr.-Ing. Jirková, Ph.D.	Jméno Hana		
PRACOVISŤE	ZČU - FST - KMM			
DRUH PRÁCE	DIPLOMOVÁ	BAKALÁŘSKÁ	Nehodící se škrtněte	
NÁZEV PRÁCE	Tixoforming obtížně tvařitelných nástrojových ocelí			

FAKULTA	strojní	KATEDRA	KMM	ROK ODEVZD.	2019
----------------	---------	----------------	-----	--------------------	------

POČET STRAN (A4 a ekvivalentů A4)

CELKEM	52	TEXTOVÁ ČÁST	52	GRAFICKÁ ČÁST	0
---------------	----	---------------------	----	----------------------	---

<p style="text-align: center;">STRUČNÝ POPIS (MAX 10 ŘÁDEK)</p> <p>ZAMĚŘENÍ, TÉMA, CÍL POZNATKY A PŘÍNOSY</p>	<p>Bakalářská práce se zabývá zpracováním obtížně tvařitelných nástrojových ocelí v semi-solid stavu. Na základě vypracování teoretické části bakalářské práce byly stanoveny materiály vhodné pro zpracování tixoformingem. Cílem práce bylo nalézt nejlepší podmínky pro semi-solid zpracování vybraných vysokolegovaných ocelí vyrobených práškovou metalurgií, obsahujících vyšší podíl chromu, vanadu a molybdenu, porovnat výsledků jednotlivých typů ocelí po tváření touto metodou a posoudit vliv legujících prvků na tento proces.</p>
<p style="text-align: center;">KLÍČOVÁ SLOVA</p> <p style="text-align: center;">ZPRAVIDLA JEDNOSLOVNÉ POJMY, KTERÉ VYSTIHUJÍ PODSTATU PRÁCE</p>	<p style="text-align: center;">Semi-solid, tixoforming, nástrojové oceli, tixotropie, SEM, EDS</p>

SUMMARY OF BACHELOR SHEET

AUTHOR	Surname Opatová	Name Kateřina	
FIELD OF STUDY	2301R016 – Materials Engineering and Engineering Metallurgy		
SUPERVISOR	Surname (Inclusive of Degrees) Dr.-Ing. Jirková, Ph.D.	Name Hana	
INSTITUTION	ZČU - FST - KMM		
TYPE OF WORK	DIPLOMA	BACHELOR	Delete when not applicable
TITLE OF THE WORK	Thixoforming of difficult to form tool steels		

FACULTY	Mechanical Engineering	DEPARTMENT	Material science and technology	SUBMITTED IN	2019
----------------	------------------------	-------------------	---------------------------------	---------------------	------

NUMBER OF PAGES (A4 and eq. A4)

TOTALLY	52	TEXT PART	52	GRAPHICAL PART	0
----------------	----	------------------	----	-----------------------	---

BRIEF DESCRIPTION TOPIC, GOAL, RESULTS AND CONTRIBUTIONS	The bachelor thesis deals with processing of difficult to form tool steels in semi-solid state. Based on the theoretical part of the bachelor thesis, materials suitable for processing by thixoforming will be determined. The aim of the work is to find the best conditions for semi-solid processing of selected high-alloy steels produced by powder metallurgy, containing a higher content of chromium, vanadium and molybdenum, comparing the results of individual types of steels after forming with this method and assessing the influence of alloying elements on this process.
KEY WORDS	Semi-solid, thixoforming, tool steels, thixotropy, SEM, EDS

Poděkování

Autorka děkuje Dr.-Ing. Haně Jirkové, Ph.D. za odborné vedení a cenné rady při zpracování bakalářské práce. Ing. Štěpánu Jeníčkovi za rady a konzultace v oblasti možností semi-solid zpracování. Dále pak Regionálnímu technologickému institutu za poskytnutí zařízení, výrobu vzorků a pomoc při provádění termomechanického zpracování a mikrostrukturního hodnocení.

Obsah

1. Úvod.....	10
2. Úvod do řešené problematiky	11
3. Tixotropie.....	12
4. Možnosti tváření v semi-solid stavu	13
4.1 Rheoforming.....	13
4.1.1 Rheocasting	14
4.2 Tixoforming.....	14
4.2.1 Thixocasting (tixo-odlívání)	14
4.2.2 Thixomolding	15
4.2.3 Thixoforging (tixo-kování)	16
4.2.4 Thixojoining	16
4.2.5 Thixo extrusion	17
4.2.6 Thixo lateral extrusion	18
4.2.7 Thixorolling a rheoroling	18
5. Identifikace vhodné oceli.....	19
5.1 Vliv legujících prvků na možnosti tváření v semi-solid stavu.....	20
6. Metalografie a mechanické vlastnosti materiálu po tváření tixoformingem	21
7. Aplikace produktů vytvořených tixoformingem v praxi	22
7.1 Automobilový průmysl.....	23
7.2 Přehled součástí vyrobených tixoformingem	24
7.3 Shrnutí kladů a záporů součástí vyrobených metodou tixoformingu.....	24
8. Experimentální program	26
8.1 Popis provedených analýz a měření.....	27
8.2 Volba experimentálních materiálů	27
8.3 Analýza vstupních stavů experimentálních materiálů	28
8.3.1 Stanovení fyzikálních vlastností	28
8.3.2 Energy dispersive spectroscopy (EDS) analýza výchozích stavů materiálů.....	30
8.3.3 Měření tvrdosti výchozích stavů materiálů.....	31
8.3.4 Porovnání výchozích stavů materiálů	32
8.4 Tixoforming	33
8.4.1 Tixoforming oceli K390	34
8.4.2 Tixoforming oceli K890	35

8.5	Metalografické analýzy výsledných struktur	36
8.5.1	Analýza výsledných mikrostruktur na světelném a konfokálním mikroskopu	37
8.5.1.1	K390.....	37
8.5.1.2	K890.....	38
8.5.1.3	Porovnání	38
8.5.2	Analýza výsledných mikrostruktur na skenovacím elektronovém mikroskopu.....	39
8.5.2.1	K390.....	39
8.5.2.2	K890.....	42
8.5.2.3	Porovnání	44
8.5.3	Rentgenová difrakční analýza výsledných produktů.....	44
8.5.3.1	K390.....	44
8.5.3.2	K890.....	45
8.5.3.3	Porovnání	45
8.5.4	Měření tvrdosti výsledných produktů	46
9.	Diskuse výsledků	46
10.	Závěr	49
11.	Reference.....	50
12.	Seznam obrázků	52

1. Úvod

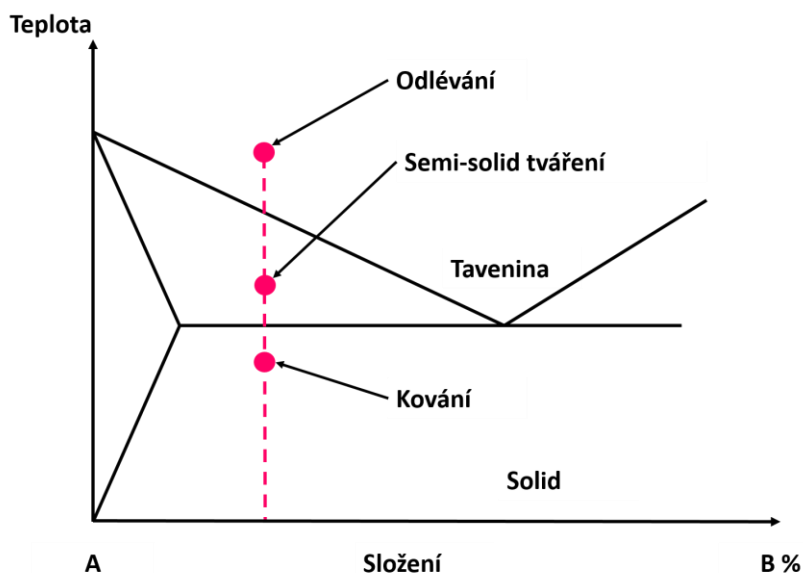
Výroba tvarově složitých produktů je časově i energeticky náročný proces. V případě vysokolegovaných nástrojových ocelí je celková finanční náročnost ještě vyšší z důvodu jejich obtížné tvařitelnosti i obrobitelnosti. V případě vysokolegovaných ocelí vyrobených práškovou metalurgií s vysokou hodnotou tvrdosti i meze pevnosti a obsahující velké množství globulárních karbidů je jejich tváření a obrábění na finální rozměr obzvláště složité. Jednou z možností, jak snížit náklady na výrobu, je zpracování těchto materiálů metodou semi-solid zpracování, při kterém se využívá částečně nataveného materiálu. Touto cestou je možné získat členitý tvar výrobků i z jinak obtížně tvařitelných materiálů.

V této práci bude řešeno zpracování vysokolegovaných ocelí v semi-solid stavu. Na základě vypracování teoretické části bakalářské práce budou stanoveny materiály vhodné pro zpracování tixoformingem. Pomocí vhodného softwaru budou vypočteny teoreticky ideální podmínky při samotném tváření. Cílem práce je nalézt nejlepší podmínky pro semi-solid zpracování vybraných vysokolegovaných ocelí vyrobených práškovou metalurgií, obsahujících vyšší podíl chromu, vanadu a molybdenu a porovnání výsledků jednotlivých typů ocelí po tváření touto metodou. Získané struktury budou detailně analyzovány pomocí světelné a řádkovací elektronové mikroskopie včetně EDS analýzy.

2. Úvod do řešené problematiky

Problematika tváření materiálů v semi-solid stavu se datuje již do sedmdesátých let minulého století, kdy byl proces poprvé vyzkoušen na slitině cínu a olova (1). Tímto okamžikem započal výzkum tixotropního chování materiálů, který se během let rozšířil po celém světě. Tento výzkum se snažil uspokojit stále vyšší nároky kladené na moderní materiály (lepší mechanické vlastnosti, nízké náklady na výrobu, atp.). Během let bylo vyzkoušeno a popsáno velké množství procesů, které spadaly pod téma tváření kovů v semi-solid stavu (semi-solid metal processing – SSP). Šlo především o kovy s nízkou teplotou tavení, jako je hliník a hořčík. Tváření slitin těchto dvou kovů pomocí SSP bylo již úspěšně zavedeno do výroby (2). Jedná se především o výrobu komponent pro automobilový a letecký průmysl. Samotná podstata procesu předurčovala tváření v semi-solid stavu ke zpracování slitin, které jsou těžko tvařitelné konvenčními metodami. Slitiny jako jsou nástrojové oceli, stelity a superslitiny nabízí možnost lukrativního uplatnění v komerční praxi. Slitiny s vysokou teplotou tavení – jako jsou oceli – ovšem zatím nebyly integrovány do průmyslové výroby. V současné době probíhá výzkum některých druhů ocelí, které by mohly být zpracovávány touto novou technologií (3). Avšak kvůli technologickým problémům, vyšším provozním teplotám a potřebě precizní kontroly SSP, je tváření ocelí touto metodou stále ve fázi výzkumu (2; 4).

Výzkum tváření ocelí v semi-solid stavu začal v roce 1971 na MIT a následován byl až v devadesátých letech minulého století firmou Alumax a na University of Sheffield. Tyto organizace prokázaly, že lze pomocí tváření v semi-solid stavu získat i kvalitní produkty z materiálů s vyšší teplotou tavení, jako jsou oceli. Na konci devadesátých let se tento proces dostal opět do povědomí veřejnosti a jeho výzkumem se začalo zabývat několik projektů v Japonsku a Evropě. Cílem těchto projektů je zapojení SSP do sériové výroby a výběr vhodných druhů ocelí a materiálů pro nástroje (2).



Obrázek 1: Schematické znázornění oblasti pro semi – solid zpracování v binárním diagramu [4]

Tváření kovů v semi-solid stavu je proces, při kterém výrobky získávají konečný tvar pouze v jedné nebo několika málo tvářecích operacích. Při tomto procesu jsou kovové slitiny zpracovávány v oblasti mezi teplotami solidu a likvidu (Obr. 1). Díky specifické povaze semi-

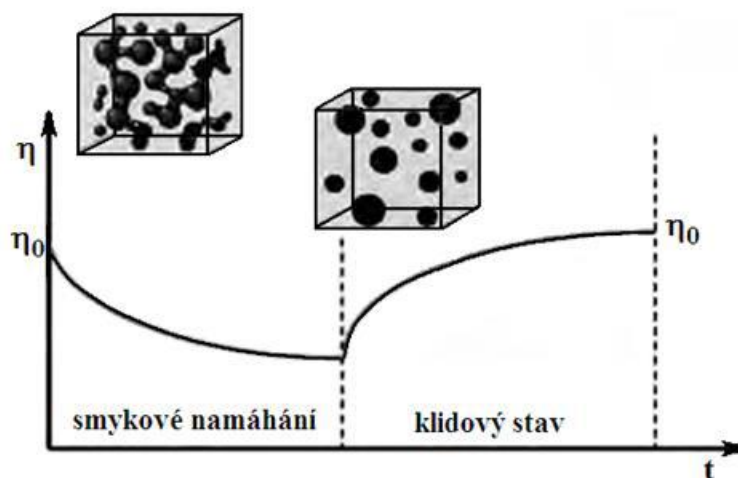
solid zpracování je možné docílit členitý produkt s vysokou geometrickou přesností. Velmi často stačí pouze jedna tvářecí operace pro získání konečného výrobku (5).

3. Tixotropie

V porovnání se sléváním a kování je tváření materiálů v semi-solid stavu zcela novým procesem, při kterém závisí především na specifické vlastnosti materiálu zvané tixotropie (5).

V současné době existuje ve vědeckém světě ustanovení, že tixotropie může být definována jako postupný pokles viskozity s časem, když materiál, který byl původně v klidu, začne proudit. Pokud je proudění přerušeno, po určitém čase následuje obnovení vysoké viskozity. Tato definice odpovídá terminologii IUPAC (International Union of Pure and Applied Chemistry) (6).

Různé vědecké slovníky a encyklopedie uvádí rozdílné definice, obvykle se více blíží původní Freundlichově definici tixotropie z roku 1935, kterou uvedl ve své knize „Thixotropie“ a která zní: „Tixotropií je míněna vlastnost koncentrovaných gelů, které solidifikují v gely, jenž mohou být opět zkapalněny na soli. Opětovné tuhnutí se objevuje opakovaně za konstantní teploty a s konstantní rychlostí“. Dnešní vysvětlení tixotropního chování je od této definice již velmi daleko (7).



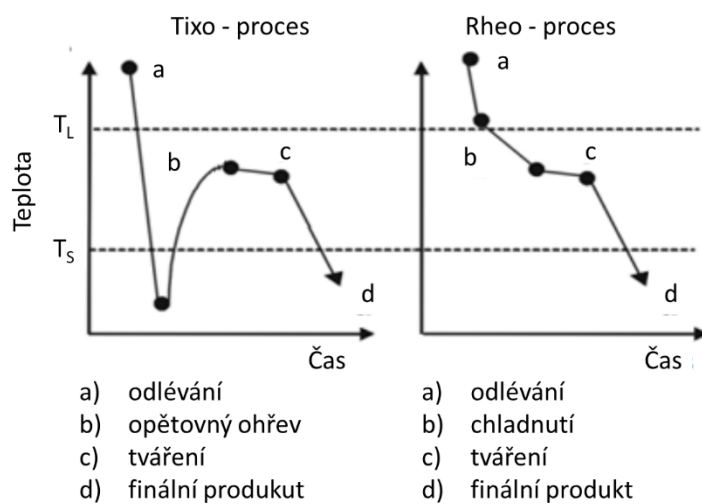
Obrázek 2: Závislost viskozity na čase při působení smykového namáhání [7]

Tixotropie je reologická vlastnost některých pseudoplastických a plastických systémů, které jeví v klidovém stavu vysokou viskozitu. Jsou-li však tyto systémy podrobeny smykovému namáhání (míchání, třepání apod.), viskozita s časem postupně klesá. Při ponechání systému v klidu dochází k opětovnému růstu viskozity, která se asymptoticky blíží původní hodnotě. To je způsobeno tím, že v klidovém stavu mají globulární částice tendence ke shlukování se a spojování do větších celků, a tím dochází k růstu viskozity. Při smykovém namáhání dojde k rozdrobení těchto konglomerátů a tím i k poklesu viskozity systému (Obr. 2) (8).

Tixotropie je důležitá např. v průmyslu barev (je žádoucí, aby barva byla tekutá pouze při natírání), v kosmetice, potravinářství, farmacii apod. (9)

4. Možnosti tváření v semi-solid stavu

Do dnešního dne bylo popsáno velké množství specifických procesů, které spadají pod tváření v semi-solid stavu. Většina se dá rozdělit do jednoho ze dvou základních semi-solid procesů, které se nazývají tixo-procesy a rheo-procesy. Obecně lze říci, že tixo-procesy začínají ohřátím pevného materiálu s vhodnými vlastnostmi (teplota tavení, dostatečně široký interval teplot mezi křivkami solidu a likvidu, atp.) na teplotu, při níž je v materiálu požadovaný obsah tekuté fáze a poté dojde k tváření. U rheo-procesu je materiál ochlazen do semi-solid stavu přímo po odlití materiálu a následně formován ve výsledný produkt (Obr. 3) (5).



Obrázek 3: Schématické zobrazení tixo- a rheo-procesu [9]

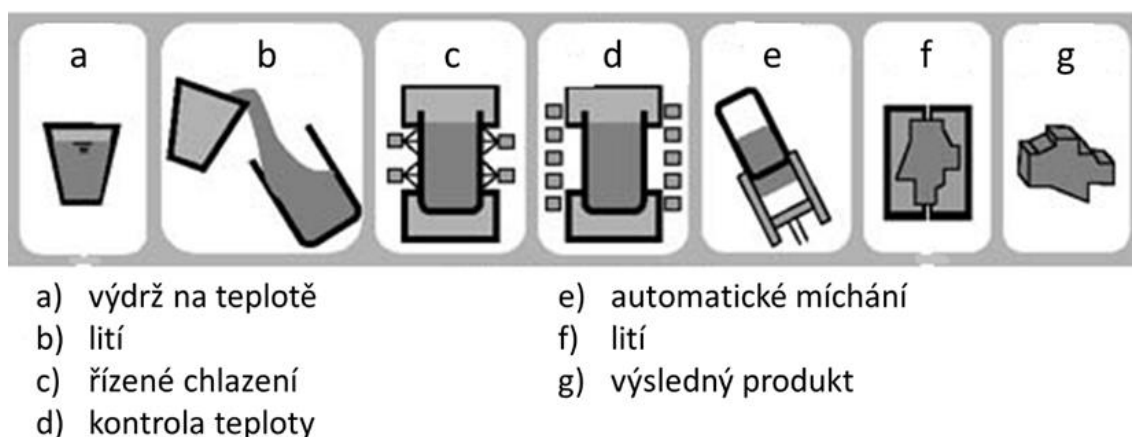
Pro každý proces musí být natavený polotovár před samotným formováním homogenizován v semi-solid stavu. Podle toho, jaký ze dvou základních procesů je vybrán pro tváření, může být semi-solid stav docílen buď znovu ohřátím materiálu z pevného stavu, nebo homogenizací a částečnou solidifikací likvidu. Takto připravený polotovár je následně transportován do formy nebo zápustky (podle toho, o jaký proces jde) a tvářen (5). Procesy tváření kovů v semi-solid stavu se dále dělí podle podílu pevné a tekuté fáze. Mezi semi-solid procesy s vysokým podílem tekuté fáze lze zařadit rheocasting, thixocasting a thixomolding. Naopak procesy s nižším obsahem tekuté fáze jsou thixoforging, thixoextrusion, thixo lateral extrusion, thixojoining a thixorolling. Druhý typ procesů lze označit souhrnným názvem tixoforging.

