

ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI

FAKULTA STROJNÍ

Studijní program: N2301

Strojní inženýrství

Studijní obor: 3911T016 Materiálové inženýrství a strojírenská metalurgie

DIPLOMOVÁ PRÁCE

Analýza precipitačních a transformačních dějů během zušlechťování u pružinové oceli

Autor: **Bc. Jan Zmeko**

Vedoucí práce: **Prof. Ing. Jan Džugan, Ph.D.**

Akademický rok 2019/2020

ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI

Fakulta strojní

Akademický rok: 2019/2020

ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

(projektu, uměleckého díla, uměleckého výkonu)

Jméno a příjmení: **Bc. Jan ZMEKO**
Osobní číslo: **S17N0072P**
Studijní program: **N2301 Strojní inženýrství**
Studijní obor: **Materiálové inženýrství a strojírenská metalurgie**
Téma práce: **Analýza precipitačních a transformačních dějů během zušlechťování u pružinové oceli**
Zadávací katedra: **Katedra materiálu a strojírenské metalurgie**

Zásady pro vypracování

1. Teoretická část:
 - a) Chemické složení a vliv legujících prvků u pružinových ocelích
 - b) Technologie výroby pružin
 - c) Proces zušlechťování středně legovaných ocelí
 - d) Experimentální metody pro vývoj procesu zpracování pružin
2. Experimentální část:
 - a) Experimentální materiál a jeho zpracování
 - b) Zkoušení mechanických vlastností
 - c) Metalografické analýzy mikrostruktury
 - d) Termofyzikální měření
 - e) Diskuse
 - f) Závěr

Rozsah diplomové práce: **50-60 stran**
Rozsah grafických prací: **fotodokumentace, obrázky**
Forma zpracování diplomové práce: **tištěná/elektronická**

Seznam doporučené literatury:

AMADA Y. (Chief ed.), *Material for springs*, CHIYODA-KU, TOKYO: Japan Society of, 2007.

CALLISTER W. a D. RETHWISCH, *Materials Science and Engineering*, New York: John Wiley & Sons Inc , 2014.

BHADESHIA H. K. D. H. a E. KOZESCHNIK, *Influence of silicon on cementite precipitation*, sv. VOL 24, č. NO 3, 2008.

TAKEMURA A., Y. UGAWA, K. KUNISHIGE, Y. TANAKA, S. HASHIMOTO and K. OOTSUKA: *Surface Hot Shortness of Copper Containing Steel in a Compact Strip Production Process*. Materials Transactions, Vol. 52, No. 10, 2011, pp. 1905 to 1911

DLOUHÝ J. a ZRNÍK J., *Development of 0,2%C Low Alloyed Steel Hardened by Copper Precipitation.*, /17, Columbus, October 24.-26., 2017.

MISHRA BIDYAPATI K.K.K.M., *Effect of copper addition on microstructure and mechanical properties of ultra high strength NiSoCrMo steel*, 2015

C. Doc. Ing. JECH J. *Tepelné zpracování oceli*, Praha: SNTL, 1983

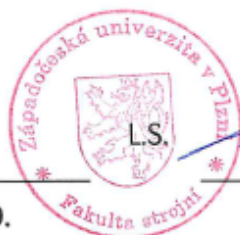
Vedoucí diplomové práce: **Prof. Ing. Jan Džugan, Ph.D.**
COMTES FHT a.s.

Konzultant diplomové práce: **Dr. Ing. Zbyšek Nový**
COMTES FHT

Datum zadání diplomové práce: **5. října 2019**
Termín odevzdání diplomové práce: **24. května 2020**



Doc. Ing. Milan Edl, Ph.D.
děkan



Prof. Dr. Ing. Antonín Kříž, IWE
vedoucí katedry

Prohlášení o autorství

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

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

V Plzni dne:

.....

podpis autora

ANOTAČNÍ LIST DIPLOMOVÉ PRÁCE

AUTOR	Příjmení Bc. Zmeko	Jméno Jan
STUDIJNÍ OBOR	N2301 - Materiálové inženýrství a strojírenská metalurgie	
VEDOUCÍ PRÁCE	Příjmení (včetně titulů) Prof. Ing. Džugan, Ph.D.	Jméno Jan
PRACOVIŠTĚ	ZČU - FST - KMM	
DRUH PRÁCE	DIPLOMOVÁ	BAKALÁŘSKÁ Nehodící se škrtněte
NÁZEV PRÁCE	Analýza precipitačních a transformačních dějů během zušlechťování u pružinové oceli	

FAKULTA	strojní	KATEDRA	KMM	ROK ODEVZD.	2020
----------------	---------	----------------	-----	--------------------	------

POČET STRAN (A4 a ekvivalentů A4)

CELKEM	62	TEXTOVÁ ČÁST	50	GRAFICKÁ ČÁST	12
---------------	----	---------------------	----	----------------------	----

STRUČNÝ POPIS	Cílem diplomové práce bylo získat nové poznatky o chování a vlivu mědi ve středně legované pružinové oceli 42SiCr, při různých teplotních režimech během procesu zušlechťování. Experiment zahrnoval měření tvrdosti, mikrostrukturní analýzy s využitím světelné a elektronové mikroskopie a termofyzikální měření. Během výzkumu bylo zjištěno, že měď v oceli zřejmě ovlivňuje vylučování karbidů během procesu popouštění. Měď pravděpodobně podporuje vylučování jemných komplexních karbidů.
KLÍČOVÁ SLOVA	Pružinová ocel s mědí, precipitát mědi v oceli, popouštění, popouštěcí karbidy, popouštěcí křivky

SUMMARY OF DIPLOMA (BACHELOR) SHEET

AUTHOR	Surname Bc. Zmeko	Name Jan
FIELD OF STUDY	N2301 - Materials Engineering and Engineering Metallurgy	
SUPERVISOR	Surname (Inclusive of Degrees) Prof. Ing. Džugan, Ph.D.	Name Jan
INSTITUTION	ZČU - FST - KKS	
TYPE OF WORK	DIPLOMA	BACHELOR
TITLE OF THE WORK	Delete when not applicable	
	Analysis of precipitation and transformation processes during tempering in spring steel	

FACULTY	Mechanical Engineering	DEPARTMENT	KMM	SUBMITTED IN	2020
----------------	------------------------	-------------------	-----	---------------------	------

NUMBER OF PAGES (A4 and eq. A4)

TOTALLY	62	TEXT PART	50	GRAPHICAL PART	12
----------------	----	------------------	----	-----------------------	----

BRIEF DESCRIPTION	The aim of this thesis statement was to gain new knowledge about the behavior and influence of copper in medium - alloyed spring steel 42SiCr, at different temperature modes during the refining process. The experiment included measuring of hardness, microstructural analysis using light and electron microscopy and thermophysical measurements was performed. During the research, it was found that copper in steel is likely to affect carbide precipitation during the tempering process. Copper probably promotes the precipitation of fine complex carbides within the microstructure.
KEY WORDS	Spring steel alloyed Cu, precipitate copper in steel, Tempering, tempered carbides, tempering diagram

Poděkování

Chtěl bych poděkovat svému vedoucímu Prof. Ing. Janovi Džuganovi, Ph.D práce a konzultantovi a Dr. Ing. Zbyšku Novému za pomoc, strávený čas a cenné rady při tvorbě této diplomové práce.

Mé poděkování patří i celému kolektivu firmy COMTES FHT a.s., kteří mi byli nápomocni a ochotně poskytovali informace a přístup k jednotlivým strojům a zařízením. Tato práce byla vytvořena v rámci projektu Rozvoj Západočeského materiálově metalurgického centra NPU, reg. č. LO1412, financováno z MŠMT ČR.

Obsah

1	Úvod.....	2
2	Chemické složení a vliv legujících prvků u pružinových ocelí	2
2.1	Nelegované oceli	3
2.2	Legované pružinové oceli.....	3
3	Technologie výroby pružin	7
3.1	Primární proces.....	7
3.2	Sekundární proces.....	8
3.2.1	Pružiny navíjené za tepla.....	9
3.2.2	Pružiny navíjené za studena	10
4	Proces zušlechťování středně legovaných ocelí.....	11
4.1	Popouštění	12
4.1.1	Nízkoteplotní popouštění	13
4.1.2	Vysokoteplotní popouštění.....	13
5	Experimentální metody pro vývoj procesu zpracování pružin	14
5.1	Mikroskopické techniky	14
5.1.1	Světelná mikroskopie	14
5.1.2	Elektronová mikroskopie	15
5.2	Dilatometrické měření	18
6	Experimentální část.....	20
6.1	Experimentální materiál a jeho zpracování	22
6.1.1	Odlití experimentálního materiálu	22
6.1.2	Kování ingotů a válcování za tepla	22
6.1.3	Tepelné zpracování	22
6.1.4	Krátký souhrn výsledků z tahových zkoušek z BP	24
6.1.5	Experimentální materiál pro DP	25
7	Zkoušení mechanických vlastností	25
7.1	Měření tvrdosti	25
8	Metalografická analýzy mikrostruktury.....	27
8.1	Mikrostrukturní analýza materiálů v litém stavu.....	28
8.2	Mikrostrukturní analýza materiálů po válcování za tepla	29
8.3	Mikrostrukturní analýza ocelí po kalení.....	30
8.4	Mikrostrukturní analýza ocelí po popouštění	32

8.4.1	Stav popuštěný z teploty 200 °C s výdrží 2 h	32
8.4.2	Stav popuštěný z teploty 300° C s výdrží 2 h	33
8.4.3	Stav popuštěný z teploty 400 °C s výdrží 2 h	35
8.4.4	Stav popuštěný na teplotu 500 °C s výdrží 2 h	39
9	Termofyzikální měření.....	40
9.1	Vzorky pro dilatometrická měření.....	41
9.2	Měření při lineárním ohřevu.....	42
9.3	Měření při izotermickém ohřevu	44
9.3.1	Experimentální zjištění průběhu teploty během popouštění	44
9.3.2	Měření	46
10	Diskuze.....	49
11	Závěr.....	52
12	Bibliografie.....	54

Přehled použitých zkratk a symbolů

A	austenit
A_{c1}	teplota začátku tvorby austenitu [°C]
A_{c3}	teplota konce přeměny feritu na austenit [°C]
A_{cm}	teplota konce přeměny cementitu
A_N	austenit nestabilní
ARA	diagram anizotermického rozpadu austenitu
A_{STAB}	austenit stabilní
A_z	austenit zbytkový
B	bainit
BCC	krystalová mřížka krychlová prostorově středěná
BED	režim snímání zpětně odražených elektronů
FCC	krystalová mřížka krychlová plošně středěná
GP	Guinier - Prestonovy zóny
GP_I	Guinier - Prestonovy zóny o stejné krystalové mřížce jako základní matrice
GP_{II}	Guinier - Prestonovy zóny o jiné krystalové mřížce než je základní matrice
IRA	diagram izotermického rozpadu austenitu
M	martenzit
M_s	teplota martenzit start [°C]
P	perlit
R_m	mez pevnosti [MPa]
$R_{p0,2}$	smluvní mez kluzu [MPa]
SED	režim snímání sekundárních elektronů
SEM	skenovací elektronová mikroskopie
SM	světelná mikroskopie
STEM	skenovací transmisní elektronová mikroskopie
TEM	transmisvní elektronová mikroskopie
δF	Ferit delta

1 Úvod

Jedním ze způsobů, jak dosáhnout lepších mechanických vlastností ocelí určených k zušlechťování, je optimalizace procesu popuštění. Ovlivnění samotného průběhu této části tepelného zpracování lze dosáhnout mnoha způsoby. Zásadní je koncepce legování ocelí, nicméně dalšími významnými faktory jsou způsoby provedení tepelného, případně termomechanického procesu před kalením, během kalení a po něm. Výsledek popuštění závisí na tom, jak je materiál tvářen, zdali před kalením proběhl nějaký typ žihání, jaká byla austenitizační teplota a doba výdrže, jak probíhalo ochlazování z austenitizační teploty a samozřejmě, jak byl veden samotný proces popuštění.

Tímto mnohparametrickým procesem zásadně ovlivňujeme výslednou zušlechtěnou strukturu. Z mikrostrukturního hlediska sledujeme především, jak vypadá zakalená matrice a jaké precipitáty se v ní během popouštění vylučují. Sledujeme množství částic, jejich velikosti, morfologii, rovnoměrnost vylučování, ale také jejich chemické a fyzikální vlastnosti. Je třeba znát jejich chemické složení, typ krystalové mříže, podmínky vylučování, podmínky rozpouštění a případně jejich způsob některých interakcí s okolím. Předkládaná práce se zabývá pružinovou ocelí s přidavkem mědi.

Publikace popisující chování nízkouhlíkových ocelí legovaných mědí, ukazují v některých případech zlepšené mechanické vlastnosti v podobě zvýšení meze kluzu a pevnosti oproti stejným ocelím bez mědi. Díky vhodnému tepelnému zpracování lze využít možnost precipitačního vytvrzení, kdy rychlým ochlazením a následným rozpadem přesyceného tuhého roztoku, dojde k vyloučení jemných precipitátů čisté mědi anebo komplexních sloučenin ve feritické matici. Tento efekt může vést k následnému zvýšení mechanických vlastností.

Většina výzkumů vlivu mědi se doposud zabývaly ocelmi s nízkým obsahem uhlíku. Studii, jaký vliv má měď a je-li možné dosáhnout podobného efektu zpevnění u ocelí s vyšším obsahem uhlíku resp. obecně u středně legovaných ocelí je zatím málo [1], [2].

Cílem této práce je získat nové poznatky o chování a vlivu mědi ve středně legované pružinové oceli 42SiCr, při různých teplotních režimech během zušlechťování, především při popuštění. Jde přednostně o pozorování dějů ovlivňujících mechanické vlastnosti, mikrostrukturu a snahu o jejich využití pro praxi. Tato práce bude navazovat na autorovy poznatky získané během bakalářské práce, která se zabývala především měřením mechanických vlastností sledované oceli. Současná diplomová práce se zabývá mikrostrukturními analýzami včetně řádkovací a transmisní elektronové mikroskopie a dále termofyzikálními měřeními v diferenciálním i kalícím dilatometru. Cílem práce je zjistit, zda lze legování mědí využít pro zlepšení vlastností zušlechťovaných pružinových ocelí a pokud ano, tak za jakých podmínek. Experimentálním materiálem byla středně uhlíková pružinová ocel 42SiCr ve dvou modifikacích. První modifikace byla legována 1,5 % Cu a druhá byla bez této legury.

2 Chemické složení a vliv legujících prvků u pružinových ocelí

Pružiny patří ke strojním dílům, které jsou vystaveny většímu namáhání než většina ostatních komponent. Jejich charakteristickou vlastností je velká elastická deformovatelnost. Nejčastěji se používají jako tlumicí členy k pohlcování silových rázů a vibrací. Lze je také využít k akumulaci energie pro nejrůznější mechanismy. Dalším častým využitím je zajištění vratných pohybů, např.: ventilů spalovacích motorů, pro vratné pohyby pák, tlačítek a západek atd. Na pružiny většinou působí jak statické, tak i dynamické zatížení.

Bývají vystaveny nejrůznějšími druhy zatížení, které se často v provozu skokově mění. Během provozu mohou na pružiny působit další zatěžující faktory, jako jsou nejrůznější korozní prostředí, zvýšená teplota a prudké změny teplot (ventilové pružiny) [3], [4], [5].

Oceli jsou nejvíce používaným materiálem s největším rozsahem použití pro výrobu pružin. Ocelové pružiny se nejčastěji vyrábí tvářením za studena nebo tvářením za tepla s následným zušlechťováním. Na pružiny se převážně používají oceli nelegované uhlíkové, legované a korozivzdorné. Pružinové oceli mají zpravidla střední obsah uhlíku, dalšími významnými legujícími prvky jsou křemík, chrom a mangan. Pro dosažení požadovaných mechanických vlastností jsou zušlechťovány. V některých případech – obvykle pro rozměrnější a více namáhané pružiny – se zušlechťování provádí po navinutí, pro méně namáhané pružiny před navinutím (resp. před dosažením finálního tvaru pružiny) [6], [7] [6].

2.1 Nelegované oceli

Na pružiny s menšími provozními nároky se spíše používají oceli z nelegované uhlíkové oceli. Jsou to pružiny, které pracují za pokojových teplot, není na ně kladena příliš vysoká korozní odolnost a ořezvzdornost. Tyto oceli mají zpravidla malou prokalitelnost a nízké mechanické vlastnosti. Pro zvýšení mechanických vlastností se pružinové dráty patentují a táhnou za studena. Tím je docíleno navýšení meze kluzu a pevnosti. Pružiny s většími průměry drátů se po navinutí ještě tepelně zušlechťují [6], [7].

2.2 Legované pružinové oceli

Pro pružiny, které jsou vystavené většímu namáhání, především dynamickému, a prostředí se zvýšeným rozsahem teplot se používají středně legované oceli. Jako legující prvky se používají převážně: chrom, mangan, křemík a vanad [6].

Uhlík je prvek, o kterém lze v uvozovkách prohlásit, že je základním stavebním kamenem mezi legujícími prvky nejen v pružinových ocelích, ale téměř ve všech železných slitinách. Množství uhlíku má zcela zásadní vliv na strukturu a výsledné mechanické vlastnosti oceli. Atomy uhlíku jsou menšího průměru než atomy čistého železa, proto uhlík se železem vytváří slitinu v podobě intersticiálního tuhého roztoku. Uhlíkové atomy jsou výrazně menší, než jsou atomy železa, přesto má uhlík velmi omezenou rozpustnost v železe. Rozpustnost uhlíku v železe se mění v závislosti na teplotě, neboť čisté železo je alotropický prvek, který prodělává během chladnutí a ohřevu přeměnu krystalové mřížky. Díky této závislosti lze výrazně ovlivnit mechanické vlastnosti oceli, za pomoci různého tepelného zpracování [6], [8] [9].

Pro ocelové pružiny se nejčastěji používají oceli s množstvím uhlíku 0,45 % – 0,75 %. Uhlík při těchto koncentracích má největší vliv na tvrdost, pevnost, mez kluzu, tažnost a kontrakci. Vyšší koncentrace uhlíku se obvykle nepoužívají, protože výzkumy prokázaly, že maximálních tvrdostí se dosahuje při koncentraci 0,60 %. Další zvyšování koncentrace uhlíku tvrdost oceli již výrazně neovlivňuje. Při kalení vysokou rychlostí ochlazování vytváří martenzitickou strukturu, kdy dochází ke zpevnění materiálu díky vzniku přesyceného intersticiálního tuhého roztoku uhlíku v železe α – martenzitu. Následným popuštěním se uhlík postupně vylučuje v podobě precipitátů karbidů železa a dochází k precipitačnímu zpevnění. Při nižších rychlostech ochlazování uhlík vytváří bainitickou strukturu. Pomalým ochlazováním uhlík v oceli vytváří strukturu feritu a lamelárního perlitu, ale ta většinou není pro pružinové materiály vhodná [6], [8], [9], [10].

Pokud jsou v oceli přítomny další legující prvky, ke kterým má uhlík příznivou afinitu, vytváří s nimi neželezné karbidy. V **Tab. 1** jsou seřazeny karbidotvorné prvky od nejmenší afinity k uhlíku po největší. Tyto karbidy u pružinových ocelí výrazně zlepšují odolnost proti popouštění [9], [8].

Tab. 1 Karbidotvorné prvky

Karbidotvorné prvky seřazeny podle rostoucí afinity k uhlíku →							
Fe	Mn	Cr	Mo	W	V	Nb	Ti

Mangan je ve slitině železa umístěn v substitučních polohách, rozpouští se v tuhém roztoku a cementitu. V cementitu substitučně nahrazuje atomy železa a tím zvyšuje rozpustnost cementitu během ohřevu. Má o něco vyšší afinitu k uhlíku než železo. Tvoří se železem a uhlíkem komplexní karbidy typu Fe_3C a Mn_3C , které se tvoří přímo z cementitu, typ krystalové mřížky přitom zůstává nezměněn. Přísada Mn fixuje síru v oceli během tváření, vytváří vměstky MnS. Díky tomu se zabrání výskytu síry po hranicích zrn, což by během tváření za tepla způsobilo trhliny, které jsou pro pružiny nepřijatelné [6], [9], [8], [7].

Mn se rozpouští ve feritu a martenzitu. Dochází tak ke zpevnění tuhého roztoku, který má příznivý vliv na prokalitelnost oceli. Nežádoucím průvodním jevem může být zvýšení náchylnosti na popouštěcí křehkost. Nejčastěji se přidává v množství 0,9 % – 1,2 % Mn [6], [9], [8], [7], [11].

Křemík je základním legujícím prvkem v pružinových ocelích. V krystalové mřížce železa je umístěn substitučně. Vytváří tuhý roztok, čímž zvyšuje mez pevnosti a mez pružnosti. Naopak jeho přítomnost zvyšuje náchylnost na oduhličení povrchu. Větší množství křemíku v oceli vede k vytváření vrstvy uhličitánů, která při tváření za tepla zhoršuje kvalitu povrchu. Obsah křemíku zhoršuje tvářitelnost za studena [6], [9], [8], [7].

Křemík obecně snižuje rychlost difúze v železe a tím dochází ke zpomalení kinetiky precipitace cementitu a ostatních karbidů. Při popouštění dochází ke koagulaci (sbalování cementitu do globulí) cementitu a zbrzdění rozpadu zbytkového austenitu. Zpomalením kinetiky se u oceli zvyšuje stálost za tepla. Křemík podporuje grafitizaci, která se provádí u litin, u ocelí je to většinou negativní jev a proto se společně s křemíkem přidává ještě chrom, který tento jev kompenzuje. Obvykle se pro pružinové oceli používá koncentrace 1,2 % – 2,2 % Si. U pružinových ocelí zlepšuje odolnost proti porušení a zvyšuje mez únavy. Nevytváří s uhlíkem ve slitinách železa žádné karbidy [12], [13].

Chrom se v železe nachází rovněž jako substituční atom. Výrazně zlepšuje prokalitelnost, zvyšuje kalicí teploty a snižuje teplotu martenzitické přeměny. Při obsahu nad 0,5 % zlepšuje odolnost oceli proti oduhličení za vyšších teplot. Zlepšuje odolnost vůči korozi a při obsahu nad 13 % zajišťuje oceli její korozivzdornost [6], [9], [8], [7].

U pružinových ocelí se obsah chromu pohybuje cca do 2 %, často se kombinuje s manganem nebo křemíkem. Uhlík má větší afinitu k chromu než k železu a manganu. Karbidy chromu mají větší stabilitu než karbidy železa a pro jejich rozpuštění je nutné kalit z vyšších teplot (austenitizace). Chrom tvoří více druhů karbidů, například kubický plošně centrovaný $Cr_{23}C_6$, hexagonální karbid Cr_7C_3 a ortorombický karbid Cr_3C_2 , který může obsahovat až 20 % Cr. Díky karbidům se zvyšuje oteřivzdornost, tvrdost a odolnost proti porušení. Na druhou stranu může chrom způsobit popouštěcí křehkost [6], [9], [8], [7].

Vanad má velice silnou afinitu k uhlíku (**Tab. 1**), proto vytváří s uhlíkem ve slitinách tuhý roztok a samotné karbidy V_4C_3 nebo VC. Vanad se přednostně váže s uhlíkem a tím je slitina ochuzena o uhlík, který pak chybí např. pro vznik perlitu nebo martenzitu. Obsah vanadu ve výsledku potlačuje vznik perlitu a zhoršuje kalitelnost. Nechceme-li, aby k tomu docházelo, je zapotřebí v oceli zvýšit koncentraci uhlíku. Čím více vanadu ocel obsahuje, tím více musí obsahovat uhlíku. U pružinových ocelí vanad s uhlíkem vytváří jemné karbidy, které mají velmi vysokou teplotu tavení. Tyto vzniklé karbidy mají příznivý vliv na vznik zárodků při tuhnutí oceli, čímž se docílí jemného zrna oceli. Pro zjemnění zrna tedy stačí již malý obsah vanadu. Díky jemnějšímu zrně dochází ke zlepšení houževnatosti. Karbidy vanadu mají vysokou tvrdost a tím zvyšují odolnost proti únavě. Dále také zvyšují pevnost oceli a mez pružnosti [12], [14]. Vanad zvyšuje odolnost vůči popuštění. Za přítomnosti dusíku v oceli vanad vytváří karbonitridy vanadu, které precipitují v martenzitické struktuře jako jemná disperze, která brání migraci (zhrubnutí) hranicím zrn austenitu během austenitizace. Bylo také prokázáno, že vanad zvyšuje odolnost proti únavě pružin během provozu [6], [9], [8], [7], [10].

Fosfor, už velmi malé množství segreguje na hranicích zrn během tepelného zpracování, zhoršuje houževnatost a může způsobit praskání po kalení. Množství fosforu v klasických ocelích je kontrolováno a nemělo by přesáhnout 0,03 %. U pružinových ocelí obsah fosforu nesmí přesáhnout 0,01 % [6], [9], [8], [7].

Síra patří většinou mezi nežádoucí příměsi. Do oceli se nejčastěji dostává z rudy a koksu. Síra s železem vytváří sulfid železnatý, který se v tuhém roztoku železa téměř nerozpouští. FeS má velmi nízkou teplotu tání (985 °C). Díky nízké teplotě se FeS soustřeďuje v místech, která tuhnou naposled, např. na hranicích austenitických zrn. Takto vysergrogovaný sulfid vytváří obálky okolo austenitických zrn, které narušují soudržnost a znemožňují tváření za tepla. FeS negativně ovlivňuje oceli za pokojové teploty, zhoršuje houževnatost, tvárnost za studena a svařitelnost.

Za přítomnosti Mn se síra začne přednostně vázat na Mn a vytváří MnS s teplotou tání 1620 °C. Při odlévání tvoří kulovité vměstky, které se většinou následnou tvářecí operací protáhnou do charakteristické podoby. Tyto protáhlé sulfidické vměstky jsou méně nepříznivé oproti FeS [6], [9], [8], [7].

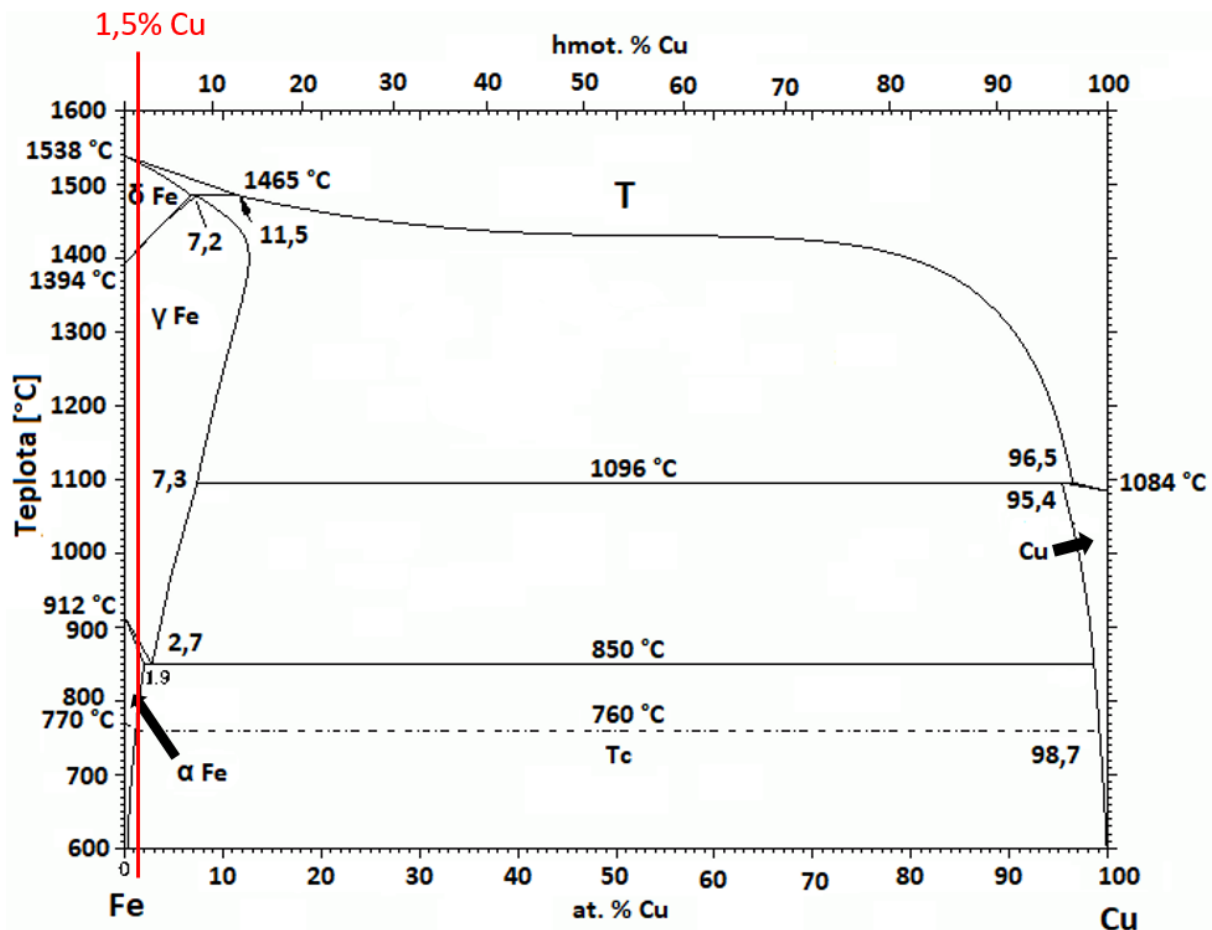
Měď má téměř stejný atomový poloměr, o velikosti 1,35 Å, jako železo, a proto se v mřížce vyskytuje substitučně. Maximální rozpustnost mědi ve feritu je 0,35 % a v austenitu při 850 °C 2,3 % (**Obr. 1**). Teplota tání čisté mědi je 1083 °C a krystalizuje v FCC mřížce. Měď má menší afinitu k uhlíku než čisté Fe, a proto nevytváří žádné karbidy. Měď se v ocelích často považuje za škodlivý prvek. Dostává se do něj jako nečistota vlivem recyklace železného šrotu [15], [16], [17].

