

ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI

FAKULTA STROJNÍ

Studijní program: N2301 Strojní inženýrství

Studijní obor: Materiálové inženýrství a strojírenská metalurgie

DIPLOMOVÁ PRÁCE

Využití dilatometrie při tepelném zpracování vysoce pevných ocelí

Autor: **Bc. Julie VOLKMANNOVÁ**

Vedoucí práce: **Doc. Ing. Ludmila KUČEROVÁ, Ph.D.**

Akademický rok 2019/2020

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 bakalářskou/diplomovou práci vypracovala samostatně, s použitím odborné literatury a pramenů, uvedených v seznamu, který je součástí této diplomové práce.

V Plzni dne:

.....

podpis autora

ANOTAČNÍ LIST DIPLOMOVÉ PRÁCE

AUTOR	Příjmení Volkmannová	Jméno Julie	
STUDIJNÍ OBOR	Materiálové inženýrství a strojírenská metalurgie		
VEDOUcí PRÁCE	Příjmení (včetně titulů) Doc. Ing. Kučerová, Ph.D.	Jméno Ludmila	
PRACOVISŤE	ZČU – FST – KKM		
DRUH PRÁCE	DIPLOMOVÁ	BAKALÁŘSKÁ	Nehodící se škrtněte
NÁZEV PRÁCE	Využití dilatometrie při tepelném zpracování vysoce pevných ocelí		

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

POČET STRAN (A4 a ekvivalentů A4)

CELKEM	62	TEXTOVÁ ČÁST	54	GRAFICKÁ ČÁST	8
---------------	----	---------------------	----	----------------------	---

<p style="text-align: center;">STRUČNÝ POPIS</p> <p>ZAMĚŘENÍ, TÉMA, CÍL POZNATKY A PŘÍNOSY</p>	<p>Tato diplomová práce se zabývá využitím dilatometrie pro vývoj tepelného zpracování nových experimentálních vysoce pevných ocelí, který mají v současné době velký potenciál využití v automobilovém průmyslu. Dilatometrická analýza byla v této práci provedena na experimentálních vysoce pevných ocelí typu TRIP (transformačně indukovaná plasticita) legovaných Mn a Si a mikrolegovaných Nb, Ti a Mo. Těchto analýz se potom využívá k přesné optimalizaci důležité multifázové mikrostruktury materiálu. Navržený experiment obsahoval izotermické prodlevy při teplotách 425 – 650 °C. Zkoumal se rozdíl v mikrostruktúře a tvrdosti materiálu. Tyto experimentální analýzy byly porovnány se softwarově vypočítanými IRA diagramy.</p>
KLÍČOVÁ SLOVA	dilatometrická analýza, mikrostrukturní analýza, TRIP oceli, IRA diagram, fázové transformace

SUMMARY OF DIPLOMA SHEET

AUTHOR	Surname Volkmanová	Name Julie	
FIELD OF STUDY	Materials Engineering and Engineering Metallurgy		
SUPERVISOR	Surname (Inclusive of Degrees) Doc. Ing. Kučerová, Ph.D.	Name Ludmila	
INSTITUTION	ZČU – FST – KMM		
TYPE OF WORK	DIPLOMA	BACHELOR	Delete when not applicable
TITLE OF THE WORK	Use of dilatometry in heat treatment of low-alloyed high strength steel		

FACULTY	Mechanical Engineering	DEPARTMENT	Materials Engineering and Engineering Metallurgy	SUBMITTED IN	2020
----------------	------------------------	-------------------	--	---------------------	------

NUMBER OF PAGES (A4 and eq. A4)

TOTALLY	62	TEXT PART	54	GRAPHICAL PART	8
----------------	----	------------------	----	-----------------------	---

BRIEF DESCRIPTION TOPIC, GOAL, RESULTS AND CONTRIBUTIONS	<p>This diploma thesis deals with the use of dilatometry for the development of heat treatment of the new experimental high-strength steels, which currently have great potential for use in the automotive industry. Dilatometric analysis was performed in this work on experimental high-strength steels of TRIP (transformation-induced plasticity) type alloyed with Mn and Si and microalloyed with Nb, Ti and Mo. These analyzes are then used to accurately optimize the important multiphase microstructure of the material. The proposed experiment contained isothermal delays at temperatures of 425 - 650 °C. The difference in the microstructure and hardness of the material was investigated. These experimental analyzes were compared with software-calculated TTT diagrams.</p>
KEYWORDS	dilatometry analysis, microstructural analysis TRIP steel, TTT diagrams, phase transformations

Poděkování

Především děkuji vedoucí mé diplomové práce Doc. Ing. Ludmile Kučerové, Ph.D. za pomoc, cenné rady, perfektní spolupráci, ochotu a v neposlední řadě za příležitost pracovat v Regionálním technologickém institutu.

Dále bych chtěla poděkovat svým rodičům za zázemí a podporu, které se mi od nich po dobu mého studia dostávalo. Jsou mi velkým příkladem a inspirací pro celý život.

Seznam zkratk

B_s, B – teplota počátku tvorby bainitu

M_s, M – teplota počátku tvorby martenzitu

F – teplota počátku tvorby feritu

Ac1 – teplota počátku přeměny na austenit

Ac3 – teplota konce přeměny na austenit

IRA – izotermický rozpad austenitu

ARA – anizotermickým rozpad austenitu

Obsah

1	Úvod.....	9
2	Termické analýzy	9
2.1	Termodynamika termické analýzy	10
2.2	Dilatometrie	10
2.2.1	Sledované veličiny v dilatometrii.....	11
2.2.2	Měřicí systém	11
2.2.3	Analýza dilatometrické křivky	13
2.2.4	Trendy a budoucnost v dilatometrii	15
3	Vysoce pevné oceli.....	16
3.1	Vysoce pevné nízkolegované oceli.....	16
3.1.1	Rozdělení HSLA	17
3.2	Moderní vysoce pevné oceli	17
3.2.1	TRIP oceli	18
3.2.2	Použití TRIP ocelí	18
4	Aplikace dilatometrických analýz	18
4.1	Deformační dilatometrie martenzitické mikrolegované oceli	19
4.2	Určování podílu fází	21
5	Fázové přeměny v pevném stavu	22
5.1	Martenzitická přeměna	22
5.1.1	Struktura a mechanismus vzniku martenzitu	22
5.1	Bainitická přeměna	23
5.2	Software JMatPro	23
6	Experimentální program.....	24
6.1	Charakteristika výchozích materiálů	24
6.2	Charakteristika použitých přístrojů	25
6.2.1	Dilatometrické analýzy	25
6.2.2	Mikrostrukturní analýzy a příprava metalografických vzorků.....	28
6.2.3	XRD analýza	28
6.2.4	Mechanické vlastnosti.....	28
6.2.5	Zjišťování teplot fázových přeměn pomocí softwaru JMatPro.....	29
6.3	Výpočet teplot přeměn.....	31
6.4	Vyhodnocení dilatometrických analýz	34

6.4.1	Dilatometrická analýza materiálu 0,08%Ti.....	34
6.4.2	Dilatometrická analýza materiálu 0,2%Mo – 0,08%Ti.....	37
6.4.3	Dilatometrická analýza materiálu 0,4%Mo – 0,08%Ti.....	40
6.4.4	Dilatometrická analýza materiálu VS	43
6.5	Vyhodnocení XRD analýza	46
6.6	Mechanické vlastnosti	46
7	Diskuse nad výsledky.....	50
8	Závěr.....	52
9	Seznam literatury.....	53
10	Příloha	55

1 Úvod

Tato diplomová práce se zabývá využitím dilatometrie pro vývoj tepelného zpracování nových experimentálních vysoce pevných ocelí. Pro dosažení požadovaných mechanických vlastností těchto ocelí je nezbytné volbou vhodných parametrů tepelného zpracování zajistit vznik multifázové mikrostruktury s odpovídajícím podílem, morfologií a rozložením jednotlivých fází a strukturních součástí. Aby nemusela být při vývoji zpracování používána pouze metoda pokus-omyl, využívají se pro volbu parametrů zpracování IRA nebo ARA diagramy popisující průběhy fázových přeměn při zpracování ocelí. Pro většinu běžně používaných normovaných ocelí jsou tyto diagramy známy, nebo je lze jednoduše spočítat ve speciálních softwarech typu JMatPro nebo Thermo-Calc. Při vývoji nových ocelí se specifickým chemickým složením nemusí tyto standardní postupy být zcela spolehlivé a je potřeba vždy ověřit výpočty pomocí reálných experimentů. Pro studium fázových přeměn je nejvhodnější experimentální metodou, v tomto případě, termická analýza. V této práci bude popisována dilatometrická termická analýza, která využívá měření a analýzu délkových změn doprovázejících každou fázovou přeměnu a je vhodná i pro studium fázových přeměn v tuhém stavu. Různé typy termických analýz pak mohou dále analyzovat např. změny hmotnosti, elektrické vodivosti, magnetismu nebo změny teploty oproti referenčnímu vzorku.

Dilatometrická analýza bude v této práci provedena na experimentálních vysoce pevných ocelích typu TRIP (transformačně indukovaná plasticita), legovaných manganem a křemíkem a mikrolegovaných niobem, titanem a molybdenem. Tento typ vysoce pevné oceli se v posledních letech využívá pro své dobré mechanické vlastnosti hlavně v automobilovém průmyslu.

2 Termické analýzy

Je to soubor metod, při kterých jsou v definované atmosféře sledovány některé vlastnosti vzorku. V závislosti na čase (statická) nebo na teplotě (dynamická), zatímco teplota vzorku je řízeným způsobem měněna. Metodami termické analýzy můžeme sledovat pochody, které probíhají při zahřívání nebo ochlazování vzorků pevných látek. Pro studium pevných chemických látek a minerálů jsou nejčastěji používané dynamické metody termické analýzy, kde je vzorek zahříván nebo ochlazován konstantní rychlostí podle předem nastaveného programu [1].

Základní metody termické analýzy:

- Termogravimetrie – sledovanou veličinou je změna hmotnosti analyzovaného vzorku v závislosti na teplotě nebo čase.
- Derivační termogravimetrie – zjišťuje první derivaci změny hmotnosti.

- Diferenční termická analýza – sledovanou veličinou je teplotní rozdíl mezi analyzovaným vzorkem a referenční látkou.
- Derivační diferenční termická analýza – sleduje první derivaci teplotního rozdílu mezi analyzovaným a referenčním vzorkem.
- Termodilatometrická analýza – sleduje změny objemu.
- Elektrotermická analýza – měří změny elektrické vodivosti.
- Detekce uvolněných plynů – registruje uvolněné plyny ze vzorků.

Existuje celá řada dalších metod, které byly speciálně vyvinuty pro nejrůznější typy materiálů, jako jsou polymery nebo kompozitní materiály. Důležité je vybrat vhodnou metodu pro zkoumání vzorku. Pro tuto diplomovou práci byla zvolena termodilatometrická analýza neboli zkráceně dilatometrická analýza [1].

2.1 Termodynamika termické analýzy

Většina metod termických analýz sleduje příslušné vlastnosti systému jako dynamickou funkci teploty. Základním jevem důležitým pro tyto metody je změna entalpie (ΔH). Každou fyzikální a chemickou změnu lze charakterizovat změnou obsahu Gibbsovy volné energie (ΔG), která je dána vzorcem.

$$\Delta G = \Delta H - T\Delta S$$

Kde ΔH je změna entalpie, T je absolutní teplota a ΔS je změna entropie děje.

Každý systém se snaží dosáhnout takového stavu, kterému odpovídá nižší hodnota Gibbsovy volné energie. Změnu entalpie může provázet i změna hmotnosti (objemu, rozměrů) sledované látky [1].

2.2 Dilatometrie

V této práci se sledují veličiny poměrného prodloužení na čase a s tím související fázové transformace. K tomu byl využit dilatometr Linseis L78 QDT/RITA. Z tohoto důvodu bude dále popisována charakteristika dilatometrické analýzy. Název dilatometrie je odvozen z latinského slova dilatare, které znamená rozpínat se. Obecně se toto měření zaměřuje na koeficienty roztažnosti a na fázové transformace kovů, polymerů, keramiky, betonu, skla atd. Ve své podstatě je dilatometrie jednoduchá na realizaci i interpretaci výsledků. [3]

2.2.1 Sledované veličiny v dilatometrii

Je to metoda, pomocí které se sledují některé fyzikální nebo i chemické procesy probíhající v rovnoměrně vyhřívaném vzorku, jež jsou spojené se změnou délkové či objemové roztažnosti. Teploty charakteristické pro různé efekty lze odečítat na dilatometrických křivkách, které jsou vyjádřeny závislostmi $\frac{\Delta l}{l} = f(T)$, $\frac{\Delta V}{V} = f(T)$. Fázové změny se na křivkách objeví jako zlom nebo skok.

Směrnice dilatometrické křivky při dané teplotě vyjadřuje koeficient teplotní roztažnosti (α), $\alpha = \frac{1}{l_0} \left(\frac{dl}{dT} \right)$ za konstantního tlaku. Kde dl je prodloužení způsobené změnou teploty dT . Tento koeficient je ve většině případů pozitivní, ale může být i negativní např. u materiálů, které obsahují nitridy nebo oxidy na bázi ZrW_2O_8 . V některých případech se může jednat i koeficient anizotropický [3].

Z něho lze vypočítat objemový koeficient (β), $\beta = \frac{1}{V_0} \left(\frac{dV}{dT} \right)$, za konstantního tlaku. Kde dV je změna objemu způsobená změnou teploty dT [2].

Většina měření pomocí této metody musí probíhat v pevném stavu látky, tedy přeměny solid – solid. Obecně je tato metoda nepřesná, pokud je překročena teplota tání materiálu [3].

Pro průmyslové využití se dilatometrie uplatňuje v konstrukci IRA (TTT - time – temperature -transformation) a ARA (CCT - continuous cooling transformation) diagramů. Proto se dilatometrie stává velmi důležitou metodou k pozorování fázových změn kovů během tepelného zpracování a lze jejím prostřednictvím předvídat mnoho vlastností, které mohou být využity i ve výzkumu nových materiálů [3].

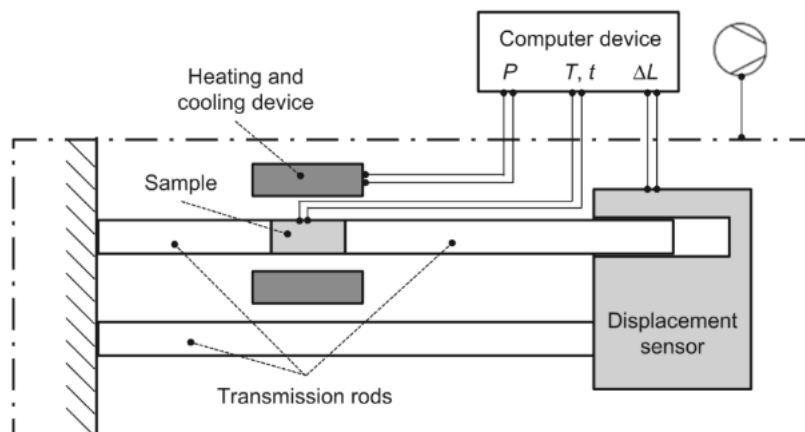
2.2.2 Měřicí systém

Dilatometrů (měřících přístrojů) existuje velké množství. Zaměřují se na různé oblasti použití, např. velmi přesný přístroj na změření koeficientu tepelné roztažnosti, kalící dilatometry, které zaznamenávají fázovou transformaci při rychlém ohřátí či ochlazení nebo kombinace délkové roztažnosti s přidavným zařízením, které umožňuje deformaci vzorku [3].