4.1 Rheoforging

Rheoforging je jednorázová operace, při níž se roztavený kov zpracovává chlazením, za současného míchání, z likvidu do oblasti mezi křivkami solidu a likvidu. Tímto procesem v nataveném materiálu vzniknou globulární pevné částice. Bezprostředně poté následuje vyplnění formy materiálem. Velkou výhodou rheoforgingu oproti tixoforgingu je, že polotovár může být připraven těsně před samotným tvářením a nemusí být externě objednávan (10). Roztavení a přímé formování materiálu také vede ke snížení nákladů spojených s opětovným ohříváním polotovaru na teplotu mezi solidem a likvidem při procesu tixoforgingu.

4.1.1 Rheocasting

Rheocasting oproti klasickému odlévání snižuje teplotní smrštění výsledného polotovaru a významně snižuje latentní teplo. Jedná se o jednu z nejstarších technologií tváření kovů v semi-solid stavu. Postupně byla tato metoda dále vyvíjena v nový proces nazývaný New Rheocasting (Obr. 4). Proces začíná pracovat s materiálem, jehož teplota je nad teplotou likvidu, následně je přemístěn do nádoby, ve které je dále ochlazen do semi-solid stavu. Během lití začíná materiál solidifikovat na povrchu nádoby. Aby nedocházelo k nežádoucím jevům a nárůstu viskozity materiálu, probíhá během tuhnutí automatické míchání, díky kterému se v materiálu tvoří požadovaná globulární mikrostruktura (11). Ideální obsah tekuté fáze pro zpracování materiálů metodou rheocastingu je cca 40 – 60 %.



Obrázek 4: Schéma procesu New Rheocasting

4.2 Tixoforming

Tixoforming částečně kombinuje charakteristické znaky klasického odlévání a kování. Tato technologie se nesnaží nahradit konvenční způsoby tváření materiálů. Jde spíše o hledání nových možností jak materiály zpracovávat. Cílem všech výzkumů je především najít způsob zpracování těžko tvářitelných materiálů, snížení nákladů na výrobu některých produktů a zvýšení jejich kvality, jako jsou především mechanické vlastnosti a kvalita povrchu. Důležitým aspektem je také snížení počtu tvářecích operací. Schéma procesu New Rheocasting

4.2.1 Thixocasting (tixo-odlívání)

Thixocasting, neboli tixo-odlívání je nejvíce industrializovaným procesem ze všech typů tváření materiálů v semi-solid-stavu. Mezi nejpoužívanější slitiny v průmyslu patří slitiny hliníku, ale probíhající výzkum se zabývá i jinými slitinami, jako jsou například slitiny hořčíku, a oceli.

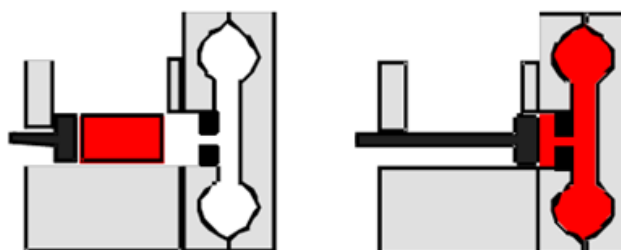
V porovnání s klasickým tlakovým litím má tixo-odlívání několik výhod:

- Stěny odlitku mohou být tenčí při zachování mechanických vlastností
- Je dosahováno homogenní mikrostruktury, což vede i k homogenním vlastnostem celého produktu
- Výrobek lze dále tepelně zpracovávat (11).

- d) Vyšší životnost formy oproti klasickému odlévání - z důvodu nižších provozních teplot
- e) Nižší energetická náročnost při ohřevu polotovaru do semi-solid stavu, než při odlévání, kdy je potřeba úplné roztavení

Princip zařízení pro proces tixo-odlívání je stejný jako pro rheocasting a podíl tekuté fáze se též pohybuje mezi 40 – 60 % (Obr. 5).

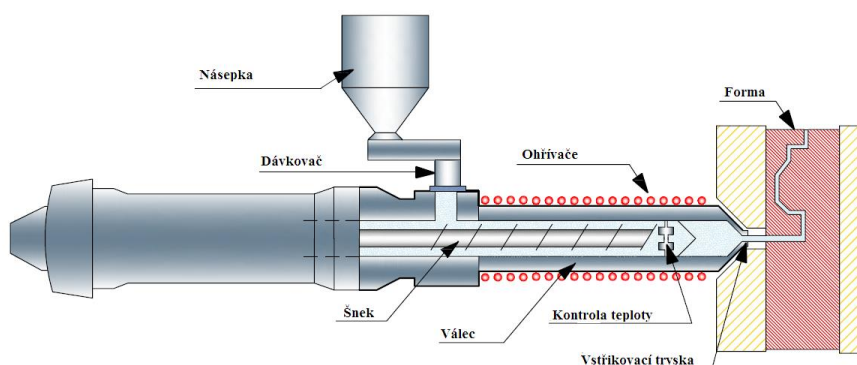
Thixocasting (tixoodlívání)



Obrázek 5: Schéma procesu tixo-odlívání [4]

4.2.2 Thixomolding

Thixomolding využívá klady tlakového lití a vstřikování a je v současnosti využíván především při zpracování hořčíkových slitin. Proces začíná automatickým dávkováním studených granulí na šnekový lis. Během posuvu šneku je materiál dále rozmělněn a indukčně ohříván na potřebnou teplotu. Následně je materiál přesunut do akumulární komory, kde je dále homogenizován. V závislosti na pohybu šneku a rychlosti vstřikování materiálu do formy může být obsah tekuté fáze mezi 5 – 30% (Obr. 6) (11).

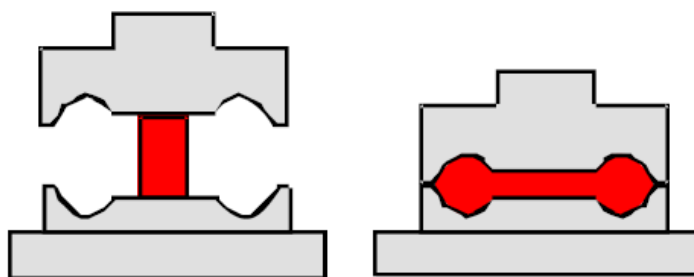


Obrázek 6: Schéma procesu thixomolding [11]

4.2.3 Thixoforging (tixo-kování)

Na rozdíl od tixo-odlévání, tixo-kování a tixo-protlačování v dnešní době ještě není běžně aplikováno v průmyslu. Tixo-kování obvykle probíhá tak, že polotovary v semi-solid stavu je umístěn do spodní části formy, která je horizontálně dělená. Poté následuje samotná tvářecí operace, která je zprostředkována uzavřením formy (Obr. 7) (11). Polotovary je ve většině případů ohříván indukčně, přičemž musí být precizně kontrolováno homogenní ohřátí celého polotovaru na požadovanou tvářecí teplotu. Rozmezí tvářecích teplot pro tixo-kování bývá většinou jen několik málo stupňů, z čehož vyplývá, že teplota polotovaru musí být kontinuálně kontrolována. To je možno provést několika způsoby. Vždy je ale potřeba docílit požadovaného poměru mezi pevnou a tekutou fází (12).

Thixoforging (Tixokování)



Obrázek 7: Schéma procesu tixo-kování [4]

Oproti konvenčnímu kování má kování v semi-solid stavu několik výhod:

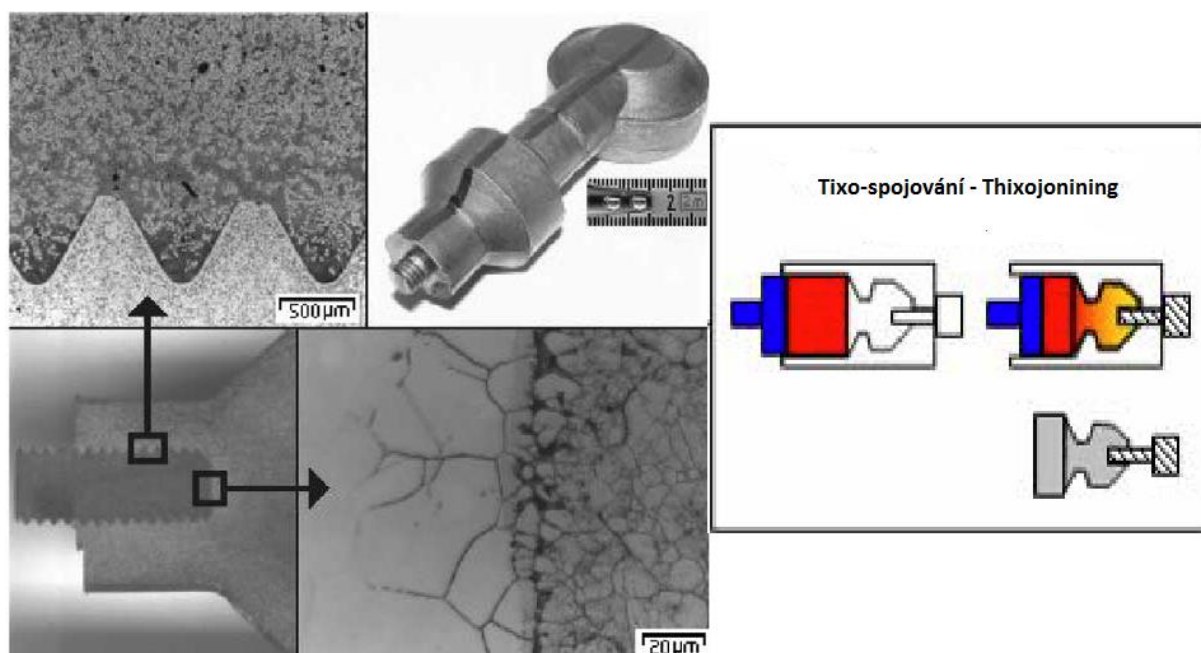
- K samotnému procesu je za potřebí nižších kovacích sil
- Při kování v semi-solid stavu vzniká menší množství otřepů a okují
- Během jedné tvářecí operace je možné pořídit tvarově členitou součást (11)

Kováním v semi-solid stavu jsou získávány výrobky, které disponují homogenní, bezdefektní, globulární mikrostrukturou.

4.2.4 Thixojoining

Výzkum spojování materiálů v semi-solid stavu se snaží využívat lepší tekutosti oceli v semi-solid stavu. V současné době existuje několik možností spojování materiálů s využitím výhod jejich tixotropního chování. V prvních dvou jde především o připojování funkčních částí (jako jsou šrouby atp.) k základnímu materiálu, kterým bývá zpravidla hliník nebo mosaz.

Třetí cestou ke spojování materiálů tímto procesem je kombinace formování a spojování v jednom pracovním kroku. Tento výzkum se zabývá spoji typu ocel – ocel. Modifikace tohoto způsobu spojování spočívá v tom, že na okraji zápusky je držen například nerezový šroub, který je při formování produktu připojen k základnímu materiálu (Obr. 8) (11; 13).



Obrázek 8: Detail spoje vytvořeného procesem tixo-spojování a schéma daného procesu [13]

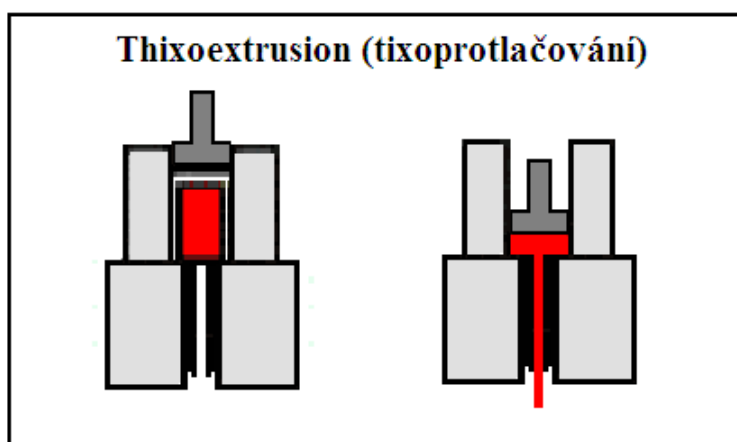
4.2.5 Thixo extrusion

Proces protlačování kruhových profilů a trubek v semi-solid stavu je od ostatních zmíněných procesů zpracování materiálů v semi-solid stavu velmi odlišný. Nejdůležitější pro proces protlačování je kompletní solidifikace materiálu uvnitř protlačovacího kanálu pod určitým tlakem, který musí být dostatečně vysoký, aby zabránil utvoření smrštění, přes které už by zbylý materiál neprošel (Obr. 9). To znamená, že teplota a tlak jsou hlavními parametry tohoto procesu, důležitými pro kvalitu výsledného produktu. Až dodnes nebyla vytvořena žádná dostatečně relevantní průmyslová součást metodou protlačování v semi-solid stavu. Všechny známé práce jsou teprve ve fázi výzkumu (11).

Hlavní výhoda tixo-protlačování spočívá v nízké potřebné síle. V dřívějších výzkumech byla tato síla kvantifikována na 1/5 síly potřebné pro konvenční protlačování (11).

Vysoké síly používané při protlačování za tepla vedou k mnoha omezením, jako je například:

- a) Geometrické omezení pro tenkostěnné duté profily.
- b) Rychlostní omezení, protože příliš vysoká rychlost by mohla vést k nežádoucímu zahřívání produktu v průběhu tváření, což by pro výsledný produkt mohlo znamenat výskyt vad (trhliny za horka, přetavování povrchu atd.) (11).

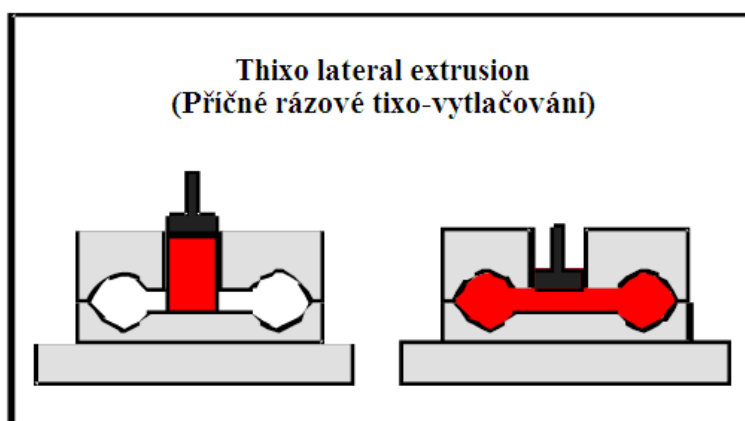


Obrázek 9: Schéma procesu tixoprotlačování [13]

4.2.6 Thixo lateral extrusion

Příčné tixo-vytlačování lze snadno přirovnat k lití, neboť bylo zjištěno, že tlakové poměry jsou u obou technologií velmi podobné.

Zápustka je před plněním formy uzavřena a materiál je do ní vtlačován bočně z vtokové soustavy. Horní razník je nehybný (řízení proti přetížení rázem) a spodní razník pohyblivý, dokud není forma zaplněna. Tekutá fáze slitiny umožňuje na chvíli konstantní tlak v součásti. Objem materiálu vyráběné součásti je přesně přizpůsoben tak, aby přebytečný materiál zůstal ve vtokové soustavě zápustky (Obr. 10). Geometrie vyráběných součástí je tedy stálá (14).



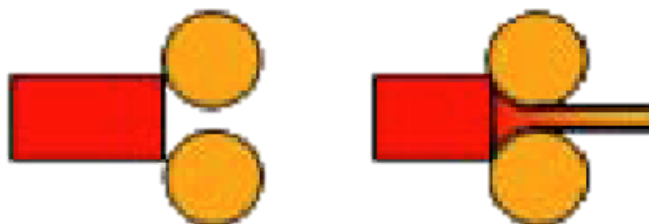
Obrázek 10: Schéma procesu tixo-vytlačování [14]

4.2.7 Thixorolling a rheorolling

Válcování kovů v semi-solid stavu je zcela novým procesem, který by mohl mít vysoký potenciál pro technologické aplikace využívající vysokopevnostní slitiny (především oceli). Tato varianta zpracování kovů v semi-solid stavu však zatím slouží spíše pro laboratorní účely. (11) V současné době probíhá výzkum rheorollingu na technické univerzitě Beijing v Číně, kde bylo vyvinuto zařízení pro přípravu a válcování některých druhů oceli. Výsledky tohoto výzkumu prokázali, že polotovary v semi-solid stavu získané elektromagnetickým ohřevem a

mícháním může být úspěšně válcován a také, že jsou pro tixoválcování vhodné vysokouhlíkové oceli, jako je například ocel T12 s 1,2% uhlíku (Obr. 11) (1).

Tixovalcovani - thixorolling



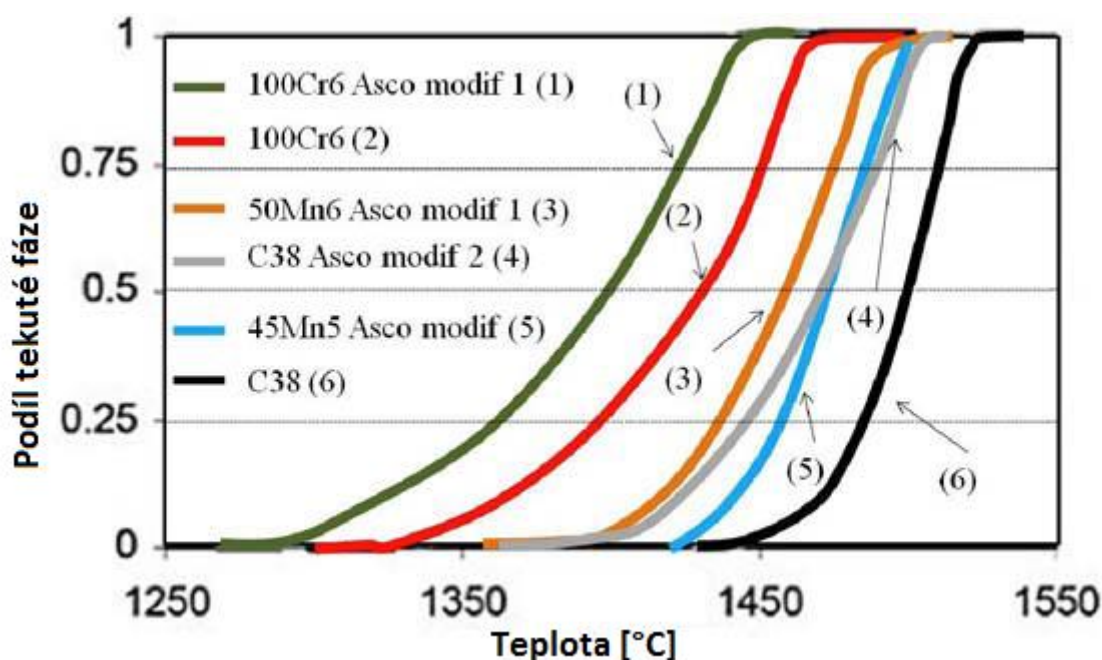
Obrázek 11: Schéma procesu tixoválcování

5. Identifikace vhodné oceli

Většina představených technologií zpracování v semi-solid stavu byla nejprve navržena a odzkoušena pro zpracování slitin s nízkou teplotou tavení, jako jsou slitiny hliníku nebo hořčíku, které jsou také v dnešní době nejvíce implementovány do komerční praxe. Dosud nebyla technologie semi-solid zpracování (SSP) průmyslově aplikována na materiálech s vysokou teplotou tavení, jako jsou oceli. Na základě současných výzkumů lze konstatovat, že i pro tyto materiály představuje SSP velký potenciál a je možné předpokládat jejich brzkou komercializaci. (1; 15).