Její škodlivý účinek je sledován především v případech, kdy dochází k segregaci čisté mědi na hranicích zrn. Dochází pak ke zhoršení houževnatosti a únavové odolnosti vedoucí k interkrytalickým lomům [15], [16], [17].

Metalurgické problémy mohou vzniknout buď odmíšením mědi při tuhnutí anebo následně při tváření oceli za tepla. Vlivem oduhličení povrchu doprovázené zokujením tvářené součásti vznikají místa obohacená o měď. Měď má snahu se při tváření za tepla z povrchu dostávat mezi hranice jednotlivých zrn a tím dochází k tvorbě povrchových trhlin. Pokud se při metalurgickém procesu podaří zabránit segregaci, nepříznivé účinky mědi se neprojeví, a naopak může mít tento prvek kladný vliv. Nepříznivý jev segregace mědi se může projevovat už od obsahu 0,2 % Cu [17], [16].

Vzniku povrchových trhlin mohou zabránit následující opatření:

- Ohřev oceli v ochranné (neoxidační) atmosféře.
- Provádění všech tvářecích operací do teplot 1090 °C, což je teplota tání fáze bohaté na Cu.
- Přidání Ni nebo Co pro zvýšení bodu tání fáze Cu.



Obr. 1 Rovnovážný binární diagram Fe - Cu [17]

Měď vyskytující se v ocelích nemusí mít vždy negativní účinky. Již v roce 1916 se začalo experimentovat s přidáváním Cu do konstrukčních ocelí za účelem zlepšení mechanických vlastností a odolnosti vůči atmosférické korozi. V období 1933 až 1935 se uskutečnilo první komerční využití ocelí s přísadou Cu, které odolávaly atmosférické korozi [17], [16].

Bylo prokázáno, že oceli legované do 0,2 % Cu mají lepší odolnost vůči atmosférické korozi. Zvýšené korozivzdornosti vlivem Cu se využívá na mostních konstrukcích, budovách na mořských ropných plošinách a při výrobě lodních plechů. Některé výzkumy také uvádějí, že atmosférickou korozivzdornost Cu ocelí lze dále zvýšit, je-li přidán společně s mědí i fosfor [17].

U nízkouhlíkových ocelí legovaných více jak 0,75 % Cu bylo zjištěno zvýšení mechanických vlastností vlivem precipitačního vytvrzení díky Cu. Vlivem precipitace Cu ve feritické matici dochází ke zvýšení pevnosti při zachování dobré houževnatosti, svařitelnosti a tvářitelnosti i při nižších teplotách. Kromě toho mají tyto oceli vysokou odolnost vůči růstu

únavových trhlin a schopnost potlačit vodíkové trhliny. I u ocelí precipitačně vytvrzených byla pozorována dobrá korozivzdornost [17].

Manganové oceli pro pružiny s obsahem 0,75 % C a 1 % Mn, jako je například ocel dle ČSN 13 180, která je vhodná k zušlechťování. Kombinací této oceli s křemíkem dostáváme ocel ČSN 13 270, která je vhodná na listové pružiny. U oceli je možné zvýšit mez únavy a mechanické vlastnosti tepelně mechanickým zpracováním [7], [11].

Chrom křemíková ocel ČSN 14 182 se používá pro velmi namáhané pružiny. Vyšší obsah uhlíku a křemíku dávají oceli velkou tvrdost a mez pružnosti. Pružiny lze používat díky karbidům chromu pro aplikace až do teplot 300 °C. Do této skupiny patří například ocel 42SiCr [7].

Mangan chromová ocel s přidavkem vanadu dle ČSN 15 260 je vhodná pro nitridaci, která zvýší únavovou odolnost a odolnost proti opotřebení. Ocel ČSN 14 260 (54SiCr6) je známá svou vysokou houževnatostí. Vyrábí se z ní pružnice, pera a talířové pružiny. Pružiny z těchto ocelí jsou vhodné pro aplikace do teplot 300 °C, ale i pro provoz v záporných teplotách [7].

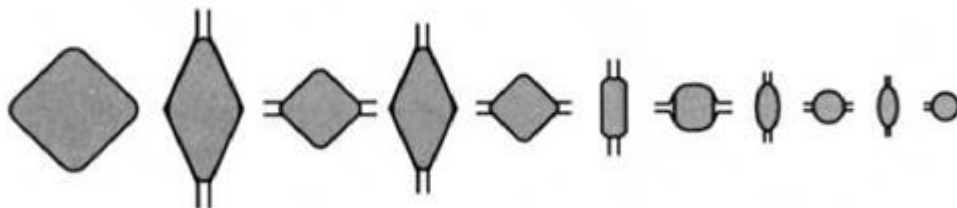
Martenzitické korozivzdorné oceli s obsahem Cr okolo 13 % a obsahem uhlíku 0,25 % – 0,45 %. Při teplotách nad 400 °C tvrdost oceli téměř neklesá. Jsou to oceli ČSN 17 023 a 17 024 [7].

3 Technologie výroby pružin

Výrobní technologie ocelových pružin je velice rozmanitá. Především závisí na druhu a velikosti vyráběných pružin. Mezi základní druhy pružin patří pružiny vinuté, listové, torzní, talířovité atd. Dříve se oceli pro pružiny odlévaly v podobě ingotů. Dnes se převážně provádí kontinuální lití kvůli své výborné produktivitě. Celý výrobní proces pružinových drátů a pružin má dnes podobu kontinuálních automatizovaných pracovišť, které na sebe navazují. Výrobní proces lze rozdělit na dvě hlavní části, primární proces a sekundární proces. Primární proces zahrnuje tavbu, kontinuální odlévání, válcování za tepla, tepelné zpracování, obrábění povrchu a tažení za studena. Sekundární technologie se zabývá navíjením, tvarováním, tepelným zpracováním a finálními povrchovými úpravami pružin [6].

3.1 Primární proces

Většina pružinových ocelí se vyrábí kontinuálním litím, na které navazuje válcování za tepla s mnoha sekcemi horizontálních a vertikálních válců. Válcování je součástí kontinuální linky. Provádí se za účelem zlepšení lící mikrostruktury a dosažení vhodného průřezu polotovaru.



Obr. 2 Postup kontinuálního válcování za tepla kulatého drátu [4]

Pro válcování je důležitým parametrem velikost redukovaného průřezu. Optimální válcovací

poměr zajistí odstranění dendritů a odstranění některých vad dutinového charakteru. Na (**Obr. 2**) je postupná změna průřezu během kontinuálního válcování. Nejčastěji se produkují dva průřezy plochý nebo kulatý drát [6].

Proces válcování pro kulaté průřezy má tandemově uspořádané válce v horizontálních a vertikálních polohách. Během kontinuálního válcování je potřeba vývalek přihřívát. Během dohřevu je důležité dodržovat krátké časy s co nejnižšími teplotami, pro potlačení vlivu oduhličení. K ohřevu se převážně používá indukčních cívek. Na konci válcování se provádí řízené ochlazování, aby vlivem rychlého ochlazování nevznikala martenzitická struktura, která by měla negativní vliv na následující operace. Výsledným meziproductem válcovací linky je kontinuální prut kruhového průřezu s mírně oduhličeným povrchem [6].

Dalším krokem je v kontinuálním procesu zařazeno tepelné zpracování, které zahrnuje sferoidizační žihání s následným popouštěním a kalením [6].

Sferoidizační žihání se drží okolo transformačních teplot A_{c1} a po určitém čase se ochlazuje na teplotu transformace A_{r1} ochlazovací rychlostí 10 – 20 °C / h. Účelem je přeměnit cementitické precipitáty z lamelárního nebo síťovitého tvaru na tvar sférický – kulovitý. Tento proces se většinou opět provádí na speciálních kontinuálních linkách, které pokračují konstantní rychlostí a mohou obsahovat 3 – 15 teplotních zón. Pro zamezení oduhličení povrchu během žihání se v linkách ohřev drátu uskutečňuje ve speciálních trubkách s proudící ochrannou směsí plynů. Nejčastěji se jedná o směs uhlovodíků [6].

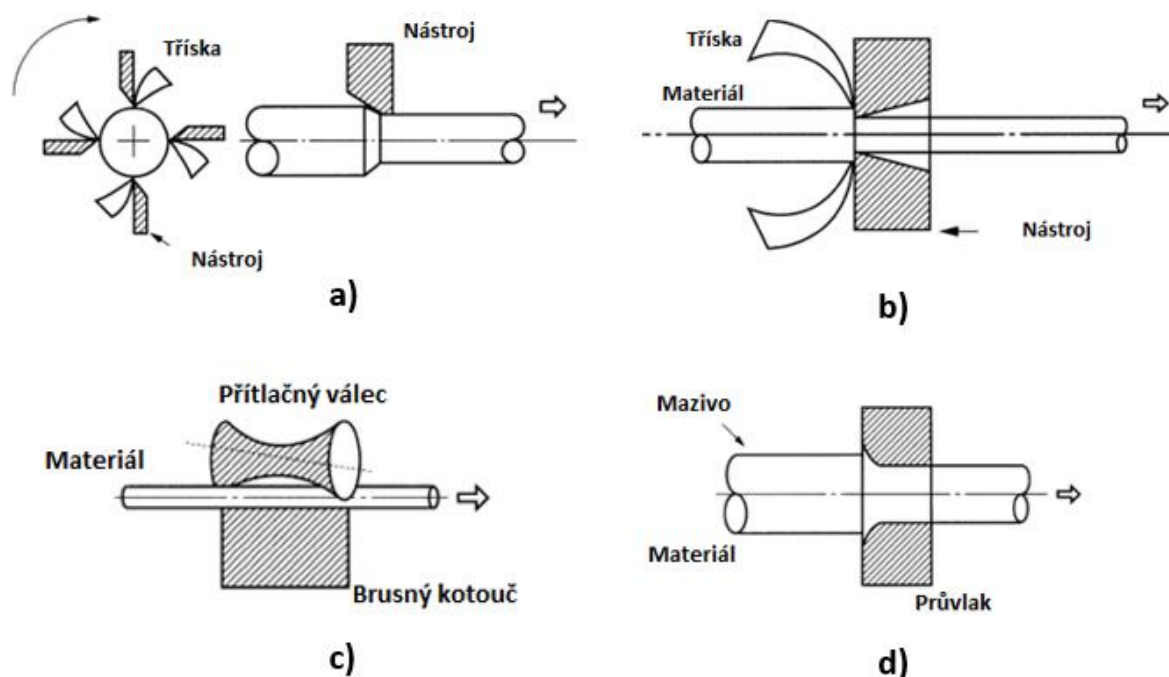
Pro zlepšení mechanických vlastností je dále prováděno kalení a nízkoteplotní popouštění. Kalení probíhá z teplot 30 – 50 °C nad transformaci A_3 a následně se ochlazuje v prostředí vody nebo oleje. Popouštění je prováděno při teplotách okolo 450 °C s vhodnou ochlazovací rychlostí. Účelem popouštění je zlepšení houževnatosti, únavové odolnosti a podpoření precipitace karbidů. Takto zpracované dráty mají vysokou mez kluzu a příznivou houževnatost [6].

V některých případech se ještě zařazuje kontinuální linka, která drát moří v kyselině pro odstranění okují vzniklých během válcování [6].

3.2 Sekundární proces

Protože kontinuální prut má stále nekvalitní povrch provádí se další operace pro jeho zlepšení. Používají se dvě metody, při kterých se odřezává tenká vrstva z povrchu prutu. Děje se tak buď pomocí rotačních nožů nebo pomocí nožového průvlatku [6].

Pomocí rotačních nožů se odřezává tenká vrstva o tloušťce 0,2 – 0,7 mm (**Obr. 3a**). Výhodou této metody je, že díky rotačnímu pohybu se zaručuje přesná válcovitost. Při druhé metodě se odebírá materiál pomocí nožového průvlatku o tloušťce jen 0,1 – 0,15 mm, ale není zde zaručena přesná válcovitost tyče (**Obr. 3b**). Tato metoda s nožovým průvlatkem se používá pouze pro dráty do průměru 15 mm. V některých případech se ještě před protahováním provádí broušení povrchu pro zlepšení kluzných vlastností (**Obr. 3c**). Pruty s obrobeným povrchem se dále protahují za studena (**Obr. 3d**) [6].



Obr. 3 a) Obrábění povrchu drátu rotačními noži, b) obrábění povrchu nožovým průvlakem, c) Broušení drátu, d) Tažení drátu za studena

V dalším postupu se proces dělí na dva druhy výroby pružin: pružiny navíjené za tepla a pružiny navíjené za studena [6].

3.2.1 Pružiny navíjené za tepla

Navíjení za tepla se provádí u pružin o větších průřezech drátu. Pro navíjení za tepla se používá výše uvedeného drátu, který byl tažen za studena. Drát je před procesem navíjení indukčně ohříván na optimální tvářecí teplotu. Při takové teplotě je drát navinut nebo vytvarován pomocí speciálních strojů (**Obr. 4**). Navinutí nebo tvarování musí proběhnout v co možná nejkratším čase, aby nedošlo k přílišnému poklesu teploty a oduhličení povrchu. Pružina po navinutí je ihned zakalena z tvářecí teploty v olejové lázni. Po zakalení následuje popouštění okolo teplot 400 – 500 °C. Výsledkem je struktura popouštěného martenzitu nebo bainitu.

V dalších krocích následuje odmaštění, pískování a povrchová úprava. Proces navíjení za tepla je snazší oproti procesu za studena především z hlediska menšího přetvárného odporu zahřátého drátu (resp. jiného polotovaru) [6].



Obr. 4 Navíjení pružiny za tepla [30]

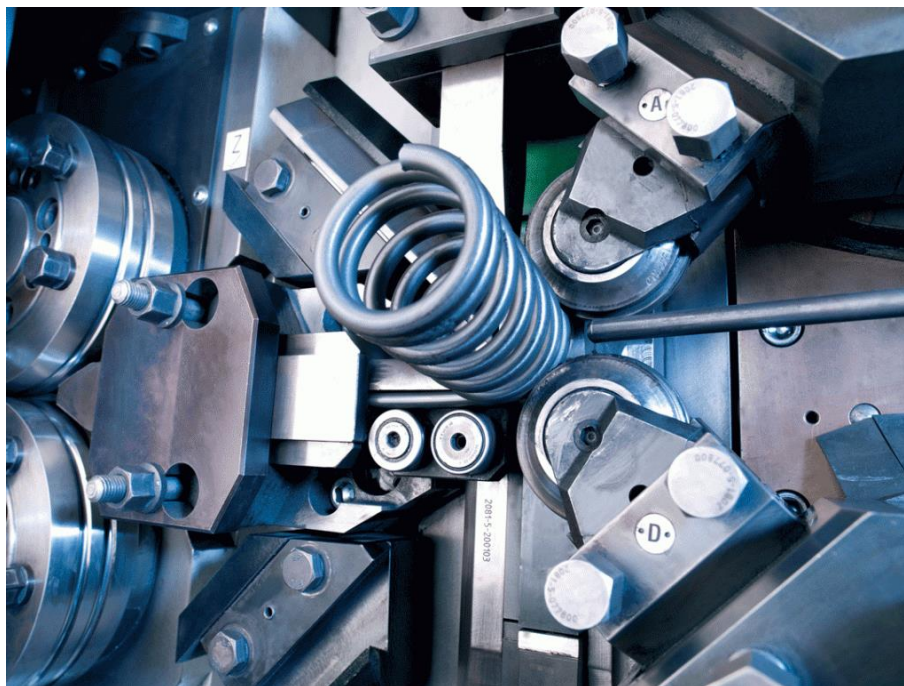
3.2.2 Pružiny navíjené za studena

Pro pružiny navíjené za studena kontinuální výrobní proces výroby drátu dále pokračuje patentováním.

Patentování je proces tepelného zpracování, při kterém mikrostruktura prutu kontinuálně transformuje na bainit nebo perlit. Jedná se v podstatě o izotermické kalení. Výsledkem je bainitická struktura nebo struktura velmi jemného lamelárního perlitu zvaná troostit. Patentování se provádí pro zlepšení mechanických vlastností před tažením za studena. Patentování je většinou součástí kontinuální linky. Po patentování následuje tažení za studena. Účelem tažení za studena je dosažení deformačního zpevnění, zvýšení meze kluzu, pevnosti a pružnosti. Tažením za studena je také docíleno přesného průměru drátu před navíjením [6].

V dalším kroku probíhá navíjení za studena pomocí nejrůznějších automatizovaných strojů. Pružiny se převážně vyrábějí pomocí automatizovaných CNC strojů, ve kterých je drát tvarován za studena speciálními tvarovými nástroji (**Obr. 5**). Navinuté pružiny jsou nízkoteplotně žhánány při 200 – 350 °C pro zlepšení elasticity, únavové odolnosti a snížení zbytkového pnutí. Takto zpracované pružiny mají finální mikrostrukturu, kterou již není nutné zušlechťovat [6].

Navíjení za studena je efektivnější pro pružiny s menšími průřezy drátu. Pružiny navíjené za studena mají oproti pružinám navíjeným za tepla velice přesný rozměr průřezu a kvalitnější povrch [6].



Obr. 5 navíjení pružiny za studena [27]

4 Proces zušlechťování středně legovaných ocelí

Zušlechťování je klíčová operace tepelného zpracování, která se provádí před navíjením pružiny (navíjení za studena) nebo hned po procesu navíjení pružiny za tepla. Celý proces zušlechťování se obvykle stává ze dvou částí, kalení a popouštění. Při kalení se polotovary pružin nejdříve ohřívají na austenitizační (kalicí) teplotu, která je v případě chrom-křemíkových ocelí se středním obsahem uhlíku okolo 900 °C. Délka austenitizace se odvíjí od rozměrů pružiny, hmotnosti, tepelné vodivosti, druhu ohřevu, výchozí mikrostruktury atd. Během austenitizace je materiál náchylný na oduhličení povrchu, které může výrazně zhoršit kvalitu povrchu. Kvalita povrchu je u pružin velmi důležitá. Vliv oduhličení povrchu často způsobuje horší mechanické vlastnosti povrchu, snížení tvrdosti a jakosti povrchu, které vedou ke snížení únavové odolnosti a také snížení korozivzdornosti [9], [18], [19], [20], [21], [8].

Problémům s oduhličením se lze částečně vyhnout volením krátkých časů pro austenitizaci, používáním ochranných nátěrů a ochranných atmosfér během austenitizace.

Během austenitizace u chrom-křemíkových ocelí, díky polymorfní přeměně dochází ke změně krystalové kubické prostorově centrované mřížky (BCC) feritu na kubickou plošně centrovanou (FCC) mřížku austenitu a k rozpouštění karbidů Fe_3C a karbidů chromu. BCC mřížka feritu má délku mřížkového parametru 2,86 Å, která je schopna pojmout maximálně 0,02 hm. % C, oproti tomu mřížka FCC austenitu s délkou mřížkového parametru 3,6 Å je výrazně větší a dokáže pojmout až 2,11 hm. % C. Zvyšováním teploty během austenitizace dochází k transformaci krystalové BCC mřížky feritu na FCC austenit, současně se rozpouští karbid železa Fe_3C (cementit, který je součástí perlitu). Nově vznikající mřížka FCC austenitu

poskytuje prostor pro uhlík z rozpouštěcího se Fe_3C . Jako poslední se rozpouští ostatní karbidy, jedná-li se o nadeutektoidní ocel. V ideálním případě je austenitizace ukončena tím, že veškerý uhlík je rovnoměrně intersticiálně rozpuštěn v tuhém roztoku FCC mřížky austenitu, legující prvky jako Cr a Si jsou substitučně rozpuštěny v tuhém roztoku Fe - γ , v matici se případně mohou nacházet karbidy (karbonitridy), které se při austenitizační teplotě nerozpouštějí [18], [20], [9].

Po austenitizaci následuje ochlazení. Rychlost ochlazování má zásadní vliv na difuzi atomů (přeskupování atomů v mřížce).

Pomalým ochlazováním tuhého roztoku austenitu s obsahem intersticiálně rozpuštěného uhlíku by se vlivem poklesu teploty začala krystalová mřížka FCC austenitu přeměňovat na krystalovou mřížku kubickou prostorově středěnou, nejdříve ve formě proeutektoidního feritu, následně eutektoidním rozpadem. Při eutektoidním rozpadu austenitu se uhlík difúzí uvolňuje ven z mřížky a spolu s atomy železa vytváří novou fázi s ortorombickou krystalovou mřížkou cementitu Fe_3C . Při pomalém ochlazování je dostatek času na difuzi uhlíku a tím se vytváří oblasti s krystalovou mřížkou cementitu a feritu, které se neustále rozrůstají. Vzniká heterogenní směs cementitu a feritu zvaná perlit [20], [9], [18].

Se zvyšující rychlostí ochlazování se rozsah difuze snižuje. Rychlé ochlazení austenitu s kubickou plošně centrovanou krystalovou mřížkou má za následek snahu atomů přeskupit se do mřížky kubické prostorově středěné, ale vlivem zvýšené rychlosti ochlazování k tomu nedojde. Při zvýšených rychlostech ochlazování není již dostatek času pro přeskupování atomů na delší vzdálenosti, difuze je potlačena. Intersteticky rozpuštěný uhlík už nemá potřebný čas, aby opustil prostory mřížky austenitu, a zůstane uvězněn uvnitř mřížky, která se stříhovým mechanismem transformuje na BCC mřížku. Stříhový mechanismus je transformace, při které atomy krystalové mřížky vykonají posun menší než je parametr mřížky. Uvězněný uhlík uvnitř mřížky tedy nedovolí potřebnou změnu rozměrů mřížky pro přeměnu. Dochází tedy k deformaci kubické mřížky a vzniku tetragonality mřížky. Říkáme, že vznikla nová krystalová mřížka, tetragonální prostorově centrovaná zvaná martenzit. Deformace mřížky, kterou vyvolal uvězněný uhlík, vytvoří v mřížce velké napětí. Toto napětí zpomaluje pohyb dislokací a tím dojde k velkému zpevnění materiálu. Výsledná struktura vlivem rychlého ochlazení je jemnozrnná jehlicovitá, laťkovitá nebo deskovitá se zvýšenou hustotou dislokací, čímž dochází k dalšímu zpevnění. Martenzit je přesyceným tuhým roztokem intersticiálního uhlíku v železe α [20], [9], [18].

Rozsah průběhu difuze uhlíku a množství uhlíku, které se stihne vyloučit, je závislé na rychlosti ochlazování. S rostoucí rychlostí ochlazování se potlačuje difuze uhlíku, mřížka se více deformuje a tím se zvyšuje i její tetragonalita. Při ochlazování rychlostmi, kdy dojde k částečné difúzi, se část uhlíku stihne vyloučit a část zůstane uvězněna v mřížce. Vznikají další nové struktury a jejich kombinace např. bainit a troostit [20], [9], [18].

Teplné zpracování pružin ve většině případů vyžaduje rychlé ochlazení z austenitizační teploty, zakalení materiálu a vznik martenzitu, který je následně popuštěn kvůli snížení pnutí a získání vyšší houževnatosti [18].

4.1 Popouštění

Samotný martenzit je velice pevný a tvrdý, ale zároveň křehký. Struktura je díky tomuto napětí v metastabilním stavu, ze kterého se přirozeně snaží dostat do stavu stabilního. Pro snížení této křehkosti (zvýšení houževnatosti), zvýšení stability struktury a zlepšení

celkových mechanických vlastností se téměř vždy po martenzitickém kalení provádí popouštění [22] [21] [23].

Proces popouštění spočívá v ohřevu na teploty pod A_{c1} , protože nad touto teplotou začíná přeměna krystalové mřížky na FCC austenit. Rozlišujeme dva základní způsoby popouštění, nízkoteplotní a vysokoteplotní. Nízko teplotní a vysoko teplotní popouštění lze ještě rozdělit na 4 fáze [20], [9], (18).

4.1.1 Nízkoteplotní popouštění

Hlavním úkolem tohoto zpracování je odstranění vnitřního pnutí ve struktuře a navýšení houževnatosti, při snaze zachovat co největší tvrdost a pevnost [21].

1. fáze: První fází je ohřev v rozmezí teplot 80 – 200 °C. Jelikož je martenzitická struktura pod velkým vnitřním napětím a je v metastabilním stavu, ohřevem na tuto relativně nízkou teplotu popouštění dodáme určitou energii pro difuzi atomů. Uhlík, který je v tetragonální mřížce uvězněn pod velkým pnutím se začne postupně uvolňovat ven z mřížky. Tetragonality mřížky martenzitu se díky odcházejícímu uhlíku postupně snižuje. Tetragonální mřížka martenzitu postupně přechází na mřížku nízkouhlíkového kubického martenzitu (BCC). Vyloučený C vytváří karbidické fáze $Fe_{2,4}C$, které se nazývají ϵ -karbidy, ty se vylučují v podobě tenkých destiček o tloušťce jen několika atomových rovin. Vznikající karbidická fáze odebírá uhlík jen ze svého nejbližšího okolí a ve vzdálenějších místech zůstává původní koncentrace uhlíku přesyceného tuhého roztoku. Tvorbu ϵ -karbidů lze nazvat počáteční fází precipitace, kdy mřížka tetragonálního a nově vzniklého nízkouhlíkového kubického martenzitu zůstávají spolu koherentně spojeny, vznikají GP_1 zóny. Vlivem napětí a deformace mezi přechody těchto dvou mřížek dojde ke koherentnímu zpevnění struktury. Díky tomuto jevu je při vzniku kubického nízkouhlíkového martenzitu spolu s ϵ -karbidem pokles tvrdosti malý [9], [22], [21].

Při delší výdrži na teplotě stávající vzniklé částice ϵ -karbidu již nerostou. Vlivem nízké teploty je difúze omezená a ϵ -karbid nedokáže odebírat uhlík ze vzdálenějších míst. Vznikají další nové částice ϵ -karbidů, až do doby ustálení, kdy atomy nemají dostatečnou energii pro další strukturní přeměny [21], [24].

2. fáze: Ohřev na teplotu v rozmezí 200 – 300 °C. V této fázi dále pokračuje precipitace GP_1 zón ϵ -karbidů a již vzniklé GP_1 rostou na tloušťce a stávají se z nich a GP_{II} zóny, které jsou však stále koherentní s matricí. Vnitřní napětí se postupně uvolňuje a teplota je nyní dostatečná pro rozpad zbytkového austenitu, který byl stabilizován vysokým napětím (tlakem) okolí. Zbytkový austenit se díky difúzi rozpadne na kubický (popouštěný) martenzit a cementit. Vnitřní pnutí se dále postupně snižuje [21], [24].

4.1.2 Vysokoteplotní popouštění

Popouštění při vyšších teplotách se provádí za účelem dalšího snížení pnutí v martenzitu, zvýšení houževnatosti, tažnosti a kontrakce a zároveň zachování velké meze kluzu a únavy. Při popouštění v tomto teplotním intervalu již vzniká struktura popouštěného martenzitu se stabilním typem karbidů, dříve nazývaná jako sorbit. Velikost karbidů již je obvykle vyšší (jmenovitý rozměr nad 20 nm) [20], [9], (18).

3. fáze: Ohřevem na teplotu v rozmezí 300 – 600 °C se dodá další energie pro ϵ -karbidy, které postupně rostou. S postupujícím časem zóny GP_{II} nabývají na tloušťce, současně dále stoupá i napětí a deformace na jejich rozhraní, začíná se vytvářet nová odlišná krystalová mřížka, s odlišnými parametry. Jakmile napětí na rozhraní mezi karbidem a mřížkou

přesyceného tuhého roztoku překročí mez kluzu, obě mřížky se začínají od sebe oddělovat a vzniká mezi nimi nové rozhraní. Mřížky jsou nyní mezi sebou již nekoherentní. Vzniká přechodový precipitát Fe_3C jako samostatná krystalová fáze. Ve struktuře zvyšováním precipitátů dochází ke snížení pnutí v základní mřížce. Obsah C v kubickém martenzitu klesá a tento postupně přechází na stabilní přesycený ferit α . Začíná vznikat velké množství jemných precipitátů, které vznikají po celé ploše zrn tuhého roztoku, vzniká struktura martenzitu s popouštěcími karbidy, dříve nazývaná sorbitická. Tímto zpracováním se sníží tvrdost, vnitřní pnutí a dojde k podstatnému zvýšení houževnatosti [20], [9], (18).

4. fáze: Ohřev na teplotu $450\text{ }^{\circ}\text{C}$ – A_1 . Popuštěný martenzit hrubne a při teplotách blízcí se teplotě A_1 začne vznikat globulární perlit. Zvyšuje se houževnatost a tvárnost materiálu, ale naproti tomu se snižuje pevnost a tvrdost, většinou i mez únavy. V tomto teplotním intervalu začínají vznikat další typy karbidů Cr, a dalších karbidotvorných prvků [20], [9], (18).