Obecně celé zařízení zahrnuje tyto části [3] (Obrázek 1):

- Počítačová jednotka – programování a kontrola termických cyklů a jejich ukládání a další interpretování.
- Zařízení pro ohřev (ochlazení) v kontrolované atmosféře – pícky, indukční cívky.
- Měřicí systémy – času, teploty, délky.

- Přídavné zařízení – např. pruty z Al_2O_3 vyvozují napětí ve vzorku u deformační dilatometrie nebo použití solné lázně při izotermické transformaci. Tato zařízení nejsou běžnou součástí klasického dilatometru.



Obrázek 1 – Schématický diagram kalícího a deformačního dilatometru používajícího systém prutů pro měření délkové změny

Teplotní rozsah, kterého lze dosáhnout v píce dilatometru, může být v rozmezí od pokojové teploty až do 2800°C . Při takto vysokých teplotách se využívá principu sálání a musí být použity speciální materiály topných těles (Fe-Cr-Al slitiny, SiC, W, grafit). S tímto typem pícky je možné ohřívat rychlostí až 100°C/s [3]. U teplotně deformačních/kalících dilatometrů se používá indukční ohřev. Jsou schopny dosahovat při ohřevu i ochlazování rychlosti až 4000K/s [4]. S tím také souvisí kontrola teploty zkoumaného vzorku, k tomu se využívá termočlánků. Používají se hlavně termočlánky typu K (CrNi/Ni) nebo S (PtRd/Pt), které se na vzorek bodově navaří. Jak správně svařit termočlánek s povrchem vzorku je uvedeno v příslušných normách. Kromě termočlánek lze teplotu kontrolovat bezdotykově pyrometrem [3].

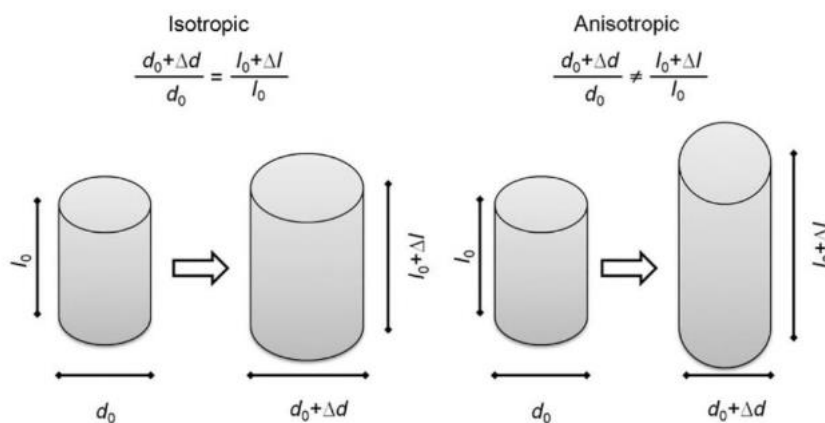
K měření délkové roztažnosti se používají pruty z SiO_2 . Jsou používány ve dvou různých způsobech, které volíme podle toho, abychom co nejlépe obsáhli definovaný experiment. Oba způsoby využívají etalon, který ve sledovaných teplotách neprochází fázovou přeměnou a jehož délková roztažnost je předem známá [8]:

- Přímo – měření dilatace přímo na vzorku. Dilatace etalonu je využita pouze k registraci teploty [8].
- Nepřímo – měří se zároveň dilatace vzorku a etalonu. Jejich rozdíl je zaznamenáván v závislosti na teplotě. Změna teploty je odvozena ze známé teplotní roztažnosti etalonu. To zvýrazní i malé změny dilatace vzorku na dilatační křivce. Využití při sledování fázových změn při rychlém ohřevu nebo ochlazení = kalení [8].

2.2.3 Analýza dilatometrické křivky

Hlavní sledované veličiny v dilatometrii jsou čas, teplota, změna délky, popřípadě změna průměru nebo síly. Změna délky je vždy spojená se změnou průměru za předpokladu, že zkoumaný materiál má izotropní vlastnosti ($\epsilon_l = \epsilon_d = \epsilon$). Ty se také rovnají střední hodnotě poměrného prodloužení ϵ [3].

Změna délky (poměrné prodloužení): $\epsilon_l = \frac{l - l_0}{l_0} = \frac{\Delta l}{l_0}$ a změna průměru (poměrné zúžení): $\epsilon_d = \frac{d - d_0}{d_0} = \frac{\Delta d}{d_0}$. U izotropních materiálů lze lineární aproximací přes změnu délky a průměru, dopočítat změnu objemu. U anizotropních materiálů tyto závislosti neplatí, využívá se složitějších rovnic [3]. Schématický rozdíl je vysvětlen pomocí Obrázek 2 – Rozdíl mezi izotropním a anizotropním tělesem [3] 2.



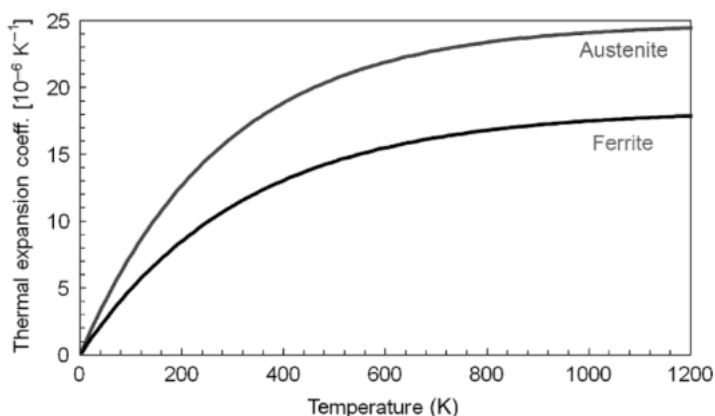
Obrázek 2 – Rozdíl mezi izotropním a anizotropním tělesem [3]

Z toho lze obecně vyvodit koeficient tepelné roztažnosti $\alpha(T) = \frac{d\epsilon}{dT}$. Pokud by bylo dosaženo teploty 0 K, rovná se z fyzikálních důvodů tepelná roztažnost nule.

Pár příkladů materiálu a jejich teplotní roztažnosti je uvedeno v Tabulka 1. Vývoj koeficientu teplotní roztažnosti u austenitu a feritu je znázorněno na obrázku 3.

Tabulka 1 – Koeficient teplotní roztažnosti vybraných kovů [3].

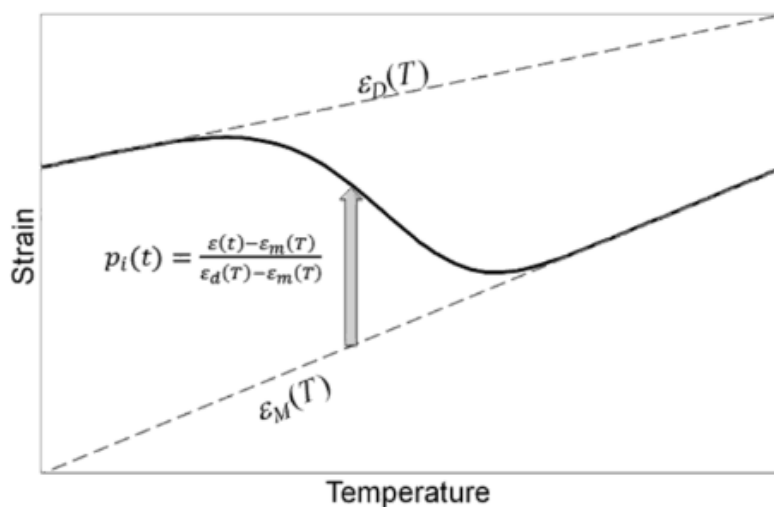
Materiál/fáze	α (10^{-6} K^{-1})	T (K)
Ocel/ferit	18,3	320
Ocel/austenit	24,8	280
Hliník	25	433
Titan/ α	8,9	420
Měď	17	347



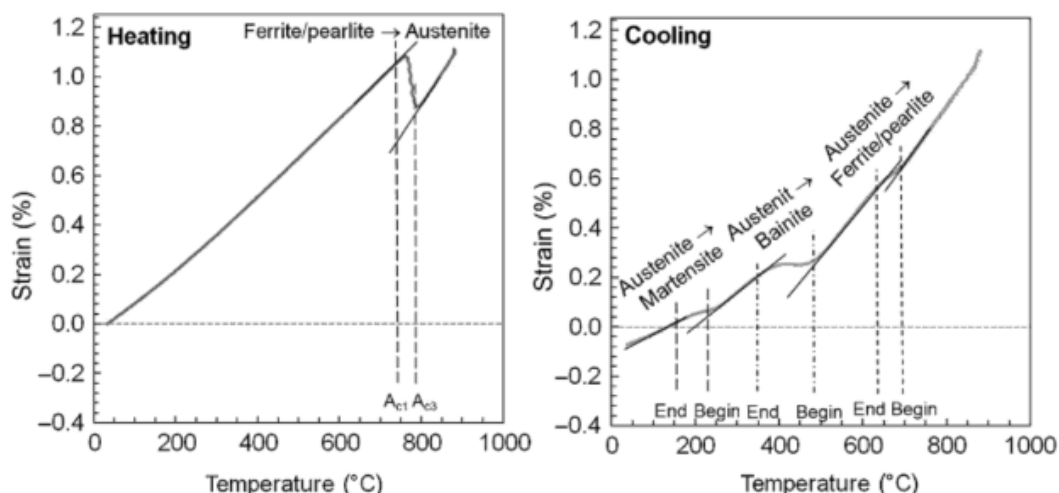
Obrázek 3 – Vývoj koeficientu tepelné roztažnosti u feritu a austenitu [3]

Všechny tyto veličiny se pak používají při konstrukci transformačních fázových diagramů, kde hraje hlavní roli poměrné prodloužení původní fáze oproti fázi nově vzniklé v závislosti na změně teploty. Princip je naznačen na obrázku 4.

Z této teorie o vzniku křivek pak vycházejí reálné dilatometrické křivky. Jako příklad je na obrázku 5 uvedena ocel 20MnCr5.



Obrázek 4 – Princip vyhodnocování z dilatometrické křivky



Obrázek 5 – Dilatometrická křivka zhotovená kontinuálním ochlazováním (ke konstrukci ARA diagramu) materiálu 20MnCr5

2.2.4 Trendy a budoucnost v dilatometrii

Většina vědecky používaných zařízení je široce technologicky pozměněna a zkonstruována tak, aby co nejlépe vyhovovala dané analytické úloze. Hlavním trendem v dilatometrii je proto zvyšující se univerzálnost a široký teplotní rozsah zařízení. Navíc se začíná měřit dilatace ve více směrech, což umožňuje analýzu anizotropie tepelných a transformačních namáhání. Kromě toho lze pozorovat rostoucí diferenciaci dilatometrů pro speciální měřicí úlohy. Např. kryogenní měření se zvýšenou přesností je často spojeno s vývojem zařízení, které je obvykle používáno k provádění měření při pokojové teplotě a nižší.

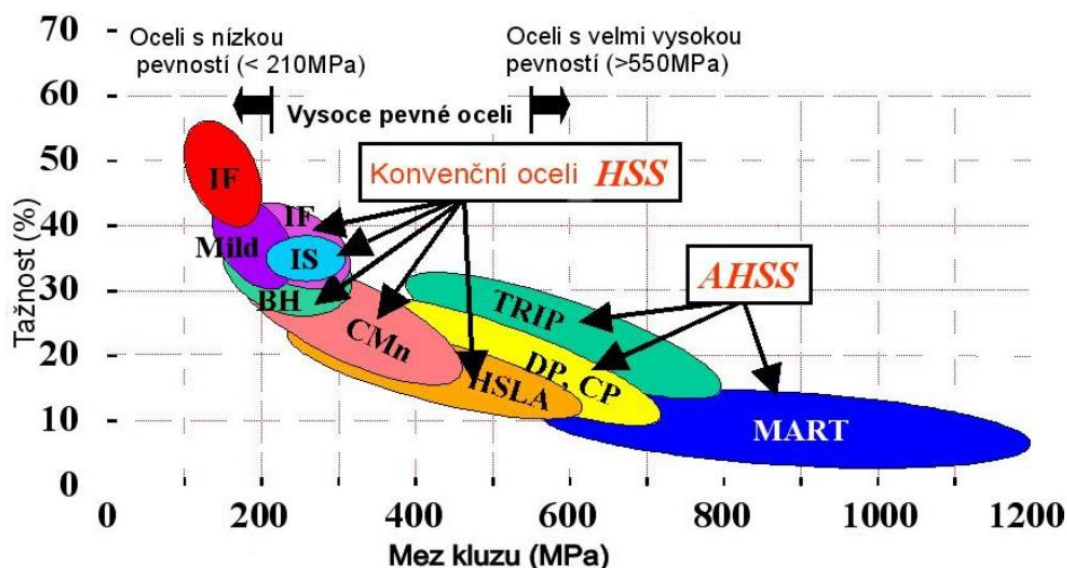
Další trendy kombinují různé technologie senzorů odečítající namáhání vzorku, např. odečítání fázové transformace pomocí změny mikromagnetismu. Dalším příkladem může být kombinace rentgenového záření s měřením posuvu. To dává velmi dobré informace o fázové transformaci a paralelně tak i informace o posuvu krystalové mřížky vzorku. Hloubka průniku rentgenové difrakce je však ve srovnání s objemovým měřením mikromagnetické metody mnohem omezenější. Z tohoto důvodu je třeba ji považovat za lokalizovanější [3].

3 Vysoce pevné oceli

Tyto oceli se mohou dělit na dvě skupiny:

- Konvenční vysoce pevné oceli – HSS – patří sem IF (oceli bez intersticiálních prvků), BH (oceli vytvrzené vypékáním) a HSLA (vysoce pevné nízkolegované oceli).
- Moderní vysoce pevné oceli – AHSS – liší se metalurgií a zpracováním. To vede k různým kombinacím pevnosti, tváritelnosti a zvýšené absorpce energie při nárazu. Patří sem TRIP oceli, DP (dvoufázové oceli), CP oceli [6].

Rozdělení nemá přesně ostré hranice a oceli se definováním svých vlastností (např. mez pevnosti) mohou překrývat (Obrázek 6).