Kvůli specifickým požadavkům, které jsou kladeny na materiál při tváření v semi-solid stavu byly vyvinuty speciální oceli, které splňují požadavky na možnost formování i na vysokou kvalitu a mechanické vlastnosti výsledného produktu. Tyto oceli respektují požadavky na šíři teplotního intervalu pro tváření v semi-solid stavu, jako i nízkou teplotu solidu u slitin s vysokým bodem tavení. Dále je snaha připravit materiály se specifickými vlastnostmi pro další zpracování (následné vytvrzování stárnutím) a zajistit příznivé chování při deformaci. Mnoho dalších faktorů (jako je teplotní citlivost, rozsah teplot tuhnutí a citlivost k chemickému složení) je v první řadě vždy zkoumáno pomocí různých druhů výpočetních softwarů, ve kterých je určován i potenciál materiálu k již zmíněnému vytvrzování stárnutím. Na základě těchto výzkumů bylo zjištěno, že teploty solidu a likvidu závisí na vhodné volbě legujících prvků. Závěrem lze říci, že teplotní rozsah pro thixocasting by se měl pohybovat mezi 40% - 60% tekuté fáze a pro thixoforging mezi 20% - 40% (5; 15).

Pro určení podílu pevné a tekuté fáze jsou využívány mnohé materiálové analýzy, ale i výpočetní softwary nebo rovnovážné fázové diagramy. Mezi používané analýzy patří například DTA (diferenční termická analýza) nebo DSC (diferenční kompenzační kalorimetrie). Nejpresnější měření je možné provést pomocí rentgenové mikrotomografie, která je však prováděna obvykle přímo na vzorku v semi-solid stavu, tudíž je tato technika těžko dosažitelná. Největším nedostatkem DSC analýzy je, že probíhá za podstatně nižších teplot, než tváření v semi-solid stavu v průmyslové praxi. Ale i tak dokáže tato analýza podat přehled o závislosti tekuté fáze vzhledem k teplotě (Obr. 12) (5).



Obrázek 12: DSC analýza ukazující podíl tekuté fáze v závislosti na teplotě na několika druzích oceli [4]

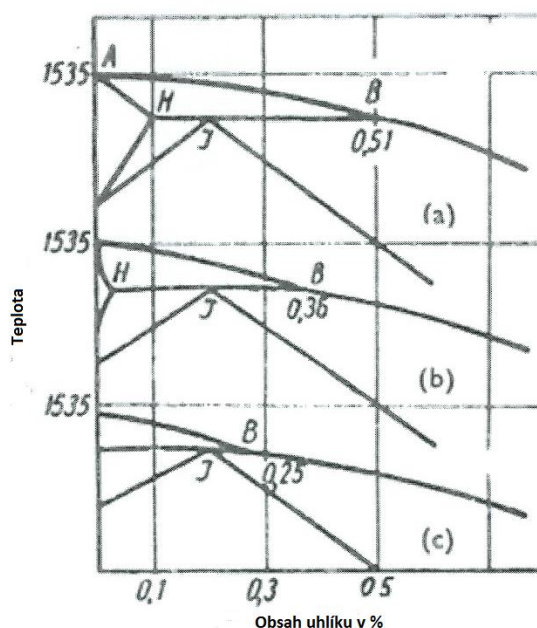
5.1 Vliv legujících prvků na možnosti tváření v semi-solid stavu

Většina druhů ocelí je v dnešní době bezproblémově dostupná v průmyslové praxi. Problémem zůstává identifikace těch druhů ocelí, které jsou nejlépe vhodné pro tváření tixoforingem. Případně úprava jejich chemického složení pro zlepšení parametrů, které jsou nutné pro úspěšné tváření SSP. Před samotným tvářením tedy musí být prozkoumán vliv legujících prvků na teploty solidu a likvidu. (16).

Obsah uhlíku prezentovaný v diagramu Fe-C je základním elementem pro realizaci procesu tixoforingu. Fe-C diagram dovoluje identifikovat teplotu solidu a likvidu pro různé třídy ocelí ještě před zvažováním efektu legujících prvků. V závislosti na obsahu legujících prvků se zásadně mění tvar rovnovážného diagramu Fe-C a teploty solidu a likvidu se mohou velmi výrazně posouvat. Obrázek 13 ukazuje tento jev s narůstajícím obsahem manganu jako legujícího prvku v nízkolegované oceli. Je zřejmé, že s narůstajícím obsahem manganu klesá teplotní interval pro tváření v semi-solid stavu (Obr. 13) (16).

Pro modifikaci a snížení teploty solidu je ovlivňováno chemické složení přidáním prvků, jejichž bod tavení je nižší, než systému Fe-C, nebo přidáním prvků, které usnadní mikrosegreci (16).

Je tedy zřejmé, že vysokolegované oceli jsou obvykle vhodnější pro zpracování tixoforingem, kvůli širšímu intervalu teplot semi-solid stavu. Avšak bylo prokázáno, že lze uspokojivě tvářet i velmi nízkolegované oceli, pokud jsou precizně zvládnuty ostatní faktory ovlivňující výslednou strukturu (17; 18).



Obrázek 13: Vliv manganu jako legujícího prvku na změnu tvaru diagramu Fe-C [15]

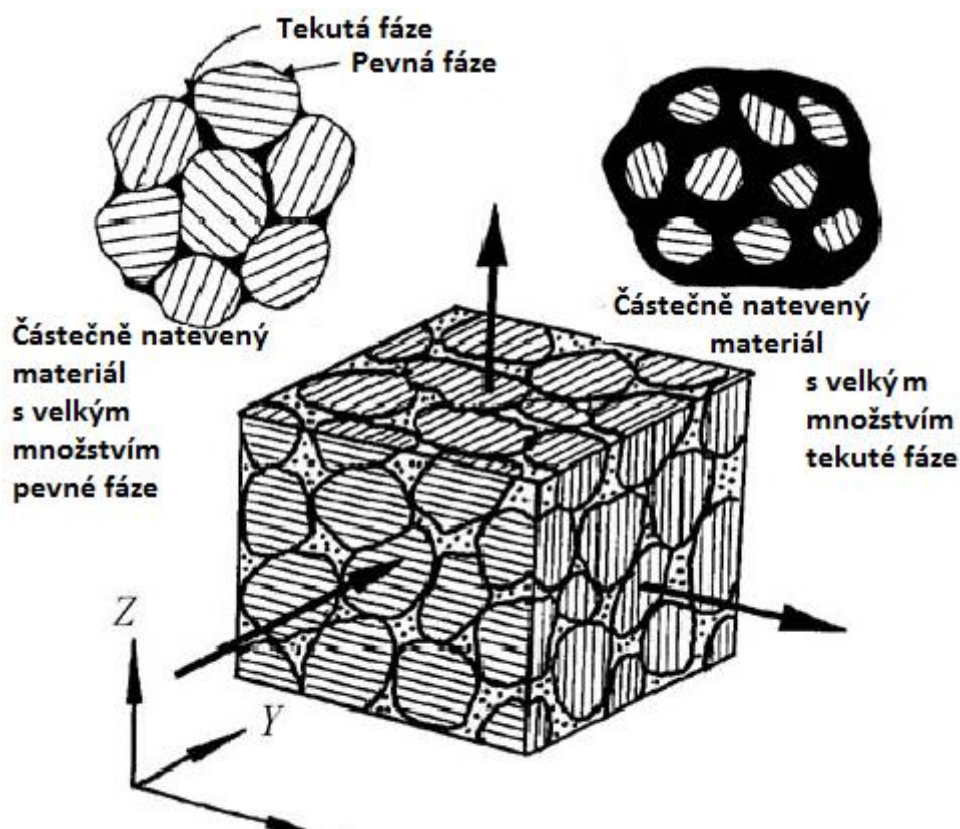
6. Metalografie a mechanické vlastnosti materiálu po tváření tixoformingem

Dle původní studie provedené na MIT by měla ideální struktura po tváření v semi-solid stavu mít globulární tvar zrn, které jsou homogenně rozptýlené v tekuté matici. Mikrostruktury pro tváření v semi-solid stavu může být dosaženo buď částečnou solidifikací taveniny, nebo částečným natavením původního stavu suroviny s globulární mikrostrukturou, která byla solidifikována určitým procesem (5; 19).

Bylo zjištěno, že chování materiálu v semi-solid stavu a jeho proudění při plnění formy závisí na poměru mezi solidem a likvidem, na velikosti a tvaru výsledného produktu a také na pravidelnosti rozmístění globulárních zrn v tekuté matici (Obr. 14) (5).

Je tedy důležité si uvědomit, že podíl pevné fáze nebo tekuté fáze v semi-solid stavu ovlivňuje viskozitu materiálu a tedy i jeho následné chování při proudění a plnění formy (5).

Produkty tixoformingu jsou obvykle podrobeny metalografické analýze, měření tvrdosti, únavovému testování, ale i zkoušce tahem nebo tlakem. Vzhledem k předpokládanému dalšímu tepelnému zpracování produktů tixoformingu by toto testování mělo probíhat i po daném postupu tepelného zpracování, kdy materiál obvykle vykazuje homogennější vlastnosti než bezprostředně po tixoformingu (16).



Obrázek 14: Poměry mezi pevnou a tekutou fází v materiálu připraveném pro tixofforming [9]

Mikrostruktura materiálu po tváření v semi-solid stavu je velmi náchylná k parametrům, které jsou voleny při samotném procesu tváření. I po přezkoumání vzorků všemi těmito analýzami je velmi těžké určit, vliv jednotlivých parametrů na konkrétní vlastnosti výsledné struktury. V tomto ohledu je zde stále ještě mnoho hledisek, které je nutno popsat, protože na výslednou mikrostrukturu má vliv nejen tepelné zpracování po procesu tixofformingu, ale i před ním. Bylo by tedy žádoucí vytvořit kompletní mapu zpracování daných materiálů, která by vedla k lepšímu pochopení všech procesních parametrů a jejich možnému dopadu na jednotlivé části mikrostruktury a tedy i na mechanické vlastnosti výsledného produktu (16).

7. Aplikace produktů vytvořených tixofformingem v praxi

Tixofforming je v současné době proces, pro který je nejdůležitější dostat se do povědomí průmyslové praxe. Zapojení tohoto druhu tváření v porovnání například s vysokotlakým litím je stále velmi nízké (5; 20).

Od poloviny devadesátých let minulého století je do průmyslové praxe zapojeno tváření slitin hliníku a hořčíku, avšak oceli zatím nikoliv. A to i přes to, že prokazatelné výsledky byly zveřejněny již na konci sedmdesátých let minulého století. V roce 2007 započala spolupráce mezi Evropskými výzkumnými centry, nazývaná „COST 541 – ThixoStell“. Úkolem je demonstrovat vysoký potenciál produktů vytvořených tixofformingem při zapojení do některých částí průmyslové praxe a jejich následná komercializace (16).

Před samotnou komercializací je ovšem ještě potřeba zvládnout řadu aspektů. Vedle výběru vhodného materiálu i aspekty pracovní jako je tvářecí rychlost, teplota formy, teplota

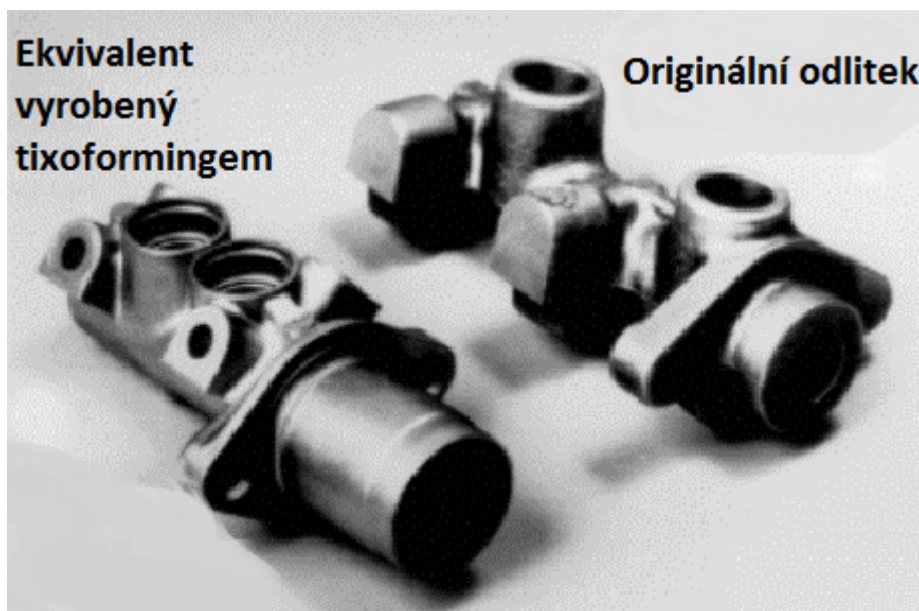
samotného produktu, rychlost ochlazování nebo výdrž na teplotě a manipulace s polotovarem. Ve výsledku je tedy pro průmyslovou výrobu nejdůležitější zvládnutí přesného měření teplot (při experimentálních pokusech je každý vzorek měřen zvlášť termočlánky, což je pro průmyslovou praxi nepřipustné), dostatečně precizní ohřev, manipulace s polotovarem a lisovací zařízení (5).

7.1 Automobilový průmysl

Toto odvětví průmyslu je charakterizováno produkcí součástí ve velkých sériích. Procesy, které jsou zde nejvíce používány (ať už vyžadují více či méně komplexní řešení geometrie), jako je kování, odlévání nebo lisování, většinou pracují s materiály, jako jsou uhlíkové oceli, nebo nízkolegované oceli, případně litiny a hliníkové slitiny. Ovšem v posledních letech se výzkum zabývá především hledáním procesů, které by mohly produkovat stále lehčí součásti, které by ve výsledku vedly k ekonomičtějšímú povozu. Z tohoto důvodu byl dán také prostor testování nových procesů, jako je i tixofforming (16).

V porovnání s odlitými částmi z kuličkového grafitu, které mají obvykle velmi komplexní geometrii s klasickými mechanickými vlastnostmi, může ocel zpracovaná tixofformingem nabídnout zlepšení mechanických vlastností, za současného snížení objemu potřebného materiálu. Součásti tvářené v semi-solid stavu mohou mít tenčí stěny a ostřejší přechody mezi oddíly, čímž dojde k celkovému snížení váhy dané součásti (Obr. 15) (16; 20).

Součásti ze slitin hliníku mají samozřejmě oproti součástem vyrobeným tixofformingem z oceli mnohem nižší pevnost, zatímco objem materiálu obou součástí je srovnatelný. Použitím hliníku však dojde k úspoře na váze. Je však také na místě vzít v úvahu, že únavové chování slitin hliníku je horší, než u oceli používané v automobilovém průmyslu (16).



Obrázek 15: Porovnání klasického odlitku s ekvivalentní součástí vyrobenou tixofformingem

Hlavní výhodou tixofformingu oproti konvenčnímu kování je především úspora tvářecích operací k docílení výsledné geometrie. Je také nutno podotknout, že s narůstajícím počtem operací při kování klesá potřeba procesního času u tixofformingu. Tixofforming umožňuje vytvoření tvarově poměrně komplikované součásti na jednu tvářecí operaci za současného udržení dobré kvality povrchu. Mimo jiné, během konvenčního kování jsou mechanické

vlastnosti docílené obvykle pouze v jednom směru, zatímco po tváření tixoforingem jsou mechanické vlastnosti homogenní ve všech směrech (16).

7.2 Přehled součástí vyrobených tixoforingem

Již v roce 1992 bylo na univerzitě Sheffield úspěšně provedeno tixo kování některých slitin s vysokým bodem tavení. Tyto experimenty dokázaly, že tvářením kovů v semi-solid stavu lze vytvořit poměrně složité tvarové součásti i na větších objemech materiálu. Šlo o výrobu ozubených kol z rychlořezné oceli M2, která vážila přibližně 1,3 kg (Obr. 16) (2).



Obrázek 16: Ocel s vysokým bodem tavení zpracovaná tixoforingem do tvaru ozubených kol [13]

V následujících letech bylo zkoumáno především tixo kování a tixo odlévání na různých typech ocelí. Na univerzitě Tokyo byl v roce 1996 zahájen výzkum týkající se tixo kování litin, na základě něhož byla úspěšně vyrobena čelní ozubená kola z litiny FCD-45 (2).

Teprve od roku 2002 začaly být ve větší míře zkoumány i další možnosti tváření kovů v semi-solid stavu, jako je Thixo lateral extrusion, jehož vývoj byl realizován od roku 2003 v Aachen na vysokolegované, vysokouhlíkové oceli X210Cr12 (Obr. 17-a), stejně jako thixojoining, který probíhal na stejném materiálu i pracovišti (Obr. 17-b) (2).

V dnešní době probíhají výzkumy všech typů tváření kovů v semi-solid stavu a jejich společným cílem je zapojit tuto metodu do průmyslové praxe.



Obrázek 17: a) thixo lateral extrusion, b) thixojoining, produkty vytvořené tixoforingem z oceli X210Cr12 [4]

7.3 Shrnutí kladů a záporů součástí vyrobených metodou tixoforingu

Metoda tváření kovů v semi-solid stavu má oproti konvenčnímu odlévání několik výhod, jako je možnost docílení lepších mechanických vlastností výsledné součásti (více homogenní a jemnozrnná struktura), používání nižších provozních teplot, z čehož vyplývá i nižší potřebná

energie pro ohřev tvářeného materiálu. V neposlední řadě stojí za zmínění, že produkty tixoformingu mají i při použití menšího množství materiálu dobré mechanické vlastnosti a ve většině případů lepší kvalitu povrchu.

V porovnání s kovááním je výhodou tixoformingu použití nižších tvářecích sil, z čeho ale na druhou stranu vyplývá nutnost natavení materiálu na vyšší teploty než při klasickém kováání. Nespornou výhodou však zůstává možnost pořízení tvarově složitých součástí na jednu tvářecí operaci.

Tváření kovů v semi-solid stavu má samozřejmě i své nevýhody. Jde především o nároky kladené na precizní provedení a monitorování tvářecího procesu, jako i na tvorbu samotných režimů pro tvářeni tixoformingem, které jsou ovlivňovány mnoha faktory, mezi něž se řadí tvářecí síla, struktura výchozího materiálu, teplota formy, teplota samotného polotovaru, rychlost ochlazování, nebo rychlost deformace. Dalším aspektem, který musí být ještě v budoucnu vyřešen, je manipulace s nataveným polotovarem, který se při styku s jakýmkoli nářadím okamžitě ochlazuje a tím ztrácí vlastnost nezbytnou pro tvářeni v semi-solid stavu, tixotropii.