5 Experimentální metody pro vývoj procesu zpracování pružin

Experimentální metody zkoumání materiálu v oborech metalografie, analýz na atomární úrovni, měření termofyzikálních vlastností, testování mechanických vlastností, počítačových simulací a tvorby materiálových modelů otevírají nové možnosti pro vývoj nových materiálů nebo optimalizaci těch stávajících. Pro vývoj procesu zpracování pružinových materiálu budou v předkládané práci uvedené experimentální metody využity pro sledování hlavního cíle, sledování rozdílů při precipitaci produktů popouštění zakalených pružinových ocelí s mědí a bez mědi [20], [21].

5.1 Mikroskopické techniky

Mikroskopickými technikami získáváme informace o vzhledu struktury materiálu na povrchu a v některých případech i pod povrchem. Většinou jsou mikroskopické analýzy prováděné na plochách kovových vzorků, které byly upraveny různými metalografickými metodami. Mezi nejčastější úpravy povrchu patří metalografické řezání, broušení, leštění a leptání. Takto připravené ploše pro mikroskopickou analýzu se říká metalografický výbrus. V některých případech se naopak plochy vzorků upravovat nesmí, jde především o lomové plochy. Mezi nejčastěji používané mikroskopické analýzy patří: světelná optická mikroskopie, laserová mikroskopie, řádkovací a transmisní elektronová mikroskopie.

5.1.1 Světelná mikroskopie

Světelná mikroskopie je jednou z nejstarších metod pro hodnocení mikrostruktury kovů. Získané informace o struktuře jsou přehledné a jsou základním podkladem pro rozhodnutí, jakých dalších metod bude ke studiu mikrostruktury použito [20], [21].

Světelná mikroskopie patří mezi metody přímého pozorování struktury prostřednictvím viditelného spektra záření (světla) o vlnové délce $0,35 - 0,75\ \mu\text{m}$. Tato technika poskytuje informace o strukturních detailech na úrovni krystalického zrna [20], [21].

Obraz povrchu vytvořený odraženým světelným paprskem vzniká dvojnásobem.

Prvním způsobem je obraz vzniklý díky různé odrazivosti a pohltivosti (reflexi a absorpci) rozdílných strukturních složek na vzorku s hladkým povrchem. Světelný paprsek v tomto případě dopadá kolmo na povrch vzorku. Na povrchu dochází částečné absorpci a částečné reflexi světla, což způsobí změnu amplitudy – intenzity světla, vlivem nestejného

mikrostrukturního složení. Světelné paprsky se odráží v různých místech s různou intenzitou světla opět kolmo od povrchu. Nestejná intenzita paprsků pak vytváří obraz mikrostruktury. Tímto způsobem reaguje např. vzorek s nenaleptaným povrchem [20], [21].

Druhým způsobem je obraz vzniklý vlivem různého množství intenzity odraženého světla, ale tentokrát vlivem nerovného reliéfu povrchu vzorku. Paprsek dopadá kolmo na nerovný reliéf povrchu vzorku a díky zákonu úhlu odrazu se světelné paprsky odráží od reliéfu pod různými úhly. Rozdílné úhly odrazu způsobí, že se zpět pod stejným úhlem k pozorovateli neodrazí veškeré paprsky a vznikají opět rozdíly v intenzitě odraženého světla [20], [21].

Pozorování ve světlém poli

Metoda světlého pole je nejpoužívanějším způsobem osvětlení ve světelné metalografii. Paprsky ze světelného zdroje jsou přiváděny kolmo na pozorovaný povrch vzorku.

Světelné paprsky jsou přiváděné z externího zdroje na polopropustné planparalelní sklo, ze kterého se odráží do směru rovnoběžného s optickou osou mikroskopu, prochází objektivem a dopadají kolmo na povrch vzorku. Odražené paprsky se vracejí zpět skrze objektiv a procházejí planparalelním sklem do okuláru. Vodorovné plochy reliéfu povrchu vzorku se jeví, jako světlé a šikmé, jako tmavé. Při této metodě na obraze nevznikají stíny od nerovností povrchu, strukturní součásti se jeví na obraze s ostrými obrysy.

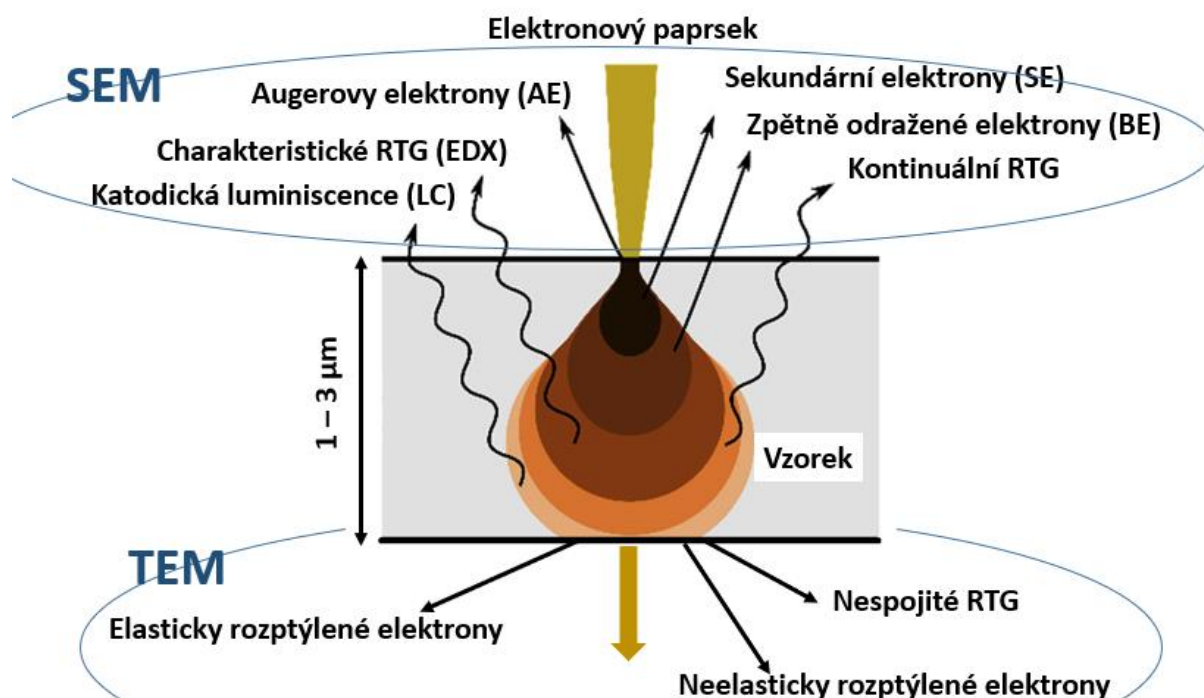
Naproti tomu pozorování ve světlém poli je méně výrazné a méně kontrastní oproti tmavému poli. Metoda je vhodná pro pozorování dobře naleptané struktury. Další techniky používané při světelné mikroskopii jsou pozorování při šikmém osvětlení, pozorování v tmavém poli a pozorování v polarizovaném světle [20], [21].

5.1.2 Elektronová mikroskopie

Pro dosažení větších zvětšení se používají mikroskopická zařízení, která místo světelného paprsku používají paprsek elektronový s mnohem výrazně kratšími vlnovými délkami, 0,005 nm. Takto krátké vlnové délky umožňují pozorování mikrostrukturních částic o velikosti jednotek nanometrů. Pro šíření elektronových paprsků platí obdobné geometrické zákony jako u optiky. Rychlost a směr u elektronových paprsků už nelze měnit pomocí klasických skleněných čoček. Pro jejich změnu rychlosti a směru se používá elektromagnetického a elektrostatického pole. Pomocí elektrických cívek s vhodně tvarovaným elektromagnetickým polem lze měnit jejich směr a pomocí elektrostatického pole měnit rychlost elektronového paprsku. Elektrické cívky a elektrostatické pole mají stejnou funkci jako čočky v geometrické optice. Protože elektronový paprsek je citlivý na interakci s jinými atomy, pracuje většina elektronových mikroskopů se sníženým tlakem nebo vakuem [20], [21].

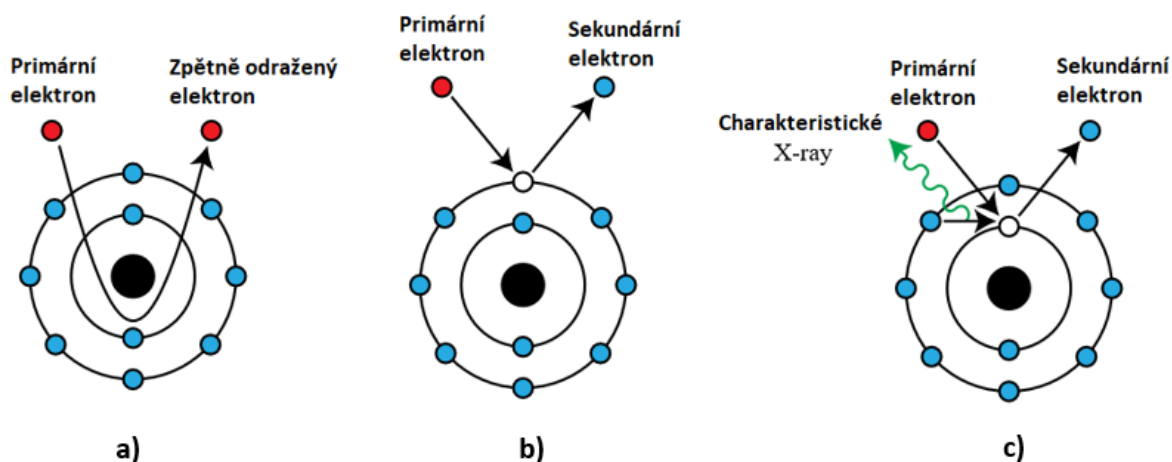
Řádkovací skenovací elektronová mikroskopie

Skenovací elektronový mikroskop lze do jisté míry považovat za analogii optického světelného mikroskopu pracujícího s odraženým světlem. Na rozdíl od světelného mikroskopu není obraz tvořen zpětně odraženým světlem, ale pomocí signálů odražených nebo sekundárních elektronů [20], [21].



Obr. 7 Interakce elektronového paprsku se vzorkem – SEM a TEM analýza [33]

Elektronový svazek se vytváří v elektronové trysce, ve které jsou elektrony emitovány žhavicí katodou a pomocí vysokého napětí na anodě – elektrostatického pole urychlovány na vysokou rychlost. Tím vzniká tenký primární elektronový svazek, který je dále pomocí elektromagnetických čoček fokusován na povrch vzorku. Pomocí vychylovacích cívek řádkovacího systému skenuje elektronový svazek vybranou mikro oblast bod po bodu a řádek po řádku. Elektronový svazek reaguje s povrchem vzorku a dojde k odrazu nebo vzniku nových záření pod určitým úhlem. Záření je pomocí speciálního čipu snímáno, zesíleno a v počítači převedeno na obraz zkoumané mikrostruktury. Protože je elektronový svazek citlivý na interakce s jakýmikoliv atomy, například atomy vzduchu, je ve vnitřní konstrukci mikroskopu podtlak nebo vakuum [20], [21].



Obr. 6 Interakce elektronu s atomem v povrchu vzorku [32]

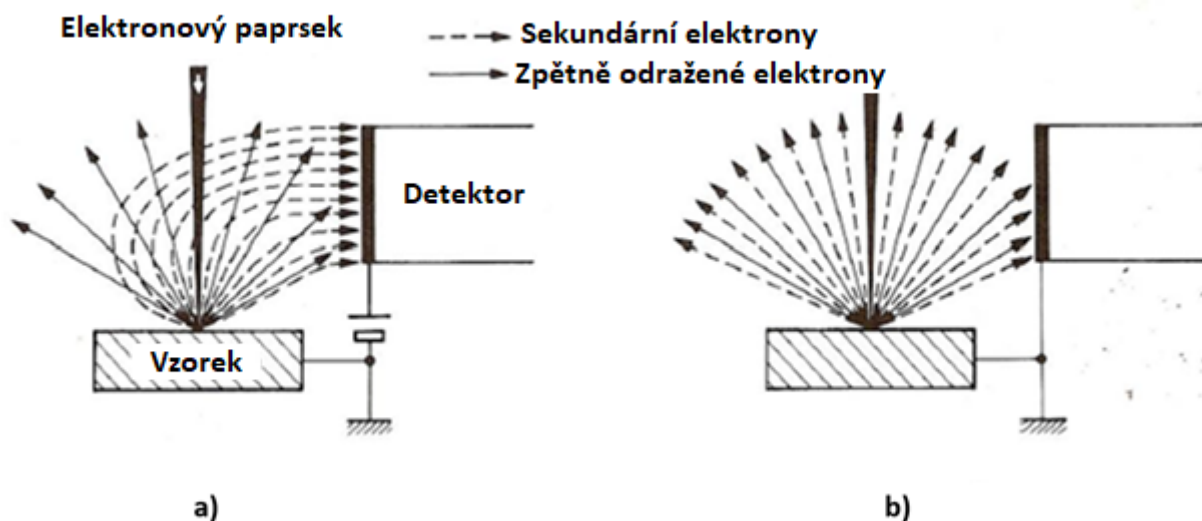
Dopadající primární svazek elektronů interaguje s povrchem vzorku a dochází k následujícím situacím. Dopadající elektrony se vlivem pružných deformací odrazí zpět nebo se odrazí pod určitým úhlem se stejnou nebo rozdílnou energií, (**Obr. 6 a**)). Dále může nastat vlivem nepružných deformací k vyzáření tzv. sekundárních elektronů, které jsou původem ze zkoumaného materiálu nebo k vyzáření určitého množství RTG záření, (**Obr. 6 b**), **c**)) [20], [21].

Obraz vytvoření na základě sekundárně vyzářených elektronů (SE)

Sekundární vyzářené elektrony (**Obr. 6b**, **c**)) jsou v podstatě elektrony vyprodukované z povrchu zkoumaného materiálu, které byly dopadem primárního elektronového svazku vyraženy ze slupek elektronových obalů. Vyzářené sekundární elektrony jsou přitahovány na povrch detektoru, který je svým opačným nábojem přitahuje (**Obr. 8a**). Množství těchto vyzářených elektronů je nejvíce citlivé na morfologii povrchu. Obraz složený ze sekundárně vyzářených elektronů dává tedy velice podrobnou informaci o morfologii povrchu (**Obr. 7**). Citlivost sekundárních elektronů je tak velká, že lze rozlišovat morfologické rozdíly s úhly od 2° . Zobrazování touto metodou se dosahuje nejlepších rozlišení a hloubky ostrosti. Pro pozorování v režimu sekundárních elektronů se metalografická příprava vzorků ukončuje převážně operací chemického nebo elektrolytického leštění a leptání pro zvýraznění morfologie povrchu [20], [21].

Obraz vytvoření na základě zpětně odražených elektronů (BE)

Množství odražených elektronů závisí především na velikosti atomového čísla zkoumaného materiálu. Protože se elektrony odrážejí, platí v tomto případě analogie fyzikálního zákona hybnosti. Proto mikrostrukturní oblasti s atomy o vyšším atomovém čísle – vyšší hmotnosti více odrážejí dopadající elektrony než oblasti s atomy s nižšími atomovými čísly. U vzorků s relativně hladkým povrchem (minimální morfologií) nám obraz složený ze zpětně odražených elektronů dává informaci o materiálovém složení (**Obr. 7**). Na snímku vidíme tzv. čistě materiálový kontrast. Pro pozorování v tomto režimu je detektor zapojen dle **Obr. 8b**). Pro pozorování v režimu zpětně odražených elektronů se metalografická příprava



Obr. 8 Detekce sekundárních elektronů a b): elektronů zpětně odražených [31]

vzorků ukončuje většinou operací mechanického, chemického nebo elektrolytického leštění [20], [21].

Transmisní elektronová mikroskopie

Transmisní elektronový mikroskop lze do jisté míry považovat za analogii k zařízení pro promítání diapositivů. Transmisní elektronový mikroskop pracuje na principu prosvěcování tenkých kovových fólií elektronovým paprskem, který prochází a promítá zvětšený obraz mikrostruktury na luminiscenční stínítko nebo na čip kamery. Zvětšení transmisní mikroskopie dosahuje až 100x – 1000 000x [20], [21].

Mikroskop lze rozdělit na dvě hlavní části, osvětlovací soustavu a zobrazovací soustavu. V osvětlovací soustavě se pomocí elektronové trysky generuje urychlený svazek elektronů, který prochází soustavou elektromagnetických čoček, které jej usměrní na primární paprsek elektronů. Takto usměrněný svazek dopadá ve střední části mikroskopu na vzorek v podobě tenké kovové fólie nebo uhlíkové repliky. Protože je vzorek dostatečně tenký, část elektronového svazku vzorkem projde. Prošlý svazek přechází do části zobrazovací soustavy. Zobrazovací soustava prošlý svazek elektronů pomocí elektromagnetických čoček upravuje a vytváří zvětšený obraz mikrostruktury, který se promítá na luminiscenční stínítko nebo na čip kamery ve spodní části mikroskopu [20], [21].

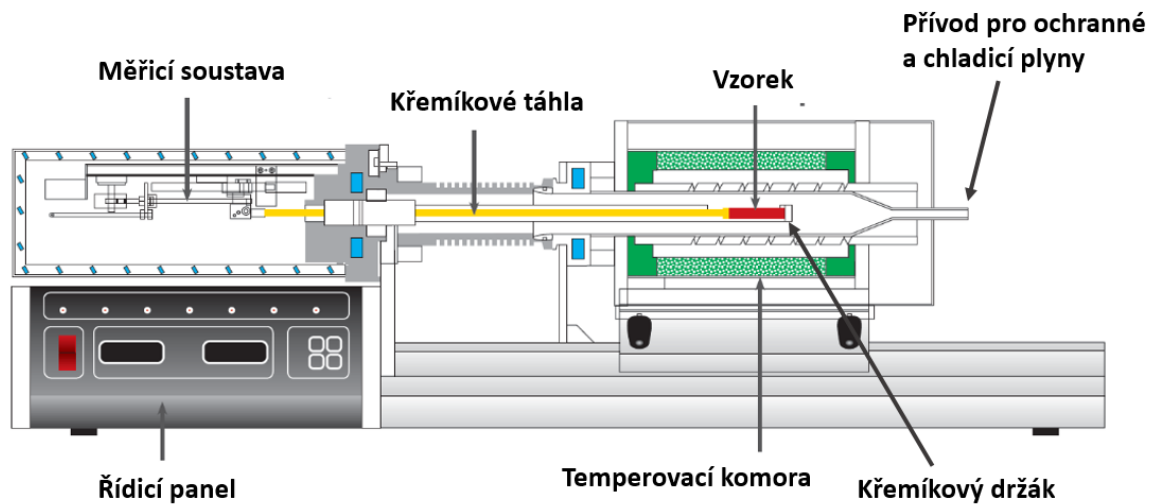
Při dopadu elektronového paprsku na tenkou fólii dochází kromě průchodu i k dalším interakcím podobně, jako u řádkovací elektronové mikroskopie. Při interakci elektronového paprsku s tenkým vzorkem dochází k částečnému průchodu, pohlcení a zpětnému odražení elektronů (**Obr. 7**) [20], [21]. Silnou nevýhodou TEM analýzy tenkých fólií je, že umožňuje zkoumat pouze malý objem na jednom vzorku [20], [21].

5.2 Dilatometrické měření

Pro optimalizaci procesu tepelného zpracování pružin jsou důležité znalosti průběhu kinetiky fázových transformací, difuzních a precipitačních dějů při popouštění, které mají zcela zásadní vliv na výsledné mechanické vlastnosti a zbytkové vnitřní pnutí v oceli. Pro fyzikální modelování této části tepelného zpracování lze s výhodou využít zpracování vzorků v dilatometru [20].

Podstatou dilatometrické analýzy je sledování délkových – dilatačních změn zkoumaného vzorku při změnách teplot. Délkové změny jsou způsobeny přeskupováním atomů v krystalové mřížce. Přeskupení atomů v krystalové mřížce je nejčastěji způsobeno fázovými transformacemi, precipitací nových fází nebo difuzí atomů (uhlíku). Dilatační změny se zpravidla měří při ohřevu, ochlazování nebo jejich kombinaci. Dilatometrické analýzy lze provádět i pro zvýšené konstantní teploty, při kterých se sleduje průběh isothermických přeměn [20], [25].

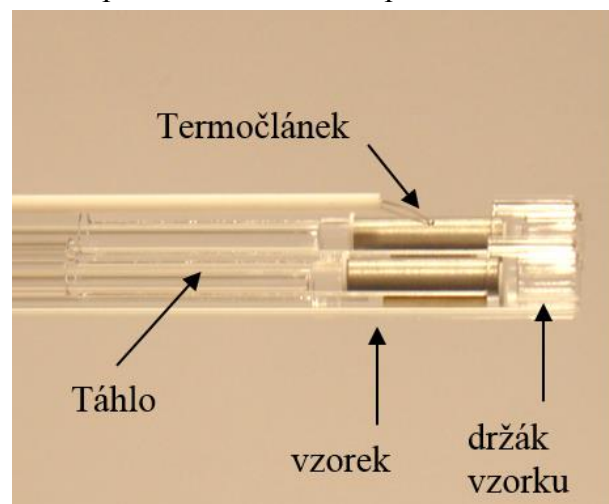
Dilatometrická měřicí zařízení se vyrábějí v různých provedeních podle jejich použití. Na **Obr. 9** je zjednodušené schéma horizontálně uspořádaného dilatometru s odporovou temperovací pecí. Základní soustava dilatometru se skládá z temperovací pece, křemíkových držáků vzorků uvnitř pece, křemíkových táhel, měřicí soustavy a řídicího panelu či počítače, [25].



Obr. 9 Dilatometrické měřicí zařízení [25]

Princip měření je, že dilatometrické vzorky jsou umístěny do křemenných držáků v temperovací komoře. Na kontrolním panelu či počítači se definuje temperovací proces, který bývá v podobě řízeného ohřevu ochlazování nebo i jejich kombinací. Temperovací peci je dilatometrický vzorek podroben řízeným změnám teploty, při kterých mění svou délku. Tato délka se pomocí křemenných táhel **Obr. 10** přenáší z temperovací pece do měřicí soustavy přístroje, která po celou dobu měření snímá prodloužení vzorku v podélném směru. Během měření je teplota vzorku kontrolována a řízena pomocí termočlánek přímo na dilatometrickém vzorku. V průběhu měření je snímána teplota vzorku, aktuální délka a čas [20], [25].

Výsledkem dilatometrického měření je záznam v podobě dilatační křivky, která udává závislost poměrného nebo relativního prodloužení na teplotě. Na vzorcích s fázovými přeměnami jsou na dilatačních křivkách patrné změny dilatace v podobě zlomů nebo propadů. Na těchto zlomech se pak vyhodnocují teploty začátku a konce přeměny. Pro zvýraznění dilatačních změn se používá derivační přepočít, čímž se dilatační křivka převede na derivační dilatační křivku. Bude-li dilatometrické měření provedeno pro zkoumaný vzorek a současně pro etalonový vzorek, může být výstupem diferenciální dilatační křivka. Etalonový vzorek musí mít známou teplotní délkovou roztažnost a nesmí prodělavat během měření žádnou fázovou přeměnu [20], [25].

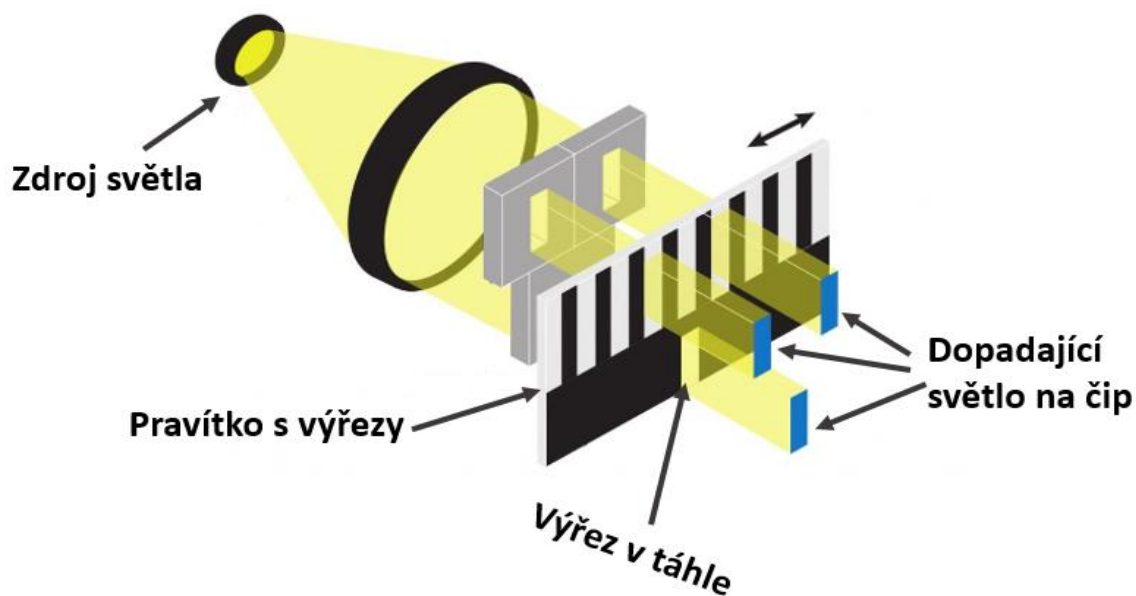


Obr. 10 Křemenný držák s táhly pro dva vzorky v zařízení DIL L75PT [25]

Vzorky pro dilatometrii jsou většinou v podobě malých válečků o průměru 3 – 5 mm a délek 5 – 50 mm. Na vzorcích s větší délkou se vždy projevují délkové změny výrazněji,

a proto je dosaženo i přesnějších měření. V některých případech lze měřit i vzorky jiných průřezů jako například obdélníkové čtvercové [20], [25].

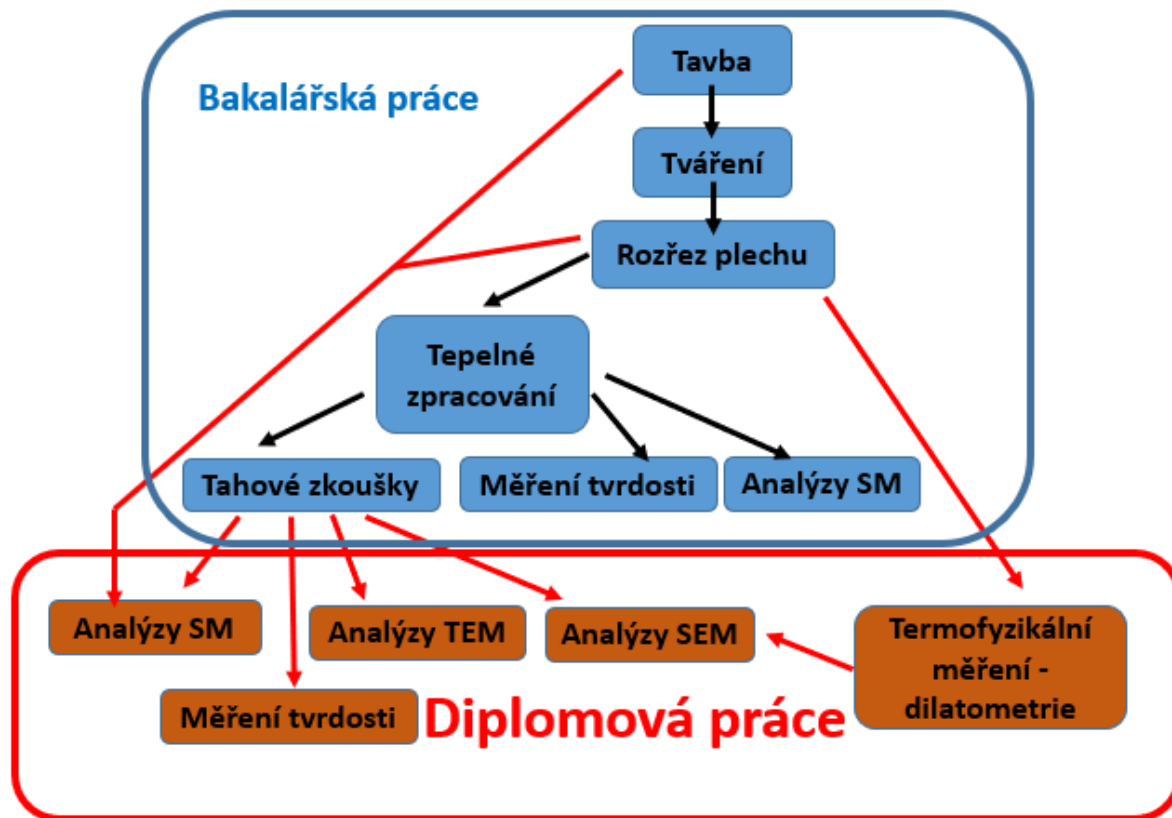
Dle konstrukce dilatometru může být ohřev vzorku indukční nebo elektrický odporový nepřímý s teplotami až okolo 1600 °C. Indukční ohřev umožňuje provádět ohřevy dilatometrických vzorků vysokými rychlostmi. Nevýhodou je, že lze použít pouze v případě kovových materiálů. Odporový nepřímý ohřev neumožňuje dosáhnout tak velkých rychlostí ohřevu jako v případě indukčního, ale naopak je teplota stálejší a bez výkyvů. Odporový ohřev umožňuje ohřev téměř jakýkoliv druhů materiálů. Komory jsou hermeticky uzavíratelné a umožňují provádět měření v inertních atmosférách, nejčastěji He, Ar, N₂. Další možností temperovacích komor je přívod pro chladicí plyny jako N₂, které umožňují provádět měření i při záporných teplot [20], [25]. Křemenné držáky dilatometrů většinou umožňují měření dvou vzorků najednou (**Obr. 10**). Regulace a záznam teploty se provádí pomocí termočlánků, které se přivařují na povrch vzorku. Měřicí soustavy nejčastěji používají ke snímání délky vzorků LVD nebo optické snímače. LVD snímače pracují na principu elektromagnetické indukce, kdy je křemíkové táhlo spojeno s feromagnetickým jádrem, které se vlivem změny délky měřeného vzorku mění polohu uvnitř elektromagnetické cívky. Signál s elektromagnetické cívky je pak převáděn na hodnoty délky. Optické snímače pracují na principu, kdy je na křemíkovém táhle umístěn optický měřicí systém (**Obr. 11**). V optickém systému jsou světelným zdrojem prosvěcovány výřezy na koncích křemíkových táhel. Prošlé paprsky světla jsou zachycovány na světlocitlivý čip, který vyhodnocuje polohu táhla, která je pak přepočítaná na hodnotu prodloužení [20], [25].