Obrázek 6 – Rozdělení vysoce pevných ocelí a jejich charakteristické vlastnosti [6]

3.1 Vysoce pevné nízkolegované oceli

Vysoce pevné nízkolegované (HSLA = High-strength low-alloy) oceli nebo mikrolegované oceli jsou navrženy tak, aby poskytovaly lepší mechanické vlastnosti a větší odolnost proti atmosférické korozi než konvenční uhlíkové oceli. Nejsou považovány za legované oceli v klasickém slova smyslu. Jsou navrženy tak, aby prioritně splňovaly specifické mechanické vlastnosti a dále také chemické složení (HSLA oceli mají mez kluzu větší než 275 MPa).

Většina HSLA ocelí má nízký obsah uhlíku (0,05- 0,25 % C), aby se dosáhlo přiměřené tváritelnosti a svařitelnosti. Mají obsah manganu až 2,0 %. Dále obsahují malé množství chromu, niklu, molybdenu, mědi, dusíku, vanadu, niobu, titanu a zirkonia [5].

3.1.1 Rozdělení HSLA

Oceli HSLA byly klasifikovány jako samostatná kategorie, která je podobná válcovaným ocelím s malým obsahem uhlíku a se zlepšenými mechanickými vlastnostmi získanými přidáním malého množství legujících prvků (do 1 %). To se odráží ve skutečnosti, že oceli HSLA jsou obecně klasifikovány podobně jako uhlíkové oceli nikoli jako legované oceli. U HSLA ocelí jsou navíc výrobcem často garantovány minimální mechanické vlastnosti, přičemž specifické chemické složení slitiny zůstává na uvážení výrobce oceli [5].

Lze je rozdělit do šesti základních kategorií:

- Oceli s odolností proti atmosférické korozi
- Mikrolegované feriticko perlitické oceli
- Válcované perlitické oceli
- Oceli s jehlicovitým feritem
- Dvoufázové oceli
- Oceli s kontrolovatelným tvarem vměstků

Použití ocelí HSLA je velmi široké. Zahrnuje oblast výroby ropovodů, plynovodů, těžkých silničních a terénních vozidel, stavebních a zemědělských strojů, průmyslových zkušebních zařízení, skladovacích nádrží, důlních a železničních vozů, člunů, bagrů, sněžných skútrů a sekaček na trávu. Jsou také neodmyslitelnou součástí materiálové základny automobilového průmyslu. Výběr specifické oceli závisí na řadě aplikačních požadavků, včetně redukce tloušťky, odolnosti vůči korozi, tvarovatelnosti a svařitelnosti [5].

3.2 Moderní vysoce pevné oceli

AHSS (Advanced High-strength steel) byly vyvinuty již v 70. letech minulého století, když bylo provedeno na DP ocelích interkritické žíhání a následně kalení. Tyto oceli vykazovaly významné zvýšení poměrného prodloužení při stejné mezi pevnosti oproti HSLA ocelím [17].

V dnešní době už se AHSS oceli dělí na několik generací [17].

- I. generace-patří sem už zmíněné DP oceli (dvoufázové oceli), CP oceli (multifázové, komplexní oceli) a TRIP oceli (oceli s transformovaně indukovanou plasticitou). V experimentální části diplomové práce jsou zkoumány právě oceli TRIP.
- II. generace – tato generace zahrnuje austenitické nerezové oceli, TWIP oceli, L-IP oceli. Tyto oceli jsou více legované (důsledkem je vyšší tažnost, větší pevnost), proto nevyhází nákladově tak příznivě jako I. generace. Náročné je také jejich průmyslové zpracování.

- III. generace – jelikož je výroba ocelí AHSS ocelí II. generace náročná, přichází do budoucna na řadu oceli III. generace, které by měly být kombinací dvou předchozích.

3.2.1 TRIP oceli

TRIP efekt je pozorován jak u vysoce legovaných austenitických ocelí, tak i nízkolegovaných multifázových ocelí. Podobnost mezi těmito skupinami materiálů představuje poměr pevnosti a tažnosti, vysoký potenciál mechanického zpevnění, citlivost na teplotu a napět'ová závislost na mechanických vlastnostech. Chemické složení TRIP ocelí musí být upraveno tak, aby se dosáhlo požadované vícefázové mikrostruktury s dostatečným množstvím stabilního zbytkového austenitu [6].

Výjimečné vlastnosti TRIP ocelí jsou způsobeny napět'ově indukovanou přeměnou zbytkového austenitu na martenzit během zatěžování. Mikrostrukturní pozorování ukazují, že dochází k přeměně části zbytkového austenitu na martenzit. Množství přeměny závisí na stupni tváření. Tato přeměna je indukována napět'ově. Austenit by však měl být během plastické deformace mechanicky stabilní, aby došlo k TRIP efektu až v závěrečné fázi tváření, jinak se přemění na martenzit již v raných fázích deformace a bude mít nepříznivý vliv na tažnost. Kromě napětí je dalším faktorem ovlivňujícím transformační chování také teplota. Čím nižší je provozní teplota, tím nižší napětí je nutné pro vyvolání přeměny a tím větší je její vliv na zpevnění. Souběžně s napět'ovým zpevněním je dosaženo růstu tažnosti, čímž se současně zlepší pevnost i tažnost [6].

3.2.2 Použití TRIP ocelí

Vlastnosti těchto ocelí (pevnost až 1200 MPa a tažnost kolem 35 %) je činí stabilními pro použití jako náhradu běžných nízkouhlíkových ocelí. Oceli s TRIP efektem jsou především vhodné pro absorbování vysoké energie rázu při deformaci (crash-testy). Tyto vlastnosti je předurčují k použití do nárazníkových zón a výztuží aplikovaných v různých částech automobilu.

4 Aplikace dilatometrických analýz

Následující kapitola popisuje výzkumy z oblasti dilatometrických analýz, které se týkají konkrétních materiálů, a dále popisuje dosažené výsledky experimentu. Obecně se dilatometrické analýzy doplňují o mikrostrukturní analýzy, tak je tomu i v tomto případě.

4.1 Deformační dilatometrie martenzitické mikrolegované oceli

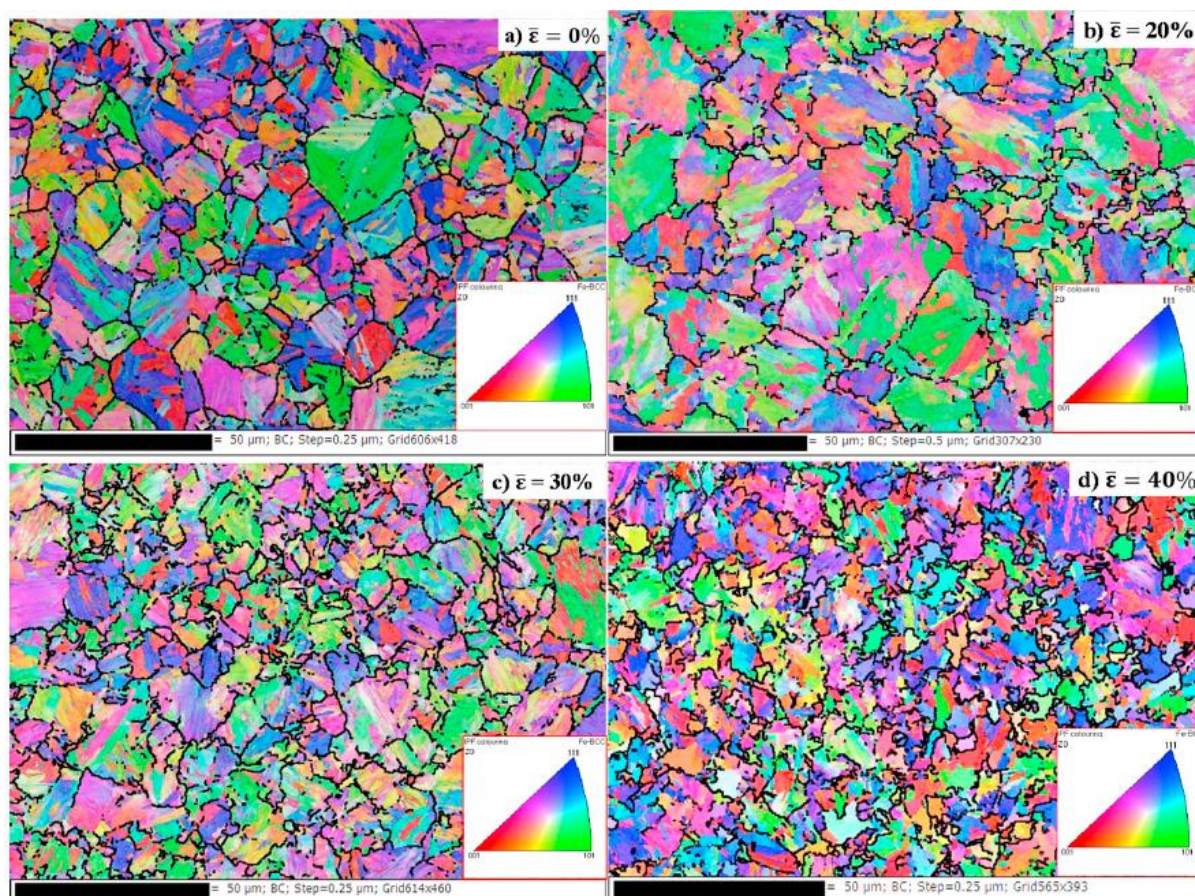
Tento experiment byl proveden na Dalarnaské univerzitě ve Švédku. Pracovníci na této univerzitě zkoumali vliv deformace nad teplotou A_{c3} na velikost a tvar austenitického zrna a také na výslednou martenzitickou strukturu. K tomu využili elektronovou mikroskopii – analýzu pomocí EBSD (Electron backscatter diffraction = difrakce zpětně odražených elektronů) a měření mikrotvrdosti [7].

Z nízko uhlíkové martenzitické oceli (0,17 %C - 0,24 %Si - 1,3 %Mn) byly připraveny vzorky o výšce 10 mm a průměru 5 mm. Byly vyrobeny z pásů vzniklých po válcování a rychle zchlazených, aby vznikla čistě martenzitická struktura. Dále byly umístěny mezi pruty z materiálu Al_2O_3 – sloužící k deformování vzorku na hydraulickém principu. Poté byl vzorek vložen do cívky, která indukovala teplo [7].

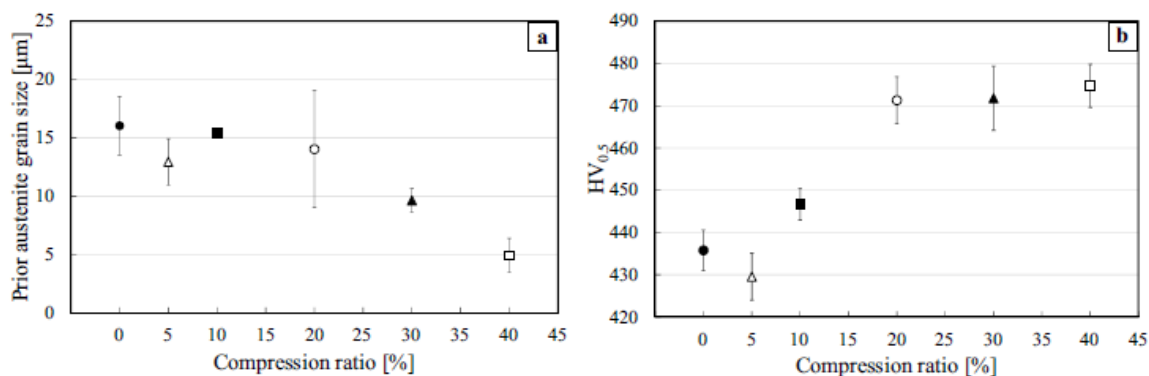
Experimenty byly nastavené tak, aby bylo dosaženo teploty 890 °C a rychlostí 10 °C/s. Výdrž na teplotě byla 300 s, což je čas pro homogenizaci austenitu. Poté proběhla deformace 0, 5, 10, 20, 30 a 40 % při rychlosti stlačování 10 mm/s. Následně byly zchlazeny na pokojovou teplotu pomocí plynu helia rychlostí 100 °C/s. Tato cesta byla vybrána jako nejpodobnější klasickému válcování s kalením při martenzitické struktuře [7].

EBSD snímky (Obrázek 7) ilustrují změnu velikosti původního austenitického zrna. S tím je spojená i morfologie změny martenzitu. Větší zrna usnadňují martenzitickou transformaci, jehlice martenzitu může nekontrolovatelně růst. Menší zrna snižují výslednou velikost martenzitických jehlic, proto jsou menší a jemnější [7].

Ze změny velikosti původního austenitického zrna a mikrotvrdosti (Obrázek 8) je patrné, že deformace do 20 % neměla žádný výraznější vliv. Průměrná velikost zrna se pohybovala okolo 15 μ m. Při dosažení deformace 30 % se výsledná průměrná velikost snížila na 10 μ m. To je podporováno i výsledky z měření mikrotvrdosti, kde se stoupajícím procentem deformace se zvyšuje i tvrdost [7].



Obrázek 7 – EBSD snímky martenzitické struktury po předchozí deformaci (a) 0 %, (b) 20 %, (c) 30 %, (d) 40 %. Barvy značí různou směrovou orientaci martenzitických jehlic. Černá brava označuje hranice původního austenitického zrna.



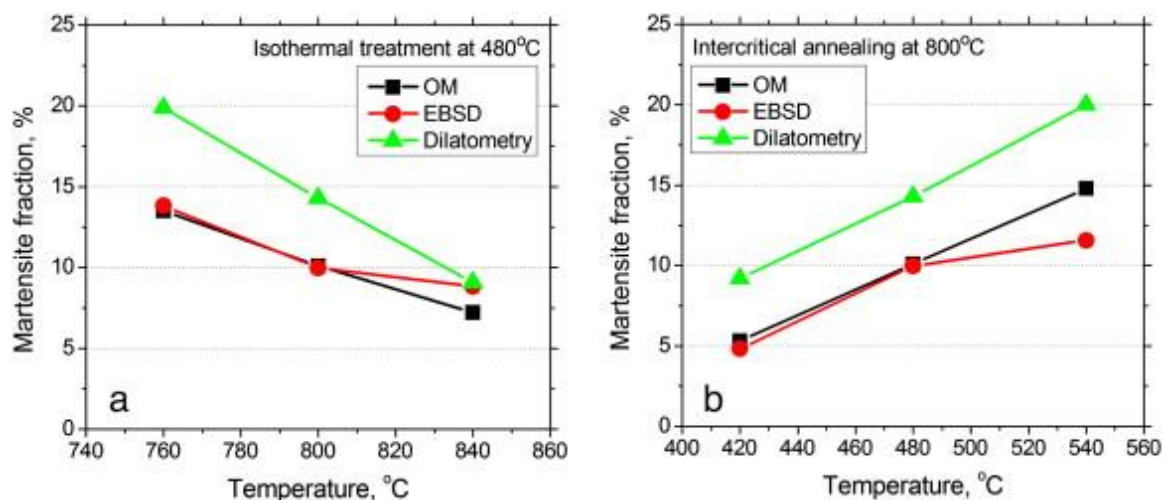
Obrázek 8 – (a) velikost původního austenitického zrna, (b) mikrotvrdost v závislosti na deformaci

4.2 Určování podílu fází

V literatuře lze dohledat články, ve kterých se dilatometrické analýzy používají nejen k mikrostrukturním popisům nebo k tvorbě ARA a IRA diagramů, ale i k odečtení podílu vzniklých fází z dilatometrické křivky. To je pak možné porovnávat s výsledky z optické mikroskopie nebo s EBSD analýzou.