8. Experimentální program

Experimentální program byl zaměřen na ověření možnosti tváření vysokolegovaných ocelí vyrobených práškovou metalurgií technologií semi-solid zpracování a popsání vlivu tohoto typu tváření na vývoj jejich mikrostruktury. Semi-solid zpracování práškových ocelí je nová, technicky zajímavá metoda, která nabízí možnost vytvářet složité komponenty s progresivními vlastnostmi pouze v jedné tvářecí operaci. Tento typ tváření kombinuje výhody tvarové složitosti odlitků a mechanických vlastností výkovků.

Na základě literární rešerše byly vybrány dvě oceli vyrobené práškovou metalurgií s komerčním označením K390 a K890. Vzhledem k charakteru ocelí vyrobených práškovou metalurgií nejsou tyto oceli vhodné pro tváření konvenčními metodami. Na druhou stranu tváření těchto ocelí metodou tixoformingu by mohlo být úspěšné vzhledem k vysokému obsahu legujících prvků v těchto ocelích. Vhodně volený obsah legujících prvků způsobuje rozšíření intervalu teplot pro tváření v semi-solid stavu. Zároveň také může snižovat teplotu solidu. Na základě znalosti vlivu jednotlivých chemických prvků na proces tváření byly zvoleny dva experimentální materiály. Jejich chemické složení by mělo umožnit oba materiály úspěšně tvářet metodou tixoformingu a zároveň ověřit vliv legujících prvků na tento proces díky jejich srovnatelnému chemickému složení. Zpracování vysokolegovaných ocelí metodou tixoformingu s sebou přináší řadu technických problémů. Při jejich zvládnutí má však tato metoda nespočet výhod. Především jde o získání finálního tvaru a požadovaných mechanických vlastností pouze jednou tvářecí operací. Tváření práškových ocelí v semi-solid stavu může vést mimo jiné i k získání neobvyklých mikrostruktur materiálů, které nelze získat jinou technologií. Zpracování ocelí technikou tixoformingu obvykle vede k mikrostrukturám, které jsou tvořené vysokým podílem globulárních, či polygonálních částic metastabilního austenitu, které jsou uloženy v karbidickém síťoví. Tak je tomu například u oceli X210Cr12, která je často používána pro experimenty zpracování v semi-solid stavu. Nevýhodou tohoto typu mikrostruktur je křehkost karbidického síťoví, ve kterém se iniciují defekty. Využitím ocelí vyrobených práškovou metalurgií a legováním zahrnující V, Mo a Cr by v rámci experimentu měla být získána mikrostruktura odlišná od klasické struktury po tixoformingu. V této struktuře budou namísto austenitických polyedrických zrn dispergovány tvrdé karbidy uložené v plastické austenitické matici, které výslednému produktu budou zajišťovat vyšší houževnatost. Prostor mezi austenitickými zrny by měl být vyplněn eutektikem.

Pro stanovení počátečních parametrů tixoformingu bylo nezbytné určit celou řadu fyzikálních vlastností. Experimentální zjištění těchto veličin je časově náročné i nákladné, proto byl použit výpočtový software JMatPro, který vlastnosti materiálu stanoví na základě chemického složení, velikosti zrna a dalších parametrů. Použití ocelí vyrobených práškovou metalurgií zajišťuje přesné vstupní hodnoty chemického složení, díky čemuž se hodnoty získané softwarem JMatPro a skutečné technologické okno částečně překrývaly. I přesto musely být některé parametry procesu optimalizovány postupnými kroky během experimentálního programu. Jednalo se zejména o teplotu tváření, tvářecí sílu a průběh ohřevu.

Na vstupních materiálech byly provedeny metalografické analýzy výchozích stavů na světelném i elektronovém mikroskopu a měření tvrdosti HV30. Fyzikální vlastnosti byly spočteny v software JMatPro. Vstupní data z toho software byla využita pro návrh režimů tváření obou materiálů. Po zjištění ideálních parametrů tváření pro oba materiály byly finální produkty podrobeny detailním metalografickým analýzám na světelném i skenovacím elektronovém mikroskopu. Rozložení legujících prvků bylo stanoveno EDS analýzou. Hlavní

pozornost byla věnována změně karbidů ve struktuře. Podíl jednotlivých strukturních složek byl stanoven měřením rentgenovou difrakcí.

8.1 Popis provedených analýz a měření

Pro stanovení vlastností potřebných pro navržený parametrů semi-solid zpracování u vybraných ocelí byl použit software JMatPro (JMatPro, Release 9.0, Sente Software Ltd., 2016), kde je možné stanovit podíl likvidu ve struktuře v závislosti na teplotě ohřevu, a tím určit vhodný interval teplot pro tváření v semi-solid stavu. Pro dosažení potřebného tixotropního chování materiálu je nutné, aby podíl tekuté fáze dosahoval 20 - 40 % .

Pro dokumentaci získaných struktur a obrazovou analýzu byl použit světelný mikroskop (Olympus GX), konfokální laserový mikroskop (Olympus Lext) a skenovací elektronový mikroskop. Elektronový mikroskop sloužil nejen ke zkoumání mikrostruktury, ale i k bodovému, čárovému a plošnému stanovení rozložení chemických prvků pomocí analýzy EDS (Energy dispersive spectroscopy). Pro tyto účely byly použity dva skenovací elektronové mikroskopy. Pro získání základních poznatků o strukturách byl použit mikroskop Tescan Vega Easy Probe a pro detailní analýzy byl použit elektronový mikroskop Zeiss AURIGA (Schottkyho katoda, s rozlišením elektronového svazku 1 nm). Systém je vybaven fokusovaným iontovým paprskem (FIB), detektorem sekundárních a zpětně odražených elektronů (SE, BSE), detektorem pro energeticky disperzní spektrometrii (EDS), detektorem pro difrakci zpětně odražených elektronů (EBSD) a možností skenovací transmisní elektronové mikroskopie (STEM) pro tenké fólie. Měření tvrdosti bylo provedeno dle Vickersovy metody (HV30) na materiálech ve výchozím a zpracovaném stavu. Na obou ocelích byla dále provedena rentgenová difrakční fázová analýza pro určení podílů jednotlivých fází ve strukturách a pro ověření vstupních fází zkoumaných struktur. Měření bylo provedeno na automatickém práškovém difraktometru AXS Bruker D8 Discover s plošným, pozičně citlivým detektorem HI-STAR a kobaltovou RTG lampou ($\lambda K\alpha = 0,1790307 \mu\text{m}$).

8.2 Volba experimentálních materiálů

Pro docílení požadované „obrácené“ mikrostruktury (základní matrice tvořená houževnatou M-A složkou s jemnými karbidy homogenně rozptýlenými v mikrostruktuře) bylo nutno vybrat vhodné legující prvky pro každou z navržených ocelí. Legování muselo být také voleno s ohledem na teplotní interval ohřevu vhodný pro semi-solid zpracování.. Pro výběr ocelí byl tedy zohledněn i vliv jednotlivých legujících prvků na možnosti tváření v semi-solid stavu, protože chemické složení experimentálních materiálů určuje šíři teplotního intervalu pro tváření. Vybrané vysokolegované oceli K390 a K890 jsou vyráběny práškovou metalurgií, kvůli čemuž jsou v praxi špatně obrobitelné a tvařitelné.

Cílem experimentálního programu bylo dokázat, že metodou tixoformingu je možné tyto těžce tvařitelné oceli zpracovat komplexním procesem tzv. „near net shape“. To znamená, že tento proces snižuje potřebu následného obrábění nebo broušení. Snižování tradičních dokončovacích operací může zredukovat cenu produktu v ideálním případě až o dvě třetiny. Mezi hlavní legující prvky vybraných ocelí patří chrom, vanad, molybden a kobalt (Tab. 1).

Mezi přednosti těchto ocelí patří především jejich výborná otěruvzdornost. Oceli vyrobené práškovou metalurgií se dále vyznačují velmi přesným chemickým složením a

homogenními vlastnostmi v celé struktuře. Chemické složení oceli K890 jí zajišťuje velmi dobrou houževnatost. Obě oceli jsou určeny pro práci za studena, jako řezné a střížné nástroje.

Tabulka 1: Chemické složení oceli vybraných pro experimentální program

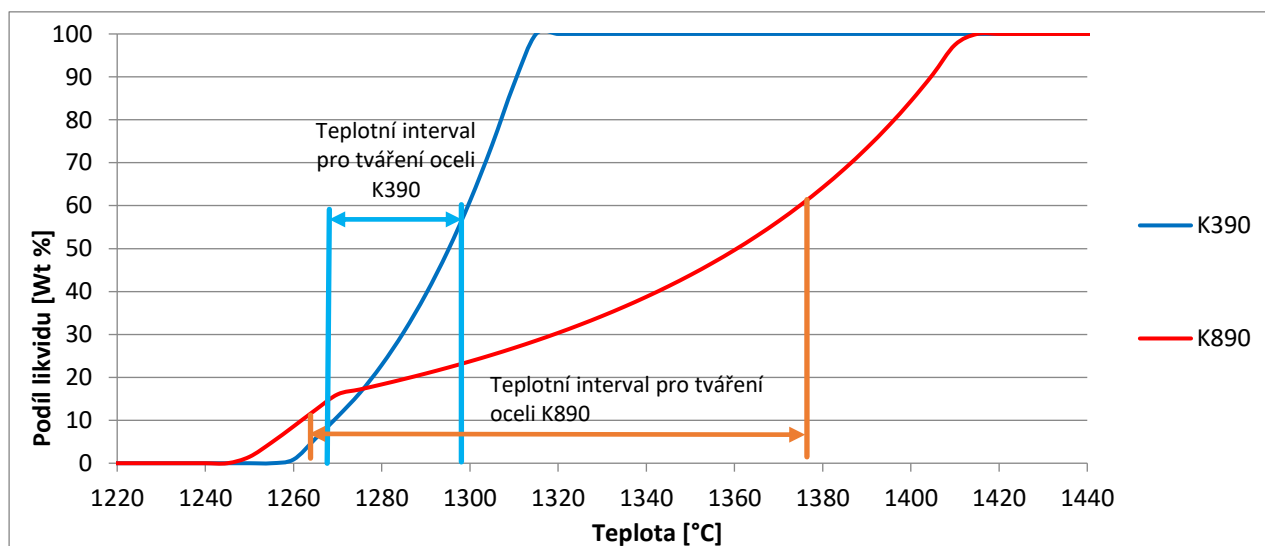
Množství legujících prvků [hm%]	C	Cr	Cu	Co	Mn	Mo	Ni	Si	V	W
K390	2,48	4,20	0,10	1,95	0,40	3,64	0,19	0,57	8,94	0,85
K890	0,85	4,23	0,00	4,41	0,35	2,70	0,00	0,35	1,99	2,46

8.3 Analýza vstupních stavů experimentálních materiálů

8.3.1 Stanovení fyzikálních vlastností

Před samotným procesem tixoformingu bylo nutné zjistit fyzikální vlastnosti zvolených materiálů a popsat jejich chování nejen při teplotách mezi solidem a likvidem, ale během celého procesu tváření. Pro usnadnění těchto výpočtů byl použit software JMatPro. Výstup z výpočtů ukázal, že obě zvolené oceli mají dostatečně široký teplotní interval pro tváření v semi-solid stavu. Ocel K390 s užším teplotním intervalem se začíná tavit při teplotě 1255°C a k úplnému roztavení dojde při teplotě 1315°C. Rozmezí pro tváření v semi-solid stavu je tedy zhruba 59°C (Obr. 18).

Ocel K890 má teplotní interval pro tváření v semi-solid stavu podstatně širší, což je způsobeno jiným poměrem legujících prvků, především pak uhlíku, wolframu a vanadu, kterých má ocel K390 větší množství. Tavení oceli K890 začíná při teplotě 1248°C a plně roztavená je při teplotě 1415°C, což rozšiřuje její semi-solid interval až na 167°C (Obr. 18).

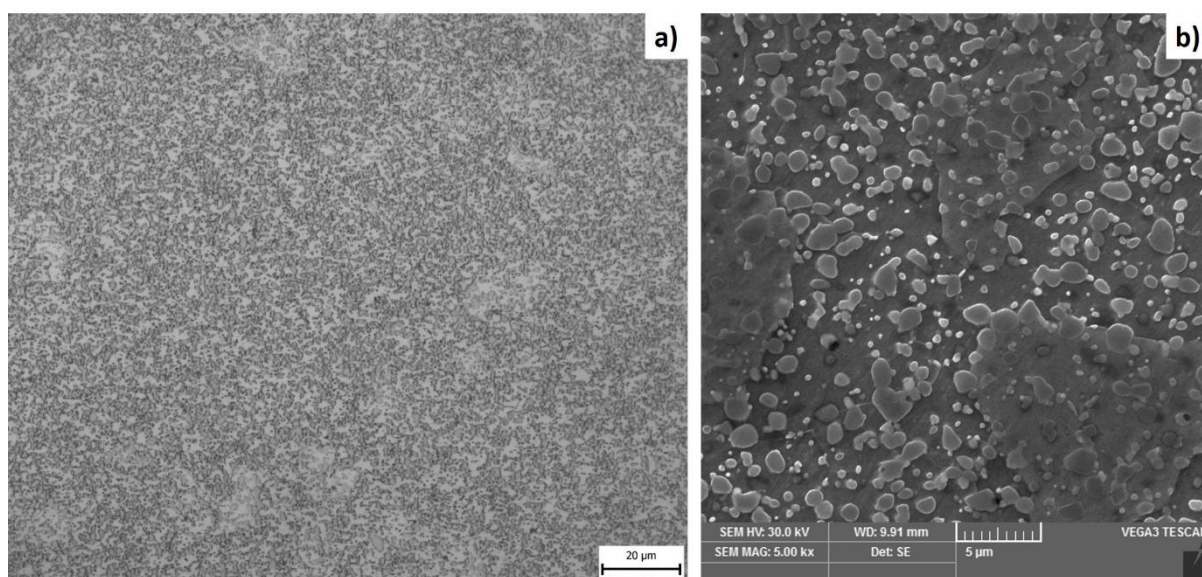


Obrázek 18: Podíl likvidu v závislosti na teplotě dle programu JMatPro

Skutečný teplotní interval pro efektivní tváření tixoformingem je ovšem užší. Podíl tekuté fáze by se měl pohybovat mezi 10% - 60%. První experimenty byly prováděny s teplotou ohřevu odpovídající zpravidla 15% tekuté fáze.

Výchozí mikrostruktura oceli K390 s tvrdostí 255 HV30 se pod světelným mikroskopem jevila jako feritická s jemnými karbidy rozloženými rovnoměrně v původní matici (Obr. 19 a). Na vzorku byla provedena obrazová analýza pro zjištění procentuálního podílu karbidů, který byl 34%.

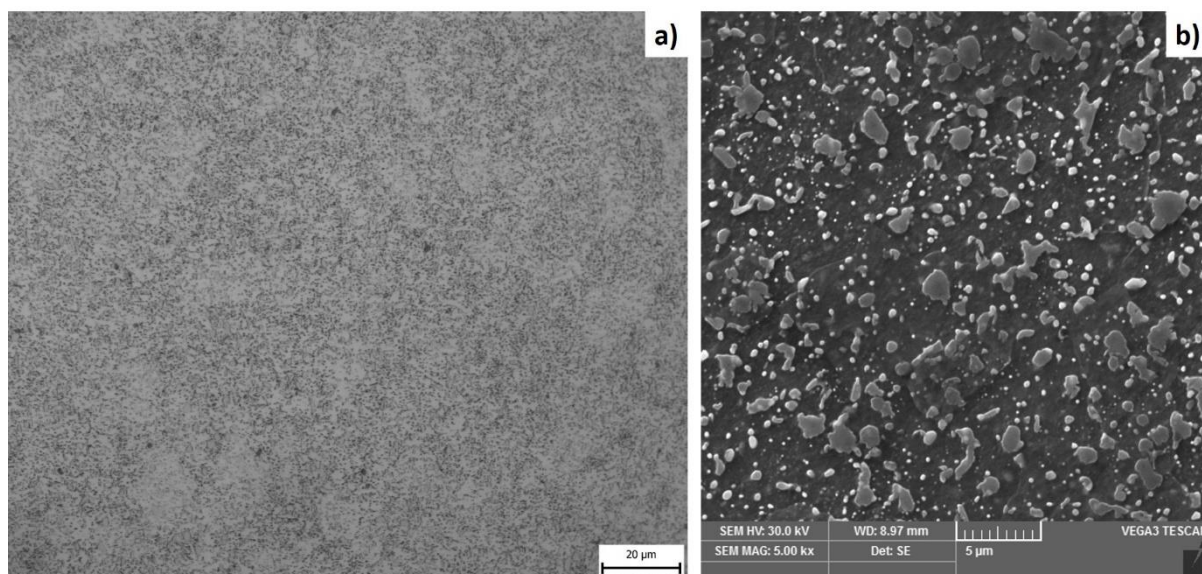
Pozorování vzorku této oceli na skenovacím elektronovém mikroskopu (SEM) potvrdilo pravidelnost rozmístění jednotlivých karbidů. Analýza na SEM také ukázala, že se jedná o karbidy různých druhů, jak mohlo být zřejmé již z chemického složení této oceli. V mikrostruktuře se vyskytují dva druhy karbidů. Karbidy s větší rozlohou – až několik mikrometrů – jsou na bázi vanadu a menší karbidy světlejší barvy jsou především chromové. Velikost těchto karbidů se pohybuje v desetinách mikrometrů (Obr. 19 b).



Obrázek 19: Struktura výchozího stavu oceli K390 pod a) světelným mikroskopem, b) skenovacím elektronovým mikroskopem

Výchozí mikrostruktura oceli K890 se pod světelným mikroskopem jevila více jemnozrná, než struktura výchozího stavu oceli K390. I přesto jde ale s největší pravděpodobností o feritickou matici s rozptýlenými karbidy. Takto jemná mikrostruktura je však nevhodná pro pozorování a detailní popis pomocí světelného mikroskopu (Obr. 20 a).

Na skenovacím elektronovém mikroskopu bylo prokázáno, že se ve struktuře výchozího stavu oceli K890 vyskytuje větší počet typu karbidů než u oceli K390. Tyto karbidy jsou poměrně rovnoměrně rozloženy ve feritické matici a mají velmi rozdílné tvary (Obr. 20 b). U oceli K390 tomu bylo jinak, většina jejích karbidů měla pravidelný oválný tvar. Velikost karbidů se pohybuje opět od několika desetin mikrometru až do 4 mikrometrů. Kvůli tomuto rozpětí velikostí nebylo vhodné měřit velikosti jednotlivých karbidů, takže zde byla opět provedena obrazová analýza pro měření procentuálního podílu karbidů ve struktuře, který byl 27%.