Obr. 11 Optický měřicí systém dilatometru [25]

6 Experimentální část

V rámci experimentální části budou nejprve shrnuty výsledky bakalářské práce přímo související s detailními mikrostrukturními analýzami a termofyzikálními měřeními popisovaných v následujících kapitolách. Celkový přehled realizovaných kroků v rámci výzkumu sledovaných ocelí je znázorněn na **Obr. 12**, kde je vyznačeno rozdělení činností provedených v rámci bakalářské a diplomové práce.



Obr. 12 Celkový přehled realizovaných kroků v rámci výzkumu sledovaných ocelí

Výzkum byl zaměřen na pružinovou středně uhlíkové ocel 42SiCr s 42SiCr s přídavkem 1,5% Cu. V předchozím výzkumu (BP) byly tyto dva materiály zkoumány a jejich výsledky navzájem mezi sebou porovnávány. Z obou ocelí byly vyrobeny vzorky, na kterých byly prováděny, za stejných podmínek pro obě oceli, různé zušlechťovací režimy. Výzkum (BP) byl především orientován na porovnání mechanických vlastností jednotlivých zušlechťovacích režimů. Na tepelně zpracovaných vzorcích byly provedeny měření mechanických vlastností v podobě měření tvrdosti a tahových zkoušek, a základní mikrostrukturní analýzy provedené na světelné mikroskopii. Výsledky byly mezi sebou v závěru výzkumu porovnány [26].

Současný výzkum navazuje na předchozí měření a získané výsledky, se kterými dále pracuje a je doplněn o další nová měření. Nově byla na tepelně zpracovaných vzorcích prováděna termofyzikální měření na diferenciálním i kalicím dilatometru, řádkovací elektronová mikroskopie a transmisní elektronová mikroskopie. Vyhodnocení dat získaných těmito analýzami je zaměřeno na podrobný popis dějů v materiálu probíhajících během popouštění a sledování rozdílů v chování standardní oceli 42SiCr a této oceli dolegované mědi.

6.1 Experimentální materiál a jeho zpracování

Odlití a zpracování experimentálního materiálu bylo provedené v rámci předchozí bakalářské práce, proto bude následující popis jen krátkým seznámením s historií experimentálního materiálu, odstavce **6.1.1** až **6.1.3**. Dále budou v kapitole **6.1.4** krátce shrnuty výsledky z minulosti, které budou navazovat na současnou diplomovou práci [26].

6.1.1 Odlití experimentálního materiálu

Testované oceli byly experimentálně odlity v podobě dvou 50 kg ingotů s ocelí 42SiCr a 42SiCr + 1,5 %. Chemické složení ocelových ingotů je uvedeno v **Tab. 2** a **Tab. 3** [26].

Tab. 2 Materiál 42SiCr [26]

C	Si	Cr	Mn	Mo	Ni	Cu	B	Co	Nb	V
0,39	2,40	1,21	0,65	0,034	0,069	0,088	0,002	0,008	0,025	0,012

Tab. 3 Materiál 42SiCr + 1,5 Cu

C	Si	Cr	Mn	Mo	Ni	Cu	B	Co	Nb	V
0,41	2,02	1,34	0,65	0,025	0,071	1,50	0,002	0,007	0,024	0,012

6.1.2 Kování ingotů a válcování za tepla

Pro odstranění lící struktury bylo provedeno při 1100°C volné kování na hranoly 60 x 60 x 500 mm. Válcování bylo provedeno při 1100°C celkem pěti úběry s poměrnou deformací ϵ cca 0,28 a rychlostí válcování cca 0,9 m/s na finální rozměry plechu 16,6 x 94,0 x 1850 mm. Chladnutí plechů proběhlo v tepelné izolaci pro docílení feriticko - perlitické struktury a potlačení nerovnoměrného ochlazení a tím i vzniku deformací nebo vnitřního napětí [26].

6.1.3 Tepelné zpracování

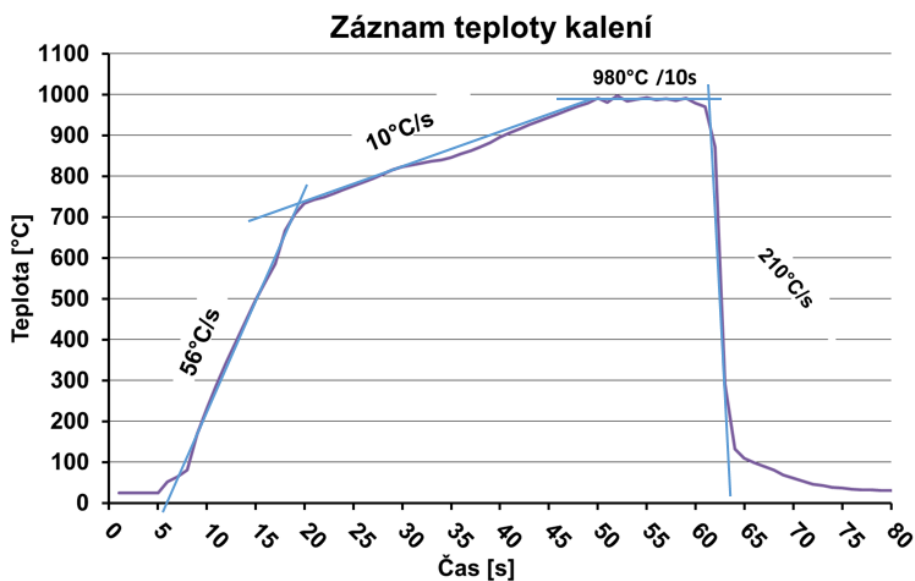
Z vyválcovaných plechů byly vyrobeny tyčky o průměru 13 mm a délky 130 mm pro tepelné zpracování (**Obr. 13**). Proces tepelného zpracování zahrnoval austenitizaci v indukční cívice, kalení do vody a různé popouštěcí režimy v komorové peci [26].



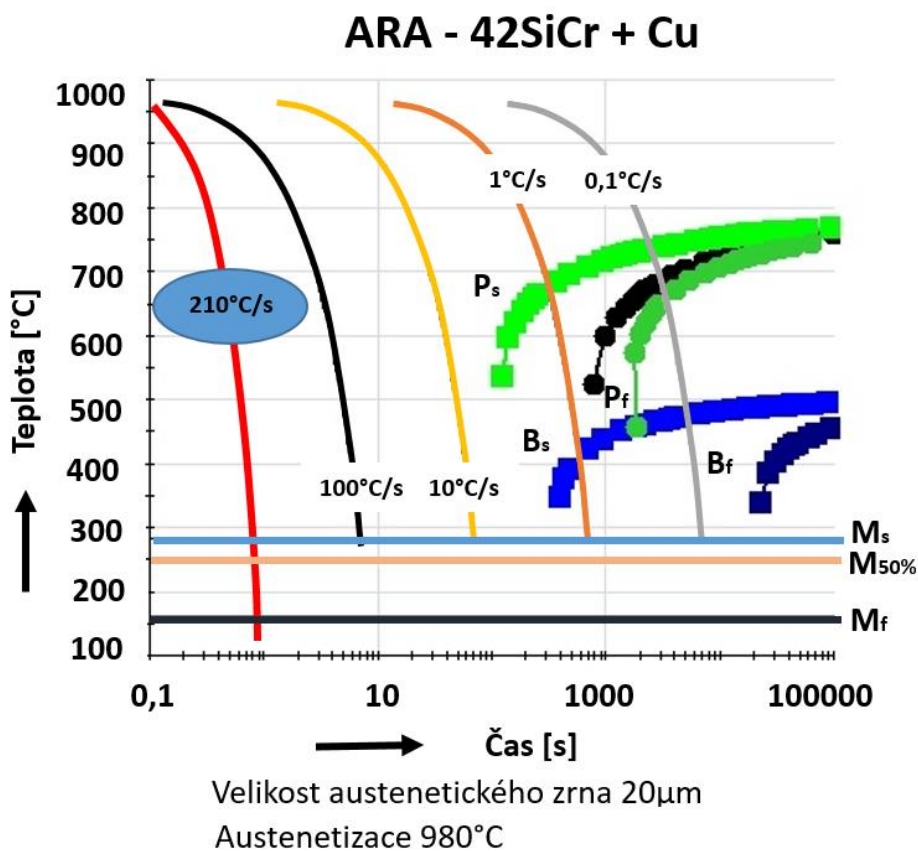
Obr. 13 a): vzorek před zušlechťením, b): vzorek po zušlechťení, c): austenitizace v indukční cívice

Teplota austenitizace byla určena na základě simulačního programu JmatPro z ARA diagramu (**Obr. 14**), pro indukční ohřev byla teplota navržena na 980°C.

Záznam průběhu teploty během indukčního ohřevu a ochlazením do vody je znázorněn na **Obr. 15**.

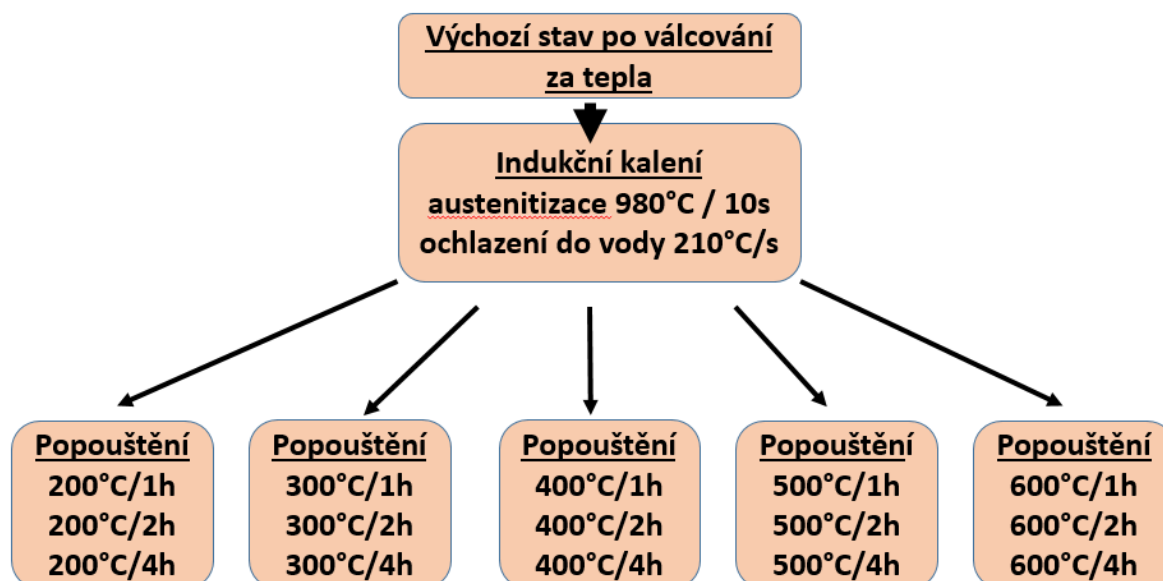


Obr. 15 Záznam průběhu teploty z procesu kalení [26]



Obr. 14 ARA diagram pro ocel 42SiCr + 1,5 hm. % Cu [26]

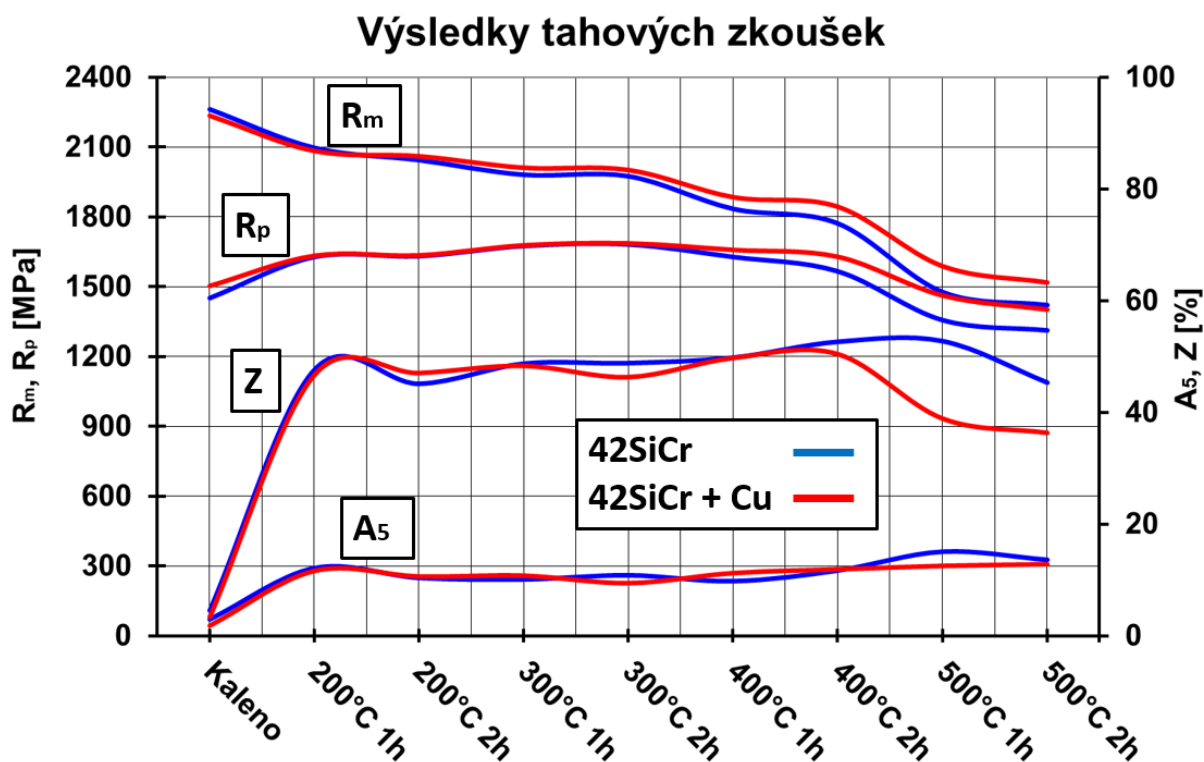
Byly zvoleny popouštěcí teploty 200, 300, 400, 500 a 600 °C s isotermickými výdržemi 1, 2 a 4h. Vzorky po vyjmutí z pece byly samovolně ochlazený na vzduchu [26].



Obr. 16 Přehled režimů tepelného zpracování [26]

6.1.4 Krátký souhrn výsledků z tahových zkoušek z BP

Po procesu tepelného zpracování byly vzorky podrobeny měření tvrdosti dle HV30 a na základě tohoto měření byly vybrány pro zkoušky tahem zušlechťovací režimy 200 – 500°C s výdrží 1 a 2h. Výsledky zkoušek tahem jsou uvedeny znázorněny na **Obr. 17**. Z výsledků



Obr. 17 Výsledky z tahových zkoušek ocelí 42SiCr a 42SiCr + Cu [26]

tahových zkoušek bylo zjištěno, že přídavek mědi v oceli nijak výrazně neovlivňuje mechanické vlastnosti cca do teplot popouštění 300°C. U oceli s mědí byla zjištěna pro popouštěcí teploty 400 a 500°C vyšší hodnota meze pevnosti a kluzu oproti oceli bez mědi, ale naproti tomu došlo ke zhoršení kontrakce. Tento jev byl přisuzován precipitačnímu zpevnění vlivem přídavku mědi. Byla snaha se pokusit tento jev analyzovat pomocí elektronové mikroskopie, ale z důvodu omezených možností se analýza nezdařila [26].

6.1.5 Experimentální materiál pro DP

Experimentální materiál pro DP byl odebírán z výchozího stavu po válcování za tepla a zkušebních těles po zkouškách tahem. Válcovaný stav byl výchozím stavem před tepelným zpracováním. Zkušební tělesa byly tepelně zpracované následujícími režimy **Obr. 16**, vyjma režimů se 4h výdrží, která byla provedena pouze na malých vzorcích pro metalografické analýzy. Materiál z výchozího stavu po válcování za tepla byl používán pro dilatometrická měření. Vzorky odebrané ze zkušebních těles byly použity pro měření tvrdosti a metalografické analýzy.

7 Zkoušení mechanických vlastností

Měření tvrdosti bylo prvotním měřením, protože je velice rychlé a jednoduché. Měření bylo provedeno za účelem sestrojení popouštěcích křivek

7.1 Měření tvrdosti

Měření bylo provedeno pro ocel s mědí a bez mědi, která byla podrobena popouštěcím režimům 200, 300, 400 a 500°C s teplotními výdržemi 1 a 2h. Materiál byl odebrán ze závitových hlav zkušebních těles po zkoušce tahem. V této části zkušebního vzorku nedochází k deformování zkušebního tělesa a lze tuto část bezpečně použít pro další měření a analýzy. Odběr materiálu byl proveden na metalografické pile. Odebraný materiál byl rozříznut na podélný řez. Odebrané vzorky byly zality do metalografické pryskyřice a následně vybroušeny na metalografické brusce. Měření tvrdosti dle vickerse HV10 bylo provedeno na automatickém tvrdoměru Struers DuraScan 50 v podélném řezu. Pro každý vzorek bylo provedeno 15 vtisků. Naměřené hodnoty HV10 byly v excelu aritmeticky zprůměrovány a byla stanovana směrodatná odchylka **Tab. 4**.

Tab. 4 Naměřené hodnoty tvrdosti dle HV10 ocelí 42SiCr a 42SiCr + Cu

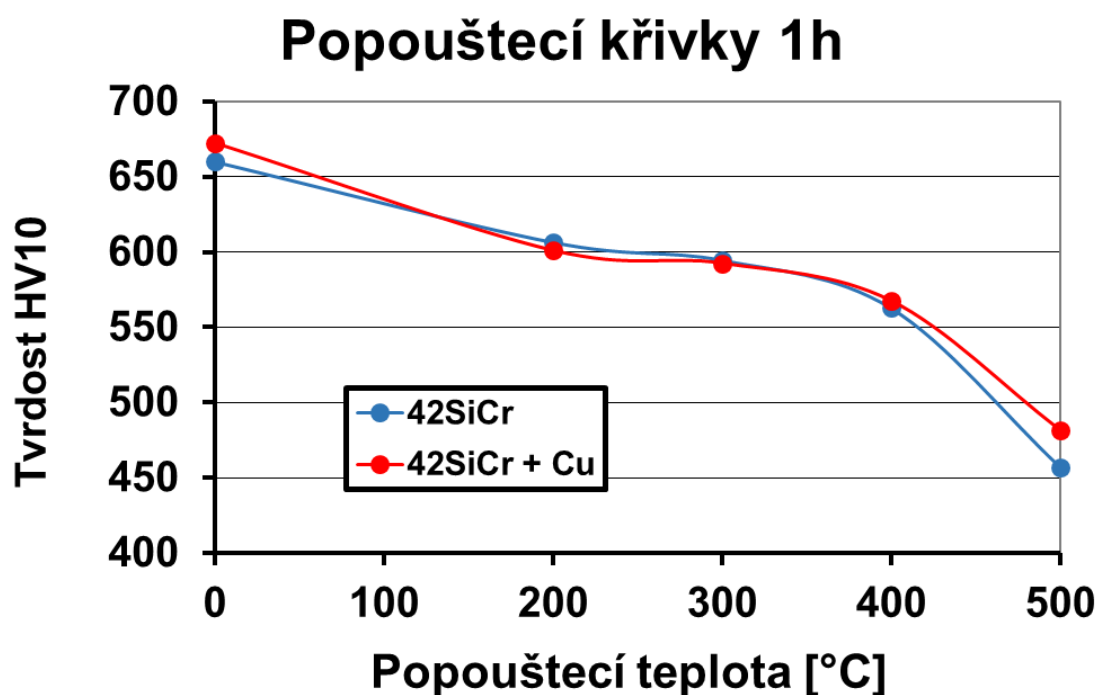
Měření tvrdosti dle HV10				
Teplota popouštění	42SiCr		42SiCr+Cu	
	Výdrž		Výdrž	
	1h	2h	1h	2h
Kalený	660±9,2		672±6,9	
200 °C	606±5,7	607±4,3	601±3,2	603±3,4
300 °C	595±3,8	592±7,2	593±3,4	592±3,3
400 °C	563±4,9	554±4,5	568±6,8	566±4,4
500 °C	457±4	449±3,8	482±5,2	473±2,3

Popouštěcí křivky ukazují pokles tvrdosti v závislosti na popouštěcí teplotě. Průběh popouštěcích křivek může poskytnout informace o míře odpevňování popouštěné oceli při jednotlivých teplotách a časech, ale také případně o zpevňujících procesech vlivem

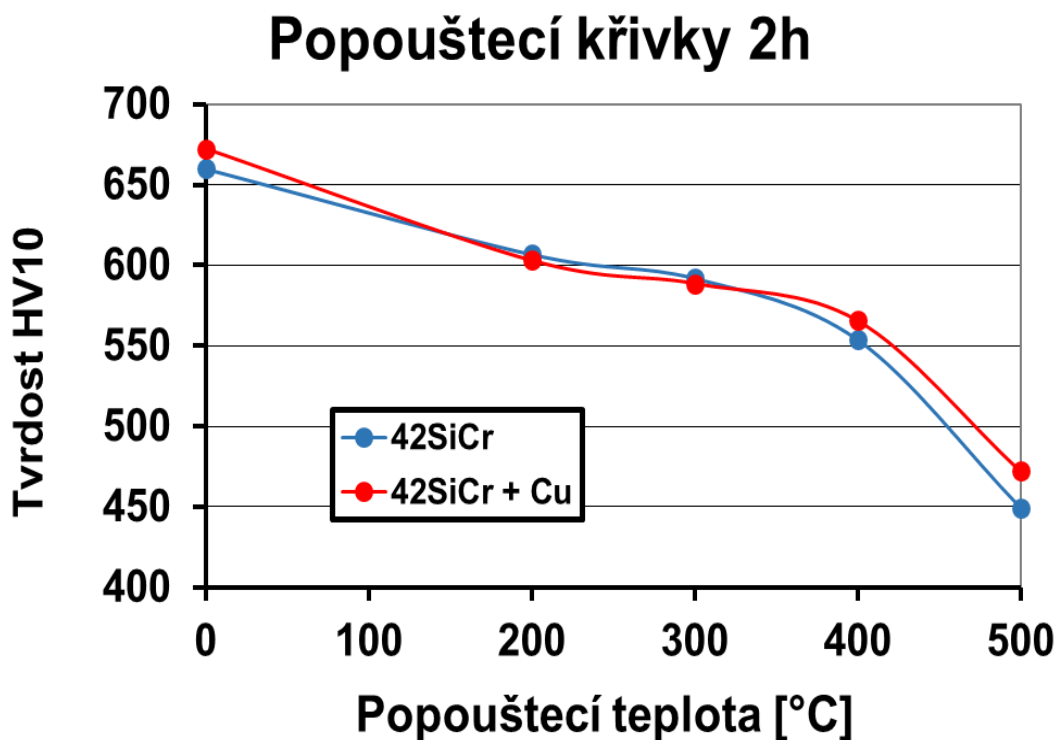
precipitace karbidů a případně dalších fází. Měření tvrdosti má zodpovědět otázku, zda precipitace karbidů a případně částic Cu se může projevit sekundární tvrdostí během popouštěcích režimů. Z průběhu lze vyvodit určitý předpoklad chování mechanických vlastností v závislosti na popouštěcí teplotě.

Z naměřených hodnot byly sestaveny popouštěcí křivky pro ocel 42SiCr a 42SiCr + 1,5 hm. % Cu. Z průběhů křivek bylo zjištěno, že zásadní vliv na hodnotu tvrdosti má teplota, délka časové výdrže se na změně tvrdosti projevuje méně. U obou ocelí byl pozorován klesající trend tvrdosti ze zakaleného stavu až do teploty 200°C, v rozmezí teplot 200 – 400°C se trend poklesu tvrdosti obou ocelí zmírnil a od teploty 400°C se projevila strmý pokles (zlom) tvrdosti. Porovnáním průběhů obou ocelí se ukázalo, že ocel s Cu dosahuje mírně vyšších hodnot tvrdostí v zakaleném stavu až do hodnoty cca 100°C, v rozmezí hodnot 100 – 400°C je tomu naopak a od teploty 400°C ocel s Cu opět vykazuje vyšší tvrdost. Nicméně lze konstatovat, že naměřené hodnoty tvrdosti se u obou ocelí vzájemně liší jen velmi málo. Z naměřených průběhů lze konstatovat, že při teplotách popouštění v rozsahu 100 až 400 °C dochází mezi ocelmi k určitým změnám v mechanických vlastnostech, ovšem při popouštění nad 400°C již tvrdost a zřejmě i další mechanické vlastnosti dramaticky klesají.

Na popouštěcích křivkách se neprojevila ani u jedné oceli projev sekundární tvrdosti, způsobený precipitací karbidů, ale zpomalení poklesu tvrdosti v intervalu mezi 200 – 400°C může souviset s tímto jevem.



Obr. 18 Popouštěcí křivka s výdrží 1h pro oceli 42SiCr a 42SiCr + Cu



Obr. 19 Popouštěcí křivka s výdrží 2h pro oceli 42SiCr a 42SiCr + Cu

8 Metalografická analýzy mikrostruktury

Za účelem zjištění mikrostrukturních rozdílů, které by vysvětlily rozdílné průběhy mechanických vlastností mezi ocelí s Cu a bez Cu během popouštění, byly provedeny rozsáhlé mikrostrukturní analýzy. Dalším cílem bylo zjistit, v jaké formě se Cu vyskytuje v mikrostruktuře oceli během tepelného zpracování.

Nejprve byla provedena analýza mikrostruktury litého stavu, výchozího válcovaného stavu, a zakaleného stavu pomocí světelné mikroskopie. Vzorky pro světelnou metalografii byly připraveny standartním postupem metalografického výbrusu a naleptány v 3% nitalu. Pro analýzu byl použit optický mikroskop Zeiss axiom observer. Z1m.

Na vzorcích po kalení a popouštění na teploty 200, 300, 400 a 500°C s byly provedeny analýzy pomocí skenovací a transmisní elektronové mikroskopie. Materiál pro tyto analýzy byl odebrán ze závitových hlav zkušebních těles po zkoušce tahem. V této části zkušebního vzorku nedochází k deformování zkušebního tělesa a lze tuto část bezpečně použít pro metalografické analýzy. Pro odebrání materiálu byla použita metalografická pila od firmy Struers.

Skenovací elektronové analýzy mikrostruktury byly provedeny na mikroskopu JEOL JSM 63840. Vzorky pro analýzu byly zhotoveny v podélném řezu a zalaty do vodivé lisovací hmoty. Dále byly vzorky mechanicky broušeny, mechanicky leštěny ve dvou krocích a nakonec chemicky leštěny. Pro zvýraznění struktury byl povrch výbrusů naleptán 3% nitalem po dobu několika vteřin.