Tímto problémem se zabývali vědci z korejského institutu materiálových věd. Ti si jako experimentální materiál zvolili DP ocel 0,06 %C – 0,1 %Si – 2,0 %Mn. Aby vznikla požadovaná dvojfázová struktura, bylo navrženo interkritické žihání následované řízeným ochlazováním na teplotu izotermické výdrže a dochlazení [11].

Do experimentu byl navržen rozsah teplot interkritického žihání 760-840 °C a izotermické výdrže 480–540 °C. Tato studie poskytla kvantitativní srovnání mezi třemi významnými metodami fázové analýzy ocelí, které v tomto případě měří frakce martenzitu v DP oceli (Obrázek 9). Světelná mikroskopie a EBSD analýza se ve výsledcích téměř shodovaly, ale dilatometrická analýza přeceňuje podíl martenzitu v konečné mikrostruktuře, i když vykazovala srovnatelný trend s ohledem na podmínky zpracování. Obě mikroskopické metody mohou díky problému s rozlišením vykazovat určitou ztrátu objemu martenzitu (hlavně po hranicích zrn), zatímco dilatometrie také vede k nejednoznačnosti v důsledku anizotropní dilatace transformační plasticity a nejistoty parametrů mřížky. Z měření vyplývá, že pro praktické použití je vhodnější mikroskopická analýza, zejména světelná. Dilatometrie je však stále velmi užitečná, protože poskytuje informace o transformační kinetice tepelného cyklu [11].



Obrázek 9 – Objemový podíl martenzitu ve struktuře – (a) – různé teploty interkritického žihání, (b) – různé teploty izotermické výdrže [11].

5 Fázové přeměny v pevném stavu

Z obecného hlediska mohou být fázové přeměny:

- Difúzní – uskutečňují se tepelně aktivovanými pohyby atomů = difúzními mechanismy. Při fázové transformaci může, ale nemusí docházet ke změně chemického složení fází. Obvykle se uskutečňují mechanismy nukleace zárodků a jejich růstu. Základní typy difúzních fázových transformací mohou tvořit precipitační reakce, eutektoidní transformace, reakce uspořádání atomů a alotropické přeměny [9].
- Bezdifúzní – jsou označovány transformace, u nichž jsou přesuny jednotlivých atomů od začátku do konce přeměny kratší než meziatomová vzdálenost. V ocelích tento produkt vzniká při ochlazování z teploty austenitizace rychlostí větší, než je rychlost kritická. Produkt bezdifúzní přeměny ve slitinách na bázi železa se nazývá martenzit. Toto označení se ale používá i v jiných kovových i nekovových materiálech [9].

5.1 Martenzitická přeměna

Pokud je austenit přechlazen až do oblasti tak nízkých teplot, že již není možná účinná difúze jak substitučních, tak intersticiálních prvků, mění se bezdifúzní přeměnou v martenzit = nerovnovážený přesycený tuhý roztok v železe α . Aby vznikla tato nerovnovážná fáze, je nutné ochladit zaustenitizovanou ocel pod teplotu M_s v čase kratším, než je doba potřebná pro zahájení perlitické nebo bainitické přeměny. Minimální rychlost, při které jsou potlačeny tyto přeměny austenitu, se označuje jako kritická rychlost kalení [8].

5.1.1 Struktura a mechanismus vzniku martenzitu

Martenzit vzniká smykovým mechanismem, kterým se vytvářejí desky s velkou tendencí ke koherenci s výchozím austenitem. Martenzit v ocelích je nerovnovážným přesyceným tuhým roztokem uhlíku v železe α . Má mřížku tetragonální prostorově středěnou, přičemž atomy uhlíku přednostně obsahují jednu ze tří možných oktaedrických intersticiálních poloh a způsobují deformaci BCC mřížky železa α . Tetragonalita mřížky martenzitu je definována obsahem uhlíku [9].

5.1 Bainitická přeměna

Pod nosem feritické a perlitické křivky IRA diagramu v důsledku snížené difúze probíhá rozpad austenitu odlišně [12].

Čím bude teplota izotermického rozpadu nižší, tím větší množství feritu z austenitu vzniká (překrystalizace mřížky gama na mřížku alfa) a až následně se vytváří z přesyceného feritu cementit. Protože ferit vznikající v tomto teplotním rozsahu obsahuje navíc uhlík, tvoří takto přeměněný ferit jehlicovité útvary. Strukturu, která takto vzniká pod nosem křivky, nazýváme bainit [12].

V důsledku této jehlicovité struktury se spodní bainit vyznačuje značnou pevností a poměrně vysokou houževnatostí. Protože existuje výrazný rozdíl v mechanických vlastnostech bainitu vznikajícího těsně pod nosem a bainitu vznikajícího nad teplotou M_s , dělíme ho na horní s malou tvrdostí a pevností a na spodní s velkou tvrdostí a pevností (až nad 1500MPa) [12]. Na rozdíl od perlitické přeměny probíhá bainitická přeměna intenzivně hned od počátku a ke konci se zpomaluje. Proto není často bainitická přeměna úplná a ve struktuře zůstává zbytkový austenit, který se při izotermické výdrži v oblasti tvorby bainitu stabilizuje tak, že ani dalším intenzivním podchlazením se zcela nepřemění (dokonce ani na martenzit) [13].

5.2 Software JMatPro

Jednou z nejpoužívanějších metod na zjišťování fázových přeměn – fázových diagramů je jejich modelování pomocí software JMatPro. Softwarový nástroj JMatPro, což je zkratka pro software Material Properties založený na programovacím jazyce Java, je sada počítačových programů, které byly vyvinuty společností Thermotech Ltd. a Sente Software Ltd. pro předpověď široké škály vlastností materiálů. JMatPro odstartoval v roce 1998 jako projekt financovaný konsorciem společností a instituce, které má zájem rozšířit své kapacity pro modelování vlastností materiálů. JMatPro byl navržen tak, aby jej mohl používat jakýkoli technik nebo vědec, který využívá materiálové vlastnosti jako součást své každodenní práce [14].

Vlastnosti mnoha ocelí závisí především na složkách mikrostruktury, jako je ferit, perlit, bainit a martenzit méně pak na stabilních materiálových fázích. JMatPro používá kombinovaný přístup termodynamiky a fyzikální modely popisující fázovou transformaci v obecných ocelích. V prvním kroku se zadává chemické složení oceli, teplota austenitizace a velikost zrna, která je důležitým faktorem pro porovnání různých diagramů stejné oceli [14].

V případě nestandardních (ne-normovaných) ocelí slouží však tento software spíše k získání základní představy o experimentálním materiálu. Při konfrontaci s reálnými mikrostrukturními analýzami nemusí být úplně přesný.

6 Experimentální program

Hlavním cílem experimentu bylo zjištění teplot fázových přeměn za podmínek ohřevu a ochlazování, které simulují reálné parametry tepelného zpracování experimentálních ocelí. Jako zkoumaný materiál byly zvoleny experimentální nízkolegované, vysoce pevné oceli typu TRIP.

Samotnou dilatometrickou křivku je nutné doplnit o mikrostrukturní analýzy k přesnému vyhodnocení získaných mikrostruktur. K rychlému porovnání dosažených mechanických vlastností bylo použito i měření tvrdosti a mikrotvrdosti dle Vickerse. Na základě výsledků dilatometrických analýz bylo navrženo konkrétní tepelné zpracování experimentálních ocelí, které bylo realizováno na větších vzorcích na termo-mechanickém simulátoru. Mechanické vlastnosti po tepelném zpracování byly stanoveny zkouškou tahem na malých plochých vzorcích. Tak byly zjištěny základní mechanické vlastnosti jako je mez kluzu $R_{p0.2}$, mez pevnosti R_m , tažnost A a mechanická tvrdost pro srovnání s dilatometrií.

6.1 Charakteristika výchozích materiálů

Pro experimentální program byly využity čtyři nově navržené nízkolegované vysoce pevné oceli. Jejich chemické složení je uvedeno v tabulce 2. Všechna uvedená chemická složení byla provedena na optickém emisním spektrometru Bruker Q4 TASMAN.

Tyto oceli byly odlity ve formě ingotů, které dosahovaly hmotnosti cca 50 kg. Po ztuhnutí ingotu byla odstraněna hlava a pata. Ingot se rozřezal na menší kusy, které byly homogenizačně žíhány na teplotě 1100 °C po dobu 6 hodin s vychlazením v peci v ochranné argonové atmosféře. Poté byly polotovary překovány na hydraulickém lisu. Kování předcházelo ohřev na 1100 °C s dobou výdrže 1 hodinu. Kování bylo nejprve provedeno na rovných kovadlech ke srovnání profilu. Poté se pokračovalo na tvarových kovadlech. Celkem bylo kování provedeno v osmi krocích (38 mm, 32 mm, 27 mm, 27 mm, 30 mm, 26 mm, 22 mm, 20 mm). Mezi kroky byl polotovar dohříván v peci na kovací teplotu. Chlazení po kování bylo provedeno v uzavřené studené peci. Po ukončení překování byly tyče vyžíhány na 900 °C po dobu 1 hodiny a také vychlazeny ve studené peci. Z takto zpracovaných tyčí byly vyrobeny na drátové řezačce vzorky na dilatometrické analýzy. Vzorky mají tvar malého válečku – výšky 10 mm a průměru 5 mm.

Tabulka 2 – Chemické složení experimentálních ocelí

0,08%Ti	C	Si	Mn	Mo	Nb	Ti
	0,20	1,76	1,45	0,019	0,059	0,078
0,2%Mo – 0,08% Ti	C	Si	Mn	Mo	Nb	Ti
	0,21	1,79	1,45	0,21	0,061	0,078
0,4%Mo – 0,08% Ti	C	Si	Mn	Mo	Nb	Ti
	0,23	1,82	1,43	0,39	0,058	0,078
VS – bez sledovaných legujících prvků	C	Si	Mn	Mo	Nb	Ti
	0,21	1,74	1,42	0,013	0,060	<0,001

6.2 Charakteristika použitých přístrojů

Experimentální část této diplomové práce byla hodnocena pomocí přístrojů, kterými disponuje převážně metalografická laboratoř Regionálního technologického institutu.

6.2.1 Dilatometrické analýzy

Experimentální část této diplomové práce byla provedena na vysokorychlostním kalícím a deformačním dilatometru od firmy Linseis (Obrázek 10). Parametry, dle kterých je přístroj definován, jsou v tabulce 3.

Pro všechna měření byla navržena stejná teplota austenitizace 950 °C / 600 s. Následovalo rychlé ochlazení – přístroj byl nastaven tak, aby se za 3 s zchladil vzorek na požadovanou izotermickou výdrž (a zabránilo se rovněž tvorbě feritické a perlitické transformace). Poté byly zvoleny základní teploty v rozmezí 425 °C–650 °C (Tabulka 4), na kterých byla provedena izotermická prodleva. Následné dochlazování na pokojovou teplotu probíhalo 900 s (Obrázek 11).

Dilatometrické křivky byly hodnoceny pomocí software Linseis Evaluation, který byl zakoupen současně s přístrojem. Software automaticky nevyhodnocuje transformační body. Obsluha je musí z ohřívacích a ochlazovacích křivek dohledat sama, což vyžaduje jistou zkušenost a praxi. K určování bodů fázových přeměn se do jisté míry dá využívat mikrostrukturních analýz, měření tvrdosti a mikrotvrdosti. Mikrostrukturní analýzy slouží hlavně k tomu, aby se podle nich zjistilo, jaký transformační bod by se měl na ochlazovací křivce nacházet.



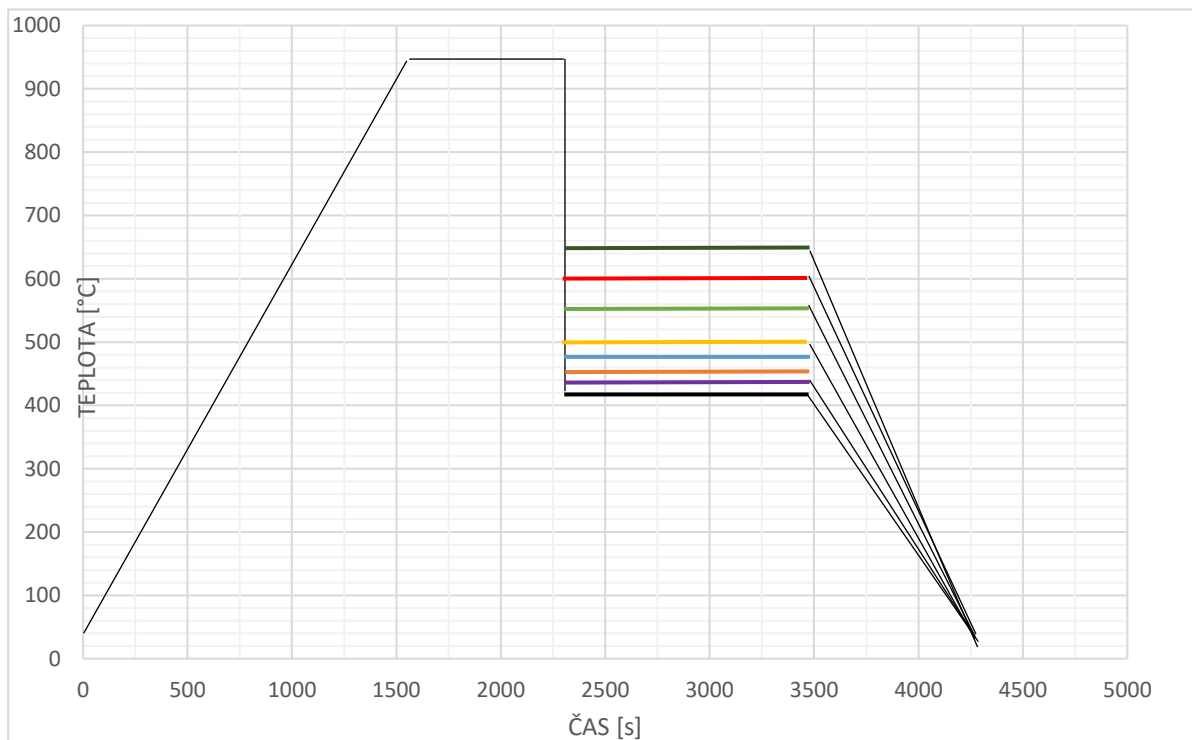
Obrázek 10 – Dilatometr L78 RITA – QDT [4]

Tabulka 3 – Přehled základních parametrů [4]

Model	DIL L78/RITA Q/D/T Kalení, deformace, napětí
Vytápění:	indukční
Teplotní rozsah:	-100 °C až 1600 °C
Geometrie vzorků:	ø 5 (3) mm, délka 10 mm
Rychlost ohřevu:	≤ 125 K/s
Ochlazovací rychlost:	≤ 125 K/s
Deformační síla:	22 kN
Rychlost deformace:	0,02 až 100 mm/s
Rozsah délkových změn:	+/- 5 mm
Proplachování komory:	plynem He

Tabulka 4 - zvolené teploty izotermické výdrže, teplota austenitizace 950 °C

číslo měření	výdrž [°C]
1.	425
2.	450
3.	475
4.	500
5.	525
6.	550
7.	600
8.	650



Obrázek 11 - programovací schéma dilatometru, teplota austenitizace 950 °C

6.2.2 Mikrostrukturní analýzy a příprava metalografických vzorků

Po tepelném zpracování dilatometrem byl ze vzorku zhotoven metalografický výbrus v podélném směru. Vzorky jsou velmi malé, proto byly zalisovány celé bez řezání. Poté následovalo broušení, kdy byl vzorek zbroušen přibližně do své poloviny. Dále se postupovalo klasickým způsobem. To znamená: dokončování broušení na brusném papíru zrnitosti 1200 a leštění ve 3 krocích (9 μm , 3 μm , 1 μm). Takto připravený metalografický výbrus byl leptán 3% Nitalem po dobu několika sekund.