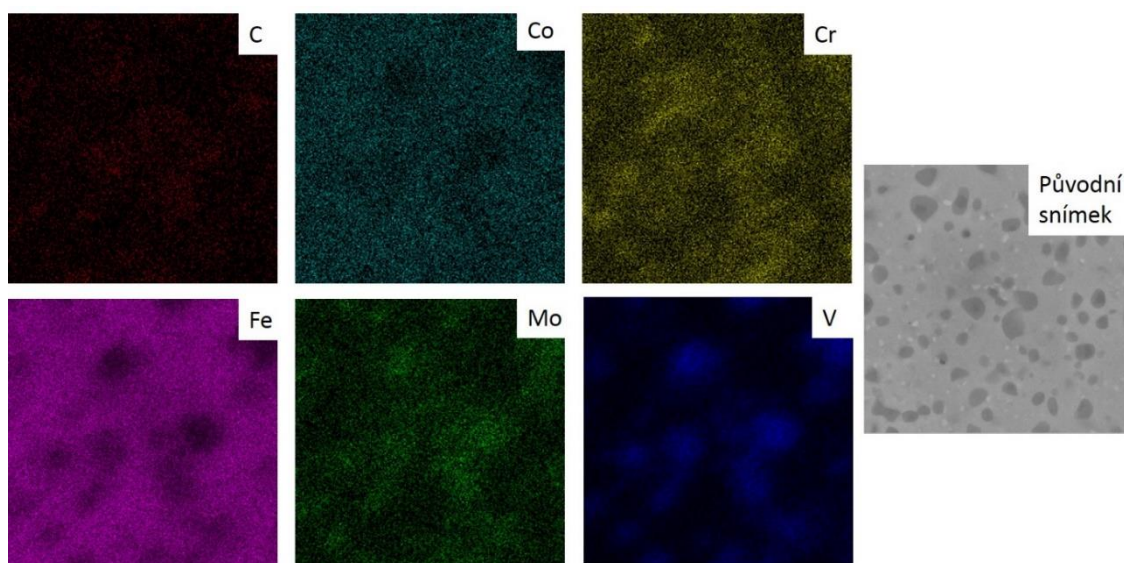
Obrázek 20: Struktura výchozího stavu oceli K890 pod a) světelným mikroskopem, b) skenovacím elektronovým mikroskopem

8.3.2 Energy dispersive spectroscopy (EDS) analýza výchozích stavů materiálů

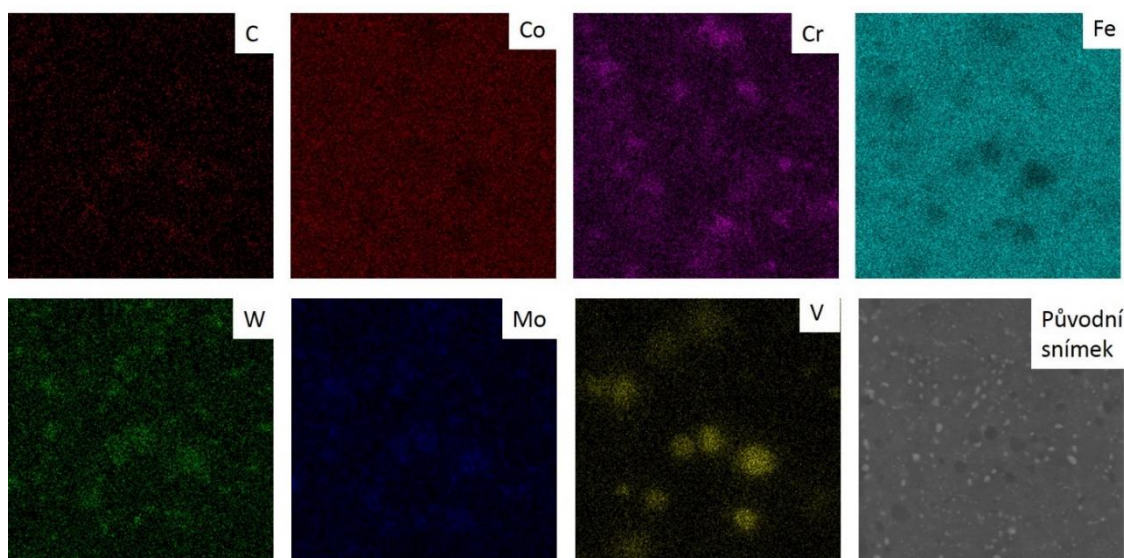
Pro bližší představu o rozložení jednotlivých legujících prvků v mikrostruktuře výchozích stavů obou ocelí bylo provedeno mapování povrchu pomocí EDS analýzy na skenovacím elektronovém mikroskopu. Mapování bylo prováděno na nenaleptaných vzorcích, aby nebyl povrch ovlivněn zbytky leptadla, případně aby nebyly odleptány povrchové částice. EDS analýza nedokázala detekovat všechny legující prvky ocelí, protože elektronový paprsek nedokáže identifikovat příliš malé shluky jednotlivých prvků (průměr svazku může být až několik µm). Je však jasně patrné, že před procesem tixoformingu byly legující prvky ve struktuře skoro rovnoměrně rozptýlené, (Obr. 21, 22).

Porovnáním výsledků EDS ocelí obou ocelí bylo zjištěno, že legující prvky jsou v nich rozloženy různými způsoby. Na snímcích rozložení jednotlivých prvků je vidět, že v oceli K890 jsou karbidy legujících prvků uspořádány spíše do menších konglomerátů, než u oceli K390 (Obr. 21, 22).

Zatímco kobalt byl v obou ocelích rozptýlen homogenně, bez vytváření ostrůvků s větší koncentrací, chrom a molybden tvoří v oceli K890 jasné konglomeráty. U oceli K390 je nevýraznější vliv vanadu, který v mikrostruktuře tvoří karbidy. Vanad je v obou ocelích poměrně jasně ohraničen, avšak v oceli K390 jsou shluky větší, než je tomu u oceli K890. Toto zjištění koresponduje i s větší naměřenou průměrnou tvrdostí oceli K390.



Obrázek 21 Mapování rozložení legujících prvků pomocí analýzy EDS na oceli K390



Obrázek 22: Mapování rozložení legujících prvků pomocí analýzy EDS na oceli K890

8.3.3 Měření tvrdosti výchozích stavů materiálů

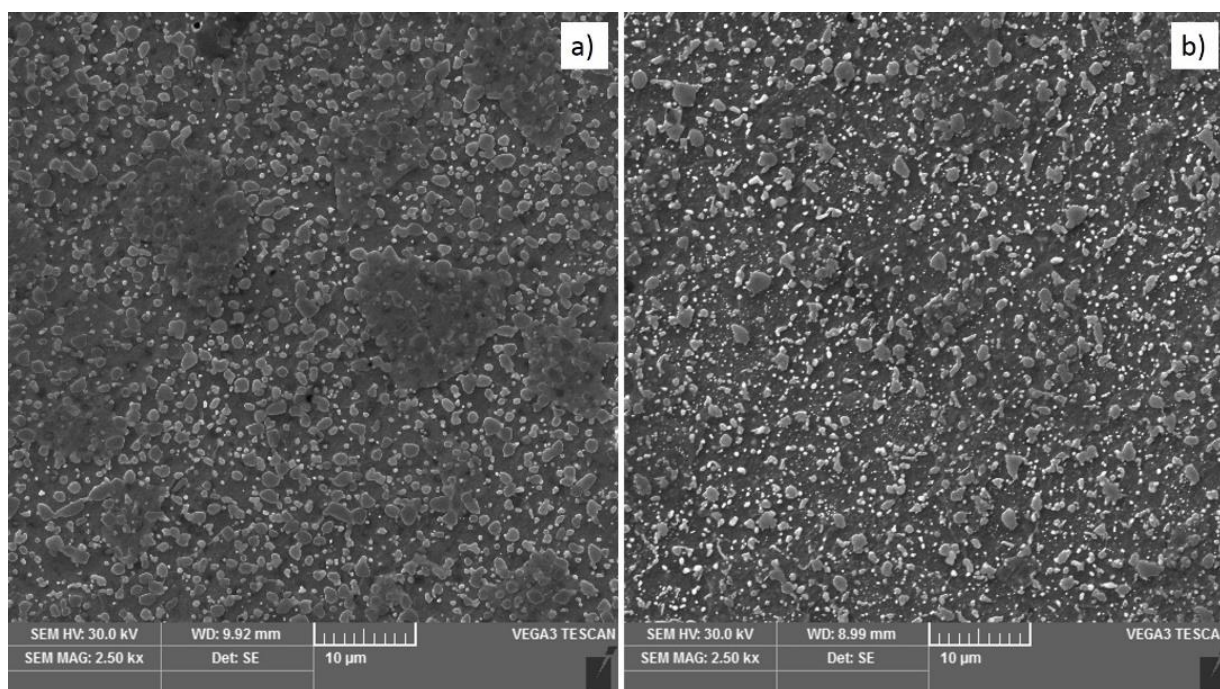
U výchozích stavů materiálů bylo provedeno měření tvrdosti HV30. (Tab. 2). U oceli K390 byla naměřena hodnota tvrdosti 255 HV30, což je vyšší hodnota tvrdosti než u oceli K890, kde bylo naměřeno jenom 215 HV30.

Tabulka 2: Porovnání tvrdosti (HV30) výchozích stavů jednotlivých druhů materiálu

K390	255 ± 4
K890	215 ± 6

8.3.4 Porovnání výchozích stavů materiálů

Obě oceli byly pozorovány nejprve světelným mikroskopem a následně skenovacím elektronovým mikroskopem. U obou ocelí byla struktura tvořena feritickou maticí s rozptýlenými karbidy různých velikostí. U oceli K390 byly ve struktuře detekovány karbidy větších rozměrů, které byly umístěny těsněji u sebe, čemuž odpovídá i větší množství jejich legujících prvků a vyšší tvrdost (Obr. 23). Karbidy v této oceli byly však globulární, oproti oceli K890, která měla ve struktuře vyšší podíl ostrohranných karbidů. Podle EDS analýzy provedené na materiálech ve výchozím stavu bylo možné zjistit chemické složení jednotlivých karbidů a pozorovat shlukování jednotlivých legujících prvků, a tím odhadnout o jaké karbidy se jedná.



Obrázek 23: Struktura výchozího stavu ocelí a) K390, b) K890 pod skenovacím elektronovým mikroskopem

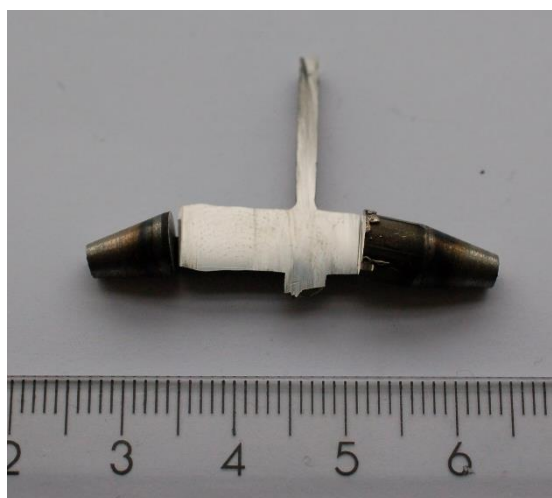
Oba materiály byly na základě mikrostrukturních analýz a výsledků z programu JMatPro vyhodnoceny jako vhodné pro tvářeni metodou tixoformingu. A to především díky jejich dostatečně širokému teplotnímu intervalu pro zpracování v semi-solid stavu. Podobné chemické složení a mikrostruktura obou materiálů také umožní porovnat vliv jednotlivých legujících prvků jak na samotný proces tixoformingu, tak na vývoj mikrostruktury výsledných materiálů.

Na základě analýzy výchozích stavů materiálů se zdá, že ocel K890 bude lépe tixo-tvařitelná než ocel K390, která má podstatně užší interval teplot vhodných pro tvářeni metodou tixoformingu. Dle předchozích zkušeností by však na proces tixotváření mohly mít příznivý vliv právě legující prvky, kterými disponuje ocel K390. Především vysokoteplotní karbidy vanadu, které se během tvářeni jen nataví a v průběhu deformace potom příznivě podporují pohyb nataveného materiálu v dutině formy, rozbíjejí konglomeráty materiálu v tuhém stavu a příznivě ovlivňují vývoj mikrostruktury.

8.4 Tixoforming

Během samotného procesu tixoformingu byly postupně optimalizovány parametry režimů pro tváření obou materiálů, dokud nebylo docíleno uspokojivého vyplnění formy kovem. Pro tváření tixoformingem je důležité nejpřesněji možnými prostředky řídit a kontrolovat teplotu ohřevu, aby bylo dosaženo požadovaného podílu tekuté fáze, který by se měl pohybovat kolem 30%. Teplota je během tváření monitorována termočlánkem typu R (platina – rhodium – platina).

Při návrhu režimů tixoformingu byla vedle teploty ohřevu měněna i tvářecí síla. Po zpracování byly ze zpracovaných produktů připraveny metalografické výbrusy tak, aby bylo možné posoudit vývoj struktury v libovolném bodě v závislosti na poloze ve formě (Obr. 24).



Obrázek 24: Příprava vzorků pro metalografickou analýzu

S ohledem na data získaná softwarem JMatPro byly pro oba materiály zvolené počáteční podmínky tváření, především teplota, která odpovídá podílu 15% tekuté fáze (Tab. 3). Z grafů získaných v programu JMatPro bylo také zřejmé, že bude obtížné dosáhnout požadovaného podílu tekuté fáze u oceli K390, protože má velmi prudký nárůst taveniny v závislosti na teplotě ohřevu. Kvůli této skutečnosti byly později modifikovány parametry procesu, především směrnice rychlosti ohřevu. Ocel K890 má zprvu také prudký nárůst podílu tekuté fáze, pravděpodobně kvůli rozpouštění karbidů chromu. Poté už je však nárůst podílu tekuté fáze pozvolnější.

Tabulka 3 Výchozí teploty pro tváření vybraných materiálů metodou tixoformingu

Experimentální materiál	K390	K890
Výchozí teplota pro tváření[°C]	1270	1280

Experiment byl proveden na termomechanickém simulátoru, ve kterém byla umístěna forma pro mini-tixoforming vyrobená ze slitiny titanu (Obr. 25). Pro tixoforming byly použité válcové polotovary o průměru 6 mm a délce 50 mm, které byly zakončeny komolými kužely se sražením 7,5°. Kužely sloužily pro centrování ve formě a zároveň k přívodu energie

z měděných hlavic. Za účelem rozšíření tvarového spektra výsledných produktů byla ve formě použita výměnná tvarová vložka. Polotovár byl při procesu ohříván odporově-indukčním způsobem přímo ve formě, forma musela být tedy nemagnetická, aby nedocházelo k jejímu ohřevu v elektromagnetickém poli. Stroj byl vybaven komponentami, které umožňují dostatečně rychlý ohřev vzorku i jeho následné ochlazení. Díky přesnému měření bylo možné precizně řídit celý proces, jako teplotu ohřívání, rychlost chlazení, výdrž na teplotě nebo tvářecí sílu. Teplota byla měřena pomocí termočlánku typu R (Pt-Rh-Pt), který byl k povrchu vzorku přiveden keramickou trubičkou (Al_2O_3 o vysoké čistotě) a přivařen. Celý proces tváření byl zaznamenáván, aby bylo následně možné výsledky dále vyhodnocovat. Při zpracování výsledků lze sledovat například teplotu skutečnou i požadovanou, deformaci nebo výkon topení.



Obrázek 25: Titanová forma pro tixofforming

8.4.1 Tixofforming oceli K390

První režim (teplota $1270^{\circ}C$), sestavený pro vzorky oceli K390, byl nevhodný z důvodu příliš rychlého ohřevu a následného kontaktu vzorku se stěnou formy, který byl způsoben nadměrným vyboulením zkoušeného vzorku (Obr. 26). Při tomto režimu byla nastavena předepínací síla $0,15kN$ a čas pro ohřev na teplotu $1270^{\circ}C$ byl 56s. Poté byl vzorek deformován silou $6,5kN$, tím došlo k vyplnění prostoru formy. Výdrž na teplotě během tváření byla nastavena na 0,2 s. Kvůli odvodu tepla dotykem vzorku a formy nedosáhla teplota vzorku na požadovaných $1270^{\circ}C$, nýbrž jen na $1207^{\circ}C$.



Obrázek 26: Vzorek oceli K390 po nevhodném režimu zpracování

Po neúspěšném pokusu byly parametry procesu optimalizovány. Nejprve byla snížena předepínací síla až na 0,05kN, která byla udržována, dokud vzorek nedosáhl teploty 1150°C. Poté se předepínací síla přepnula na nulu. Pro tento proces byla také upravena směrnice ohřevu vzorku mezi teplotami 1150°C a 1270°C. Celkový čas na ohřev vzorku byl tak zvýšen z 56s na 60,04s. Vzorek byl při tomto postupu ohřát až na teplotu 1262°C, což vedlo k jeho přílišnému natavení. Režim se ukázal jako nevhodný, protože při této konfiguraci parametrů se na krajích vzorku ne vytvořily žádné oblasti s napěchovaným nataveným materiálem, takže roztavený kov vyplnil nejen prostor mezi zkušebním tělesem a stěnou formy, ale protekl i keramickou trubičkou pro termočlánek (Obr. 27). Přílišné natavení kovu vedlo k nežádoucí výsledné mikrostruktuře. Především došlo k nevhodné tvorbě a rozmístění karbidů.



Obrázek 27: Příliš natavený vzorek oceli K390

U dalšího režimu byla ponechána stejná teplota i předepínací síla, ale byla upravená směrnice pro ohřev vzorku. Na teplotu 1150°C se vzorek podle nového režimu ohřívá déle, takže výsledný čas se prodloužil na 60,07s. Tento postup vedl k vytvoření napěchovaného nataveného materiálu na krajích vzorku, přes které odcházelo malé množství tepla do stěny formy, ale zároveň při samotném tváření sloužily jako písty, které zabraňují toku nataveného materiálu podél osy vzorku a tlačí materiál do dutiny formy. Vzorek byl ohřát na teplotu 1253°C, která se jeví jako ideální jak z hlediska procesu tixoformingu, tak z hlediska výsledné mikrostruktury.

8.4.2 Tixoforming oceli K890

Při optimalizaci tixoformingu u oceli K890 byla jako první nastavena teplota 1280°C. Tato teplota se však ukázala jako příliš nízká. Vzorek nevyplnil dutinu formy a povrch výsledného produktu měl velmi špatnou kvalitu. Postupným zvyšováním tvářecí teploty o krok $k=15^{\circ}\text{C}$ a změnou ohřevu (rychlosti v různých fázích procesu) byly optimalizovány parametry

tváření, dokud nebylo docíleno úplného vyplnění dutiny formy a uspokojivé kvality povrchu s konečnou rovnoměrnou mikrostrukturou (Obr. 28).