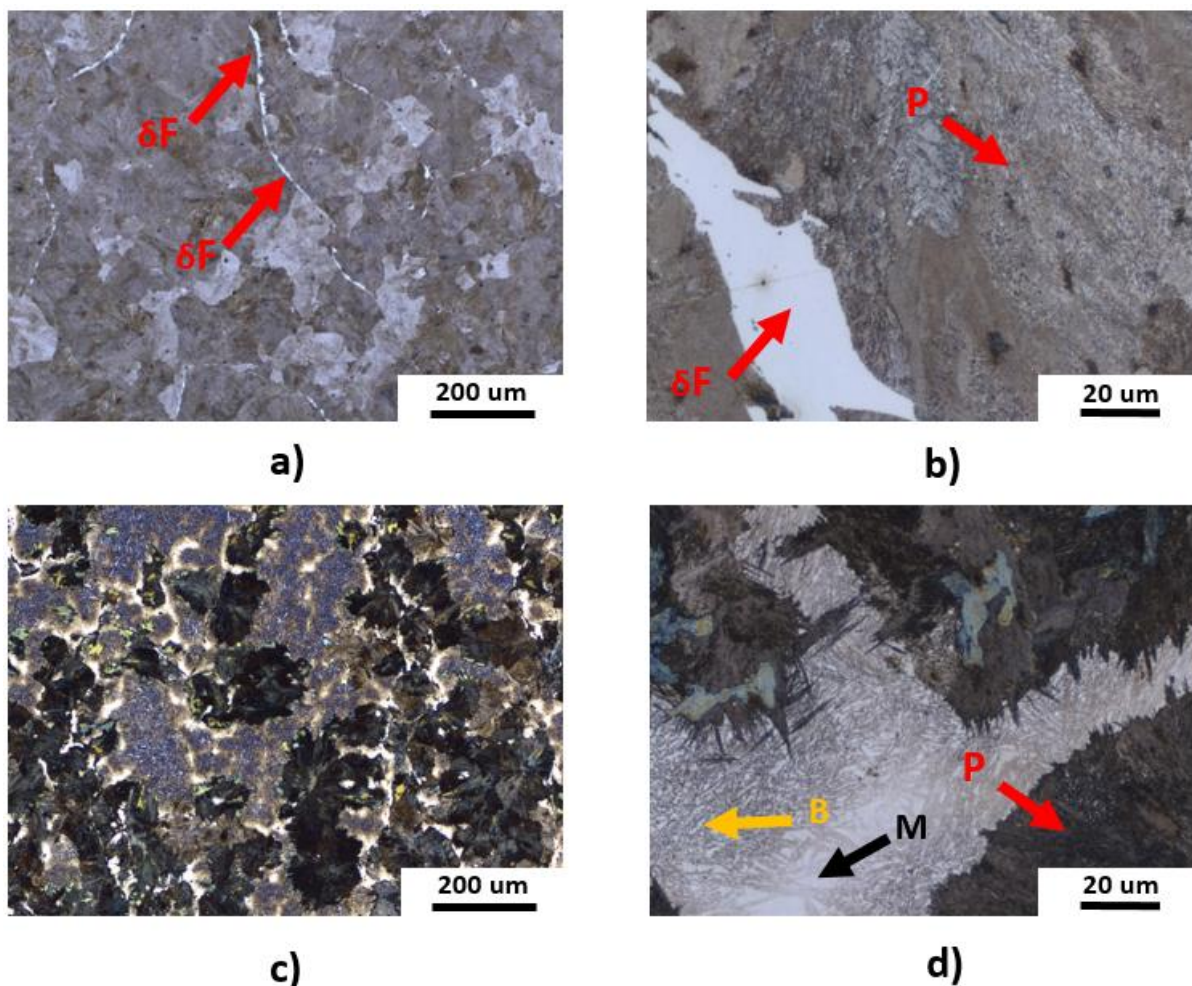
Transmisní elektronové analýzy byly provedeny na zařízení JEOL 2100F. Snímky byly pořizovány při urychlovacím napětí 200kV v režimu STEM. Vzorky pro analýzy byly

zhotoveny z podélných řezů v podobě tenkých plátek cca 1mm. Následně byly tenké plátky připevněny na kovovou platformu a mechanicky broušeny na metalografické brusce na finální tloušťku cca 0,1 mm. Z tenké fólie byly vyseknuty terčíky o průměru 3 mm. Finálním krokem bylo elektrochemické leštění v přístroji Tenupol 5. Chemické leštění bylo provedeno v roztoku 5% kyseliny chloristé v metanolu, při teplotě -20°C a napětí 30V.

Popouštěcí režim $400^{\circ}\text{C}/2\text{h}$ byl vybrán pro transmisní elektronovou analýzu uhlíkových replik. Tento režim byl vybrán, protože se u této teploty ukázal výrazný rozdíl v mechanických vlastnostech (**Obr. 17**) a i mikrostrukturních snímcích ze SEM (**Obr. 24**) mezi ocelí s mědí a bez mědi. Pozorování extrakčních uhlíkových replik bylo provedeno na transmisním elektronovém mikroskopu JEM 2200 FS při urychlovacím napětí 200kV. Pro orientační stanovení lokálního chemického složení pozorovaných částic byla použita energiově disperzní analýza (EDX). Uhlíkové extrakční repliky byly připraveny na metalografických výbrusech, jejichž povrch byl mechanicky broušen a mechanicky leštěn. Následně byly výbrusy elektrolyticky leštěny v zařízení Lectropol v roztoku 500 ml ethanolu, 25 ml 60% kyseliny chloristé a 7,5 ml kyseliny dusičné při napětí okolo 35V po dobu 5s. Dále následovalo chemické leptání pro zvýraznění reliéfu mikrostruktury v 3% nitalu a následně napáření uhlíkové vrstvy. Sejmutí replek bylo provedeno elektroliticky v roztoku 450 ml kyseliny octové ledové, 40 ml kyseliny chloristé a 10 ml destilované vody při napětí 30V. Repliky oceli bez mědi byly umístěny na měděné síťky a repliky oceli s mědí na niklové síťky.

8.1 Mikrostrukturní analýza materiálů v litém stavu

Z odříznuté paty ingotu ocelí s mědí a bez mědi byly odebrány vzorky pro analýzu

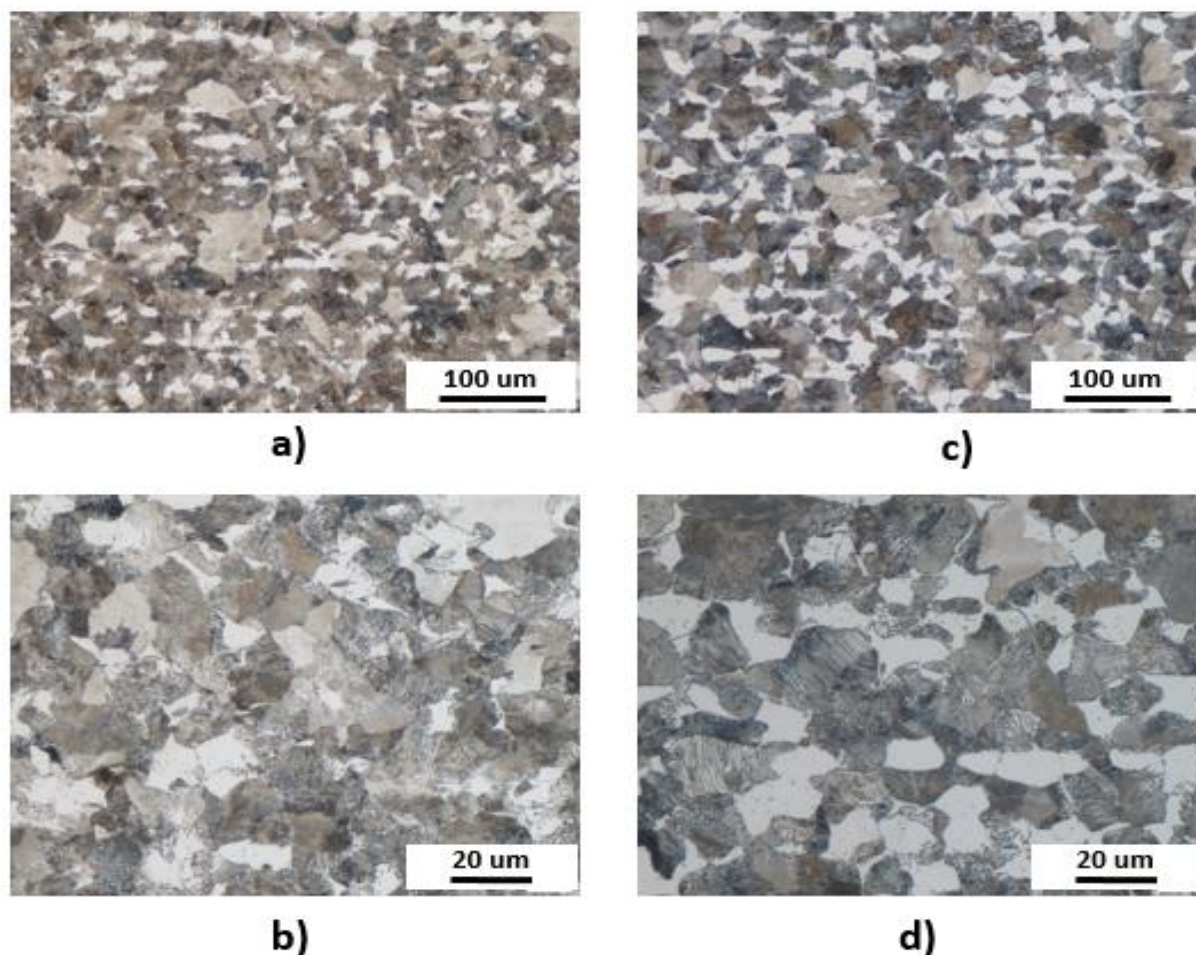


Obr. 20 Světelná mikroskopie litého stavu, pata ingotu příčné řezy, naleptáno 3% nitalem: a) 42SiCr – perlit a po hranicích primární ferit, b) 42SiCr detail feritu a perlitu, c) 42SiCr + Cu perlit, po hranicích bainit, d) 42SiCr detail hranic perlitických zrn s bainitem a místy martenzitem

mikrostruktury pomocí světelné mikroskopie. Byly zhotoveny podélné výbrusy, které byly naleptány nitalem (**Obr. 20**). Na snímcích oceli bez mědi byly pozorovány hrubé zrna velice jemného lamelárního perlitu a místy se vyskytující primární δ feritem po hranicích zrn jako pozůstatek původních primárních feritických zrnch, (**Obr. 20a**). Na **Obr. 20b** je dobře zřetelný primární ferit na hranici zrna perlitu. Na snímcích oceli s mědí byl také pozorován v mikrostruktuře perlit, ale na rozdíl od oceli bez mědi se zde po hranicích zrn vyskytoval bainit, místy i martenzit (**Obr. 20c**). Na obrázku **Obr. 20d** detail oblasti s bainitem po hranici perlitického zrna. Vznik bainitu ve struktuře byl nejspíše způsoben přítomností mědi v oceli, která zlepšuje kalitelnost.

8.2 Mikrostrukturní analýza materiálů po válcování za tepla

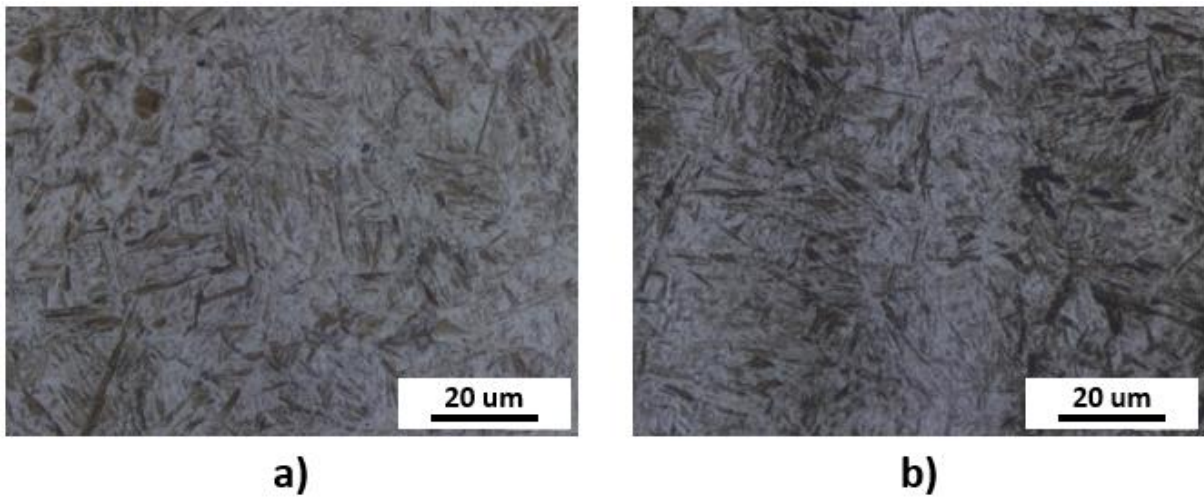
Z válcovaného plechu obou ocelí byly odebrány vzorky pro mikrostrukturní analýzu na světelné mikroskopii. Vzorky byly zkoumány v podélném i příčném směru. Na snímcích mikrostruktury obou ocelí po procesu válcování nebyly zjištěny žádné výrazné odlišnosti. Struktura je složena z feritu a lamelárního perlitu (**Obr. 21b, d**).



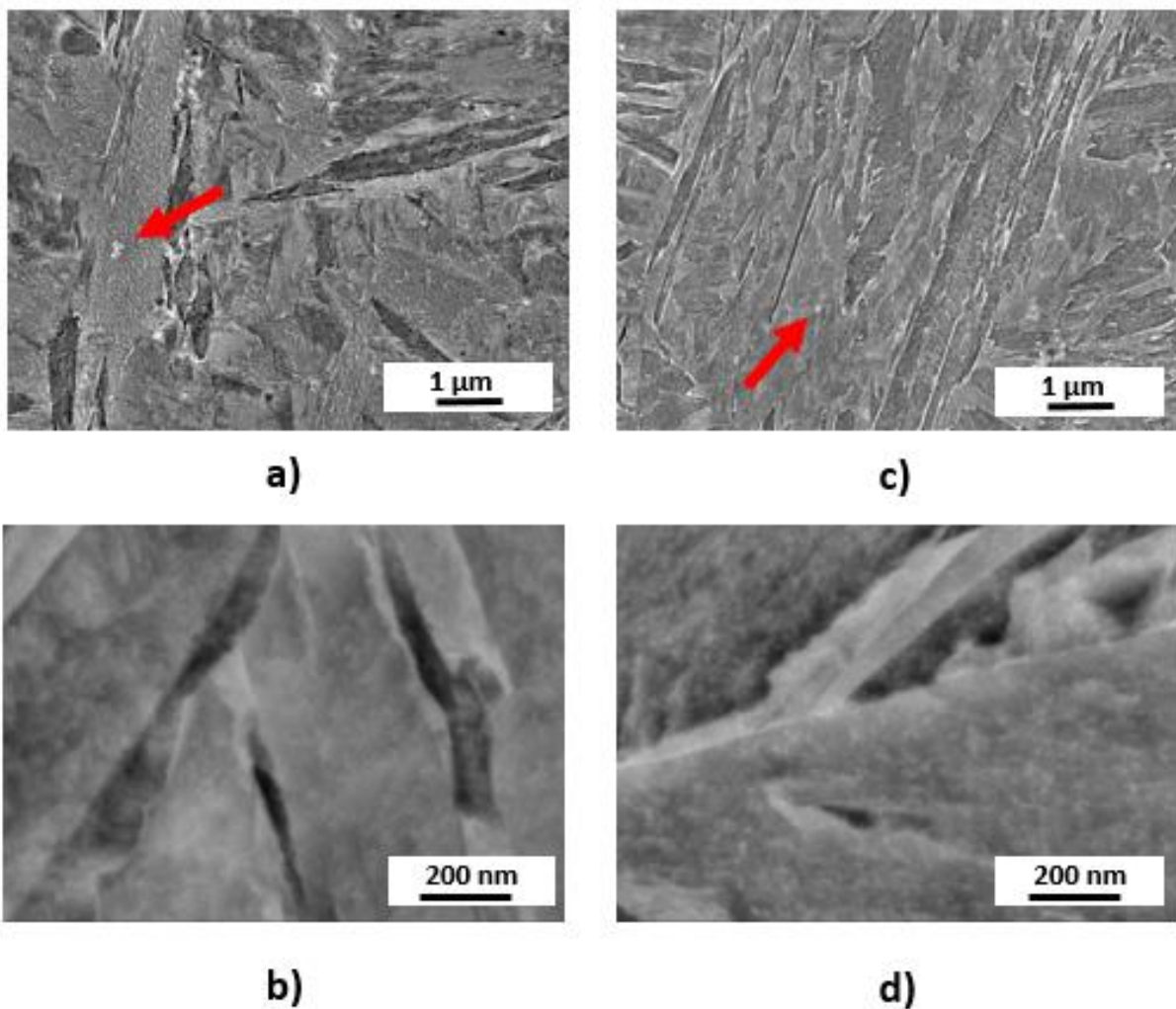
Obr. 21 Světelná mikroskopie válcovaného plechu v podélném řezu: a) a b) 42SiCr, c) a d) 42SiCr + Cu

8.3 Mikrostrukturní analýza ocelí po kalení

Ve stavu po zakalení jsou v mikrostruktuře na světelné mikroskopii patrné jemné krystaly martenzitu, největší pozorované útvary mají rozměry kolem deseti až dvaceti mikrometrů. U materiálu s mědí je patrné mírné odmíšení chemického složení materiálu, které bylo zvláště odlišnou leptatelností martenzitu s různými koncentracemi uhlíku (**Obr. 23b**). Na snímcích ze SEM jsou podobně jako na světelné mikroskopii jasně viditelné krystaly martenzitu ve tvaru desek (**Obr. 22a, c**). U obou ocelí jsou vidět řídce se vyskytující zrnité částice, zřejmě karbidy mikrolegujících prvků (**Obr. 22a, c** červené šipky). Detail martenzitických krystalů je zachycen na **Obr. 22b, d**, snímání obrazu v režimu BED potvrzuje čistou martenzitickou strukturu bez přítomnosti precipitátů.



Obr. 23 Zakalená nepopuštěná struktura v podélném směru, naleptáno 3% nitalem, struktura martenzických krystalů: a) 42SiCr, b) 42SiCr + Cu



Obr. 22 SEM kalený stav naleptáno 3%: a) 42SiCr a c) ocel 42SiCr + Cu zvětšeno 15 000x v režimu SED, červené čipky ukazují karbidy mikrolegujících prvků b) 42SiCr + Cu, a d) 42SiCr + Cu, zvětšeno 100 000x v režimu BED, detail martenzických krystalů bez přítomnosti precipitátů

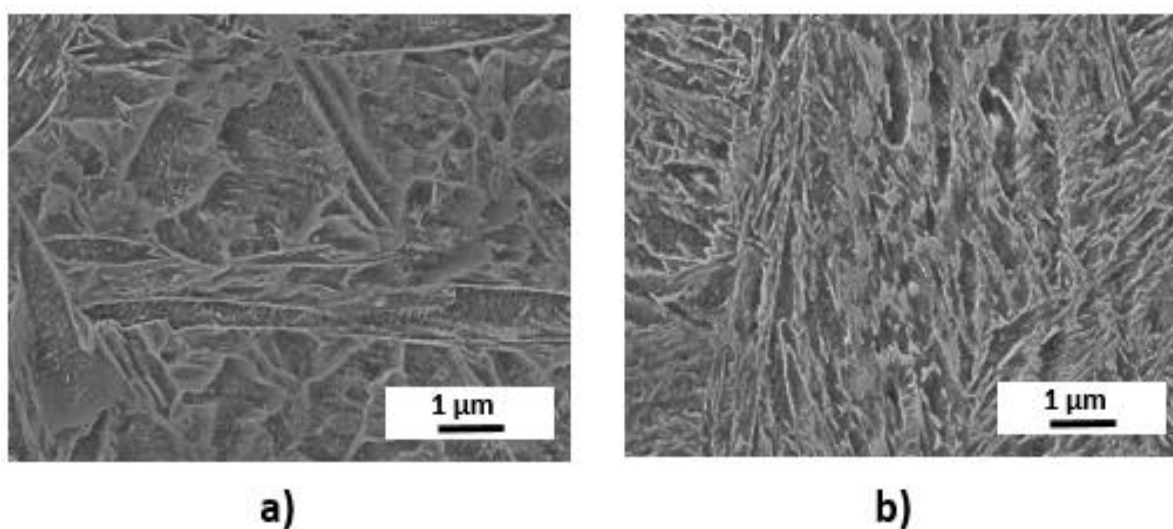
8.4 Mikrostrukturní analýza ocelí po popouštění

Cílem mikrostrukturních analýz popouštěných stavů obou ocelí metodami SEM a TEM bylo zmapování mikrostrukturních přeměn v průběhu různých popouštěcích teplot a také zjištění rozdílů v mikrostruktuře mezi ocelí s mědí a bez mědi. Mikrostrukturní analýzy popouštěných stavů by měly být klíčem k vysvětlení rozdílných mechanických vlastností mezi ocelí s mědí a bez mědi v oblasti popouštěcích teplot 400 a 500°C.

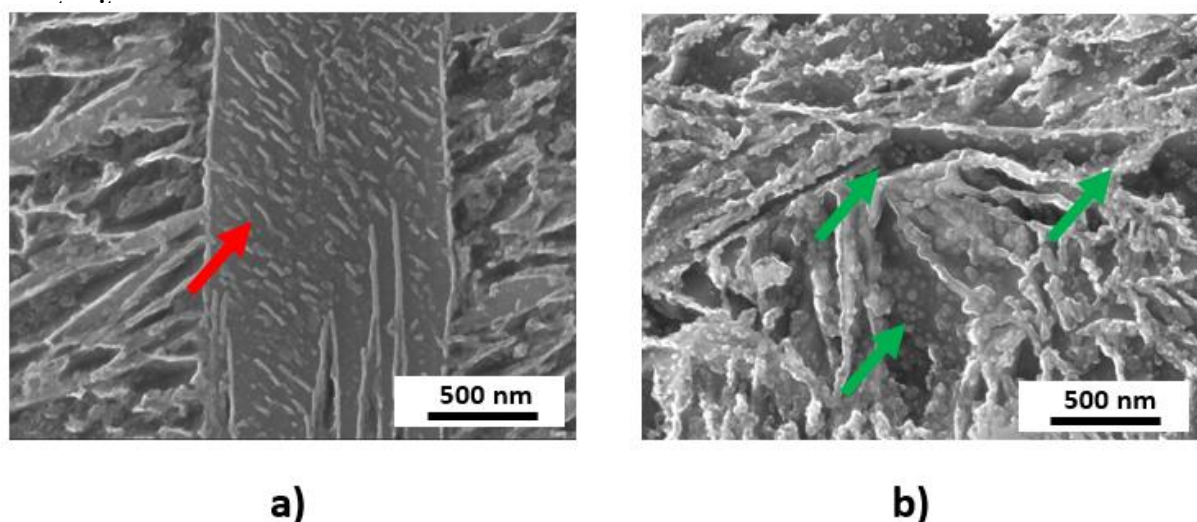
8.4.1 Stav popouštěný z teploty 200 °C s výdrží 2 h

U režimu s popouštěcí teplotou 200 °C a výdrží 2 h byla na snímcích obou ocelí martenzitická struktura, která nesla známky nízkoteplotního popouštění (**Obr. 24**).

Mikrostruktura martenzitických krystalů při zvětšení 15 000x měla mnohem výraznější



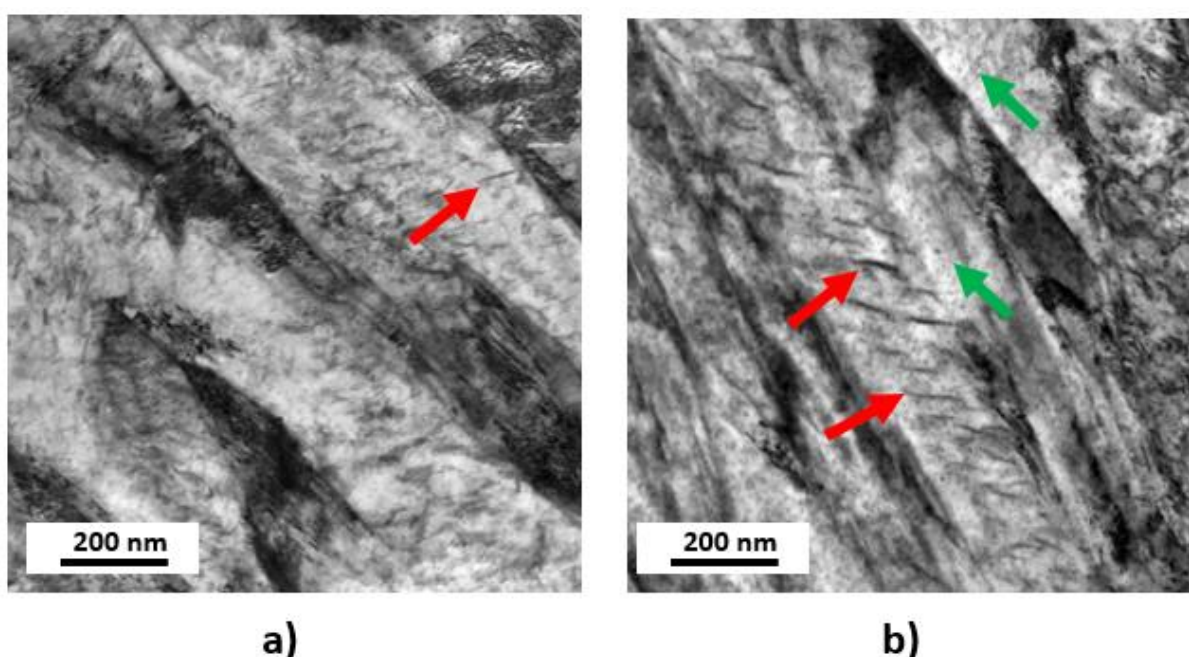
Obr. 25 SEM 200 °C 2 h naleptáno nítalem 3%, zvětšeno 15 000x v režimu SED: a) 42SiCr – popouštěná mikrostruktura martenzitu s patrnými tyčinkovitými karbidy, b) 42SiCr + Cu - mikrostruktura popouštěného



Obr. 24 SEM 200°C_2h naleptáno nítalem 3%, zvětšeno 50 000x režim SED: a) 42SiCr – interiér popouštěného martenzitického krystalu, červená šipka ukazuje tyčinkovité karbidy, b) 42SiCr + Cu – mikrostruktura obsahující jemnou disperzi precipitátů, ukazují zelené šipky hranice

zrn oproti kalenému stavu. Je to způsobeno zřejmě tím, že hranice jsou rovněž obsazovány vznikajícími karbidickými fázemi. Na snímcích oceli bez mědi byly při zvětšení 50 000x pozorovány uvnitř martenzitických krystalů vyloučené karbidické částice tyčinkovitého tvaru (**Obr. 25a a Obr. 26a** červená šipka). Orientace jejich růstu má zřetelnou vazbu na orientaci krystalové mřížky martenzitické matrice. U oceli s mědí byla mikrostruktura při stejném zvětšení odlišná. V oceli s mědí došlo také k vyloučení tyčinkovité karbidické fáze, nicméně byl zde přítomen minimálně jeden další typ precipitátu (**Obr. 25b**).

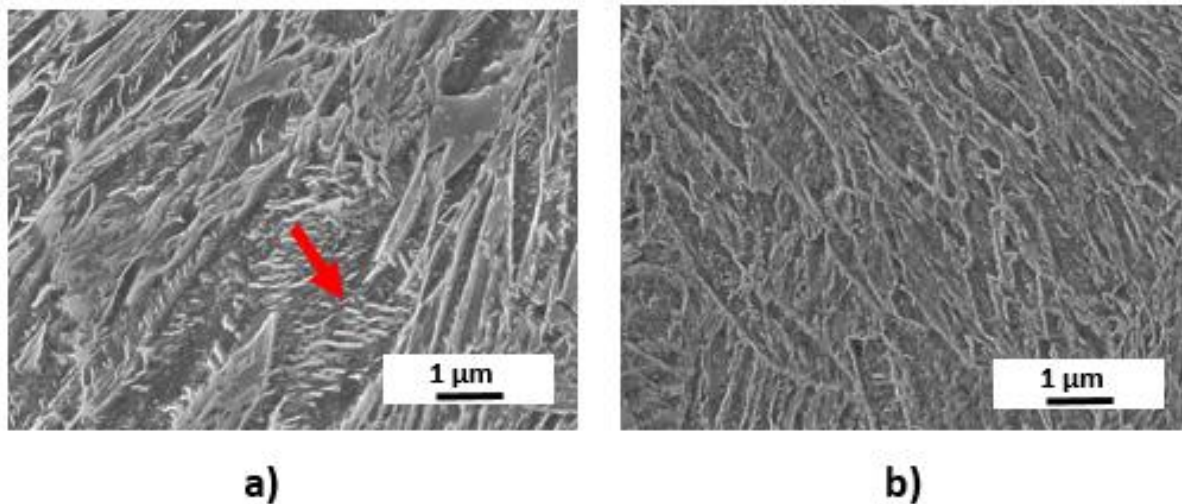
Při zvětšení 200 000 kdy je snímání citlivé na rozdíly v chemickém složení, byly v mikrostruktuře oceli s mědí nalezeny jemné globulitické částice o velikosti několika jednotek nanometrů (**Obr. 26b** červená šipka). Tyto částice nebyly patrné na žádném vzorku bez mědi (**Obr. 26a**). Jejich rozložení se jeví rovnoměrné a poměrně husté, vzdálenosti mezi částicemi obvykle nepřesahovaly 100 nm.