Po úspěšném leptání byl vzorek dokumentován nejprve pomocí invertovaného světelného mikroskopu Olympus GX51 při všech dostupných zvětšeních (do 1000x). Pro lepší identifikaci velmi jemných minoritních fází byl tento experiment doplněn o skenovací elektronovou mikroskopii. K tomu byl použit elektronový mikroskop Tescan 3SBH SEM a Zeiss Crossbeam Auriga 340. Z takto získaných snímků se určovaly fáze vzniklé po tepelném zpracování.

K doplnění znalostí o těchto experimentálních materiálech byl použit tvrdoměr Wolpert 432 – SVD, kde se měřila tvrdost HV 10. U některých materiálů byla sledována i mikrotvrdost HV0,01 a ta byla testována pomocí mikrotvrdoměru LECO LM248 AT.

6.2.3 XRD analýza

XRD analýza (X-Ray Diffraction – rentgenová difrakce) je výkonná nedestruktivní technika pro charakterizaci krystalických materiálů. Poskytuje informace o strukturách, fázích, preferovaných orientacích krystalů a dalších strukturálních parametrech, jako je průměrná velikost zrna, krystalinita, deformace a defekty krystalu. Extrémní hodnoty XRD jsou vytvářeny konstruktivní interferencí monochromatických rentgenových paprsků rozptýlených ve specifických úhlech z každé sady mřížkových rovin ve vzorku. Intenzity extrémů jsou určeny atomovými polohami v mřížkových rovinách. V důsledku toho je XRD záznam otiskem periodických atomových uspořádání v daném materiálu. Záznam XRD je potom porovnáván se standardizovanou databází, dojde tak k rychlé identifikaci naměřených fází [16].

Při tomto experimentu byl použit přístroj Panalytical X'Pert PRO diffractometer na Akademii věd České republiky v Praze. Byly vyhodnocovány od každého materiálu dva vzorky – teploty izotermické prodlevy 450 °C a 550 °C.

6.2.4 Mechanické vlastnosti

V případě termomechanického zpracování byl využit termo-mechanický simulátor MTS, na kterém bylo provedeno konkrétní navržené tepelné zpracování. Z takto zpracovaných materiálů byly na drátové řezačce zhotoveny malé ploché tahové vzorky. Tahová zkouška byla také provedena na přestavěném simulátoru MTS na tahovou zkoušku. Dokumentace výchozích struktur zpracovaných vzorků ze simulátoru byla rovněž provedena na invertovaném

mikroskopu Olympus GX51. Na elektronovém mikroskopu Zeiss Crossbeam Auriga 340 se následně prováděla fraktografická analýza lomových ploch.

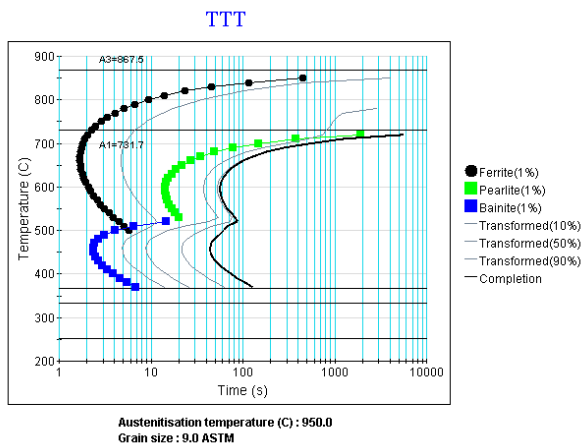
6.2.5 Zjišťování teplot fázových přeměn pomocí softwaru JMatPro

JMatPro je simulační software, který počítá širokou škálu materiálových vlastností slitin a je zaměřen zejména na vícesložkové slitiny používané v průmyslové praxi. Jednou z mnoha vlastností je na základě chemického složení, zadané teploty austenitizace a velikosti zrna vytvoření IRA diagramu.

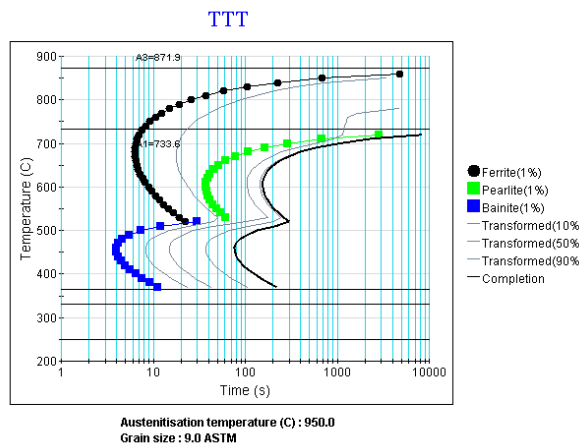
Pro tento experiment byla zvolena teplota austenitizace 950 °C a velikost zrna dle norem ASTM 9 (Obrázek 12, Obrázek 13, Obrázek 14, Obrázek 15).

Pomocí softwaru byly určeny následující teploty:

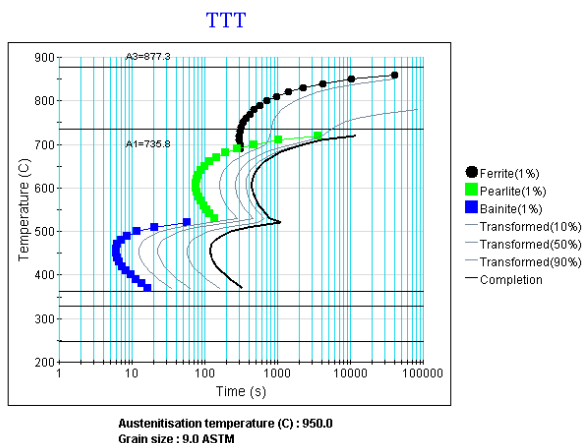
- teploty A_{c1} , A_{c3}
- teplota počátku tvorby feritu F
- teplota počátku vzniku perlitu P
- teplota počátku tvorby bainitu B
- teplota počátku vzniku martenzitu M



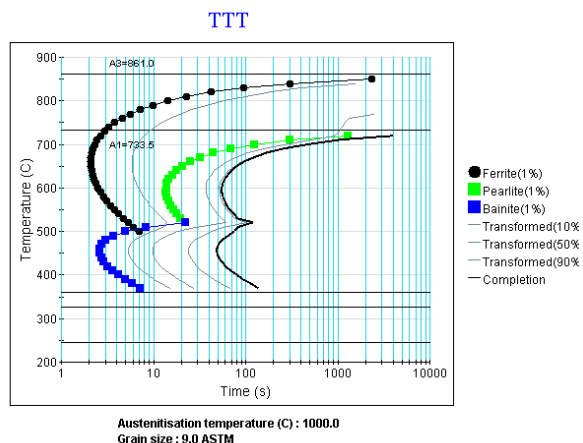
Obrázek 12 - Vypočtený IRA diagram pomocí programu JMatPro pro materiál 0,08%Ti



Obrázek 13 - Vypočtený IRA diagram pomocí programu JMatPro pro materiál 0,2%Mo – 0,08%Ti



Obrázek 14 - Vypočtený IRA diagram pomocí programu JMatPro pro materiál 0,4%Mo – 0,08%Ti



Obrázek 15 - Vypočtený IRA diagram pomocí programu JMatPro pro materiál VS

6.3 Výpočet teplot přeměn

Zvolené experimentální materiály mají velmi podobná chemická složení. Sledují se změny v podílech prvků titanu a molybdenu. Z těchto chemických složení byl pomocí software JMatPro sestaven IRA a ARA diagram, který vypočítá také teploty přeměn všech fází (Tabulka 6). Tyto důležité body byly zkoumány i pomocí dilatometrického měření. K dalšímu porovnávání je možné využít také fenomenologické modely výpočtů teplot přeměny (Tabulka 5). Byly použity tyto [15]:

$$A_{C1} = 742 - 29 C - 14 Mn + 13 Si + 16 Cr - 17 Ni - 16 Mo + 45 V + 36 Cu$$

$$A_{C3} = 925 - 21 \sqrt{C} - 7 Mn + 39 Si - 16 Ni + 13 Mo + 97 V$$

$$B_S = 771 - 231,5 C - 69 Mn - 23 Si - 58,5 Cr - 31 Ni - 55 Mo - 41 V$$

$$M_S = 541 - 401 C - 36 Mn - 10,5 Si - 14 Cr - 18 Ni - 17 Mo$$

Tabulka 5 - Teploty přeměn vypočítané pomocí fenomenologické metody.

	$A_{C1} [^{\circ}C]$	$A_{C3} [^{\circ}C]$	$B_s [^{\circ}C]$	$M_s [^{\circ}C]$
0,08% Ti	741	974	576	387
0,2% Mo – 0,08% Ti	738	977	563	380
0,4% Mo – 0,08% Ti	734	980	547	368
VS	740	972	576	384

Tabulka 6 - Vypočtené teploty přeměn pomocí software JMatPro, při zadaných parametrech: austenitizace 950 °C, velikost zrna ASTM 9

	$A_{C1} [^{\circ}C]$	$A_{C3} [^{\circ}C]$	$B_s [^{\circ}C]$	$M_s [^{\circ}C]$
0,08% Ti	731	867	534	366
0,2% Mo – 0,08% Ti	733	871	533	364
0,4% Mo – 0,08% Ti	735	877	531	362
VS	733	861	532	360

K určení těchto teplot přeměn (A_{c1} , A_{c3} , B_s , M_s) pomocí dilatometrie (Tabulka 7) je nutné zvolit dostatečně pomalé ohřívání, aby bylo zajištěno, co nejpřesnější měření. Byl zvolen tento postup měření:

- Pro zjištění teplot A_{c1} a A_{c3} bylo zvoleno ohřívání $10\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$ do $600\text{ }^\circ\text{C}$, dále pak rychlostí $3\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$ do $1100\text{ }^\circ\text{C}$ (Obrázek 16).
- Pro zjištění teplot B_s a M_s bylo využito ohřevu $5\text{ }^\circ\text{C}/\text{s}$ do $500\text{ }^\circ\text{C}$, $2\text{ }^\circ\text{C}/\text{s}$ do $900\text{ }^\circ\text{C}$, $1\text{ }^\circ\text{C}/\text{s}$ do $1000\text{ }^\circ\text{C}$. Poté následovala prodleva 10 minut a ochlazování definovanou rychlostí $50\text{ }^\circ\text{C}/\text{s}$ na pokojovou teplotu. (Obrázek 17, Obrázek 18). $50\text{ }^\circ\text{C}/\text{s}$ představuje největší reálnou rychlost ochlazování předpokládanou při tepelném zpracování těchto ocelí.

Tabulka 7 - Naměřené hodnoty teplotních přeměn pomocí dilatometrické analýzy.

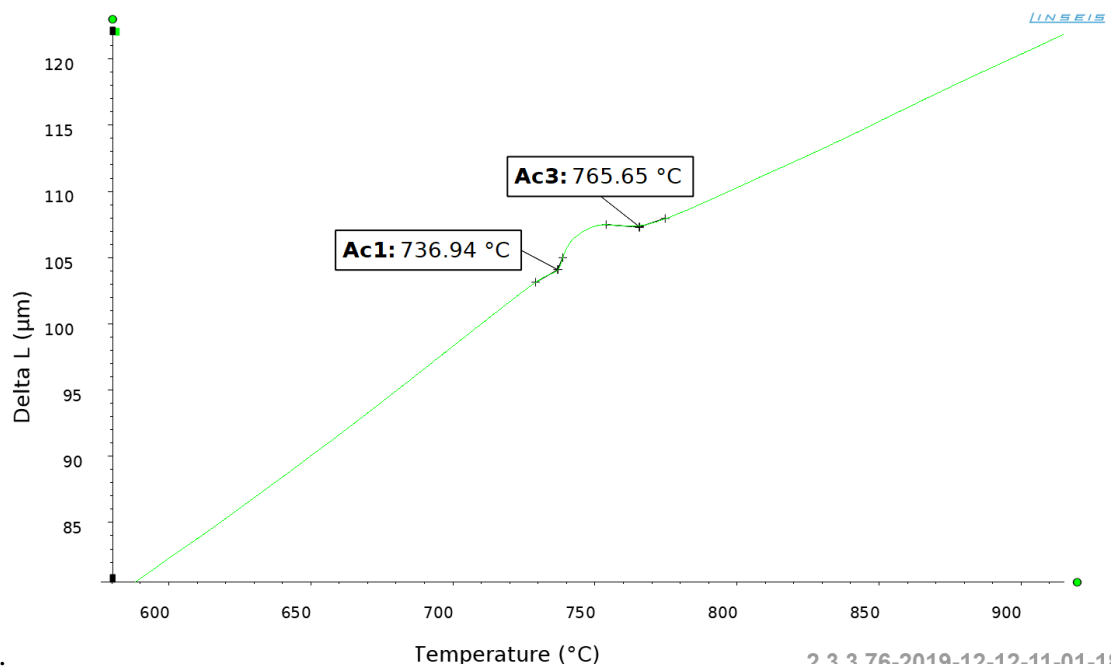
	$A_{c1}[^\circ\text{C}]$	$A_{c3}[^\circ\text{C}]$	$B_s[^\circ\text{C}]$	$M_s[^\circ\text{C}]$
0,08%Ti	736	765	568	396
0,2%Mo – 0,08% Ti	728	778	663	389
0,4%Mo – 0,08% Ti	735	795	603	351
VS	737	778	578	370

Na první pohled je zřejmé, že se dají dobře srovnávat hodnoty teploty počátku tvorby austenitu A_{c1} , teplota konce přeměny na austenit A_{c3} , teplota začátku tvorby bainitu B_s a počátek tvorby martenzitu M_s s naměřenými hodnotami pomocí JMatPro i s hodnotami vypočtenými pomocí fenomenologických modelů.