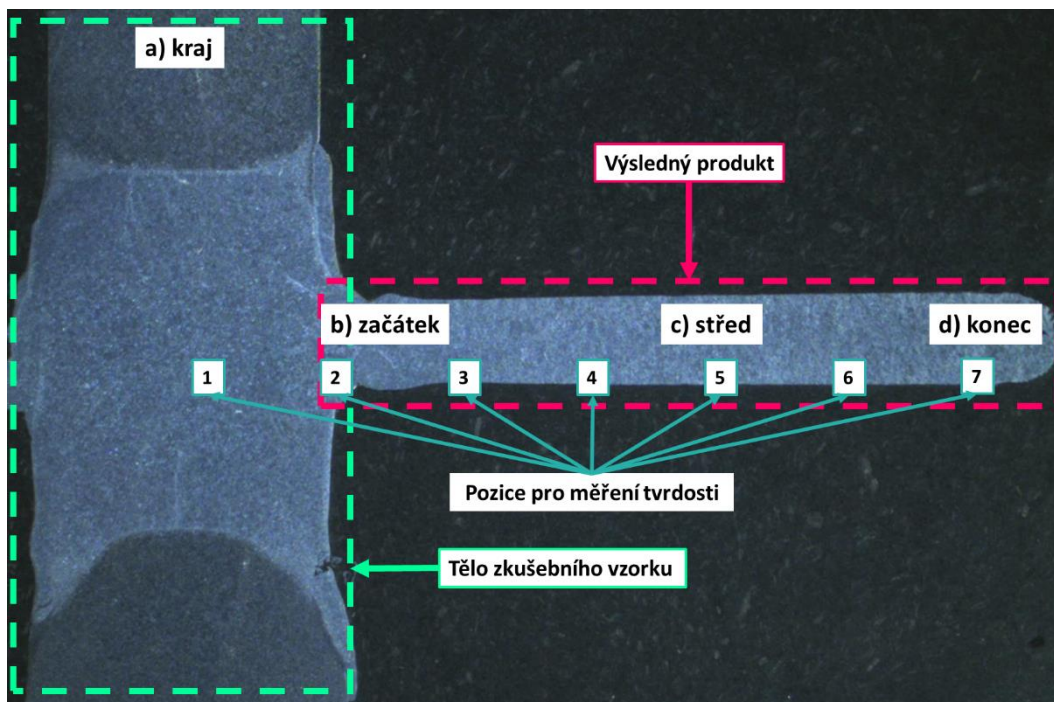


Obrázek 28: Evoluce výsledných produktů podrobených různým režimům tváření

Jako nejvhodnější teplota ohřevu pro ocel K890 byla stanovena teplota 1375°C. Zahřátí vzorku na tuto teplotu bylo provedeno za 51s a síla použitá pro tváření byla 6,5kN. Výdrž na teplotě byla u všech vzorků shodná, 0,2s. Během tohoto režimu vyplnil materiál celou dutinu formy s dosažením dostatečné kvality povrchu.

8.5 Metalografické analýzy výsledných struktur

Metalografické analýzy byly pro zjištění vývoje struktury provedeny v různých bodech po celé ploše vzorku, tedy nejen po délce výsledného produktu, ale i v těle původního zkušební vzorku (Obr. 29).



Obrázek 29: Schéma míst pro pořizování snímků a bodů pro měření tvrdosti.

Nejprve byla provedena dokumentace struktury a obrazová analýza na světelném a konfokálním mikroskopu, která sloužila především pro první popis vývoje struktury po semi-solid zpracování. Na základě poznatků získaných na světelných mikroskopech byl volen další postup analýz. Ve všech případech bylo provedeno pozorování i na skenovacím elektronovém mikroskopu, díky kterému je možné detailněji a s větší jistotou popsat výsledné struktury. Na vzorcích ocelí po tixoformingu byla také realizována EDS analýza. V tomto případě byla provedena čárová, bodová i plošná analýza dle charakteru měřené oblasti.

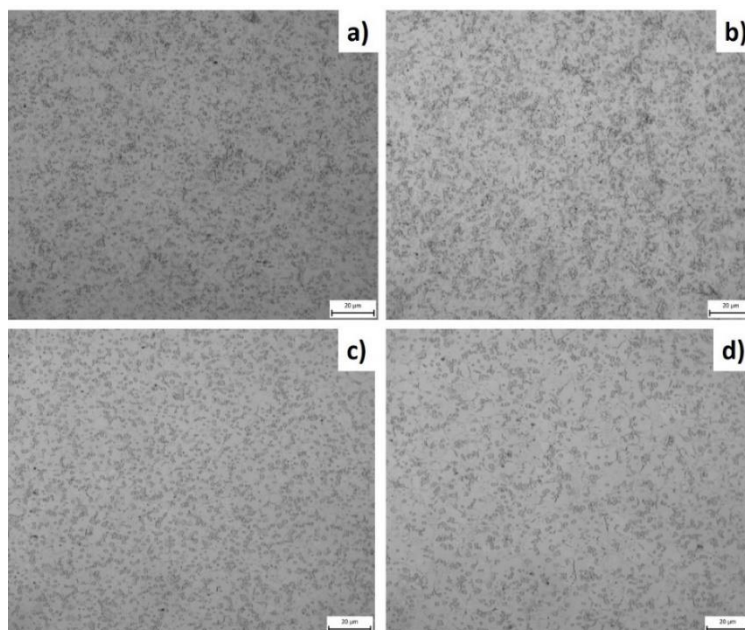
Oba typy ocelí byly podrobeny rentgenové difrakční fázové analýze, která určila procentuální podíl fází, které se v daných strukturách vyskytují a tím buď potvrdila, nebo vyvrátila závěry z mikroskopického pozorování.

8.5.1 Analýza výsledných mikrostruktur na světelném a konfokálním mikroskopu

Nejprve byla mikrostruktura u všech vzorků sledována pomocí světelného mikroskopu a následně konfokálního mikroskopu. Na světelném mikroskopu byl vidět vývoj struktury ve všech místech zkušeneho tělesa i vzniklého produktu.

8.5.1.1 K390

Analýza světelným mikroskopem struktury oceli K390 jasně ukázala, že během procesu tixoformingu došlo k přerozdělení legujících prvků. Z této analýzy nelze s jistotou určit, jakou fází byla tvořena základní matrice po tixoformingu. Feritická matrice však během procesu transformovala na jinou, pravděpodobně austenitickou základní matici. Pro přesnější určení a popsání výsledných mikrostruktur byl světelný mikroskop nedostačující. Struktury byly popsány pomocí skenovacího elektronového mikroskopu a rentgenové difrakční analýzy.

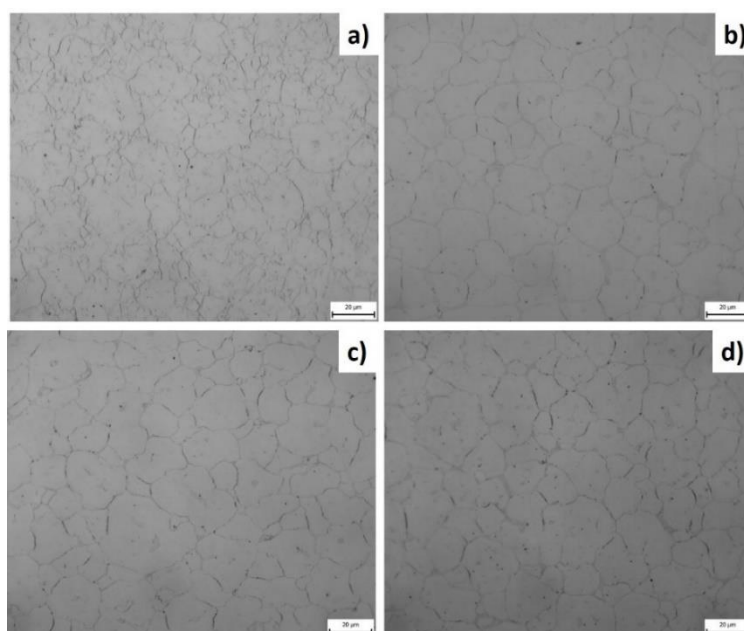


Obrázek 30: Struktura oceli 390 na světelném mikroskopu po tixoformingu, a) tělo vzorku, b) začátek produktu, c) střed produktu, d) konec produktu

Mikrostruktura v těle zkušební vzorku byla dle pozorování pod světelným mikroskopem hrubší a méně rovnoměrně uspořádaná, než mikrostruktura uprostřed produktu (Obr. 30 a, c). Po celé délce produktu byl také vidět mírný vývoj mikrostruktury. Nejprve byla mikrostruktura a karbidy v ní hrubší a méně homogenní, následoval široký homogenní pás jemné mikrostruktury s homogenně rozmístěnými karbidy oblého tvaru a malé velikosti a na konci je možné vidět pórovitější mikrostrukturu, která je však stále homogenní (Obr. 30 b – d).

8.5.1.2 K890

Mikrostruktura oceli K890 se po tvářením tixoforingem změnila výrazněji, než struktura oceli K390. bylo patrné, že mikrostruktura byla vlivem teploty modifikována ve všech místech zkoušeného tělesa, nejen v samotném produktu. Na okraji vzorku (Obr. 31 a) byla však nehomogenní struktura, zatímco v produktu (Obr. 31 b – d) se utvořila pravidelná zrna mezi karbidickým síťovím. Základní matrice výsledného produktu byla dle mikroskopické analýzy světelným mikroskopem tvořena austenitickými zrny obklopenými karbidickým síťovím.



Obrázek 31: Struktura oceli 890 na světelném mikroskopu po tixoforingu, a) tělo vzorku, b) začátek produktu, c) střed produktu, d) konec produktu

8.5.1.3 Porovnání

Po procesu tixoforingu došlo k výrazné změně mikrostruktury u obou zkoumaných ocelí. U oceli K890 byla zjištěna výraznější modifikace. Během procesu došlo k přerozdělení legujících prvků ve struktuře a kvůli rychlému ochlazení je pravděpodobné, že se ve struktuře budou vyskytovat martenzitické jehlice, které pod světelným mikroskopem pozorovat nelze.

Ze snímků mikrostruktury pořízených v místě původního vzorku (Obr. 29 a) a 30 a)) bylo možné pozorovat změnu charakteru struktury, která byla ovlivněna jen teplotně, deformace se na okraji zkušebních těles vyskytovala jen v malé míře. Na snímcích výsledných produktů je možné pozorovat příznivé ovlivnění tvaru a rozmístění částic po termomechanickém zpracování. U obou experimentálních materiálů došlo ke sferoidizaci

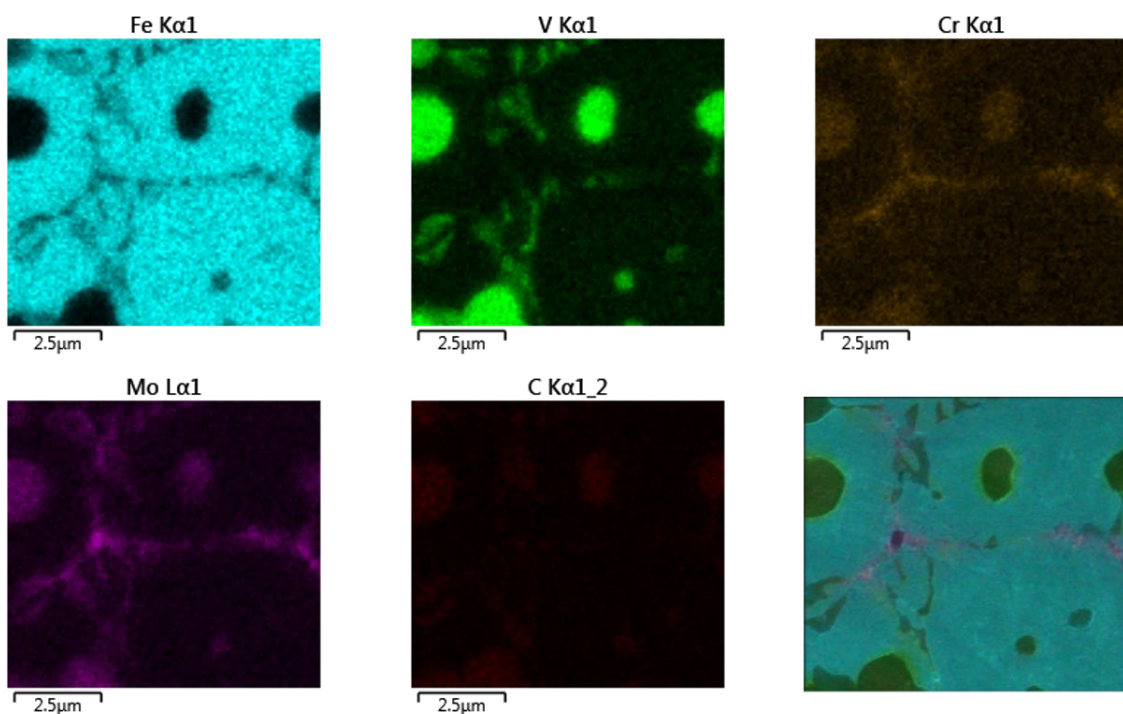
karbidů a ke snížení jejich velikosti. U obou ocelí se v mikrostruktuře vyskytuje určitý podíl karbidického eutektika. U oceli K390 je toto eutektikum zastoupeno jen malým podílem, u oceli K890 je podíl karbidického eutektika vyšší. To by mohlo nepříznivě ovlivnit mechanické vlastnosti výsledného produktu a v dalším kroku by se jeho množství mělo snížit. Ocel K390 vytvořila po tváření tixoforingem požadovanou „převrácenou“ mikrostrukturu. Tedy její matrice byla tvořena houževnatou složkou, v níž byly homogenně umístěny jemné karbidy a ve struktuře se vyskytoval jen malý podíl karbidického eutektika, které způsobuje křehkost materiálu.

8.5.2 Analýza výsledných mikrostruktur na skenovacím elektronovém mikroskopu

Díky skenovacímu elektronovému mikroskopu bylo možné provést detailnější popis mikrostruktur materiálů zpracovaných tixoforingem. Tento mikroskop také umožnil provedení lokální, čárové nebo plošné EDS analýzy pro zjištění chemického složení nejen základní matrice, ale i karbidů, které se formovaly během procesu tixoforingu. Typ EDS analýzy byl volen vždy pro konkrétní zkoumanou oblast. Pro zjištění jednotlivých typů karbidů byla použita bodová EDS analýza, pro lepší představu o přerozdělení všech legujících prvků byla provedena plošná EDS analýza.

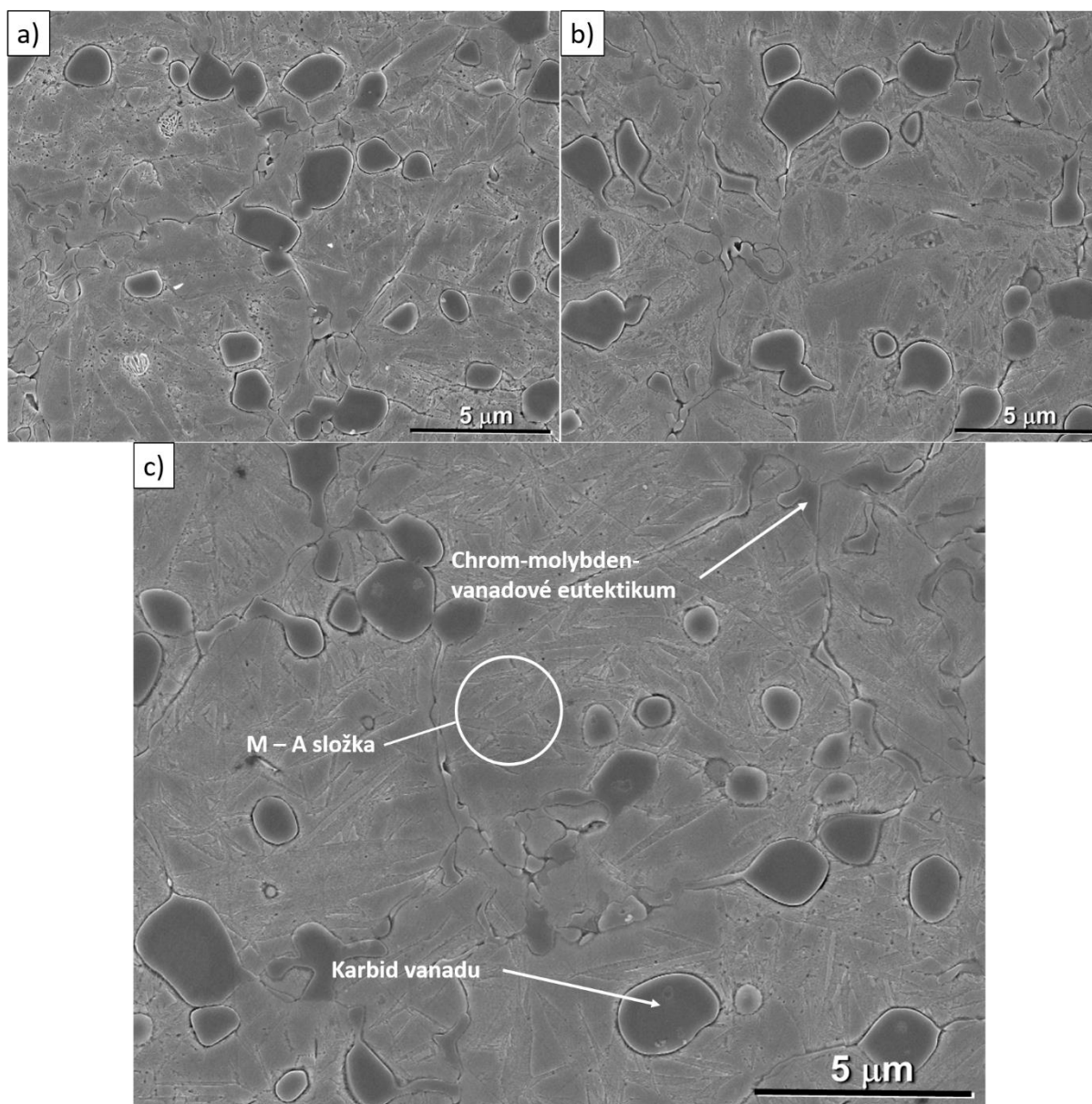
8.5.2.1 K390

Její vývoj proběhl v souladu s předpokladem využití vysokoteplotních karbidů vanadu k vytvoření „převrácené“ mikrostruktury. Původní feritická matrice se díky kombinaci chemického složení, vysoké teploty ohřevu a rychlého ochlazení změnila na austeniticko-martenzitickou. Solidifikací taveniny došlo ve struktuře ke vzniku malého podílu chrom-molybden-vanadové eutektika. Zároveň zůstaly zachovány původní karbidy vanadu, protože jejich teplota rozpouštění je 1280°C. Teplota, při které bylo provedeno zpracování v semi-solid stavu byla nižší, než teplota tavení těchto karbidů, a proto zůstaly ve struktuře zachovány. Díky vysoké teplotě zpracování došlo u těchto karbidů v důsledku difuze a mechanického působení částečné sferoidizaci a natavení včetně redukce jejich velikosti oproti výchozímu stavu, Chrom-vanad-molybdenové eutektikum bylo rozloženo po hranicích austenitických zrn. Analýza na skenovacím elektronovém mikroskopu a EDS analýza ukázaly, že většina legujících prvků ve struktuře se během termomechanického zpracování přerozdělila a základní matrice výrazně změnila charakter. Původní feritická matrice se změnila na M-A složku – strukturu tvořenou martenzitickými jehlicemi v austenitu – a homogenně rozptýlené jemné karbidy vanadu. V malém množství se na okrajích M-A složky vyskytovalo karbidické eutektikum (Obr. 32).