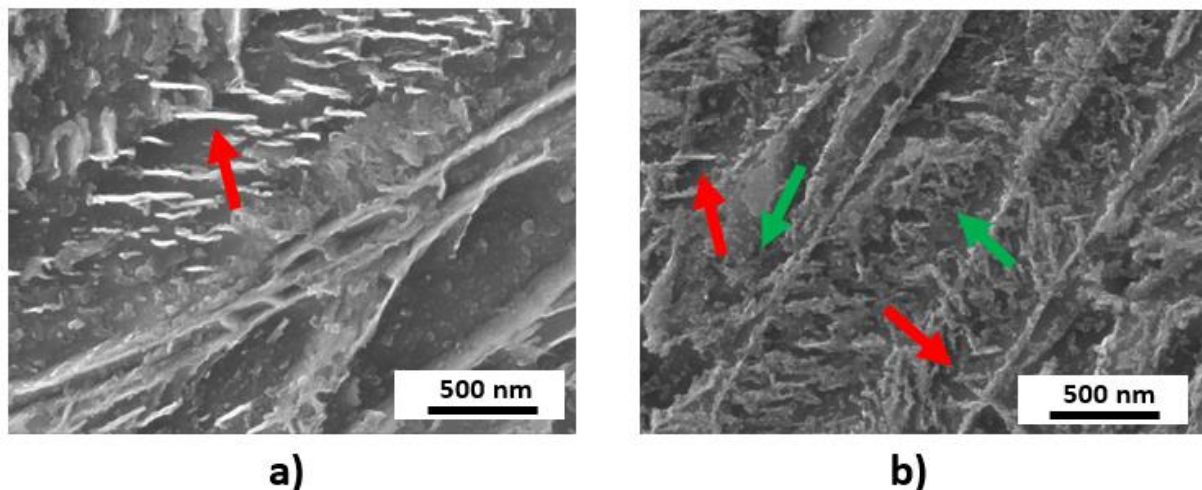
Obr. 26 TEM fólie 200 °C_ 2h zvětšeno 200 000x : a) 42SiCr, b) 42SiCr + Cu - červené šipky ukazují tyčinkovité karbidy, zelené šipky jemné precipitáty

8.4.2 Stav popuštěný z teploty 300° C s výdrží 2 h

Na mikrostruktuře ocelí popuštěné z teploty 300 °C a s výdrží 2 h byly patrné další malé změny vlivem vyšší teploty popouštění (**Obr. 27**). Při zvětšení 15 000x byl u obou ocelí zaregistrován intenzivnější růst karbidické fáze v podobě tyčinek. Tyčinkovité částice se přednostně vyskytují především uvnitř původních martenzitických krystalů, kde opět přednostně rostou v určitých krystalografických směrech (**Obr. 27, Obr. 28**). Některé martenzitické jehlice obsahují i dva různě orientované systémy jehlicovitých částic (**Obr. 30b**). Vzhledem k tomu, že morfologie těchto strukturních součástí je podobná, jako u téhož materiálu žíhaného na 200°C, lze usuzovat, že se jedná o stejnou fázi a že jsou tyčinkové i globulitické částice při těchto teplotách stabilní fází. U oceli s mědí je patrný nárůst jak tyčinkovitých karbidů, tak počtu diskretních malých částic (**Obr. 28b**).

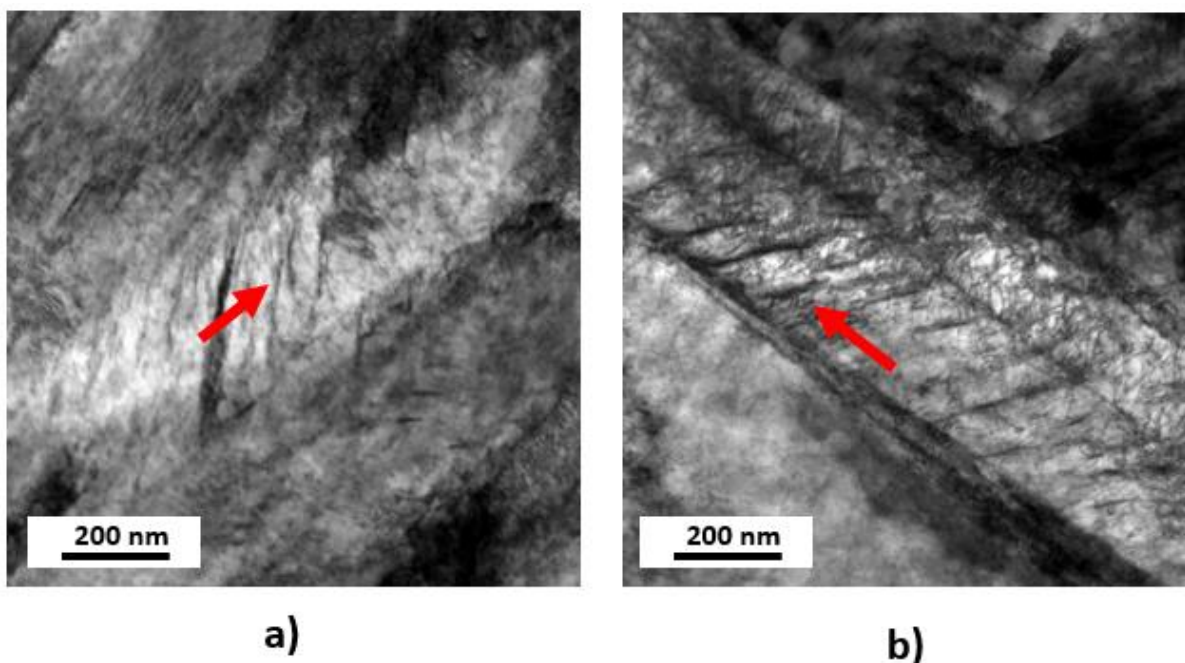


Obr. 28 SEM 300 °C_2 h naleptáno 3% nitalem, zvětšeno 15 000x režim SED: a) 42SiCr mikrostruktura popuštěného martenzitu, červená šipka ukazuje tyčinkovité karbidy, b) 42SiCr + Cu – struktura popuštěného martenzitu

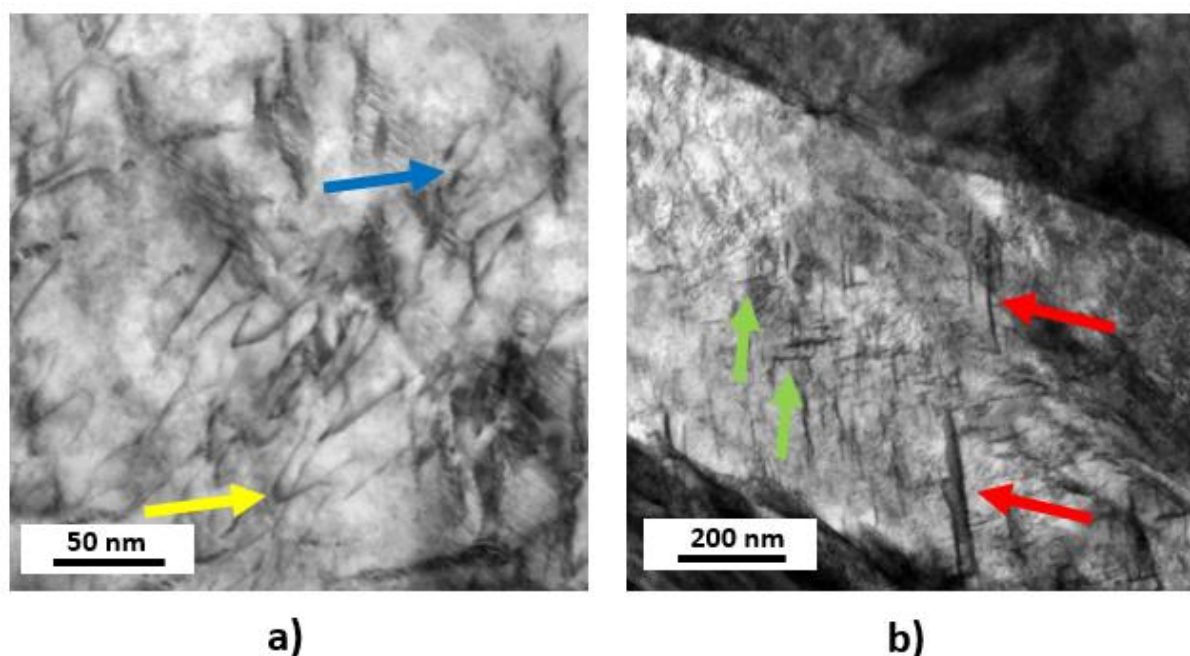


Obr. 27 SEM 300 °C_2 h naleptání nitalem 3%, zvětšeno 50 000x v režimu SED: a) 42SiCr – červená šipka ukazuje tyčinkovité karbidy, b) 42SiCr + Cu - struktura obsahuje jak tyčinkovité částice - červené šipky, tak i jemné precipitáty – zelené šipky

Na snímcích elektronové transmisní mikroskopie tenkých folií se povedlo zachytit při zvětšení 800 000x dislokace uvnitř popuštěných martenzitických zrn, znázorněno žlutou šipkou na obrázku **Obr. 30a**. Na stejném snímku je znázorněna modrou šipkou dislokace, která je zachycená na dvou jemných precipitátech o velikosti několika jednotek nm. Zachycené dislokace potvrzují přítomnost jemných precipitátů ve struktuře oceli s mědí.



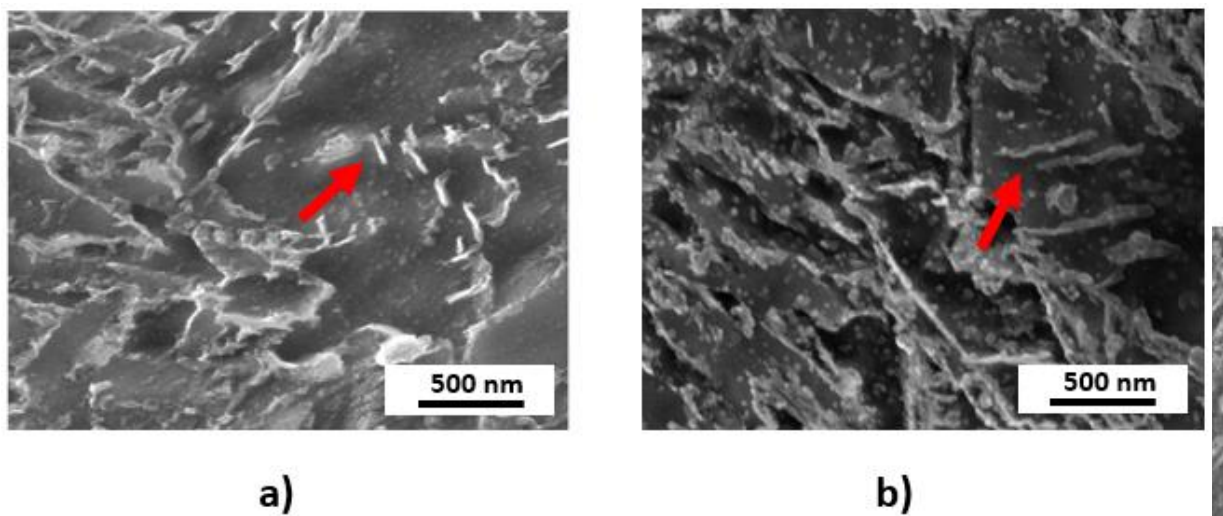
Obr. 30 TEM fólie 300 °C_ 2h zvětšeno 200 000x : a) 42SiCr – červená šípka ukazuje tyčinkovitý karbid v interiéru popuštěné martenzitické desky, b) 42SiCr + Cu - červené šípka tyčinkovité karbidy orientované do jedné kdystalografické roviny v interiéru popuštěného martenzitického zrna



Obr. 29 TEM fólie 300 °C_ 2h 42SiCr + Cu: a) interiéru popuštěného martenzitického zrna zvětšeno 800 000x, žlutá šípka ukazuje dislokace, modrá šípka ukazuje dislokaci zachycenou na dvou jemných precipitátech, b) interiéru popuštěného martenzitického zrna zvětšeno 150 000x - zelené a červené šípky ukazují dvě různé orientace tyčinkovitých částic

8.4.3 Stav popuštěný z teploty 400 °C s výdrží 2 h

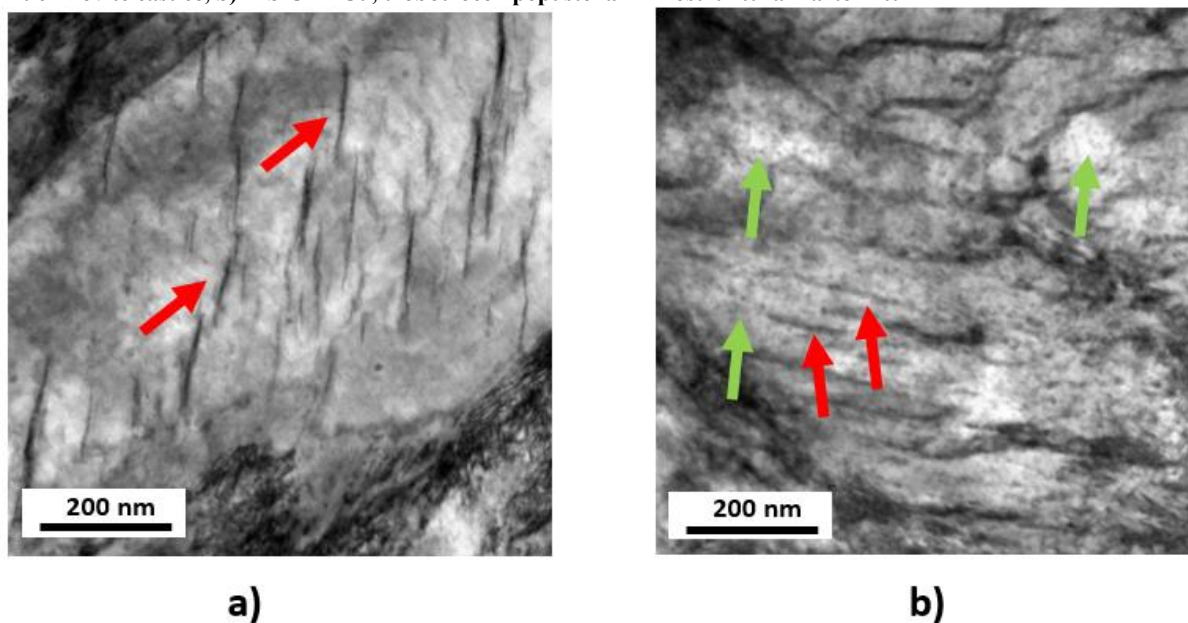
Popuštění na 400 °C vnáší do mikrostruktury další změny, které jsou opět zdokumentovány jednak řádkovací elektronovou mikroskopií, jednak transmisní elektronovou mikroskopií.



Obr. 33 SEM 400°C_2 h naleptáno 3% nitalem, zvětšeno 50 000x v režimu SED: a) 42SiCr b) 42SiCr, červené šípky ukazují tyčinkovité karbidy



Obr. 32 SEM 400°C_2 h naleptáno nitalem 3%, zvětšeno 15 000x, režim SED: a) 42SiCr – červená šípka ukazuje tyčinkovité částice, b) 42SiCr + Cu, u obou ocelí popuštěná mikrostruktura martenzitu



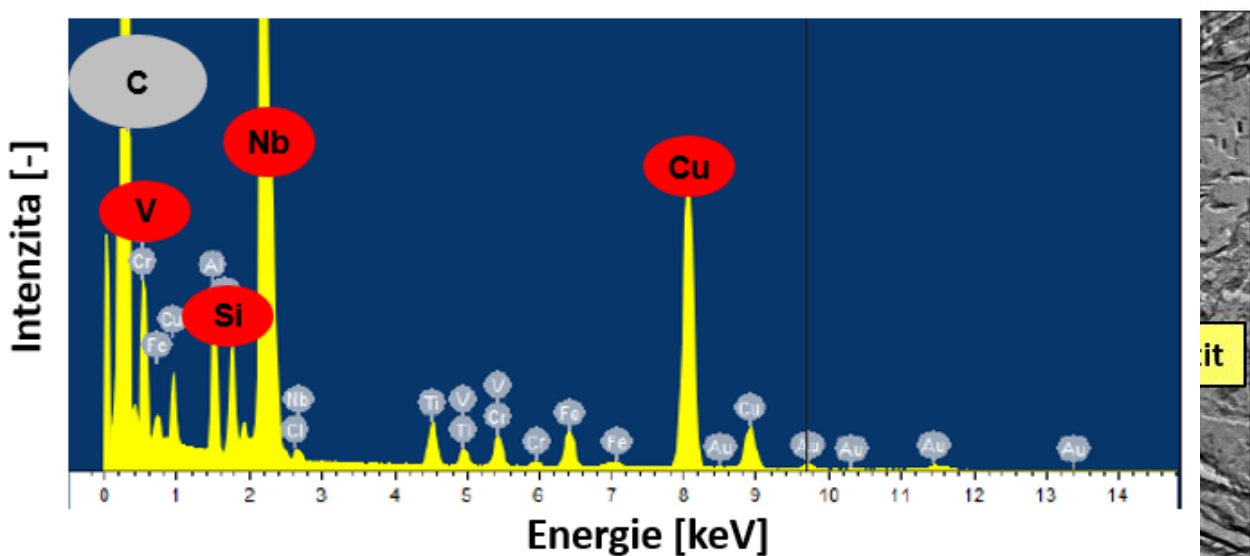
Obr. 31 TEM fólie 400 °C_2h zvětšeno 200 000x : a) 42SiCr – červené šípky ukazují zvětšené tyčinkovité karbidy orientované do jednoho směru, b) 42SiCr + Cu - červené šípky ukazují tyčinkovité karbidy, zelená výskyt jemných globulitických částic,

Martenzitické útvary vykazují již známky vyššího stupně popuštění, karbidické částice v obou ocelích jsou větší a jejich četnost je zřejmě o něco nižší než při popuštění na nižších teplotách (Obr. 32). U oceli s mědí mají částice charakter navzájem propojených shluků polygonálních karbidických útvarů (Obr. 33c, d). V oceli bez mědi mají nadále karbidy tvar tyčinek (Obr. 33a, b). Drobné částice viditelné u oceli s mědí mají téměř stejný charakter, jako při popouštění na 300 °C. Na snímcích z řádkovací i transmisní elektronové mikroskopie jsou u

obou ocelí pěkně viditelné karbidy protáhlé do poměrně dlouhých útvarů a zároveň disperze jemných

zrnitých částic u oceli s mědí. U popuštěných ocelí jsou zřejmě částicemi obsazené i hranice martenzitických jehlic (**Obr. 33a Obr. 31**).

Vzorky popuštěné 400 °C/ 2 hod byly analyzovány rovněž na transmisním elektronovém mikroskopu pomocí extrakčních uhlíkových replik. Na **Obr. 34** jsou snímky z uhlíkových replik oceli bez mědi. Stejně jako na SEM snímcích byly na replikách viditelné tyčinkovité útvary karbidů s ojediněle vyskytujícími kulovitými částicemi. Částice se podařilo v replice vyextrahovat a provést identifikaci pomocí EDX analýzy (energieově disperzní analýza) spektra (**Obr. 35 a Obr. 36**).



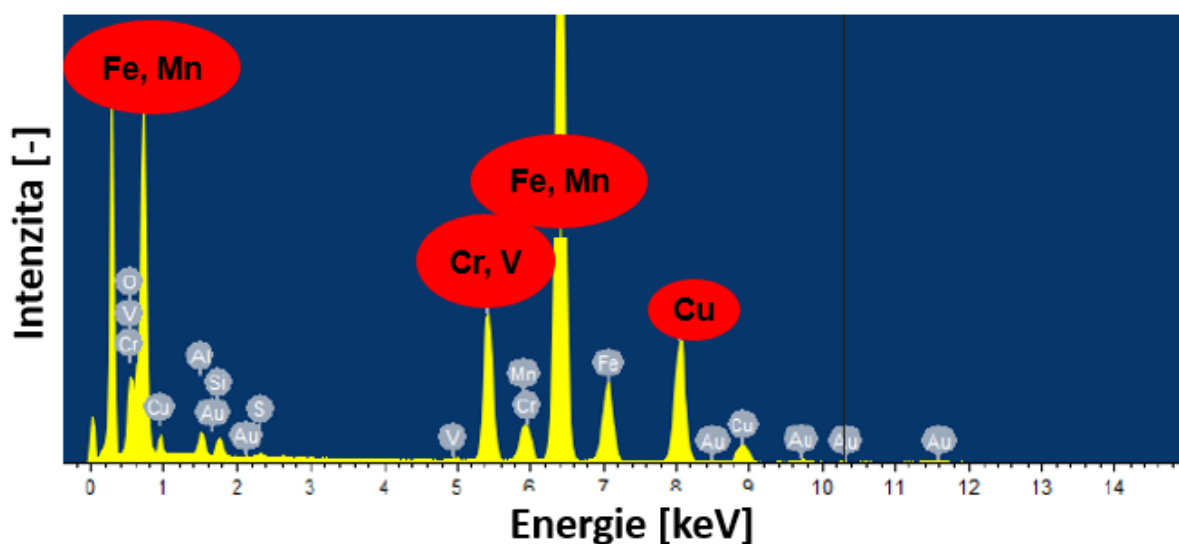
Obr. 35; EDX analýza mikrolegujícího prvku ze snímku 34a se zvýšeným obsahem Nb a V na replice

a)

b)

Obr. 34 TEM uhlíkové repliky oceli 42SiCr 400°C_2 h – mikrostruktura popuštěného martenzitu a výskytem tyčinkovitých karbidů a karbidů mikrolegujících prvků NbC, které se podařilo vyextrahovat

EDX analýza globulitické částice ukázala zvýšený obsah Nb, V, Cu v tomto případě nelze uvažovat, protože replika byla umístěna na měděnou síťku. Z analýzy lze předpokládat, že se jedná o karbid Nb případně V. U analýzy tyčinkovité částice byl zjištěn zvýšený obsah

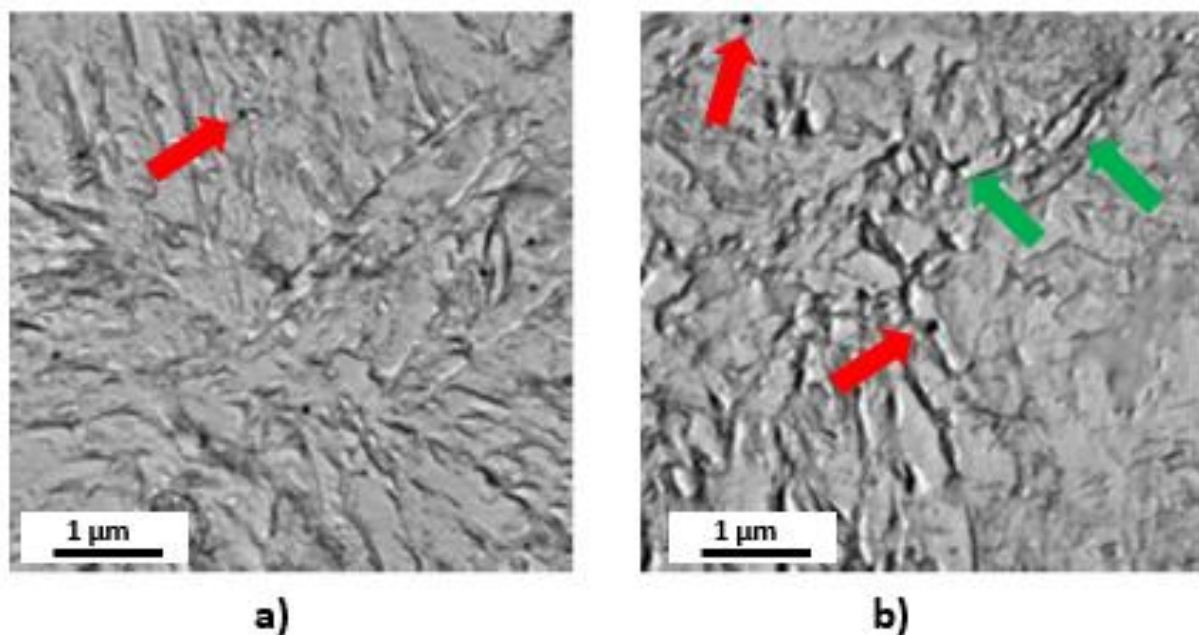


Obr. 36 EDX analýza tyčinkovitého karbidu ze snímku 34a se zvýšeným obsahem Fe, Cr a V na replice

Fe a dále také menší obsah Mn, Cr a V. Obsah Cu je zde způsoben měděnou sítčkou pod replikou. Z výsledku lze usoudit, že se jedná o komplexní karbid železa.

Otisknuté repliky oceli s mědí ukázaly výskyt tyčinkovitých karbidů jako u oceli bez mědi, (**Obr. 37b** zelené šipky). V replikách se stejně jako u oceli bez mědi vyextrahovaly částice karbidu Nb a V (**Obr. 37a, b** červené šipky).

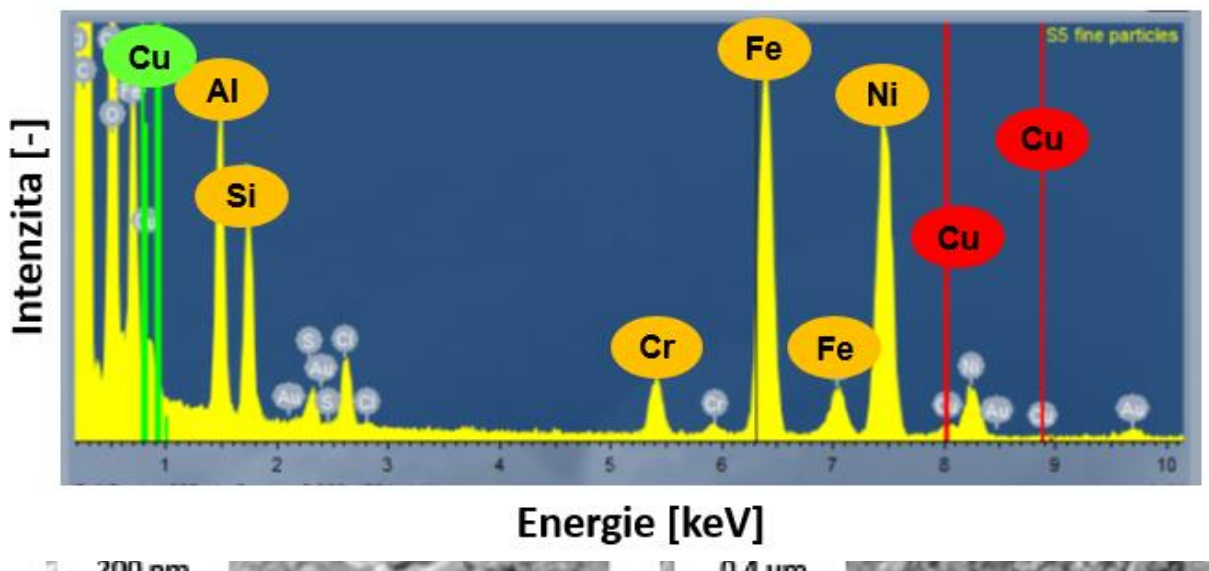
Mikrostruktura zobrazená na uhlíkových replikách při vyšších zvětšeních ukazuje otisky hrubších karbidů i vyextrahované jemné globulitické částice pozorované i na řádkovacím



Obr. 37 Uhlíková replika 42SiCr s Cu 400 °C_2 h TEM – mikrostruktura popuštěného martenzitu, červené šipky ukazují vyextrahované karbidy mikrolegujících prvků a zelené tyčinkovité karbidy

mikroskopu (**Obr. 38 a, b**) červené šipky ukazují velké částice karbidu Nb a V, zelené šipky ukazují jemné globulitické částice pozorované na SEM a TEM tenkých fóliích). Transmisní mikroskopie tedy potvrzuje předpoklad, že se v oceli s mědí mimo jiné nacházejí hustě vyloučené velmi jemné částice, které v oceli bez mědi pozorovány nebyly nebo případně velmi ojediněle.

V oblasti vyextrahovaných jemných částic na replice byla provedena EDX analýza. Vzhledem k tomu, že na replice není přítomen materiál matrice, mělo by chemické složení popisovat přímo zkoumané částice. Ve shluku jemných částic byly nejvíce zastoupeny prvky železo,



Obr. 39 EDX analýza shluku vyextrahovaných jemných částic ze snímku 38a se zvýšeným obsahem C, Fe, Cr a Cu na replice

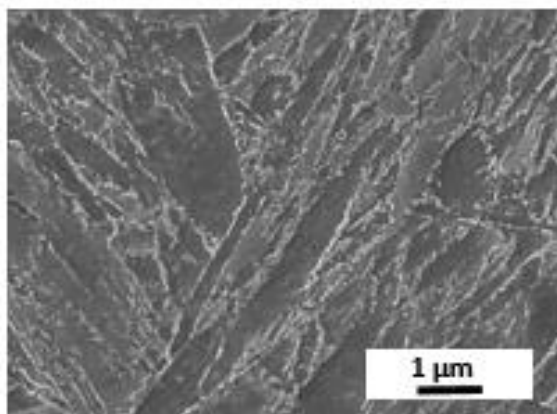
a)

b)

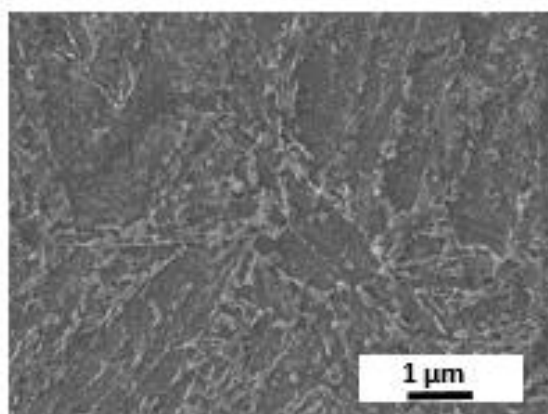
Obr. 38 TEM uhlíková replika 42SiCr s Cu 400 °C_2 h – zelené šipky ukazují vyextrahované jemné částice a červená vyextrahovaný karbid mikrolegujícího prvku chrom a v menší míře také měď (Obr. 39). Ve spektru jsou zeleně vyznačeny L čáry a červeně K čáry pro spektrum energie mědi. Jedná se tedy o komplexní karbid uvedených prvků.