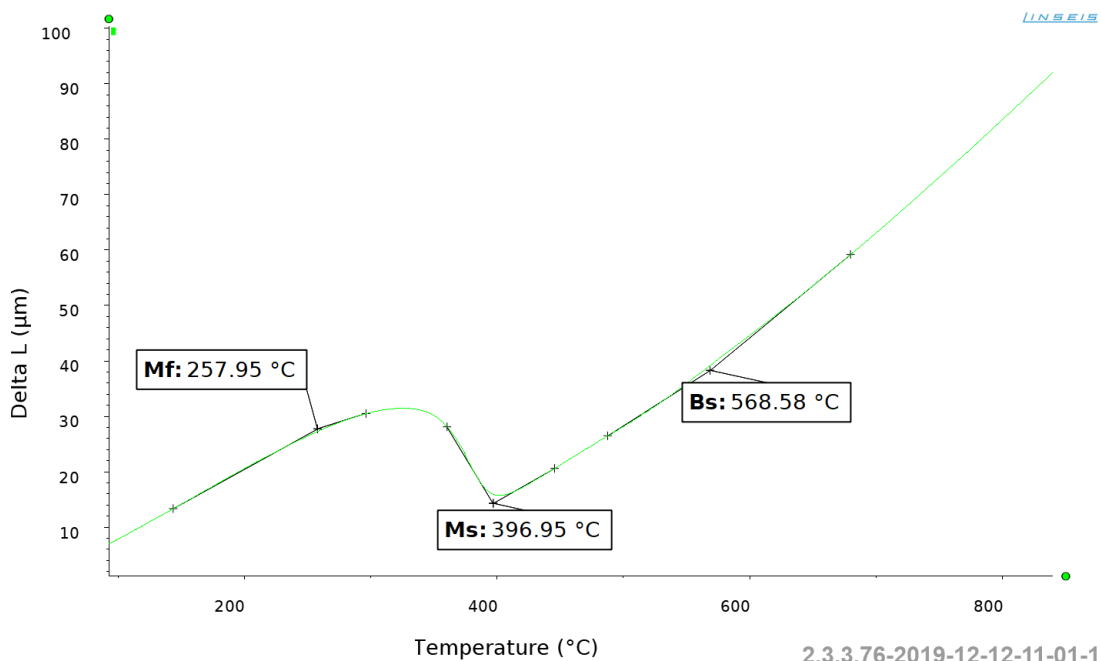
Teplota A_{c1} se prakticky vůbec nelišila. Naproti tomu naměřené a vypočtené hodnoty teploty A_{c3} se od sebe lišily výrazněji. Nejnižší teplota přeměny A_{c3} byla zaznamenána dilatometrickými analýzami v průměru cca $785\text{ }^\circ\text{C}$. Software JMatPro vypočítal teplotu A_{c3} průměrně o $100\text{ }^\circ\text{C}$ vyšší. Fenomenologické modely se v tomto případě ukázaly nejméně přesné. Zde byl rozdíl vůči experimentální dilatometrické analýze až $200\text{ }^\circ\text{C}$.

U teploty počátku tvorby martenzitu M_s jsou téměř všechny hodnoty shodné. U dilatometrických analýz je tato transformace velmi dobře patrná. Na ochlazovací křivce je zřejmý výrazný skok, který značí objemový nárůst této fáze.

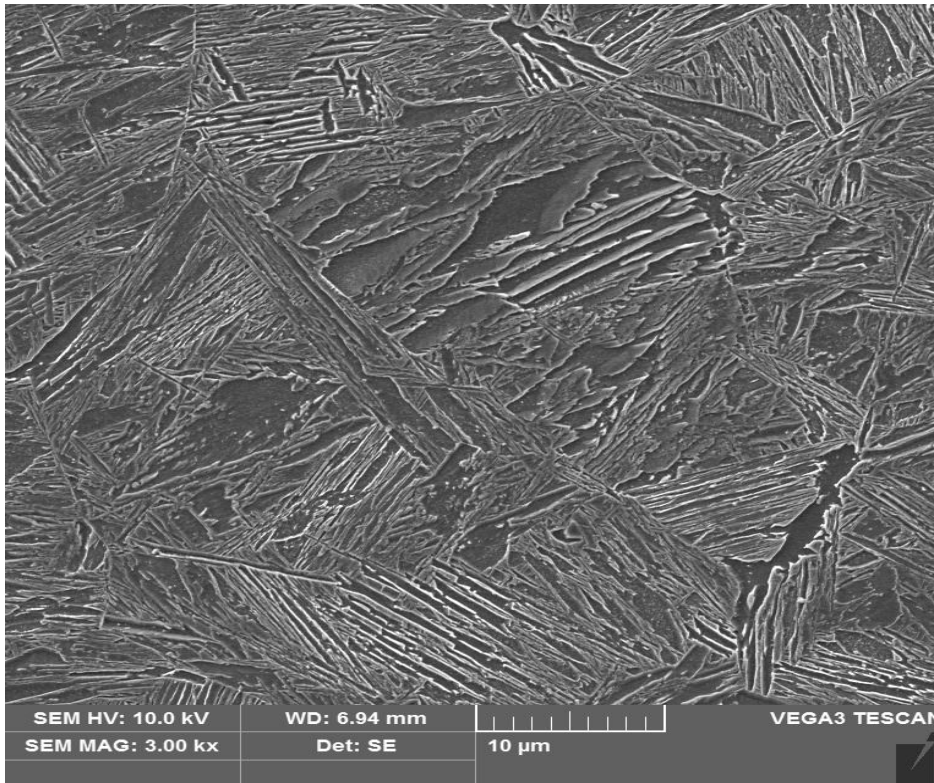
Teplota počátku tvorby bainitu B_s není z dilatometrického hlediska tak jasně zřejmá jako teplota M_s . Z toho důvodu, že nedochází k tak velké objemové změně. Výsledky využitých metod jsou velmi podobné, dá se tedy z obecného hlediska konstatovat, že se jedná o metody spolehlivé.



Obrázek 16 - Ukázka dilatometrické křivky ohřevu při výpočtu A_{c1} , A_{c3} pro materiál 0,08%Ti



Obrázek 17 – Ukázka části dilatometrické křivky ochlazení pro výpočet M_s , B_s pro materiál 0,08%Ti



Obrázek 18 – Mikrostruktura materiálu 0,08%Ti, po procesu výpočtu teplot M_s , B_s . Patrné jsou velké jehlice martenzitu.

6.4 Vyhodnocení dilatometrických analýz

Tato kapitola se věnuje vyhodnocování dilatometrických ohřivacích a ochlazovacích křivek, doplněných o výslednou mikrostrukturu a tvrdost HV10.

6.4.1 Dilatometrická analýza materiálu 0,08%Ti

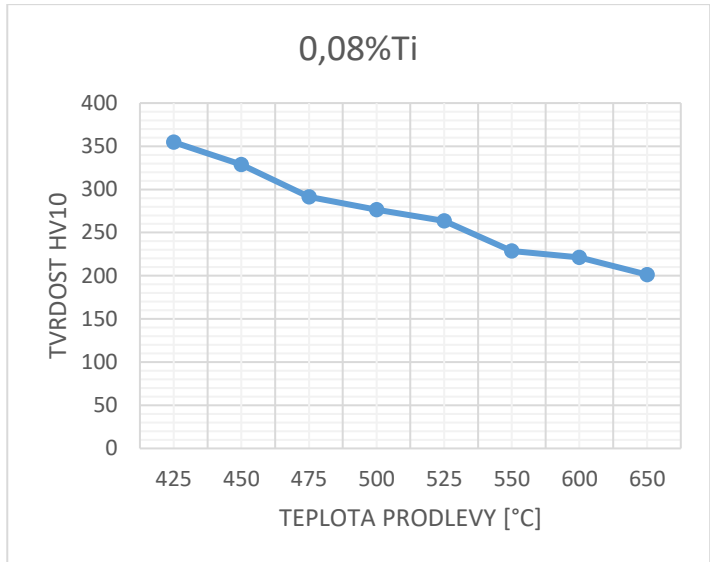
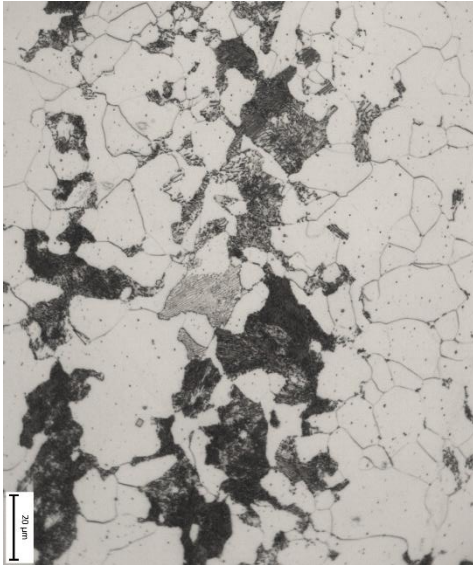
Tato vysoce pevná experimentální ocel je mikrolegovaná přísávkem titanu. Výchozí stav odpovídá struktuře po žihání (Obrázek 19). Z metalografického výbrusu jsou patrná zrna feritu a v páscech rozmístěný lamelární perlit. Postup experimentu je popsán v Tabulka 8.

Tabulka 8 – Přehled provedeného experimentu materiálu 0,08% Ti

izotermická prodleva [°C]	Teploty přeměn [°C]						Výsledná mikrostruktura (viz Příloha 1)	HV 10
	Ac1	Ac3	F	P	B	M		
Výchozí stav po žihání							struktura po žihání, feriticko-perlitická	180
425	738	798			425		dolní bainit, zbytkový austenit, bainitický ferit	355
450	737	794			450		dolní bainit, zbytkový austenit, bainitický ferit	329
475	736	794			475	318	bainitická, bainitický ferit, malé množství jemného martenzitu	291
500	738	792			500	180	bainit, bainitický ferit, jemný martenzit	276
525	738	792			525	235	horní bainit, bainitický ferit, jemný martenzit	264
550	737	790	725	550	474	292	ochlazování po 25 s, směsná struktura, největší podíl feritu, dále pak perlit, bainit, martenzit	229
600	738	792	703	600		235	feriticko-perlitická, karbidy	221
650	738	793	650	545		256	feriticko-perlitická, karbidy	201

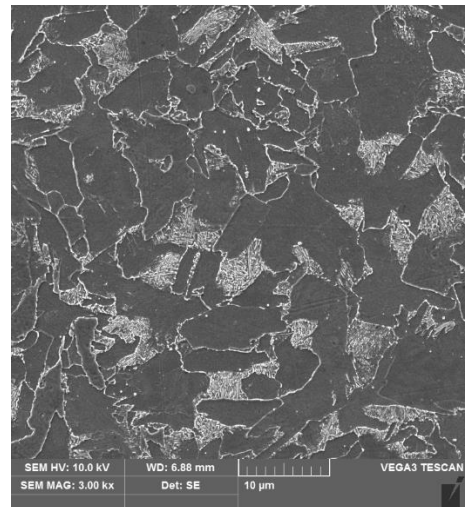
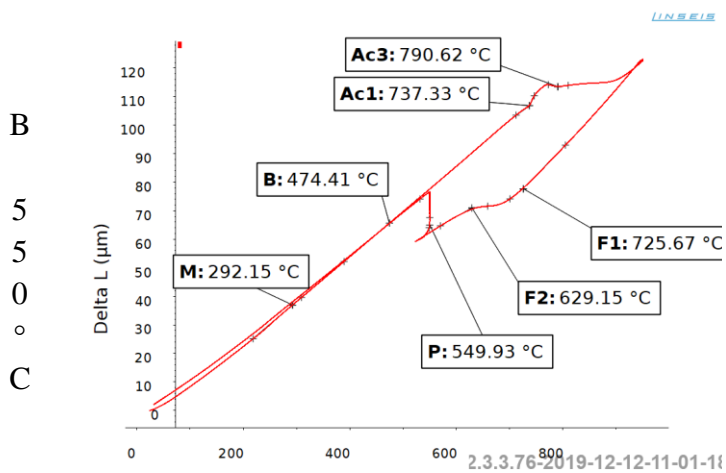
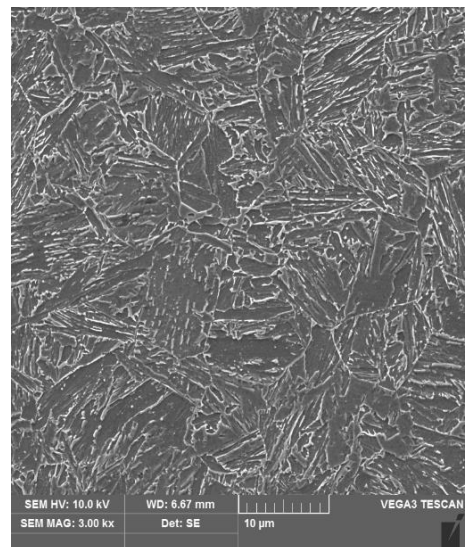
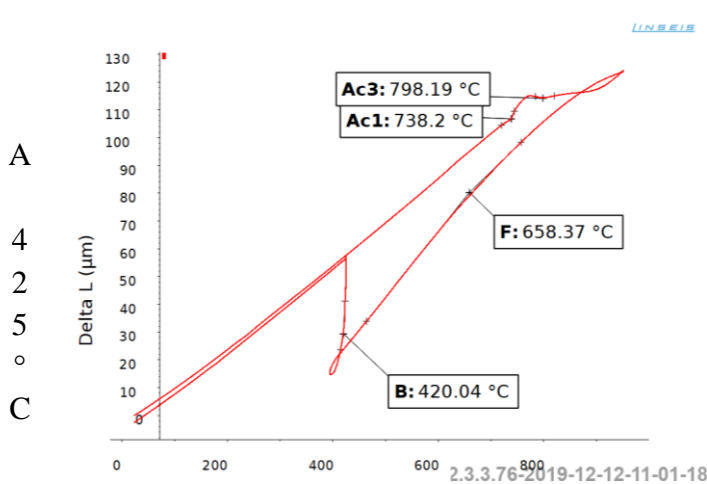
Výše jsou přehledně zaznamenány teploty izotermické výdrže, teploty fázových přeměn a jejich mikrostrukturní rozborů s naměřenou tvrdostí HV 10 (Obrázek 20). Dosažené mikrostruktury přibližně odpovídají mikrostrukturám předpovězeným IRA diagramem vytvořeným softwarem JMatPro. Při izotermické výdrži při 425 °C je struktura čistě bainitická, tomu odpovídá i tvrdost 355 HV10 (Obrázek 21 – A).