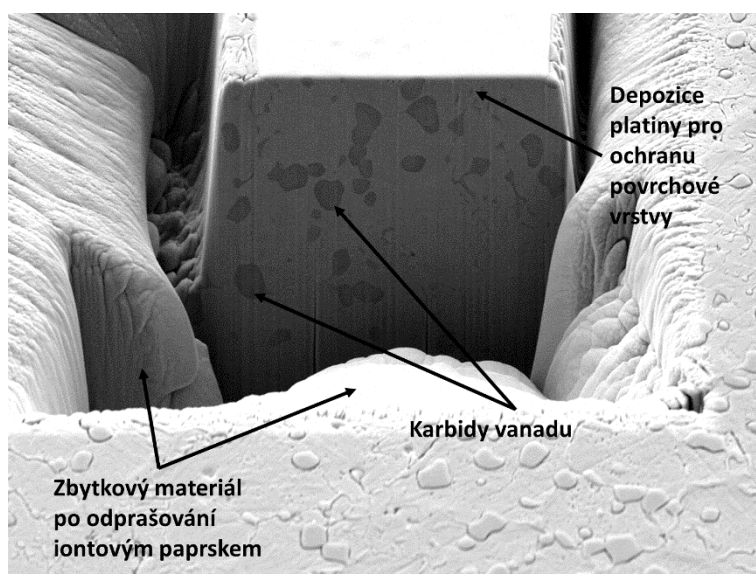
Obrázek 32: EDS mapy zobrazující přerozdělení chemických prvků po tixoformingu

Mikrostruktura podél celé osy produktu byla homogenní. Pouze u vtoku do dutiny formy se vyskytovaly karbidy méně globulárního tvaru, které byly nepravidelně rozmístěny (Obr. 33). To bylo způsobeno krátkou transportní dráhou a méně intenzivní mechanickou interakcí s taveninou a ostatními částicemi ve stavu solidu. Společné působení těchto faktorů způsobilo i pomalejší průběh difuzního procesu, který ke sferoidzaci významnou měrou přispívá.

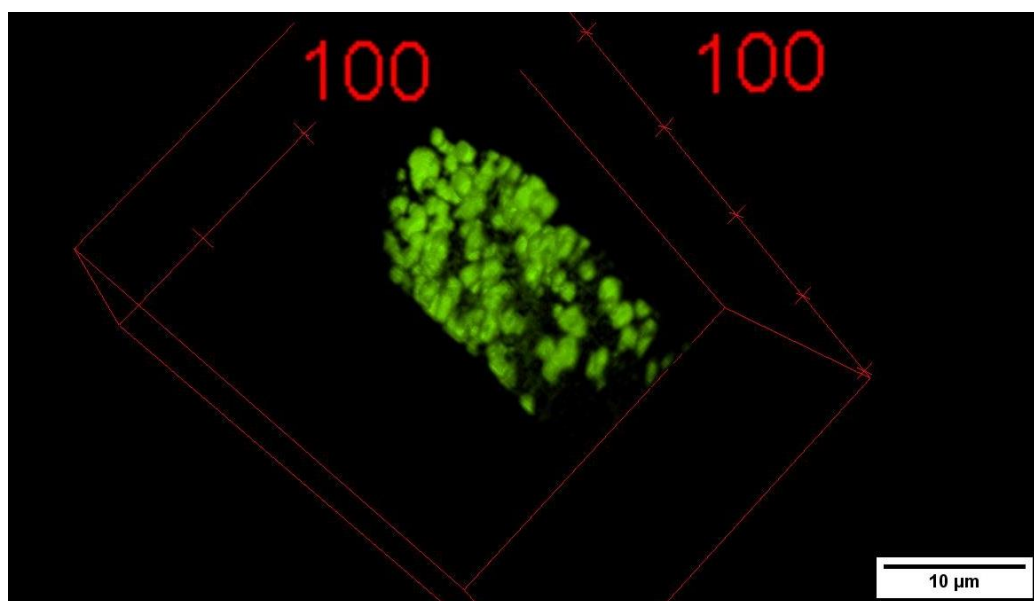


Obrázek 33: mikrostruktura oceli K390 po mini-tiexformingu; a) začátek produktu; b) konec produktu; c) střed produktu

Mikrostruktura oceli K390 byla podrobena detailnějším mikrostrukturním rozborům a to především kvůli jejímu žádoucímu vývoji – utvoření „převrácené“ mikrostruktury. Na skenovacím elektronovém mikroskopu vybaveném iontovým paprskem (FIB – focused ion beam) bylo pomocí postupného odprašování zkoumáno rozložení karbidů v materiálu (Obr. 34). Materiál byl postupně odprašován v tenkých vrstvách (100 nm), přičemž bylo odprašeno 150 vrstev. Na každé z nich bylo provedeno mapování rozložení chemických prvků (EDS analýza). Po rekonstrukci výsledků bylo možné zobrazit rozložení karbidů vanadu v objemu materiálu, kde je zřejmá jak jejich sferoidizace, tak zmenšení jejich velikosti (Obr. 35).



Obrázek 34: Uspořádání v mikroskopu během 3D EDS analýzy na oceli K390

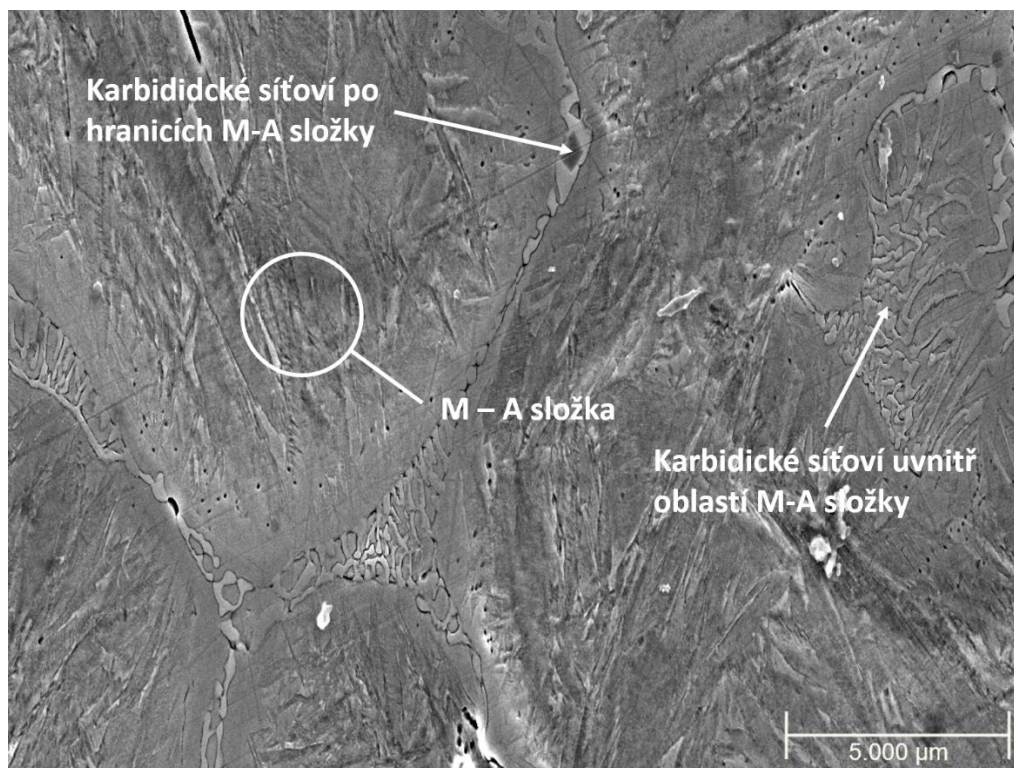


Obrázek 35: Rozložení karbidů vanadu v objemu materiálu K390 po zpracování tixotrofií

8.5.2.2 K890

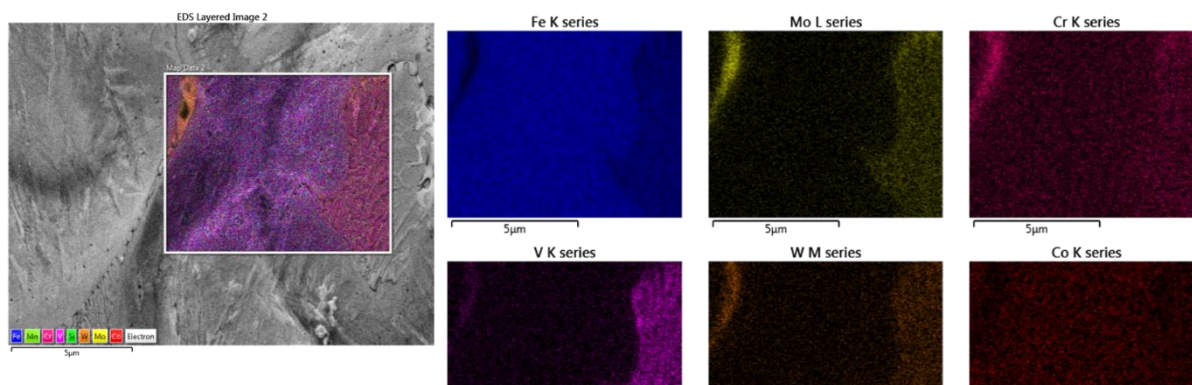
Ve struktuře oceli K890 po tixotrofií bylo možné pozorovat markantnější změnu než u oceli K390 oproti výchozímu stavu oceli. I v této struktuře se vyskytoval majoritní podíl M-A složky. Hranice zrn byly jasně ohraničené legujícími prvky, které se při termomechanickém zpracování a následném ochlazení začaly vylučovat nejdříve právě na hranicích zrn, kde utvořily karbidické síťoví. Ocel K890 ne vytvořila ve své struktuře jasně ohraničené karbidy. Část legujících prvků utvořila karbidické síťoví i uvnitř oblastí M-A složky, což bývá ve většině případů označováno jako vada po tixotrofií, avšak v tomto konkrétním případě se může jednat o přednost, vzhledem k celkovému houževnatému

charakteru mikrostruktury. V té se podařilo během modifikace režimů zpracování odstranit velkou část karbidického síťoví po hranicích zrn, ve kterém se obvykle iniciují trhliny. M-A složka zajišťuje výslednému produktu dobrou houževnatost a pevnost (Obr. 36).



Obrázek 36: struktura oceli K890 po tváření tixotrofií

Pravděpodobně kvůli nižšímu obsahu vanadu v oceli K890 se v mikrostruktuře ne vytvořily jasně ohraničené globulární karbidy. Legující prvky se v její struktuře nacházeli po hranicích zrn. Z EDS analýzy byly nejlépe patrné karbidy chromu, které byly ve struktuře identifikovatelné díky jejich světlému odstínu a pomocí bodové EDS analýzy. Uvnitř zrn se nacházely karbidy s vysokým obsahem wolframu, které tvoří oblé konglomeráty (Obr. 37). Karbidy vyskytující ve výchozím stavu se rozpustily během ohřevu na teplotu tváření a obohatily matici.



Obrázek 37: EDS analýza na oceli K890 po tixotrofií a zobrazení rozložení jednotlivých chemických prvků v mikrostruktuře

8.5.2.3 Porovnání

Analýza skenovacím elektronovým mikroskopem lépe ukázala výslednou strukturu obou ocelí po tváření tixoforingem. Ze snímků bylo patrné jak přerozdělení legujících prvků, tak změna základní matrice mikrostruktury. U obou ocelí bylo možné v základní matici pozorovat martenzitické jehlice, což vysvětluje rapidní nárůst tvrdostí obou ocelí.

Ze snímků mikrostruktury pod skenovacím elektronovým mikroskopem byl také patrný vliv jednotlivých legujících prvků. Největší dopad na výslednou strukturu měl pravděpodobně obsah vanadu. U oceli K390 byly všechny karbidy jasně ohraničené a ostatní legující prvky byly spíše rozptýlené v matici. EDS analýza daných karbidů dokázala, jak velké množství je ve všech karbidech vanadu. Zatímco mikrostruktura oceli K890, kde je podíl vanadu podstatně nižší, má většinu legujících prvků rozptýlených ve struktuře.

8.5.3 Rentgenová difrakční analýza výsledných produktů

Rentgenová difrakční analýza byla na oba materiály použita pro stanovení podílů jednotlivých strukturních složek vzniklých přechodem přes semi-solid stav. Analýza byla provedena na automatickém práškovém difraktogramu. Pomocí analýzy byly mimo jiné zjištěny typy karbidů, které se v obou ocelích díky jich legujícím prvkům vyskytují. Rentgenová difrakční analýza však nedokázala s jistotou určit, zda se ve struktuře vyskytoval ferit s kubickou prostorově centrovanou mřížkou, nebo zda jde o martenzit s nedokonalou tetragonální mřížkou, což se ukázalo jako problém u oceli K890. V této oceli byla daná fáze na difraktogramu identifikována jako ferit alfa, i když podle mikroskopické analýzy se jedná s největší pravděpodobností o martenzit. Ve výsledcích rentgenové difrakční analýzy bylo již patrné mírné zhrubnutí struktury po termomechanickém procesu. Na radiálních profilech se objevovaly jednotlivé body s vysokou intenzitou a difrakční linie nebyly hladké.

8.5.3.1 K390

Rentgenová difrakční analýza oceli K390 potvrdila výsledky získané na základě mikroskopické analýzy světelným mikroskopem a skenovacím elektronovým mikroskopem. Základní matrice struktury materiálu po tixoforingu byla tvořena austenitickými zrny, mezi nimiž se vyskytovalo karbidické síťové a malý podíl martenzitických jehlic. Přítomnost martenzitu byla potvrzena i měřením tvrdosti tohoto produktu.

Podíl jednotlivých fází ve struktuře oceli K390 po úspěšném tváření tixoforingem byl odpovídající jejímu chemickému složení. Vzhledem k velmi vysokému obsahu vanadu v této oceli, bylo nejvíce karbidů tvořeno právě tímto prvkem. Dále se ve struktuře vyskytovaly karbidy wolframu, molybdenu a kobaltu s menším zastoupením (Tab. 4).

Tabulka 4: Podíl fází oceli K390 po tixoforingu zjištěný rentgenovou difrakční analýzou

	Fáze	Obsah fáze [hm%]
K390	Austenit	31,3
	Fe ₂ Vsi	16,9
	VC	15,5
	Martenzit	10,8

	Fe_7V_3	9,1
	V_4WC_5	7,6
	Mo_2C	4,5
	Fe_7Co_3	4,3

8.5.3.2 K890

Na základě rentgenové difrakční fázové analýzy bylo zjištěno, že struktura oceli K890 po zpracování tixoforingem byla tvořena směsí feritu alfa, austenitu a různých typů karbidů (Tab. 5). S jistotou však nelze říci, zda se jednalo skutečně o fázi feritu alfa s kubickou prostorově centrovanou mřížkou, nebo zda šlo o martenzit s nedokonalou tetragonální mřížkou. Obrazová analýza struktury této oceli po tixoforingu nasvědčovala spíše možnosti martenzitu. Toto tvrzení podpořila i hodnota tvrdosti naměřená na výsledném produktu. Vzhledem k tomu, že materiál měl po tváření tixoforingem několikrát větší tvrdost, musí být ve struktuře přítomný martenzit.

Minoritní podíl karbidů manganu dokazuje schopnost tohoto prvku snadno tvořit karbidy, i když jeho zastoupení mezi legujícími prvky nebylo příliš velké. Z výsledků difrakční rentgenové analýzy bylo možné usoudit, že legující prvky jako je molybden nebo křemík se ve struktuře rovnoměrně rozptýlily (Tab. 5).

Tabulka 5: Podíl fází oceli K390 po tixoforingu zjištěný rentgenovou difrakční analýzou

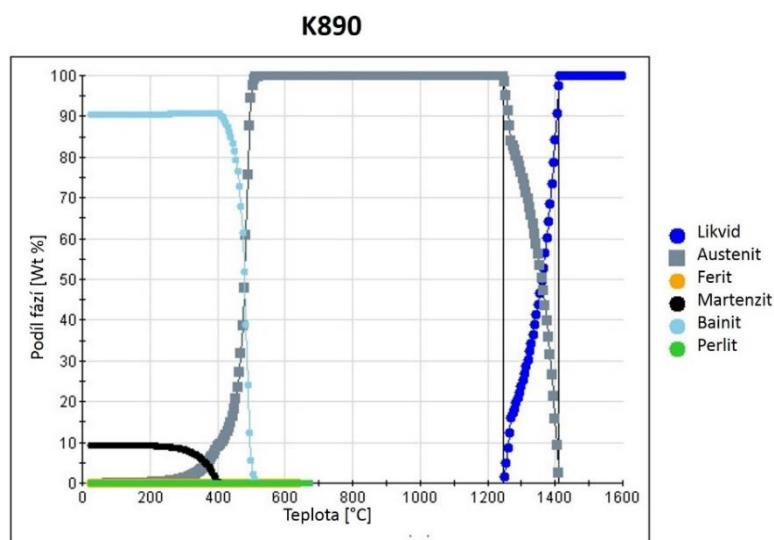
	Fáze	Obsah fáze [hm%]
K890	Ferit	52,0
	Austenit	22,5
	Fe_{19}Mn	15,5
	$\text{CrFe}_7\text{C}_{0,45}$	5,8
	$\text{W}_{13}\text{Fe}_{6,50}\text{Si}_{6,50}$	2,8
	V_8C_7	1,3

8.5.3.3 Porovnání

Vzhledem k vysokému počtu fází, které se ve struktuře vyskytovali, mohou být kvantitativní výsledky rentgenové difrakční analýzy značně nepřesné a to z důvodu překryvu difrakčních linií.

Tato analýza nicméně potvrdila závěry z analýzy na světelném a skenovacím elektronovém mikroskopu. Zda jde u oceli K890 o ferit alfa, nebo martenzit není zatím možné s jistotou říci. Jak již bylo zmíněno, tvrdost výsledného produktu ukazuje ve výsledné struktuře spíše na martenzit, bez kterého by nemohlo dojít k tak výraznému zpevnění materiálu. Této

skutečnosti nasvědčují také výstupy z programu JMatPro, kde bylo simulováno chladnutí daného materiálu a podíl martenzitu je ve výsledné struktuře jasně patrný (Obr. 38).



Obrázek 38: graf programu JMatPro: solidifikace oceli K890 a její fáze

V obou ocelích se po tixoformingu vyskytuje velké množství fází a různých druhů karbidů. Tyto karbidy a změna základní matrice po semi-solid zpracování měly za následek rapidní nárůst tvrdosti obou materiálů. Fázový podíl karbidů v obou strukturách jasně kopíruje chemické složení a množství legujících prvků v ocelích.

8.5.4 Měření tvrdosti výsledných produktů

Tvrdot výsledných produktů byla měřena liniově po celé délce vzorku, od jeho těla, až na konec produktu (Obr. 29). Tvrdot byla měřena se zatížením HV30 (Tab. 6). Tvrdot vzorků zpracovaných tixoformingem dosahovala až třikrát vyšších hodnot, než výchozí materiály vyrobené práškovou metalurgií.