8.4.4 Stav popouštěný na teplotu 500 °C s výdrží 2 h

Proces popouštění na 500 °C závažně změnil strukturu již značně změnil, ve struktuře je celkově mnohem více vyloučených útvarů, od velmi jemných až po relativně hrubší částice. Z martenzitických krystalů se staly spíše polygonální útvary. Karbidické síťové je velmi husté (Obr. 40). Silně popouštěná struktura koresponduje s naměřeným poklesem meze kluzu a meze pevnosti (Obr. 17).

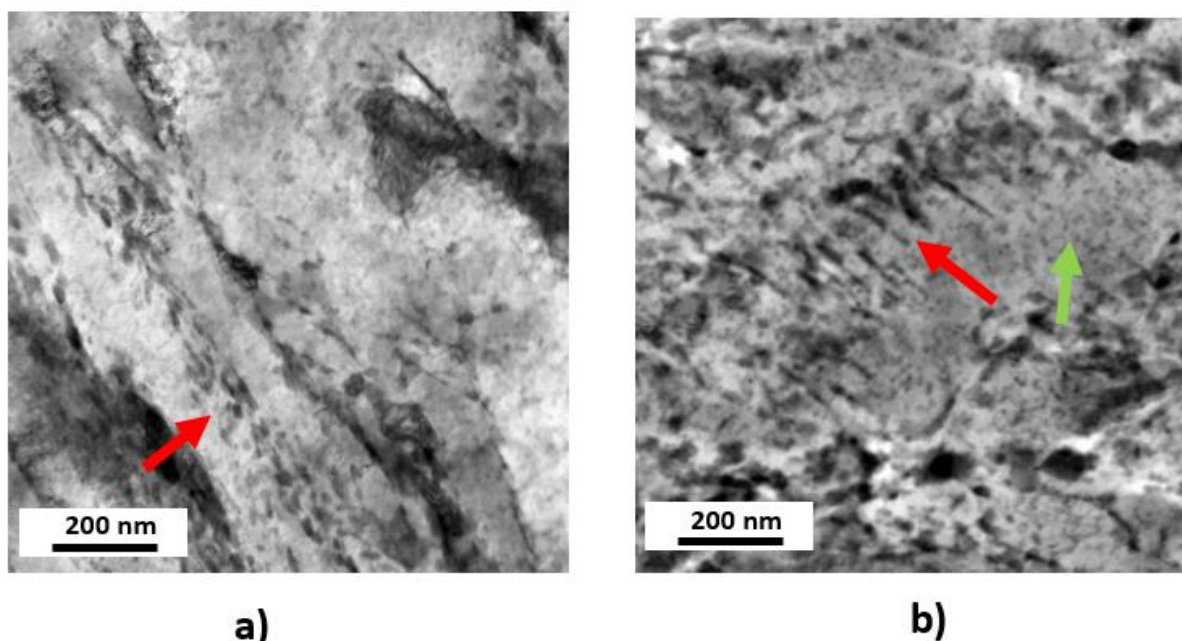


a)



b)

Obr. 40 SEM 500°C_2 h naleptáno 3% nítalem zvětšeno 15 000 x v režimu SED: a) 42SiCr, b) 42SiCr + Cu – u obou ocelí je silně popouštěná struktura martenzitu s velkým množstvím karbidů



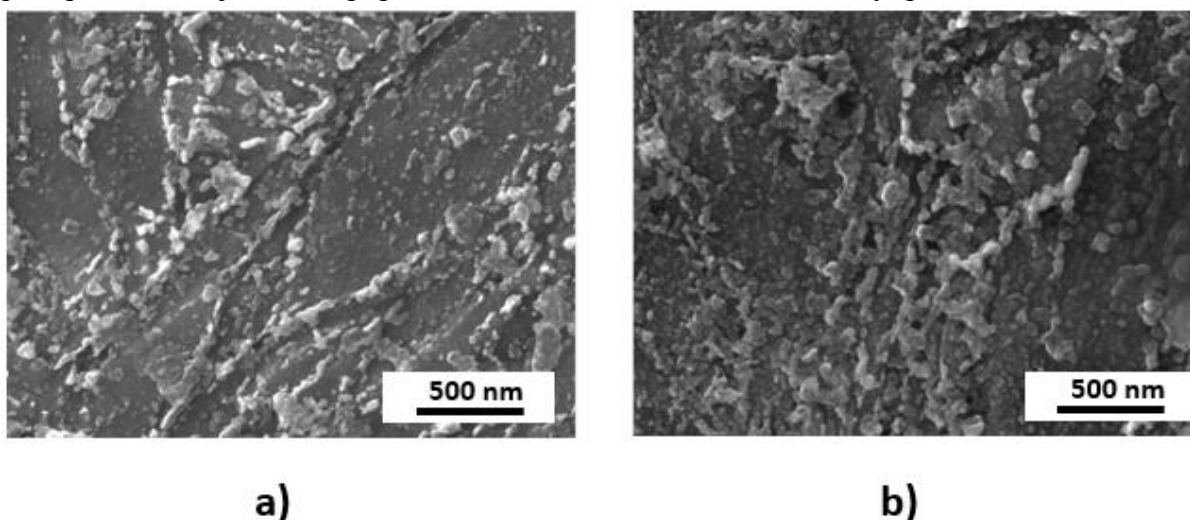
Obr. 41 TEM fólie 500 °C_ 2h zvětšeno 200 000x : a) 42SiCr – popuštěná struktura červená šipka ukazuje sferoidizované karbidy, b) 42SiCr + Cu – popuštěná struktura, zelená šipka ukazuje jemné globulitické částice, červené šipka sferoidizované tyčinkovité karbidy

Na vzorcích obou ocelí lze pozorovat změnu morfologie převládajících karbidů. Tyčinkovité útvary byly nahrazeny četnými shluky spíše sferoidizovaných karbidů (**Obr. 42**). Tyto shluky vytvářejí husté souvislé síťoví. Velmi hustě jsou obsazeny i hranice původních martenzitických jehlic nebo desek.

Na některých snímcích je patrná fragmentace původních jehlicovitých karbidů na menší kulovité nebo oválné částice. Je zřejmé, že částice vzniklé při nízkoteplotním popouštění například při 200 nebo 300°C ztrácí mezi 400 – 500°C svoji stabilitu a rozpouští se nebo se transformují na jiný typ karbidů.

9 Termofyzikální měření

Ve výše uvedených měřeních bylo zjištěno, že během popouštění dochází k výrazným změnám mechanických vlastností související se změnami v mikrostruktuře, které vlivem obsahu Cu probíhají u obou ocelí odlišně. Pro zjištění průběhu kinetiky fázových přeměn a precipitačních dějů během popouštění oceli 42SiCr a 42SiCr + Cu byl proveden soubor



Obr. 42 SEM 500°C_ 2 h naleptáno 3% nitalem zvětšeno 50 000x v režimu SED: a) 42SiCr, b) 42SiCr + Cu – ve struktuře obou ocelí je vidět velké množství sferoidizovaných karbidů

dilatometrických měření.

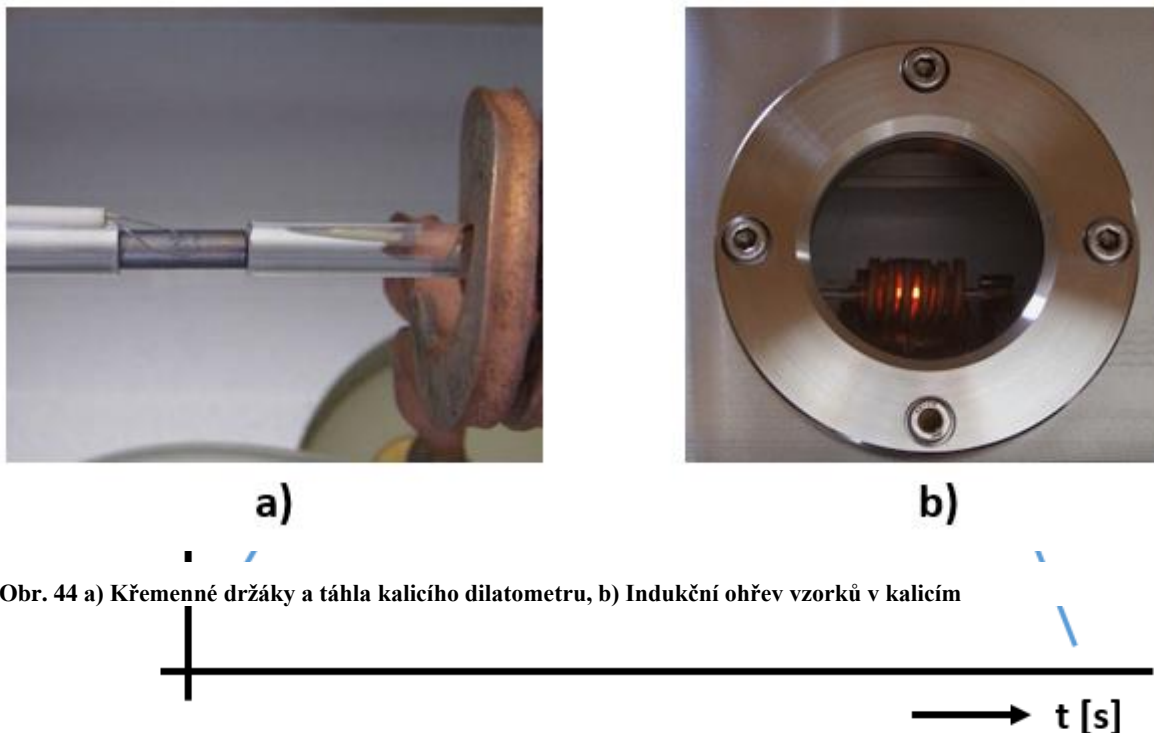
Celkem byla provedena následující měření:

- Dilatometrické měření s ohřev konstantní rychlostí 3 °C/min z pokojové teploty na teplotu austenitizace
- Dilatometrické měření s isothermickými ohřevy na teploty 250, 300, 350 a 400°C

9.1 Vzorky pro dilatometrická měření

Materiál na výrobu vzorků pro dilatometrická měření byl odebírán z válcovaných plechů ocelí 42SiCr a 42SiCr s Cu. Pomocí drátového elektrojiskrového obrábění byly zhotoveny polotovary vzorků v podélném směru v podobě válečků o průměru 5 mm a délky 50 mm. Válečky byly následně zakaleny v kalicím dilatometru stejným teplotním režimem jako při výše uvedeném indukčním kalení vzorků pro tahové zkoušky (**Obr. 43**). Pro zakalení vzorků byl použit horizontální sestava dilatometru L78 RITA (Rapid Inductive Thermal Analysis) od výrobce Linseis. Dilatometr byl vybaven držákem vzorků a táhly z křemenného skla

(**Obr. 44a**). Vzorky byly drženy přítlačnou silou 0,3 N. Teplota byla měřena a regulována pomocí termočlánků přivařených k povrchu vzorků. Válcové vzorky rozměru $\varnothing 5 \times 10$ mm se indukčně ohřívaly v ochranné atmosféře helia (**Obr. 44b**).



Obr. 44 a) Křemenné držáky a táhla kalicího dilatometru, b) Indukční ohřev vzorků v kalicím

Obr. 43 Program kalení vzorků 42SiCr a 42SiCr s mědí v dilatometru

Všechny zakalené vzorky pro dilatometrii byly do jedné hodiny podrobeny níže uvedeným dilatometrickým měření, aby vlivem skladování nedošlo k přeměnám v zakalené metastabilní struktuře.

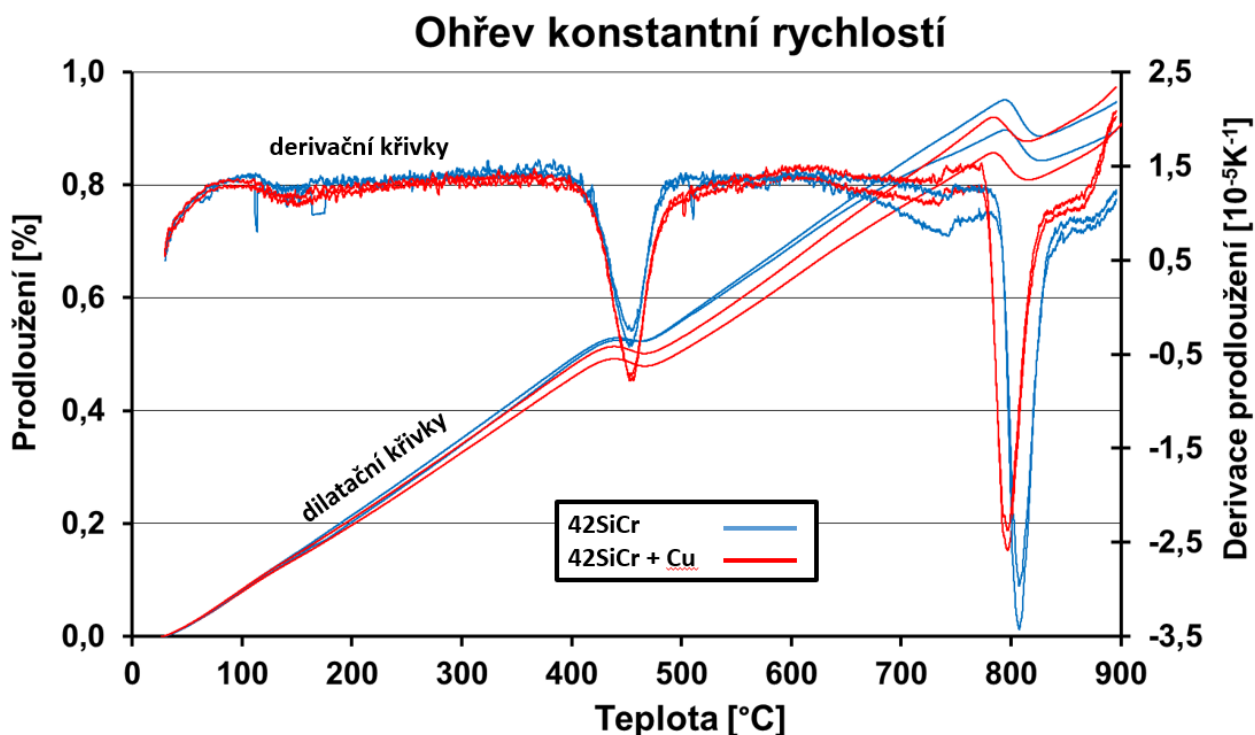
9.2 Měření při lineárním ohřevu

Měření bylo provedeno s cílem pokusit se zjistit teploty, při kterých vznikají dilatační změny, které by identifikovaly možné teploty fázových transformací, precipitaci karbidů a mědi během ohřevu zkoumaných ocelích.

Měření bylo provedeno na dilatometrickém horizontálním zařízení DIL L75PT od firmy Linseis, který je vybaven dvěma držáky vzorků a táhly z křemenného skla. Tato konstrukce umožňuje najednou měřit dva vzorky. Vzorky byly drženy přítláčnou silou 0,3 N. Teplota byla měřena a regulována pomocí termočlánků přivařených k povrchu vzorků. Byly provedené dvě měření, jedno pro dva zakalené vzorky z oceli 42SiCr a druhé pro dva vzorky oceli 42SiCr s Cu. Ohřev zakalených vzorků byl proveden v odporové peci dilatometru s ochrannou atmosférou argonu. Vzorky během dilatometrického měření byly ohřívány z pokojové teploty konstantní rychlostí 3°C/min na teplotu 900°C

Pro zjištění vlivu tepelných dilatací částí stroje na výsledek měření dilatace vzorku bylo pro každý vzorek oceli provedeno další měření za stejných podmínek, ale se standardem (korund) známé tepelné roztažnosti. Pomocí softwarové korekce pak byly přístrojové vlivy odečteny.

Během měření byly zaznamenávané hodnoty času, teploty a prodloužení vzorků. Z naměřených hodnot by sestaveny dilatační a derivační křivky (**Obr. 46**).



Obr. 45 Průběhy dilatačních a derivačních křivek obou ocelí

Při ohřevu konstantní rychlostí na **Obr. 46** lze s růstem teploty pozorovat přibližně lineární prodloužování přerušené třemi poklesy při teplotách okolo 160°C, 450°C a 800°C. Lineárnímu růstu dilatačních křivek odpovídají téměř konstantní úseky derivace prodloužení, poklesům prodloužení odpovídají píky derivací. Záznamy vzorků oceli s mědí se od záznamů vzorků oceli bez mědi liší nižší roztažností mezi 25 °C a 400 °C, hlubším propadem

prodloužení kolem 160°C i 450 °C, pozvolnějším doběhem píku derivace k 600 °C a časnějším nástupem reakce kolem 800 °C.

Při podrobnějším pohledu na derivace prodloužení na **Obr. 47** můžeme konstatovat shodnou polohu píků mezi 12 a 200°C a mezi 400 °C a 500 °C. Tyto píky mohou být typickým projevem uvolňování uhlíku z tetragonální martenzitické krystalové mřížky pro tvorbu karbidů. Jejich poloha je v souladu s metalografickým pozorováním, kdy již po popouštění na 200°C byly ve struktuře zjištěny částice karbidické fáze a po popouštění na 500°C bylo patrné, že mikrostrukturní rysy se výrazně změnily oproti stavu při nízkoteplotním popouštění. Pík s polohou kolem 800 °C odpovídá tvorbě austenitu.

Průběhy dilatačních a derivačních křivek obou ocelí měly podobný průběh s třemi výraznými dilatačními změnami. Obě dilatační změny způsobeny náhlým zkrácením délky vzorků v určitém teplotním intervalu.

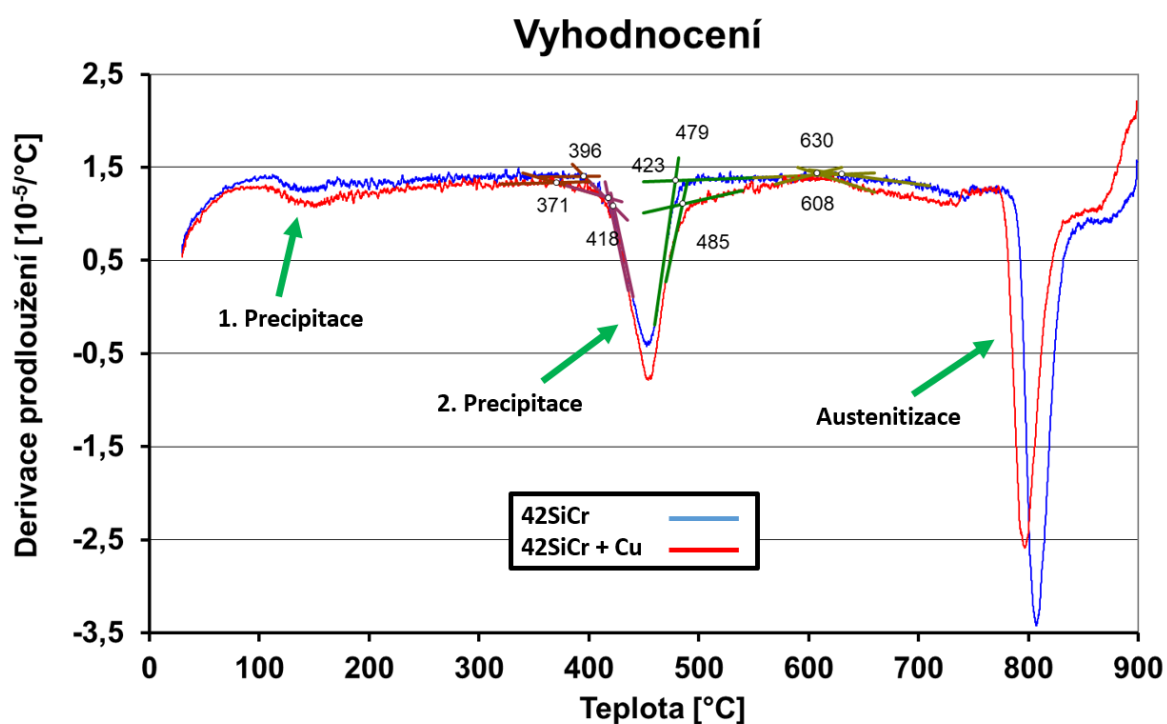
9.3 Měření při izotermickém ohřevu

Úkolem izotermického ohřevu bylo napodobit popouštěcí režimy s teplotami, u kterých se v předchozích měření mechanických vlastností a mikrostrukturních analýz zjistily rozdíly mezi ocelí s Cu a bez Cu. Od měření se očekávalo zjištění rozdílných dilatačních změn mezi oběma ocelmi během popouštěcích izotermických režimů.

Aby izotermické dilatometrické měření bylo shodné s popouštěcími režimy provedenými na výše uvedených vzorcích pro měření mechanických vlastností, bylo zapotřebí zjistit rychlost jejich ohřevu během popouštěcích režimů provedených v komorové peci.

9.3.1 Experimentální zjištění průběhu teploty během popouštění

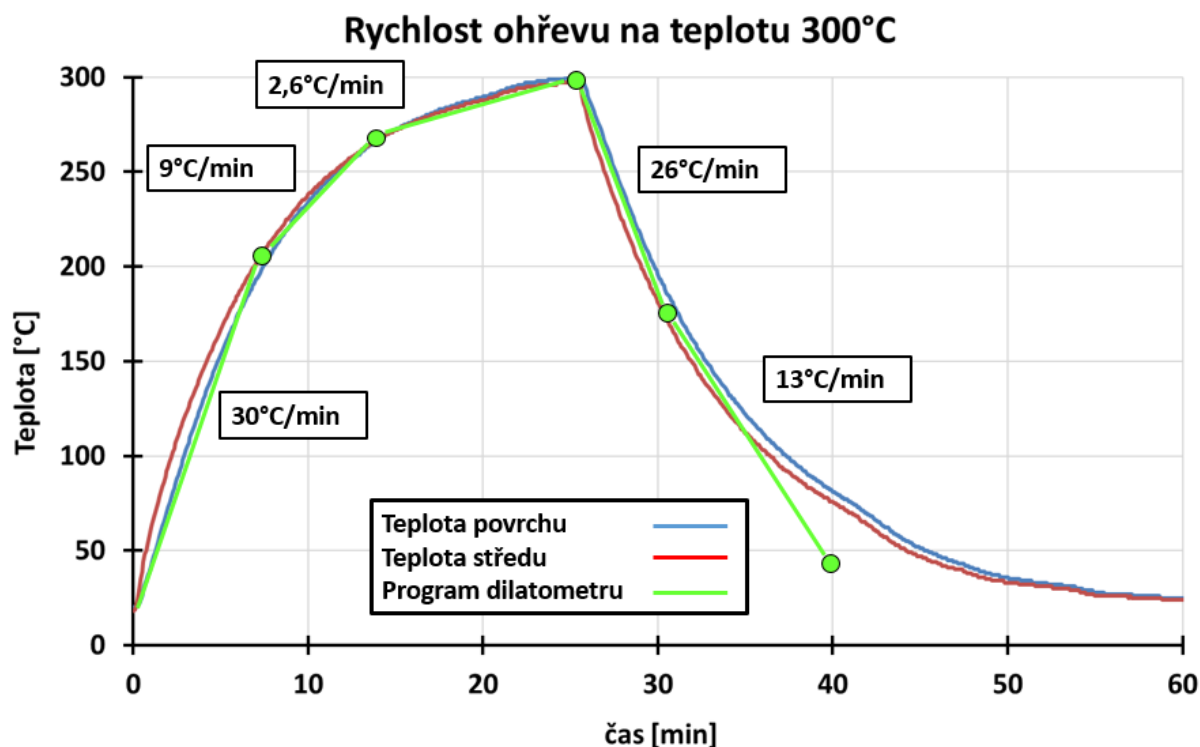
Rychlost ohřevu vzorku byla zjištěna na základě experimentu, který spočíval



Obr. 46 Vyhodnocení derivačních křivek

v zopakování jednoho stejného popouštěcího režimu na teplotě 300 °C jako u předchozího tepelného zpracování vzorků pro měření mechanických vlastností. Pro experiment byl použit vzorek o stejné geometrii (průměru 13 mm a délky 130 mm). Vzorek byl osazen dvěma termočlánky pro měření průběhu teploty. Pro měření teploty uvnitř vzorku byl do vzorku vyvrtán otvor v podélném směru pro umístění termočlánku a druhý pro měření teploty povrchu byl přivařena na povrchu vzorku. Vzorek byl ohříván ve stejné komorové peci za stejných podmínek jako při popouštěcích režimech pro mechanické zkoušení. Ochlazení bylo rovněž provedeno samovolně na vzduchu. Z naměřených hodnot teploty a času byl sestaven průběh ohřevu, který byl rozdělen na 3 části lineárního ohřevu s rychlostmi 30 °C/min, 9 °C/min,

2,5 °C/min (**Obr. 48**). Pro popouštění na teploty 200, 250 a 400 °C se předpokládal podobný průběh teploty, proto byly 3 lineární části s konstantními rychlostmi ohřevu definovány takto: 1. Rychlost ohřevu 30 °C/min do teploty 200 °C, 2. rychlost 9°C/min do teploty 30°C do teploty pod popouštěcí teplotu a 3. rychlost ohřevu 2,5 °C až do popouštěcí teploty. Stejným způsob určení rychlostí byl proveden pro průběh ochlazování, který byl rozdělen na dvě lineární části. První rychlost ochlazování z popouštěcí teploty 26 °C/min až do teploty 170 °C pod popouštěcí teplotu a druhá 13 °C/min do teploty 20°C. Schéma programů pro isothermické popouštění na 250, 300, 350 a 400 °C je uvedeno na **Obr. 49**.



Obr. 47 Experimentální zjištění rychlostí ohřevu pro izotermické měření

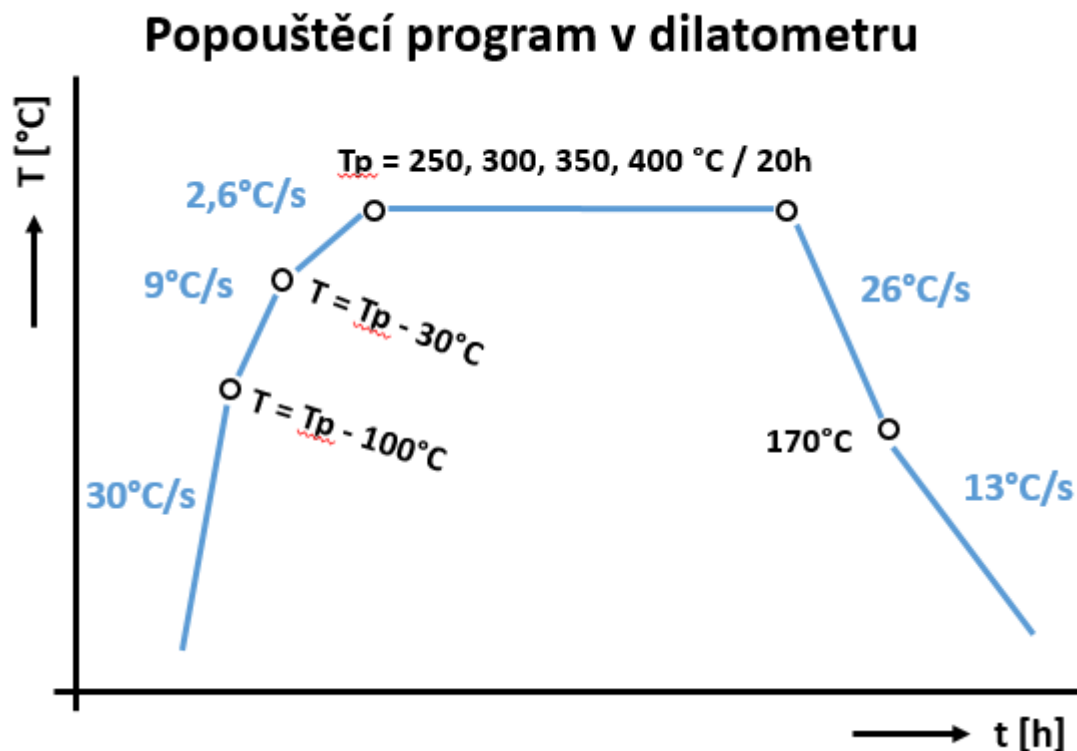
9.3.2 Měření

Měření bylo provedeno opět na dilatometru DIL L75PT od firmy Linseis, který je vybaven dvěma držáky vzorků.

Izotermický ohřev zahrnoval celkem čtyři dilatometrická měření s ohřevem na teploty 250, 300, 350 a 400 °C s izotermickou výdrží 20 h. Izotermická výdrž byla provedena po dobu 20h z důvodu ověření, jestli v ocelích neprobíhají transformace po delších časech než 2h. Rychlost ohřevu na teplotu byla na základě experimentálního měření složena ze tří lineárních rychlostí, první 30 °C/min, druhá 9 °C/min a třetí 2,6 °C do finální teploty, jak bylo podrobněji uvedeno výše. Během každého dilatometrického měření se ohřívaly současně dva vzorky, jeden z materiálu oceli s Cu a druhý bez Cu.