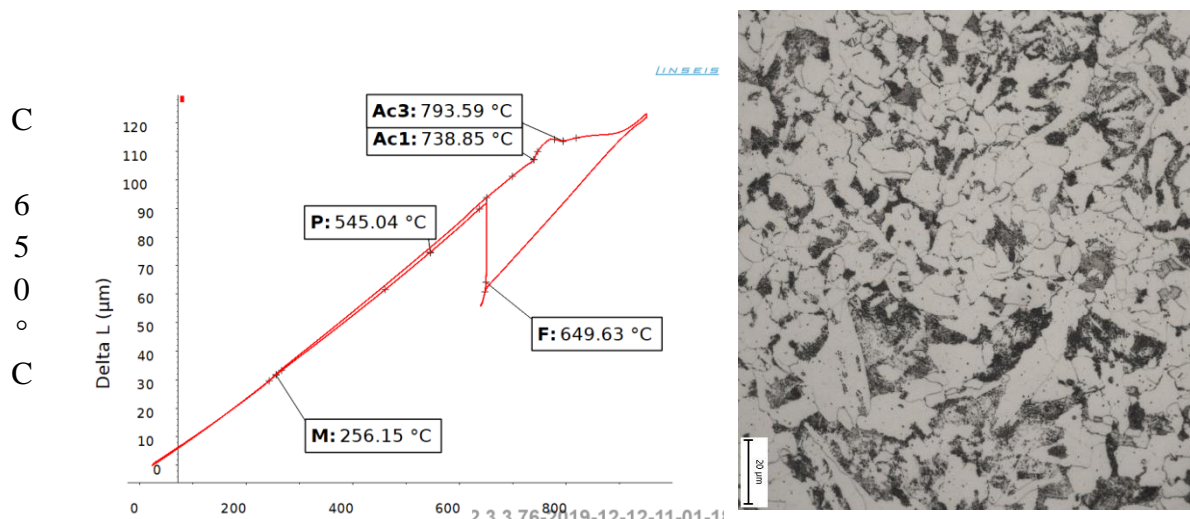
Se vzrůstající teplotou se tvrdost vzorku snižuje pravděpodobně tím, že v mikrostruktuře přibývá feritu a horního bainitu, který je měkčí než dolní bainit (Obrázek 21 - B). Ve velmi malé míře se ve struktuře nacházel i martenzit. Tyto ostrůvky byly velmi malé v řádech μm, na výslednou tvrdost neměly tedy žádný vliv. Na dilatometrických křivkách se to projevilo nepatrným skokem na křivce.



Obrázek 19 – Výchozí stav materiálu

Obrázek 20 – Vývoj tvrdosti HV10 v závislosti na teplotě izotermické prodlevy





Obrázek 21 - Dilatometrické křivky materiálu 0,08%Ti při různých izotermických prodlevách (levá strana) a snímky mikrostruktury (pravá strana). Teploty výdrže A – 425 °C, B – 550 °C, C – 650 °C.

6.4.2 Dilatometrická analýza materiálu 0,2%Mo – 0,08%Ti

Tato vysoce pevná experimentální ocel je mikrolegovaná malými přísadkami titanu a molybdenu. Popis experimentu, mikrostrukturní vyhodnocení a naměřená tvrdost je uvedena v Tabulka 9.

Tabulka 9 - Přehled provedeného experimentu materiálu 0,2%Mo - 0,08%Ti

izotermická prodleva [°C]	Teploty přeměn [°C]						Výsledná mikrostruktura (viz Příloha 2)	HV 10
	Ac1	Ac3	F	P	B	M		
Výchozí stav po žíhání							struktura po žíhání, feritická s lamelárním perlitem	197
425	737	789	597		425		dolní bainit se zbytkovým austenitem, ostrůvky feritu	370
450	737	795	664		450		dolní bainit se zbytkovým austenitem, ostrůvky feritu	338
475	737	792			475	171	bainit se zbytkovým austenitem, jemný martenzit	322

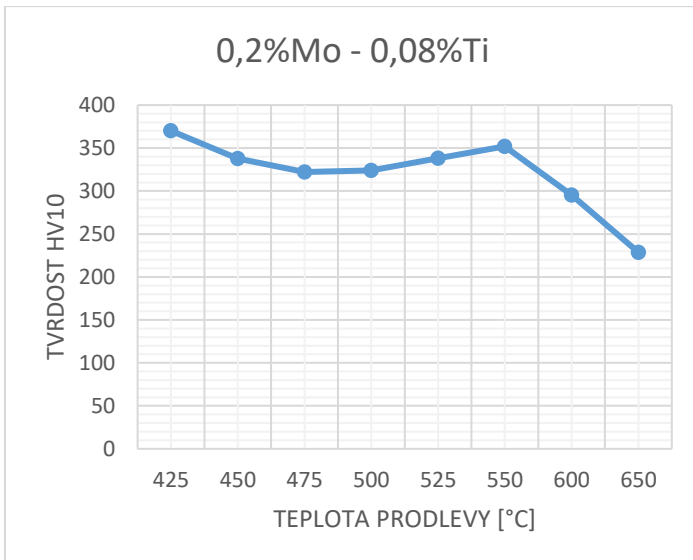
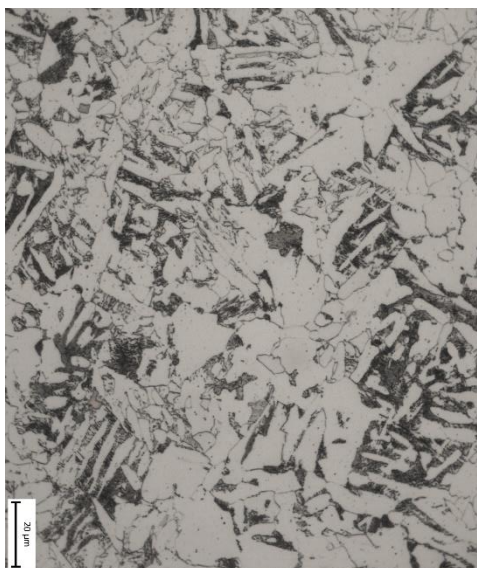
500	736	790			500	156	bainit se zbytkovým austenitem, jemný martenzit	324
525	736	793			525	186	horní bainit se zbytkovým austenitem, podíl martenzitu	338
550	739	795			550	233	horní bainit, bainitický ferit, zbytkový austenit, martenzit	352
600	735	792	600	524		240	feriticko-perlitická, martenzitu	295
650	736	793	650	650		222	feriticko-perlitická, martenzit	229

Výchozí struktura je feritická s lamelárním perlitem (Obrázek 22).

V prvním experimentu s prodlevou 425 °C byla pomocí světelné a elektronové mikroskopie určena jako dominantní bainitická struktura s rozptýlenými ostrůvky feritu. Tyto ostrůvky vznikly tím, že ochlazovací rychlost nebyla dostatečná a došlo tak k protnutí feritického nosu (Obrázek 24 - A). Na ochlazovací části dilatometrické křivky A – 425 °C je vidět teplota počátku přeměny austenitu na ferit F1 a teplota konce přeměny F2. Tento úsek je znázorněn nepatrným skokem na ochlazovací dilatometrické křivce. Přeměna probíhala tedy velmi krátce, proto je zaznamenáno pouze počáteční stádium nukleace feritických zrn.

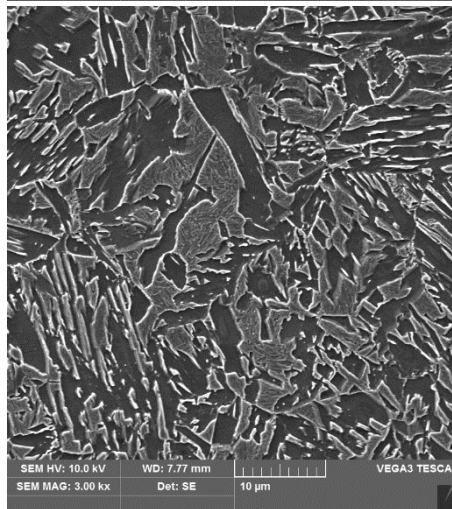
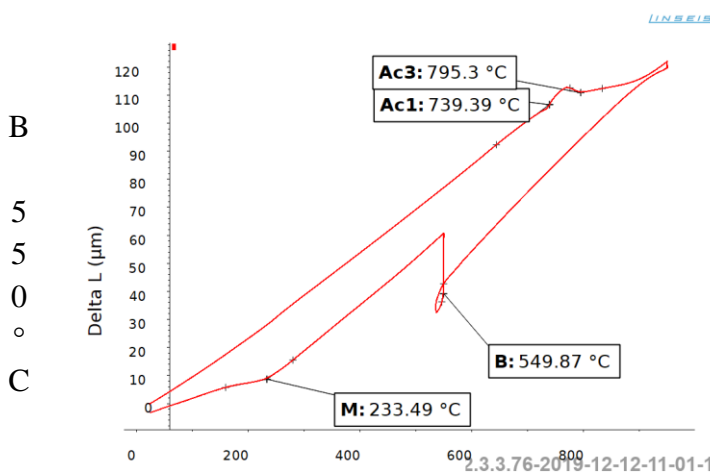
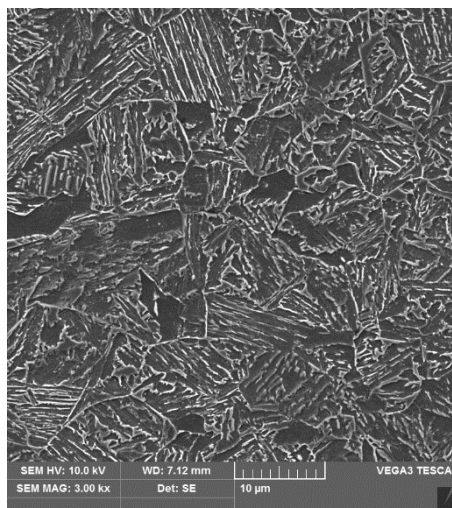
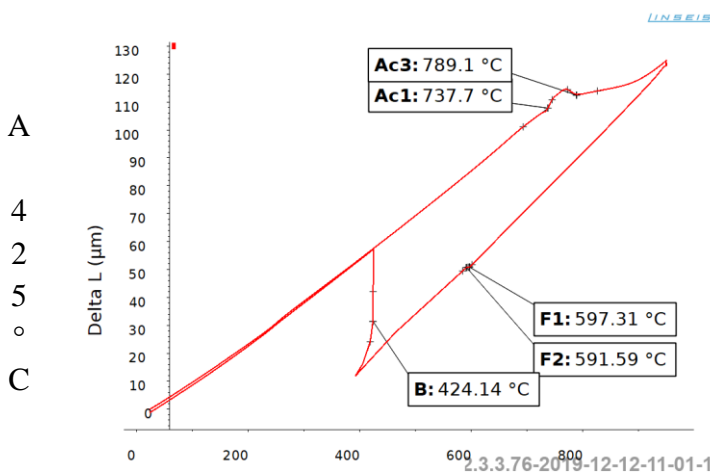
Feritický nos se podařilo protnout i v případě ochlazování na teplotu prodlevy 450 °C. Při těchto experimentech bylo pomocí XRD difraktometru určeno 9 % zbytkového austenitu, který je právě u TRIP ocelí podstatnou složkou. Podíl zbytkového austenitu se se zvyšující teplotou snižuje. Při prodlevě na 550 °C v oblasti horního bainitu jsou to už jen 2 %. Při této prodlevě je na dilatometrické křivce vidět výrazný skok v oblasti martenzitické přeměny. Martenzitické jehlice jsou ale tvořeny ve velmi malém objemu, proto se celková tvrdost zvýšila jen nepatrně (Obrázek 23). Jemné martenzitické jehlice jsou dobře detekovatelné na snímcích z elektronové mikroskopie.

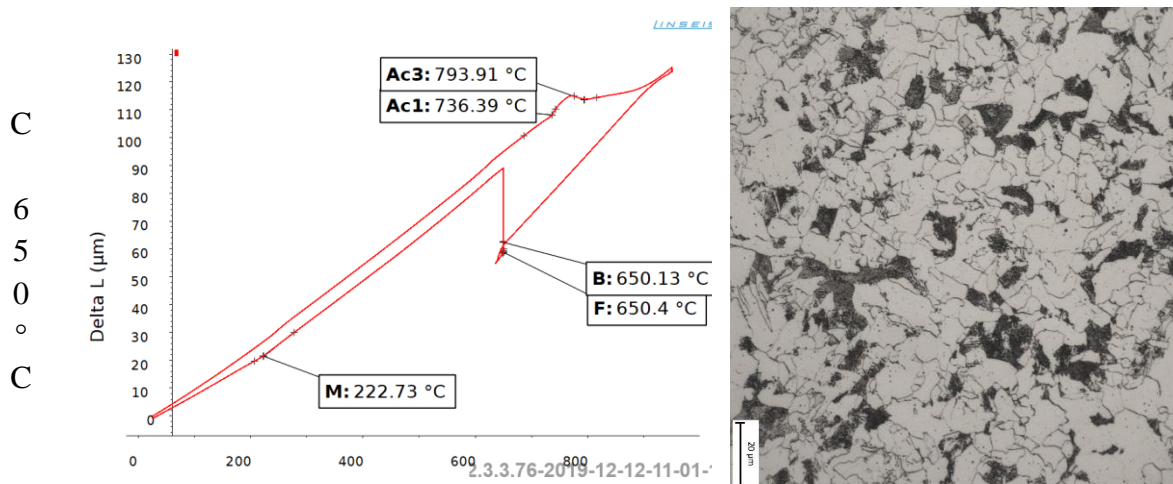
Jinak tvrdost klesá úměrně ke zvyšující se teplotě. Je to dáno hlavně tvorbou feritu a bainitického feritu. Ferit se se vzrůstající teplotou stává dominantní složkou. Podíl martenzitu je v těchto případech minimální.



Obrázek 22 – Výchozí stav materiálu 0,2% Mo - 0,08% Ti

Obrázek 23 - Vývoj tvrdosti HV10 v závislosti na teplotě izotermické prodlevy





Obrázek 24 – Dilatometrické křivky materiálu T21 při různých izotermických prodlevách (levá strana) a snímky mikrostruktury (pravá strana). Teploty výdrže A – 425 °C, B – 550 °C, C – 650 °C.

6.4.3 Dilatometrická analýza materiálu 0,4%Mo – 0,08%Ti

Tato vysoce pevná experimentální ocel je mikrolegovaná malými přídávky titanu (0,08 %) a molybdenu (0,4 %). Výchozí struktura odpovídá žihání (Obrázek 25). Popis experimentu, mikrostrukturní vyhodnocení a naměřená tvrdost je uvedena v Tabulka 10.