Tabulka 6: profil tvrdosti HV30 podél podélné osy produktu

Pozice	1	2	3	4	5	6	7	Průměr	Směrodatná odchylka
K390	792	812	853	804	787	768	665	783	58,3
K890	803	770	809	806	803	810	816	802	15,0

9. Diskuse výsledků

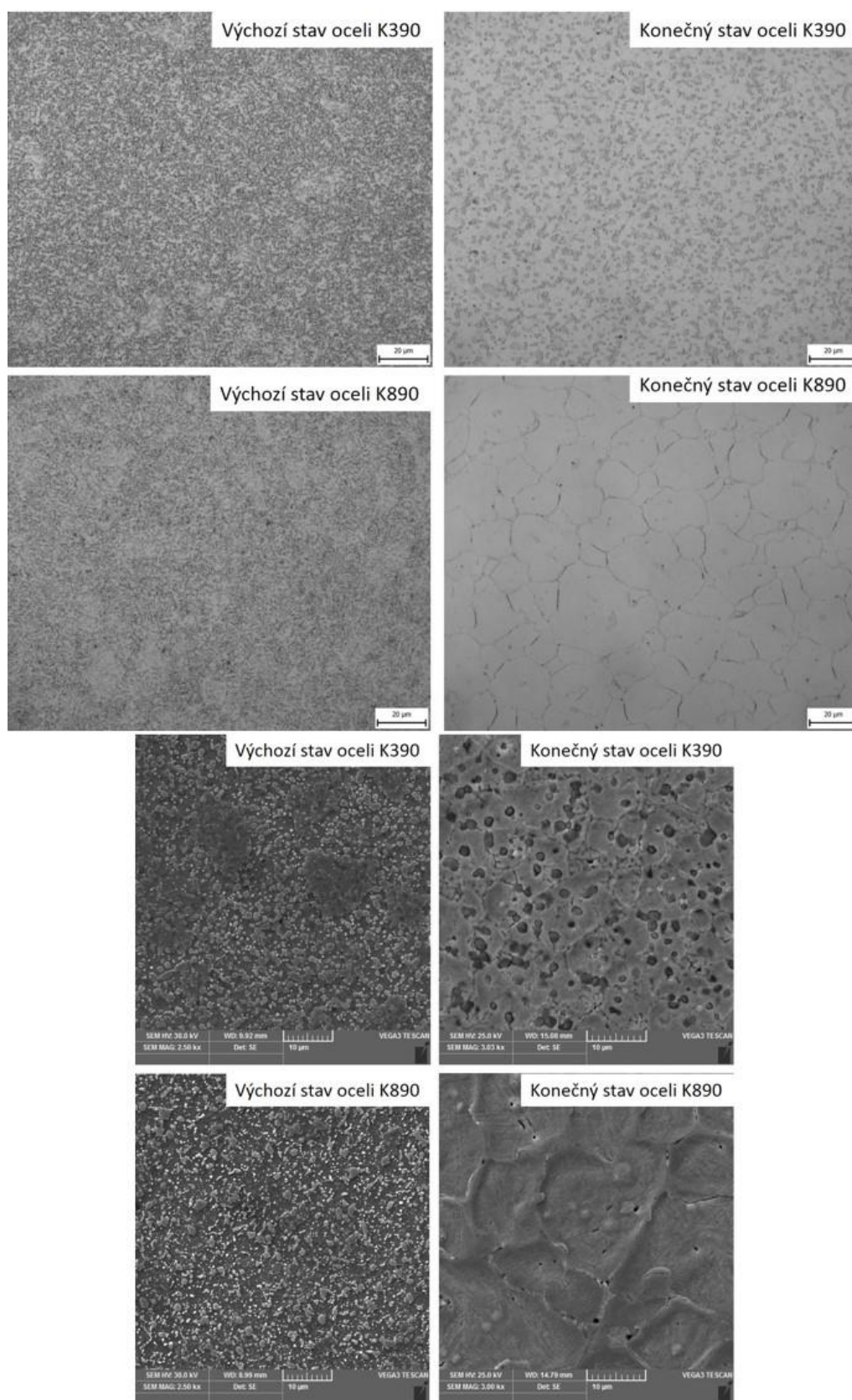
Při použití vysokolegovaných nástrojových ocelí a zpracování tixoformingem vzniká zpravidla pevná, ale vysoce křehká mikrostruktura skládající se z polygonálních částic přesyteného metastabilního austenitu, které jsou uloženy v karbidicko-austenitickém síťoví.

Plastickou austenitickou složku lze dobře deformovat, avšak karbidicko-austenitické meziprostory způsobují, že materiál je jako celek vysoce křehký. Ukázalo se, že použití oceli K390 s obsahem vanadu 8,94% pro zpracování v semi-solid stavu je ideální pro odstranění, nebo zredukování tohoto karbidického síťoví. Právě vysoký obsah vanadu umožňuje využití tepelně stabilních karbidů vanadu v oceli tak, že v semi-solid stavu zůstanou nerozpuštěny a zásadně se tak podílejí na modifikaci mikrostruktury. Druhý experimentální materiál, ocel K890, se ukázal jako méně vhodný pro dosažení požadované mikrostruktury, avšak bylo prokázáno, že i tento materiál je možné tvářet tixoforingem a získat komplexní tvar výsledného produktu.

Pro celý proces byl navržen technologický postup zpracování v semi-solid stavu, nazývaný jako mini-tixoforing. Ten vedle rychlého ohřevu využívá i výhod rychlé solidifikace a ochlazování. V experimentu byly postupnými kroky optimalizovány parametry procesu. S podporou výpočtů a následných experimentů byly nalezeny vhodné teploty ohřevů do semi-solid stavu, při kterých lze materiály úspěšně zpracovat zmíněnou metodou tixoforingu. Podařilo se vytvořit velmi malé a rozměrově členité produkty. Experimentálně vytvořené mikrostruktury mají matici v obou případech tvořenou z M-A složky. U oceli K390 jsou v základní matici uloženy globulární karbidy vanadu a chromu a oblasti M-A složky jsou obklopené malým množstvím chrom-molybden-vanadového eutektika (Obr. 39). Homogenní rozložení chemických prvků, především karbidů vanadu bylo potvrzeno 3D EDS analýzou na skenovacím elektronovém mikroskopu vybaveném fokusovaným iontovým paprskem. Nejlepších experimentálních výsledků bylo dosaženo v procesu, kdy byl materiál ohřát v průběhu 60 s na teplotu 1270°C a poté laterálně extrudován do tvarové dutiny formy. Za těchto podmínek se podařilo opakovaně vytvořit produkt s dobrou kvalitou povrchu a předpokládanou „převrácenou“ mikrostrukturou.

U oceli K890 byl ohřev proveden za 51 s a tvářecí teplota byla 1375°C. U tohoto materiálu se mikrostruktura změnila z původní feritické matrice s karbidy wolframu a chromu na M-A složku s karbidickým síťovím, které se vyskytuje jak uvnitř M-A složky tak po jejích hranicích (Obr. 39). Vliv tixoforingu na výsledné fyzikální vlastnosti byl zkoumán pouze pomocí měření tvrdosti HV30. Touto analýzou bylo zjištěno, že obě oceli zhruba 3x zvýšily svojí tvrdost. Ocel K890 se zpevnila více, než ocel K390. Pro další zjištění závislosti mechanických vlastností na procesu tixoforingu by bylo vhodné provést tlakové zkoušky výchozích materiálů, i materiálů po tixoforingu. Vzhledem k obsahu M-A složky ve struktuře po tixoforingu, a vzhledem k množství karbidů v dané struktuře je pravděpodobné, že výsledné materiály budou velmi pevné, s dobrou houževnatostí.

Vzhledem k tomu, že rentgenová difrakční analýza výsledných struktur u oceli K890 nedokázala potvrdit, nebo vyvrátit přítomnost martenzitu, mohla by být v budoucnu tato skutečnost ověřena pomocí nanoindentace, během které je možné indentovat jednotlivé fáze. Tímto způsobem by mohl být martenzit se svou tvrdostí jednoznačně identifikován. Ovšem jeho přítomnost potvrzuje už měření tvrdosti HV30 výsledného produktu a pozorování pomocí elektronového mikroskopu (Obr. 39).



Obrázek 39: Porovnání struktur před a po tixoformingu pomocí světelného a skenovacího elektronového mikroskopu

10. Závěr

Cílem bakalářské práce bylo zpracování vybraných vysokolegovaných ocelí metodou tixoformingu a získání malých a rozměrově členitých produktů. Byly vybrány dvě oceli vyrobené práškovou metalurgií s komerčním označením K390 a K890. Tyto oceli mají odlišné chemické složení, díky čemuž mohl být zkoumán vliv legujících prvků na proces tixoformingu, vývoj mikrostruktury daných materiálů a zároveň změnu vlastností obou ocelí. Ocel K390 se vyznačuje vysokým obsahem vanadu (8,94 hm%) a ocel K890 vysokým obsahem wolframu (2,46 hm%). Obě oceli jsou bohaté na chrom a molybden. Mikrostrukturní analýzy byly zaměřeny jak na změnu základní matrice obou materiálů po tixoformingu, tak na vývoj karbidů ve strukturách. Důraz byl kladen především na přerozdělení prvků V, Cr a Mo.

U obou ocelí byly postupnou optimalizací parametrů tixoformingu úspěšně vyrobeny produkty, které plně vyplnily dutiny formy a měly odpovídající kvalitu povrchu. Režimy pro jejich tváření byly navrženy na základě výpočtů v software JMatPro a následně modifikovány pro dosažení uspokojivých výsledků. Jako vhodnější se pro tixo-tváření ukázala ocel K390, jejíž výsledná mikrostruktura má velký potenciál do budoucna s ohledem na mechanické vlastnosti. To potvrdil i trojnásobný nárůst její tvrdosti oproti výchozímu stavu. Mikrostruktura této oceli po tixoformingu byla tvořena M-A složkou v níž byly rovnoměrně rozptýlené jemné karbidy vanadu a malým podílem karbidického eutektika, které bylo tvořeno především chromem, molybdenem a vanadem. M-A složka zajistila výsledné struktury houževnatost a pevnost. Vysoký podíl sferoidizovaných karbidů vanadu vede k dobré otěruvzdornosti. Tato vlastnost je nezbytná pro použití materiálu jako nástroje pro práci za studena. Mikrostruktura oceli K890 nevykazovala takový potenciál jako mikrostruktura oceli K390 z důvodu vyššího podílu karbidického eutektika ve struktuře. To by mělo být v dalším kroku částečně odstraněno.

11. Reference

1. D. Milostean, M. Flori. An overview on the semisolid state processing of steel. *Annals of Faculty Engineering Hunedoara*. 2011, stránky 95 - 100.
2. G. Hirt, W. Bleck, A. Bührig-Polaczek, H. Shimahara, W. Püttgen, C. Afrath. Semi Solid Casting and Forging of Steel. *Solid State Phenomena*. 15. 10 2006, stránky 34 - 43.
3. Semi-Solid Processing (SSP) of Alloys: Part Two. *Total Materia*. [Online] 10 2013. [Citace: 15. 11 2014.] <http://www.keytometals.com/nonferrous/page.aspx?ID=CheckArticle&site=ktn&LN=CZ&NM=317>.
4. A. Rassili, H. Atkinson. A review on steel thixoforming. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*. 2010, Sv. 20, stránky 1048-1054.
5. Guonchao, GU. Caractérisation des propriétés d'emploi des aciers thixoforgés : vers la maîtrise du processus de fabrication . *ParisTech*. [Online] 23. 01 2014. [Citace: 17. 11 2014.] <https://pastel.archives-ouvertes.fr/pastel-00935539>.
6. J. Mewis, N. J. Wagner. Thixotropy. *Advances in Colloid and Interface Science*. 02. 10 2008, stránky 214 - 227.
7. Barnes, H. A. Thixotropy - a review. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*. 06. 02 1997, stránky 1 - 33.
8. G. Hirt, R. Kopp. *Thixoforming: Semi-solid Metal Processing*. Weinheim : WILEY-VCH, 2009. 978-3-527-32204-6.
9. L. Bartovská, M. Šišková. tixotropie. *Co je co v povrchové a koloidní chemii*. [Online] Vydavatelství VŠCHT Praha, 2005. [Citace: 11. 29 2014.] http://vydavatelstvi.vscht.cz/knihy/uid_es-001/ebook.help.htm.
10. L. Ivanchev, D. Wilkins, G. Govender, W. Du Preez, R. Bean. Rheo-processing of semi-solid metal alloys: a new technology for manufacturing automotive and aerospace components. *South African Journal of Science*. [Online] 2008. [Citace: 26. 11 2014.] http://www.scielo.org.za/scielo.php?pid=S0038-23532008000400006&script=sci_arttext.
11. M. Kiuchi, R. Kopp. Mushy / Semi-Solid Metal Forming Technology - Present and Future. *CIRP Annals-Manufacturing Technology*. 2002, stránky 653 - 670.
12. A. Wolf, J. Baur, G.C. Gullo. Thixoforging. *Center of Competence for Casting and Thixoforging*. [Online] [Citace: 16. 11 2014.] http://www.cct-bw.de/veroeffentlichung_pdf/WoBa%20Massiv01%20english.pdf.

13. R. Kopp, J. Kallweit, R. Möllet, I. Seidl. Forming and joining of commercial steel grades in the semi-solid state. *Journal of Materials Processing Technology*. 2002, Sv. 130,131, stránky 25-33.
14. Aišman, D. *Vyvinutí technologie tváření velmi malých těles v tixotropním stavu*. Západočeská univerzita v Plzni. Plzeň : autor neznámý, Akademický rok 2010/2011.
15. W. Püttgen, W. Bleck, G. Hirt, H. Shimahara. Thixoforming of Steels - A status Report. *Advanced Engineering Materials*. 2007, Sv. 9, stránky 231-245.
16. H.V. Atkinson, A. Rassili. *Thixoforming Steel*. Aachen : Shaker Verlag GmbH, 2010. 978-3-88322-9133-4.
17. J.C. Pierret, A. Rassili, G. Vaneetveld, J. Lecomte-Beckers, G. Walmag. Influence of the chemical composition on the Thixoformability of steels. *International Journal of Material Forming*. 09 2009, stránky 765 - 768.
18. H. Jirková, D. Aišman, I. Sen, M. F. Wagner, M. Behúlová, M. Kusý, B. Mašek. Mini-thixoforming of a Steel Produced by Powder Metallurgy. *Solid State Phenomena*. 2013, Sv. 192-193, stránky 500-505.
19. I. Sen, H. Jirková, B. Mašek, M. Böhme, M. F. Wagner. Microstructure and mechanical behavior of a mini-thixoformed tool steel. *Metallurgical and Materials Transactions, A*. 2012, Sv. 43, stránky 3034-3038.
20. P. Cezard, T. Sourmail. Thixoforming of Steel: A State of the Art from an Industrial Point of View. *Solid State Phenomena*. 2008, Sv. 141-143, stránky 25-33.
21. Becker, E. Investigations experimentales et numeriques pour l'identification des parametres clefs du procede de thixoforgeage de l'acier sur le produit mis en forme. *ParisTech*. [Online] 23. 07 2009. [Citace: 17. 11 2014.] <https://pastel.archives-ouvertes.fr/pastel-00004477>.
22. G. Hirt, W. Bleck, A. Bührig-Polaczek, H. Shimahara, W. Püttgen, C. Afrath. Semi Solid Casting and Forging of Steel. *Solid State Phenomena*. 2006, Sv. 116-117, stránky 34-43.
23. Moldeo de metales en estado semisólido. *Wikipedia*. [Online] 02. 04 2014. [Citace: 30. 11 2016.] http://es.wikipedia.org/wiki/Moldeo_de_metales_en_estado_semis%C3%B3lido.

12. Seznam obrázků

Obrázek 1: Schematické znázornění oblasti pro semi – solid zpracování v binárním diagramu [4].....	11
Obrázek 2: Závislost viskozity na čase při působení smykového namáhání [7].....	12
Obrázek 3: Schématické zobrazení tixo- a rheo-procesu [9].....	13
Obrázek 4: Schéma procesu New Rheocasting.....	14
Obrázek 5: Schéma procesu tixo-odlévání [4].....	15
Obrázek 6: Schéma procesu thixomolding [11].....	15
Obrázek 7: Schéma procesu tixo-kování [4].....	16
Obrázek 8: Detail spoje vytvořeného procesem tixo-spojování a schéma daného procesu [13].....	17
Obrázek 9: Schéma procesu tixoprotlačování [13].....	18
Obrázek 10: Schéma procesu tixo-vytlačování [14].....	18
Obrázek 11: Schéma procesu tixoválcování.....	19
Obrázek 12: DSC analýza ukazující podíl tekuté fáze v závislosti na teplotě na několika druzích oceli [4].....	20
Obrázek 13: Vliv manganu jako legujícího prvku na změnu tvaru diagramu Fe-C [15].....	21
Obrázek 14: Poměry mezi pevnou a tekutou fází v materiálu připraveném pro tixoforing [9].....	22
Obrázek 15: Porovnání klasického odlitku s ekvivalentní součástí vyrobenou tixoforingem.....	23
Obrázek 16: Ocel s vysokým bodem tavení zpracovaná tixoforingem do tvaru ozubených kol [13].....	24
Obrázek 17: a) thixo lateral extrusion, b) thixojoining, produkty vytvořené tixoforingem z oceli X210Cr12 [4].....	24
Obrázek 18: Podíl likvidu v závislosti na teplotě dle programu JMatPro.....	28
Obrázek 19: Struktura výchozího stavu oceli K390 pod a) světelným mikroskopem, b) skenovacím elektronovým mikroskopem.....	29
Obrázek 20: Struktura výchozího stavu oceli K890 pod a) světelným mikroskopem, b) skenovacím elektronovým mikroskopem.....	30
Obrázek 21: Mapování rozložení legujících prvků pomocí analýzy EDS na oceli K390.....	31
Obrázek 22: Mapování rozložení legujících prvků pomocí analýzy EDS na oceli K890.....	31
Obrázek 23: Struktura výchozího stavu oceli a) K390, b) K890 pod skenovacím elektronovým mikroskopem... ..	32
Obrázek 24: Příprava vzorků pro metalografickou analýzu.....	33
Obrázek 25: Titanová forma pro tixoforing.....	34
Obrázek 26: Vzorek oceli K390 po nevhodném režimu zpracování.....	35
Obrázek 27: Příliš natavený vzorek oceli K390.....	35
Obrázek 28: Evoluce výsledných produktů podrobených různým režimům tváření.....	36
Obrázek 29: Schéma míst pro pořizování snímků a bodů pro měření tvrdosti.....	36
Obrázek 30: Struktura oceli 390 na světelném mikroskopu po tixoforingu, a) tělo vzorku, b) začátek produktu, c) střed produktu, d) konec produktu.....	37
Obrázek 31: Struktura oceli 890 na světelném mikroskopu po tixoforingu, a) tělo vzorku, b) začátek produktu, c) střed produktu, d) konec produktu.....	38
Obrázek 32: EDS mapy zobrazující přerozdělení chemických prvků po tixoforingu.....	40
Obrázek 33: mikrostruktura oceli K390 po mini-tixoforingu; a) začátek produktu; b) konec produktu; c) střed produktu.....	41
Obrázek 34: Uspořádání v mikroskopu během 3D EDS analýzy na oceli K390.....	42
Obrázek 35: Rozložení karbidů vanadu v objemu materiálu K390 po zpracování tixoforingem.....	42
Obrázek 36: struktura oceli K890 po tváření tixoforingem.....	43
Obrázek 37: EDS analýza na oceli K890 po tixoforingu a zobrazení rozložení jednotlivých chemických prvků v mikrostruktuře.....	43
Obrázek 38: graf programu JMatPro: solidifikace oceli K890 a její fáze.....	46
Obrázek 39: Porovnání struktur před a po tixoforingu pomocí světelného a skenovacího elektronového mikroskopu.....	48