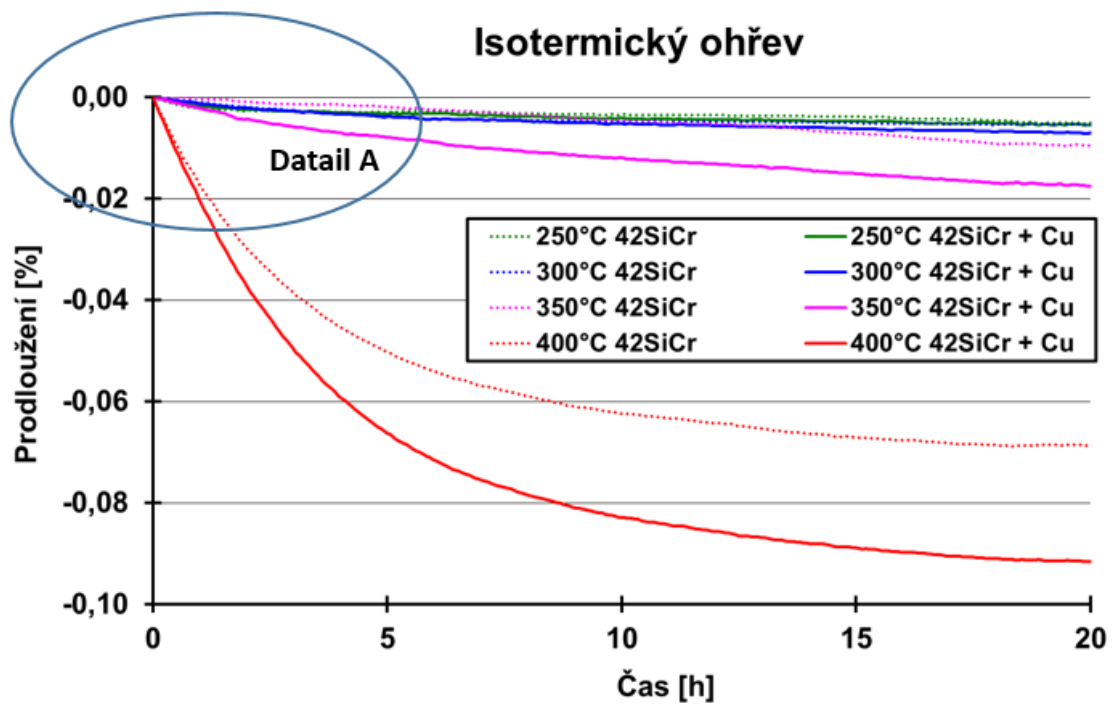
Dilatometrické záznamy izotermického žíhání (simulace popouštění) v peci byly zpracovány jako relativní prodloužení v závislosti na čase počínaje okamžikem dosažení popouštěcí teploty. Na **Obr. 51** je vidět přehled prodloužení vzorků 42SiCr a 42SiCr s přidanou mědí při různých teplotách od 250 °C do 400 °C.

Izotermické popouštění martenzitu je u vzorků oceli 42SiCr při všech testovaných teplotách provázáno zmenšováním jejich délky. Rychlost tohoto zmenšování s časem postupně klesá. Rostoucí teplota naopak počáteční rychlost zmenšování délky zvyšuje. Při všech teplotách je změna délky větší u vzorků s přidanou mědí. Pozorované zmenšování délky při izotermickém žíhání vzorků může souviset s uvolňováním uhlíku z tetragonální martenzitické krystalové mřížky a současnou tvorbou karbidů.

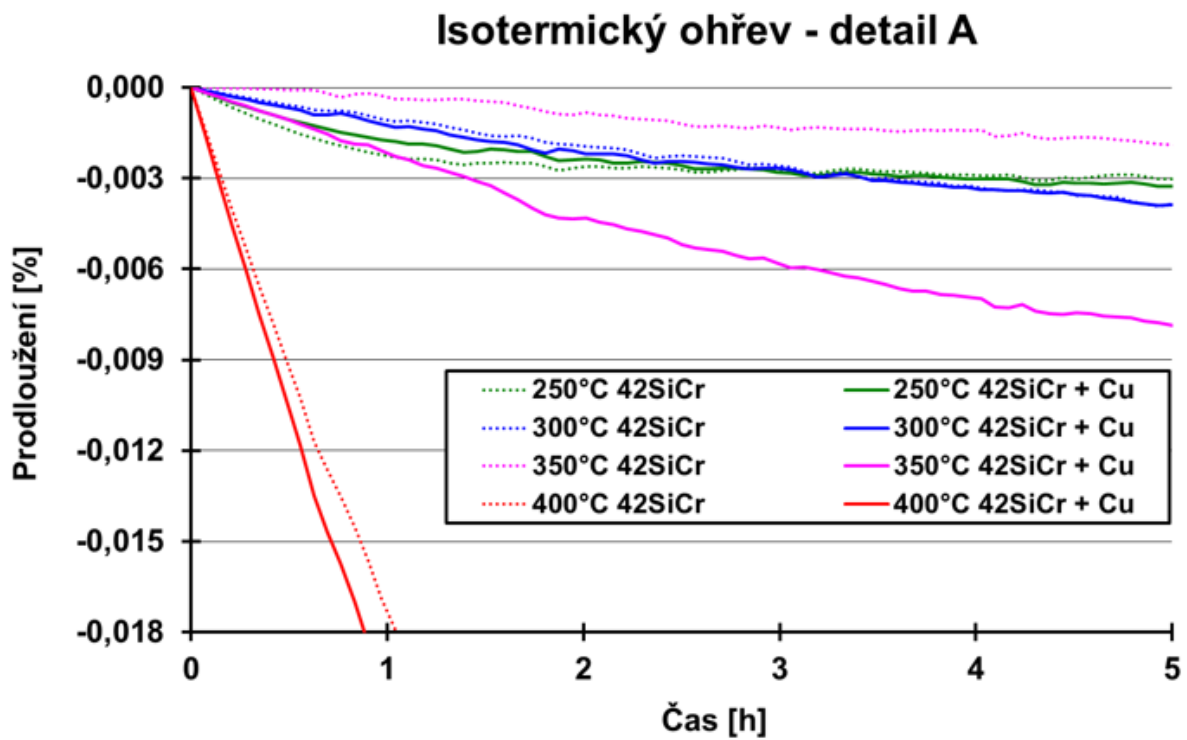


Obr. 48 Program popouštění vzorků 42SiCr a 42SiCr s mědí

Zřejmě se jedná o týž proces jako v případě výše zmíněného poklesu délky při kontinuálním ohřevu v oblasti kolem 450°C . Růst rychlosti poklesu délky s rostoucí teplotou by odpovídal teplotní akceleraci difúze uhlíku. Úbytek rychlosti poklesu délky s časem při izotermickém žíhání, stejně jako opětovná dilatace při kontinuálním ohřevu nad 450°C , by odpovídala postupnému poklesu koncentrace uhlíku v martenzitu. Daná interpretace dilatometrických křivek by vedla k závěru, že zvýšená přítomnost mědi podpořila rychlost difúze uhlíku a případně i tvorbu precipitačních produktů.



Obr. 50 Relativní prodloužení vzorků 42SiCr a 42SiCr+Cu při popouštění na konstantní teplotě. Barva čar určuje teplotu popouštění, tlusté čáry ukazují vzorky s vyšším obsahem mědi.



Obr. 49 Detail A z obrázku č. 41

10 Diskuze

Hlavním cílem této diplomové práce bylo získat nové poznatky o chování a vlivu mědi ve středně legované pružinové oceli, při různých teplotních režimech během zušlechťování. Experimentální práce se zabývala analýzami zaměřenými na zpevňující i odpevňující procesy probíhající v pružinových ocelích 42SiCr a 42SiCr legované 1,5 hm. % Cu při různých režimech popouštění po kalení. Experiment se snažil objasnit, je-li možné docílit zlepšení mechanických vlastností kombinací precipitace karbidů a současného působení mědi. Původní předpoklad byl, že měď bude v matici precipitovat jako čistý prvek ve formě velmi malých hustě rozložených semikoherentních částic.

Diplomová práce navazuje na rozsáhlý experiment z bakalářské práce, který zahrnoval tavby obou materiálů, tváření (kování a válcování) a série procesů tepelného zpracování. Zušlechťovací režimy zahrnovaly proces kalení, který byl pro všechny vzorky proveden se stejnými parametry a různé popouštěcí režimy. Zpracovaný experimentální materiál byl podroben zkouškám tvrdosti, zkouškám pevnosti v tahu a jednoduché metalografické analýze mikrostruktury [26].

Současný výzkum navazuje na tento rozsáhlý experiment bakalářské práce a rozšiřuje ho o další nová měření. Nově bylo provedeno měření tvrdosti pro získání popouštěcích křivek, rozsáhlé metalografické analýzy mikrostruktury pomocí světelné, elektronové skenovací a elektronové transmisní mikroskopie a termofyzikální měření na diferenciálním i kalicím dilatometru.

Na základě měření tvrdosti byly sestaveny popouštěcí křivky pro ocel 42SiCr a 42SiCr + 1,5 hm. % Cu, tyto křivky byly sestaveny z nových měření tvrdosti na vzorcích odebraných z hlav zkušebních těles po zkoušce tahem. Z těchto hlav byly rovněž odebrány vzorky pro většinu metalografických analýz – světelná mikroskopie, řádkovací elektronová mikroskopie, transmisní elektronová mikroskopie.

U obou ocelí byl pozorován klesající trend tvrdosti ze zakaleného stavu až do teploty 200 °C, v rozmezí teplot 200 – 400 °C se trend poklesu tvrdosti obou ocelí zmírnil a od teploty 400 °C se projevil strmý pokles (zlom) tvrdosti. Porovnáním průběhů obou ocelí se ukázalo, že ocel s Cu dosahuje mírně vyšších hodnot tvrdostí v zakaleném stavu až do hodnoty cca 100 °C, v rozmezí hodnot 100 – 400 °C je tomu naopak a od teploty 400 °C ocel s Cu opět vykazuje vyšší tvrdost. Popouštěním nad 400 °C již tvrdost a zřejmě i další mechanické vlastnosti dramaticky klesají (**Obr. 18** a **Obr. 19**).

Na popouštěcích křivkách se neprojevila ani u jedné oceli sekundární tvrdost, způsobená precipitací karbidů, ale zpomalení poklesu tvrdosti v intervalu mezi 200 – 400 °C může souviset s tímto jevem.

Již v předchozí práci [26] byly z naměřených hodnot zkouškou tahem sestaveny diagramy jednotlivých mechanických vlastností v závislosti na popouštěcí teplotě a výdrži (**Obr. 17**). Z diagramů bylo zjištěno, že mez pevnosti obou materiálů má klesající trend se zvyšující se teplotou. Na diagramu byl dále pozorován pomalejší trend v poklesu meze pevnosti u oceli s mědí. Toto by nasvědčovalo tomu, že ocel s mědí je mírně odolnější vůči vysokoteplotnímu popouštění než ocel bez mědi. Smluvní mez kluzu v diagramu vykazovala odlišný průběh v porovnání s mezí pevnosti. V zakaleném nepopouštěném stavu byla mez kluzu nízká a s popouštěcí teplotou se zvyšovala až do popouštěcí teploty 300 °C, kde bylo její maximum. Od teploty 300 °C smluvní mez kluzu začala rapidně klesat. Od popouštěcí teploty 300 °C se opět vyskytl u oceli s mědí pomalejší trend v poklesu smluvní meze kluzu

v závislosti na teplotě stejně, jako tomu bylo v případě meze pevnosti. Tento jev by mohl být vyvolán rozdílným průběhem ve vylučování karbidů ve struktuře během popouštění, které by vyvolalo větší odolnost vůči vysokoteplotnímu popouštění [26].

Litý stav a stav po válcování

Na světelné metalografické analýze litého stavu bylo zjištěno, že přítomnost mědi v oceli zvyšuje kalitelnost, což se projevilo v mikrostruktuře výskytem bainitu a místy i martenzitu oproti oceli bez mědi (**Obr. 20**). Licí mikrostruktura oceli s mědí obsahovala zrna lamelárního perlitu, které měly po hranicích bainitické oblasti a občasné vyskytující se jehlice martenzitu. Oproti tomu licí struktura oceli bez mědi obsahovala pouze zrna lamelárního perlitu, které měli po hranicích zrn primární δF .

Mikrostruktura po válcování za tepla (výchozí stav před tepelným zpracováním) byla u obou ocelí totožná, obsahující zrna feritu a lamelárního perlitu (perliticko - feritická struktura, **Obr. 21**).

Zakalený nepopuštěný stav

V zakaleném stavu bylo dle očekávání dosaženo nejvyšší tvrdosti a meze pevnosti, naopak měl tento režim nejnižší hodnoty tažnosti a kontrakce u obou ocelí. V zakaleném stavu byly u oceli s Cu naměřeny vyšší hodnoty tvrdosti a smluvní meze kluzu než u oceli bez mědi. Ocel s mědí dosáhla cca o 10 HV vyšší tvrdosti a o 50 MPa vyšší smluvní meze kluzu než ocel bez mědi [26].

Nepopuštěná struktura byla dle SEM a TEM analýzy tvořena jemnými krystaly martenzitu. Největší pozorované útvary měly rozměry kolem deseti až dvaceti mikrometrů. U obou ocelí byly patrné řídce se vyskytující zrnité částice, zřejmě karbidy mikrolegujících prvků (**Obr. 22**).

Popuštěný stav z teplot 200 °C/ 2 h a 300°C/2h

Během popouštěcích režimů 200 °C anebo 300°C došlo k výrazným a velmi podobným změnám některých mechanických vlastností a mikrostruktury oproti stavu nepopuštěnému. Oproti nepopuštěnému stavu se skokově navýšila tažnost a kontrakce u obou ocelí. U kontrakce došlo ke zvýšení z 5 % na 50 %, což je desetinásobné zvětšení. Dále došlo ke zvýšení smluvní meze kluzu a naopak poklesu meze pevnosti. Hodnoty mechanických vlastností byly při těchto režimech u obou ocelí téměř stejné [26].

Termomechanická měření prokázala, že již nad teplotou 100 °C se vylučují precipitační produkty (**Obr. 47**). Jejich vznik patrně způsobuje nárůst meze kluzu.

Na mikrostrukturních snímcích ze SEM a TEM analýz obou ocelí byla martenzitická struktura obsahující vyprecipitované částice. Tvar martenzitických krystalů zůstává u obou ocelí téměř zachován.

Při zvětšení nad 50 000 x byly v oceli s mědí pozorovány jednak částice ve tvaru tyčinek, jednak jemné částice globulárního tvaru o velikosti několika jednotek nanometrů (**Obr. 25b** a **Obr. 26b**). Tyto jemné zrnité částice téměř nebyly pozorovány patrně na žádném vzorku oceli bez mědi.

V deskách martenzitu u oceli bez mědi byly po nízkoteplotním popouštění na 200 °C rovněž patrné protáhlé tyčinkovité útvary karbidické fáze. Karbidy jsou poměrně četné a vyskytují se jak na hranicích, tak v interiéru desek (**Obr. 25a** a **Obr. 26a**).

Precipitáty vznikající v teplotním intervalu 100 - 300°C se jeví teplotně stabilní těsně pod hranici 400°C. Kolem 400°C nastávají strukturální změny, které již výrazněji mění rysy martenzitické struktury a nízkoteplotní karbidy se při nich rozpouštějí nebo transformují do jiných typů fází.

Popuštěný stav z teploty 400 °C/ 2 h

Popuštěním z teploty 400 °C dochází již ke snížení smluvní meze kluzu, pevnosti a tvrdosti. Z popouštěcích křivek je patrné, že od 400 °C budou hodnoty mechanických vlastností strmě klesat. Na tomto režimu popouštění byl pozorován u oceli s mědí pomalejší trend v poklesu hodnot u smluvní meze kluzu a pevnosti oproti oceli bez mědi. Na základě tohoto zjištění lze usuzovat, že ocel s mědí by mohla mít větší odolnost proti poklesu pevnostních vlastností při popouštění. Po popouštění na 400 °C má materiál výbornou tažnost a kontrakci [26].

Popuštění z teplot 400 °C vneslo do mikrostruktury další změny, které byly zdokumentovány opět řádkovací elektronovou a transmisní elektronovou mikroskopií na tenkých fóliích a navíc byly ještě provedeny analýzy na extrakčních uhlíkových replikách včetně EDX analýzy částic.

U obou ocelí byly na mikrostrukturálních snímcích z metody SEM pozorovány martenzitické útvary nesoucí známky vyššího stupně popuštění v podobě nárůstu větších karbidů a jejich četnějšího výskytu. U oceli bez mědi byl částečně pozorován přechod tyčinkovitých karbidů na polygonální shluky karbidů. V oceli bez mědi karbidy přetrvávají v tyčinkovité formě. Drobné globulární částice u oceli s mědí zůstaly bez výraznější změny. Minimálně některé z nich se jeví jako částice narostlé na hrubších karbidických útvarech.

Vzorky popuštěné 400 °C/ 2 h byly analyzovány rovněž na transmisním elektronovém mikroskopu pomocí extrakčních uhlíkových replik.

Na replikách oceli bez mědi byly dobře viditelné tyčinkovité útvary karbidů, kromě nich se spíše ojediněle vyskytují kulovité částice identifikované pomocí EDX spektra jako komplexní karbidy Nb. Tyčinkovité karbidy byly rovněž analyzovány pomocí EDX, podle výsledku se jedná o komplexní karbidy železa, chromu a vanadu.

Uhlíkové repliky oceli s mědí ukázaly při vysokých zvětšeních otisky hrubších karbidů i vyextrahované jemné částice pozorované rovněž na řádkovacím mikroskopu. Transmisní mikroskopie tedy potvrzuje předpoklad, že se v oceli s mědí mimo jiné nacházejí hustě vyloučené velmi jemné částice. EDX analýza prokázala, že ve shluku jemných částic jsou nejvíce zastoupeny prvky železo, chrom a uhlík, v menší míře také měď. Jedná se tedy o komplexní karbid uvedených prvků.

Výsledky termofyzikálních měření ukazují, že při 400°C byla celková intenzita precipitační reakce výrazně vyšší ve srovnání s intenzitou při nižších popouštěcích teplotách (**Obr. 47**). Rovněž je zřejmé, že intenzita reakce u oceli s mědí je výrazně vyšší, než u oceli bez mědi. Obsah mědi nevykazuje měřitelný vliv na teploty začátku a konce precipitační reakce u obou sledovaných materiálů.

Popuštěný stav z teploty 500 °C/ 2 h

Proces popouštění na 500 °C zakalenou strukturu již značně změnil, ve struktuře je více hrubých karbidů, z některých martenzitických krystalů se staly spíše polygonální útvary. Karbidické síťoví je velmi husté. Silně popuštěná struktura odpovídá naměřenému poklesu meze kluzu a meze pevnosti (**Obr. 17**). Na vzorcích obou ocelí lze pozorovat změnu morfologie převládajících karbidů. Tyčinkovité útvary byly nahrazeny četnými shluky spíše kulovitých karbidů. Tyto shluky vytvářejí husté souvislé síťoví. Termofyzikální měření ve shodě s výsledky metalografie a měření mechanických vlastností ukazuje průběh masivní precipitační reakce mezi 400°C a 500°C a vysokou intenzitu tvorby precipitátů. Intenzita precipitace je opět zřetelně vyšší u oceli s mědí (**Obr. 47**).

Z experimentálních analýz provedených na různých popouštěcích režimech lze soudit, že měď ve středně uhlíkové oceli 42SiCr má vliv na kinetiku během tepelného zpracování. Významným zjištěním je, že měď zřejmě iniciuje vznik jemných globulárních karbidů, které byly pozorovány na řádkovacím mikroskopu a jejich přítomnost byla potvrzena i TEM analýzou. Z provedených analýz je patrné, že měď v oceli mírně zvyšuje teplotní stabilitu mikrostruktury a mechanických vlastností.

11 Závěr

Diplomová práce byla zaměřena na získání nových poznatků o chování a vlivu mědi ve středně uhlíkové pružinové oceli 42SiCr s jejich využitím pro praxi. Experimentální část práce se soustředila na zkoumání mikrostruktury různých zušlechťovacích režimů a dilatometrické měření. Experimentálním materiálem byla středně uhlíková pružinová ocel 42SiCr legovaná 1,5 hm. % mědi. Pro porovnání výsledků byl do experimentu zahrnut i totožný materiál oceli 42SiCr, který mědí legován nebyl. Experiment se snažil analyzovat vliv mědi na mikrostrukturní přeměny v oceli během popouštěcího procesu a porovnat rozdíly v mikrostruktuře mezi ocelí s mědí a bez mědi. Tento experiment vznikl na základě myšlenky, zdali je možné docílit zlepšení mechanických vlastností kombinací společné precipitace karbidů a mědi, jako je toho využíváno u nízko-uhlíkových ocelí legovaných mědí nebo mikrolegovaných ocelí.

Experimentální část zahrnovala měření tvrdosti, metalografické analýzy pomocí světelné, řádkovací elektronové a transmisní elektronové analýzy. Pro analýzu fázových přeměn a jejich kinetiky bylo ještě do experimentu zařazeno termo-fyzikální měření, při kterém byly fyzikálně simulovány režimy popouštění ocelí. Během experimentu se podařilo zjistit následující skutečnosti.

V zakaleném nepopuštěném stavu obou ocelí byla pozorována pomocí SEM i TEM analýzy mikrostruktura s martenzitickými krystaly ve tvaru desek bez přítomnosti precipitátů. V obou ocelí se místy vyskytovaly částice mikrolegujících prvků.

Precipitace karbidických částic začíná již nad teplotou 140°C. U oceli bez mědi se jedná o precipitaci částic ve tvaru tyčinek dlouhých jednotky až desítky nanometrů. Jejich orientace je zřetelně navázaná na orientaci krystalové mříže matrice a vykazují přednostní růst v charakteristických směrech. Jejich výskyt je pozorován jak v interiéru martenzitických desek, tak na jejich hranicích. Tyčinkovité karbidy jsou teplotně stabilní do 400°C.

Na vzorcích z oceli s mědí popuštěných z teploty 200 °C - 2 h se v mikrostruktuře vyloučily rovněž částice ve tvaru tyčinek o délce jednotek až desítek nm. Zároveň se zde vyloučily jemné částice globulárního tvaru o průměru v řádu jednotek nm, které téměř nebyly

pozorovány na oceli bez mědi. Globulární částice jsou rovnoměrně rozmístěné po celém objemu matrice. Na snímcích mikrostruktur popuštěných na teploty 300 a 400 °C se globulární částice dále výrazně neměnily.

Na uhlíkových replikách oceli s mědí se podařilo vyextrahovat pozorované jemné globulární částice. Transmisní mikroskopie tedy potvrzuje předpoklad, že se v oceli s mědí mimo jiné nacházejí hustě vyloučené velmi jemné částice a u oceli bez mědi nikoli. EDX analýza prokázala, že ve shluku jemných částic jsou nejvíce zastoupeny prvky železo, chrom a uhlík, v menší míře také měď.

Na replikách oceli bez mědi byla pozorovány také mikrostruktura popuštěného martenzitu, s tyčinkovitými útvary karbidů.

U obou typů ocelí se spíše ojediněle vyskytují kulovité částice identifikované pomocí EDX spektra jako komplexní karbidy Nb a V. Tyčinkovité karbidy byly rovněž analyzovány pomocí EDX, podle výsledku se jedná o komplexní karbidy železa, chromu, manganu a vanadu. Ve struktuře popuštěných vzorků nebyl pozorován zbytkový austenit, jeho přítomnost nenaznačují ani dilatometrická měření.

Mikrostruktura obou ocelí se výrazně mění při zvýšení teploty popouštění nad 400°C. Nad touto teplotou již probíhají intenzivní odpevňovací procesy a precipitace karbidů nových typů. Nízkoteplotní precipitáty se nad touto teplotou rozpouštějí nebo transformují na částice jiného druhu.

Shrneme-li výsledky současné práce a předchozí bakalářské práce, lze vyvodit závěr, že nebyl zjištěn žádný negativní vliv mědi na vlastnosti sledované oceli v porovnání s ocelí bez mědi. Z výsledků analýz se jeví, že měď ovlivňuje precipitaci karbidů během popouštění. Pravděpodobně má příznivý vliv a podporuje vylučování jemných komplexních karbidů chromu, železa a mědi, jejichž krystalovou mřížku je třeba identifikovat. Bylo zjištěno, že některé jemné karbidy se vylučují už při nízkoteplotním popouštění v teplotním rozsahu 140 – 400°C. Zajímavým zjištěním je, že nezávisle na obsahu mědi již při krátkých časech popouštění a již při nejnižší testované teplotě (200°C) nastaly zásadní změny ve struktuře, objevily se dva druhy precipitátů, které jsou stabilní do teploty 400°C. V souvislosti s tím byly pozorovány i zásadní změny mechanických vlastností.

12 Bibliografie

- [1] W. H. Zhou, H. Guo, Z. J. Xie, C. J. Shang and R. D. Mistra, "Copper precipitation and its impact on mechanical properties in a low," vol. 63 (2014) 42–49, 2014.
- [2] M. Naoki, S. Masaaki, H. Takuya a T. Hiroshi, „Precipitation and phase transformation of copper particles in low alloy ferritic and martensitic steels,“ sv. 40, č. 4, 1999.
- [3] J. a. K. A. Bolek, Části strojů, sv. 2., Praha, ČR: SNTL, 1990.
- [4] R. G. E. Shigley, Konstruování strojních součástí, 2010 editor, Brno: VUTIUM, 2004.
- [5] J. Zelený, Stavba strojů strojírenské součásti I, Brno: Computer press, 2007.
- [6] Y. Amada (Chief ed.), Material for springs, CHIYODA-KU, TOKYO: Japan Society of, 2007.
- [7] P. Fremunt a T. Podrábský, Konstrukční oceli, Brno: CERM, 1996.
- [8] J. Pluhař, V. Beneš a K. Macek, Fyzikální metalurgie a mezní styvy materiálu, Praha: ČVUT, 1983.
- [9] C. Doc. Ing. J. Jech, Tepelné zpracování oceli, Praha: SNTL, 1983.
- [10] W. Callister a D. Rethwisch, Materials Science and Engineering, New York: John Wiley & Sons Inc , 2014.
- [11] M. Hluchý, Strojírenská technologie 1 - 2. díl: Metalografie a tepelné zpracování, Praha: SCIENTIA, 1999.
- [12] D. Vojtěch, Kovové materiály, Praha: Vysoká škola chemicko-technologická, 2006.
- [13] H. K. D. H. Bhadeshia a E. Kozeschnik, „Influence of silicon on cementite precipitation,“ sv. VOL 24, č. NO 3, 2008.
- [14] C. Doc. Ing. J. Jech, Tepelné zpracování oceli, Praha: SNTL, 1983.
- [15] K. K. K. M. Bidyapati Mishra, „Effect of copper addition on microstructure and mechanical properties,“ 2015.
- [16] Y. U. K. K. Y. T. Akihiro Takemura, „Surface Hot Shortness of Copper Containing Steel,“ sv. Vol. 52, 2011.
- [17] Satyendra, „Copper in steels,“ Ispat guru, 14 September 2014. [Online]. Available: <http://ispatguru.com/copper-in-steels/>. [Přístup získán 26 05 2017].
- [18] E. Dorazil, Nauka o materiálu I, Brno: VUT, 1979.
- [19] J. K. V. M. Jana Skalová, Nauka o materiálu, Plzeň: Fakulta strojní, 2007.
- [20] L. a. KOL., Nauka o Materiálu I., Brno: Akademické Nakladatelství CERM, 2003.

- [21] C. I. J. S. C. Václav Machek, Nauka o materiálu Struktury kovových materiálů 1. část, Praha: ČVUT, 2006.
- [22] M. K. A. P. Ryš, Nauka o materiálu I Nauka o kovech 4. svazek, Železo a jeho slitiny, Praha: ACADEMIA, 1975.
- [23] „Strojírnoství,“ [Online]. Available: <http://strojirnostvi.studentske.cz/2008/10/zulechovn.html>. [Přístup získán 14 5 2017].
- [24] V. Kraus, Tepelné zpracování a slinování, Plzeň: Fakulta strojní, 1999.
- [25] Linseis, „Linseis,“ Linseis, 28 07 2020. [Online]. Available: <https://www.linseis.com/en/products/dilatometer/175-pt-horizontal/>. [Přístup získán 28 07 2020].
- [26] J. Zmeko, Dosahování vysokých pevnostních hodnot u nově navržené koncepce pružinové oceli, Plzeň, 2017. Bakalářská práce. Západočeská univerzita, Fakulta strojní.
- [27] I. D. A. Beneš, Technické kovy Jejich výroba, vlastnosti a zkoušení, Praha: SNTL, 1957.
- [28] A. B. a. kolektiv, Kovové materiály Vlastnosti a použití, Praha: SNTL, 1986.
- [29] „Eibach,“ Eibach springs, 23 4 2019. [Online]. Available: <http://www.eibach.com.au/production-capabilities/production/>. [Přístup získán 5 12 2018].
- [30] „MW industries,“ Matthew Warren Spring, 13 3 2019. [Online]. Available: <https://www.mw-ind.com/brands/matthew-warren-spring/>. [Přístup získán 5 12 2018].
- [31] „CourseWare,“ ZČU, 13.2.2019. [Online]. Available: <https://courseware.zcu.cz/portal/studium/courseware/kmm/emi/prednasky.html>. [Přístup získán 13 2 2019].
- [32] „Wikipedia,“ Wikipedia, [Online]. Available: https://en.wikipedia.org/wiki/Scanning_electron_microscope. [Přístup získán 20 6 2020].
- [33] „TermoFisher Scientific,“ TermoFisher Scientific, 21 11 2019. [Online]. Available: <https://www.thermofisher.com/blog/microscopy/sem-types-electrons-and-the-information-they-provide/>. [Přístup získán 20 6 2020].