Tabulka 10 - přehled provedeného experimentu materiálu 0,4%Mo - 0,08%Ti

izotermická prodleva [°C]	Teploty přeměn [°C]						Výsledná mikrostruktura (viz Příloha 3)	HV 10
	Ac1	Ac3	F	P	B	M		
Výchozí stav po žihání							struktura po žihání, feriticko-perlitická	227
425	733	803			425	208	dolní bainit se zbytkovým austenitem, jemný martenzit	370
450	734	810			450	230	dolní bainit se zbytkovým austenitem, martenzit	355
475	733	808			475	136	bainit se zbytkovým austenitem, bainitický ferit, podíl martenzitu	387

500	733	804			500	208	bainit se zbytkovým austenitem, bainitický ferit, martenzit	412
525	735	806			525	250	horní bainit se zbytkovým austenitem, martenzit	418
550	734	807			550	479	horní bainit se zbytkovým austenitem, bainitický ferit a martenzit	339
600	734	808			540	183	horní bainit, bainitický ferit, martenzit	337
650	734	808	650	487		242	feriticko-perlitická, dlouhé jehlice martenzitu	346

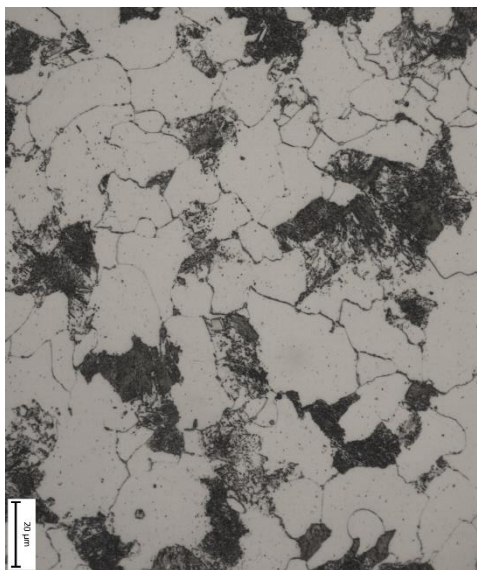
Tento materiál se z mikrostrukturního hlediska jevil jako nejvhodnější, jelikož obsahoval největší podíl zbytkového austenitu ve vhodné směsné struktuře bainitu, bainitického feritu a martenzitu. Podle XRD analýzy bylo dosaženo přijatelného podílu zbytkového austenitu, který by zajišťoval TRIP efekt.

Dle IRA diagramů materiálu 0,4%Mo - 0,08%Ti byla oblast feritického nosu výrazně posunuta na pravou stranu. Tím se u všech transformací podařilo dosáhnout čistě bainitických struktur s jemným martenzitem a zbytkovým austenitem.

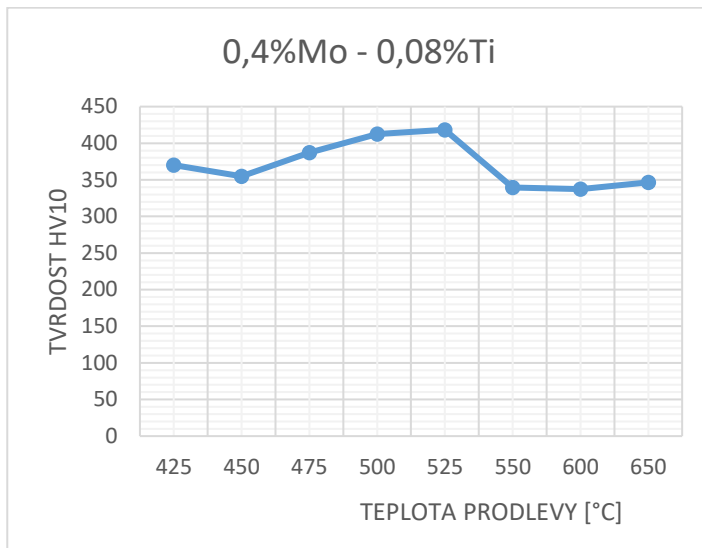
Při izotermické prodlevě 425 °C se transformuje téměř veškerý austenit na bainitickou a martenzitickou strukturu (Obrázek 28 - A). Při vyšších teplotách je na dilatometrické křivce zřejmé, že dochází k tvorbě většího objemu martenzitu. To znamená, že při vyšších izotermických prodlevách dochází ke stabilizaci austenitu, který se pak může transformovat na martenzit.

Největší tvrdost materiálu 0,4%Mo - 0,08%Ti vykazuje oblast kolem 500 °C. Z toho se dá usoudit, že právě v okolí této teploty je nejvyšším podílem martenzitické složky ze všech experimentů (Obrázek 26). Dominantní fází byla ale přesto fáze bainitická.

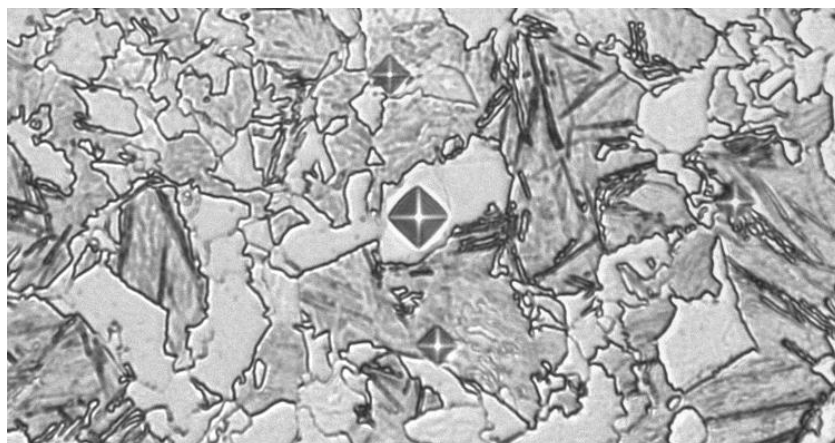
Na metalografickém výbrusu materiálu 0,4%Mo - 0,08%Ti – izotermické prodlevě 650 °C byla provedena zkouška mikrotvrdosti. Z mikrostrukturních snímků jsou totiž patrné velké jehlice martenzitu. Naměřené hodnoty ostrůvků martenzitu měly průměrnou tvrdost 590 HV0,01, oproti tomu dominantní feritická fáze měla průměrnou tvrdost 235 HV0,01 (Obrázek 27).



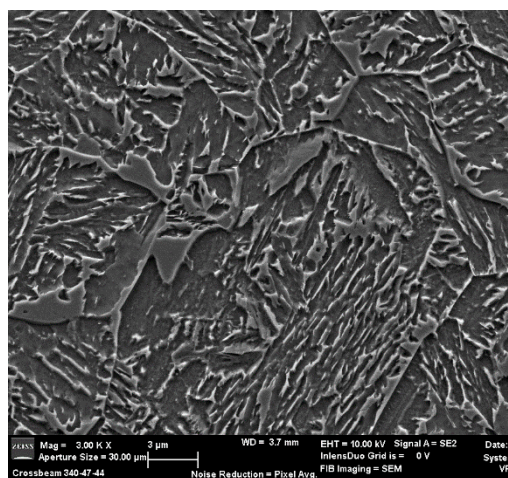
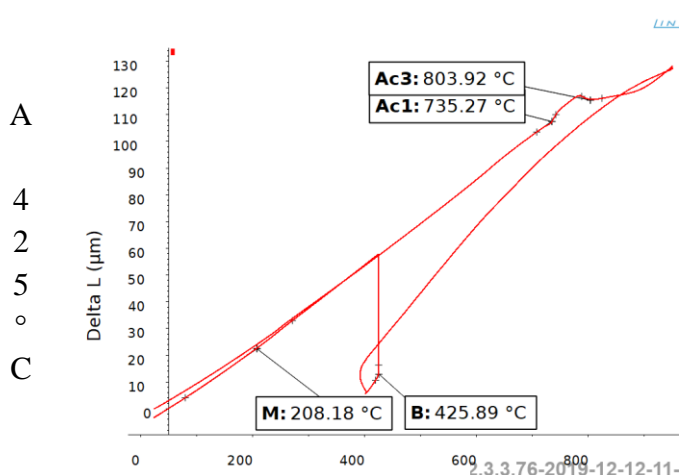
Obrázek 25 – Výchozí stav materiálu
0,4%Mo - 0,08%Ti

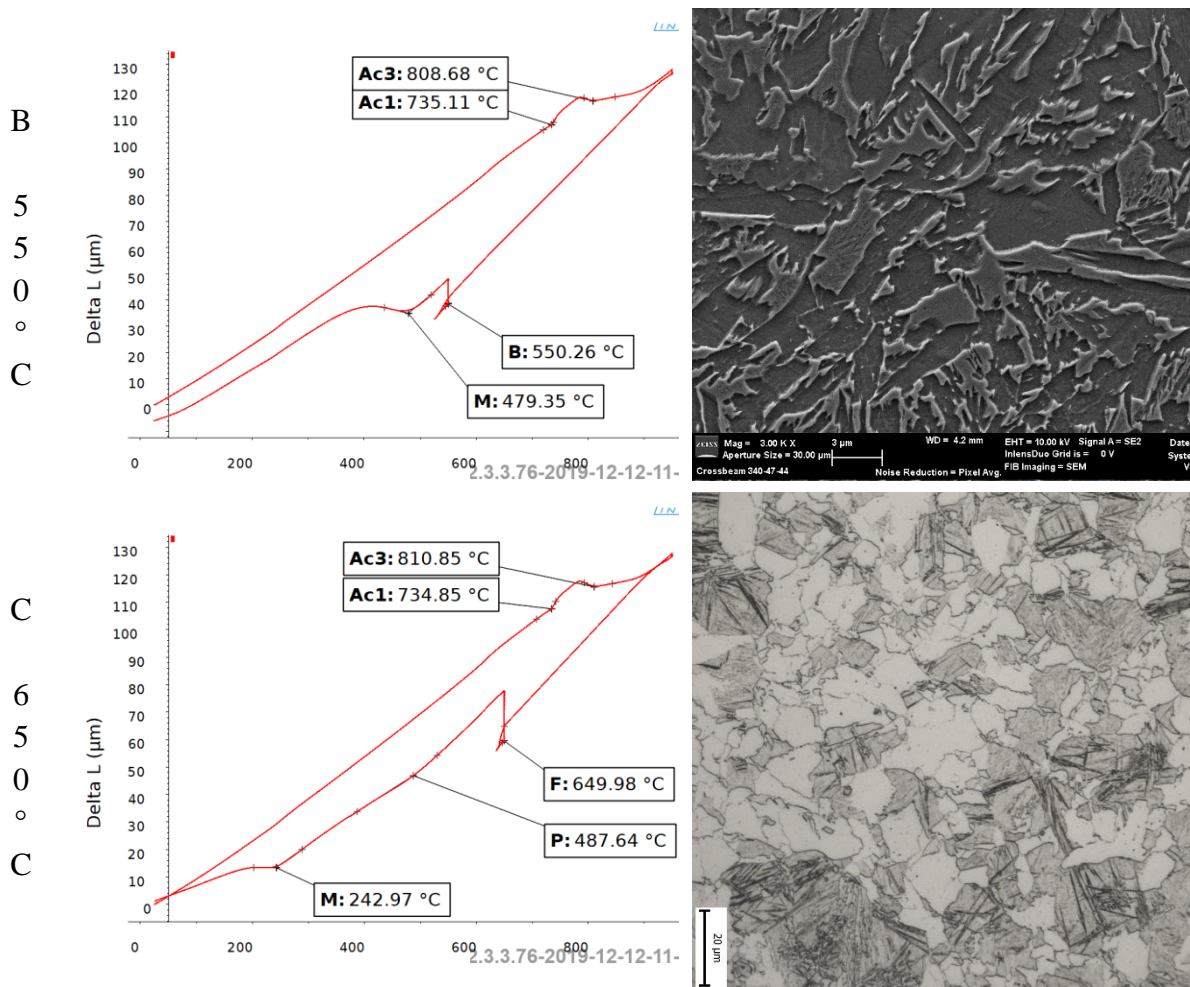


Obrázek 26 - Vývoj tvrdosti HV10 v závislosti na teplotě izotermické prodlevy



Obrázek 27 – Mikrotvrdość HV 0,01 – vtisk uprostřed 250 HV 0,01. Vtisky na krajích 582, 596 HV0,01





Obrázek 28 – Dilatometrické křivky materiálu 0,4%Mo - 0,08%Ti při různých izotermických prodlevách (levá strana) a snímky mikrostruktury (pravá strana). Teploty výdrže A – 425 °C, B – 550 °C, C – 650 °C.

6.4.4 Dilatometrická analýza materiálu VS

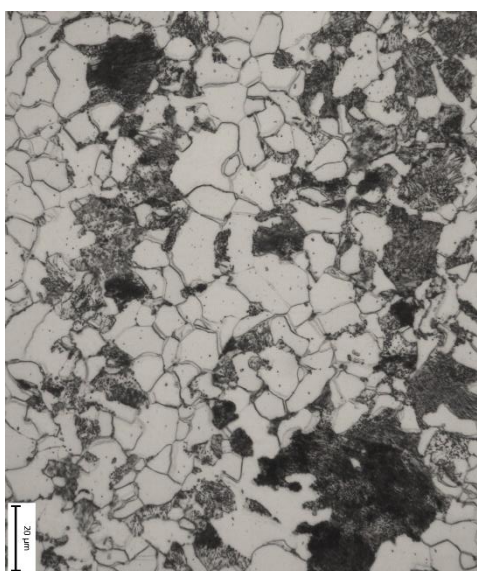
Tento materiál nebyl mikrolegován titanem a molybdenem. Výchozí stav odpovídá vyžíhané struktuře perlitu a feritu (Obrázek 29). Popis experimentu, mikrostrukturní vyhodnocení a naměřená tvrdost je uvedena v Tabulka 11.

Tabulka 11 - Přehled provedeného experimentu materiálu VS

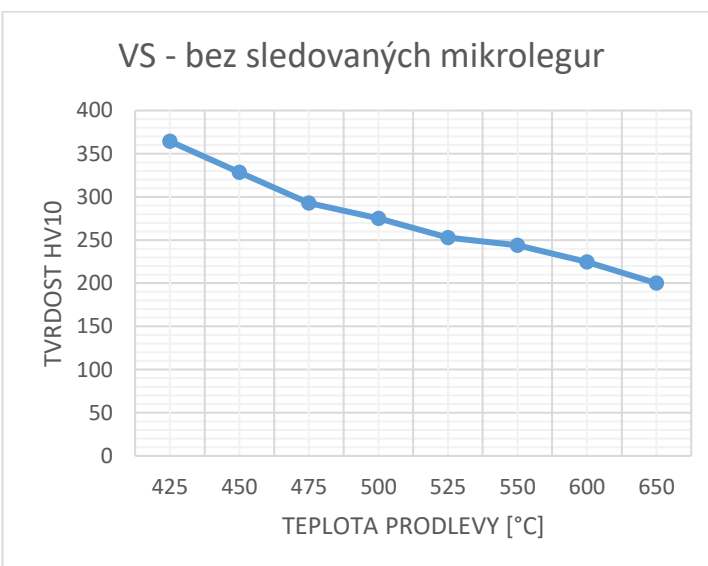
izotermická prodleva [°C]	Teploty přeměn [°C]						Výsledná mikrostruktura (viz Příloha 4)	HV 10
	Ac1	Ac3	F	P	B	M		
Výchozí stav po žíhání							struktura po žíhání, feriticko-perlitická	182

425	740	789			425		dolní bainit se zbytkovým austenitem	364
450	741	790			450		dolní bainit se zbytkovým austenitem	328
475	735	783	682		475		dolní bainit, malé množství feritu	293
500	738	784	651		500		bainit, malé množství feritu	275
525	740	788			525	231	horní bainit, bainitický ferit, martenzit	253
550	739	788			548	224	horní bainit, bainitický ferit, martenzit	244
600	739	788	600	600		361	feriticko-perlitická, martenzit	225
650	739	790	650	650			feriticko-perlitická	200

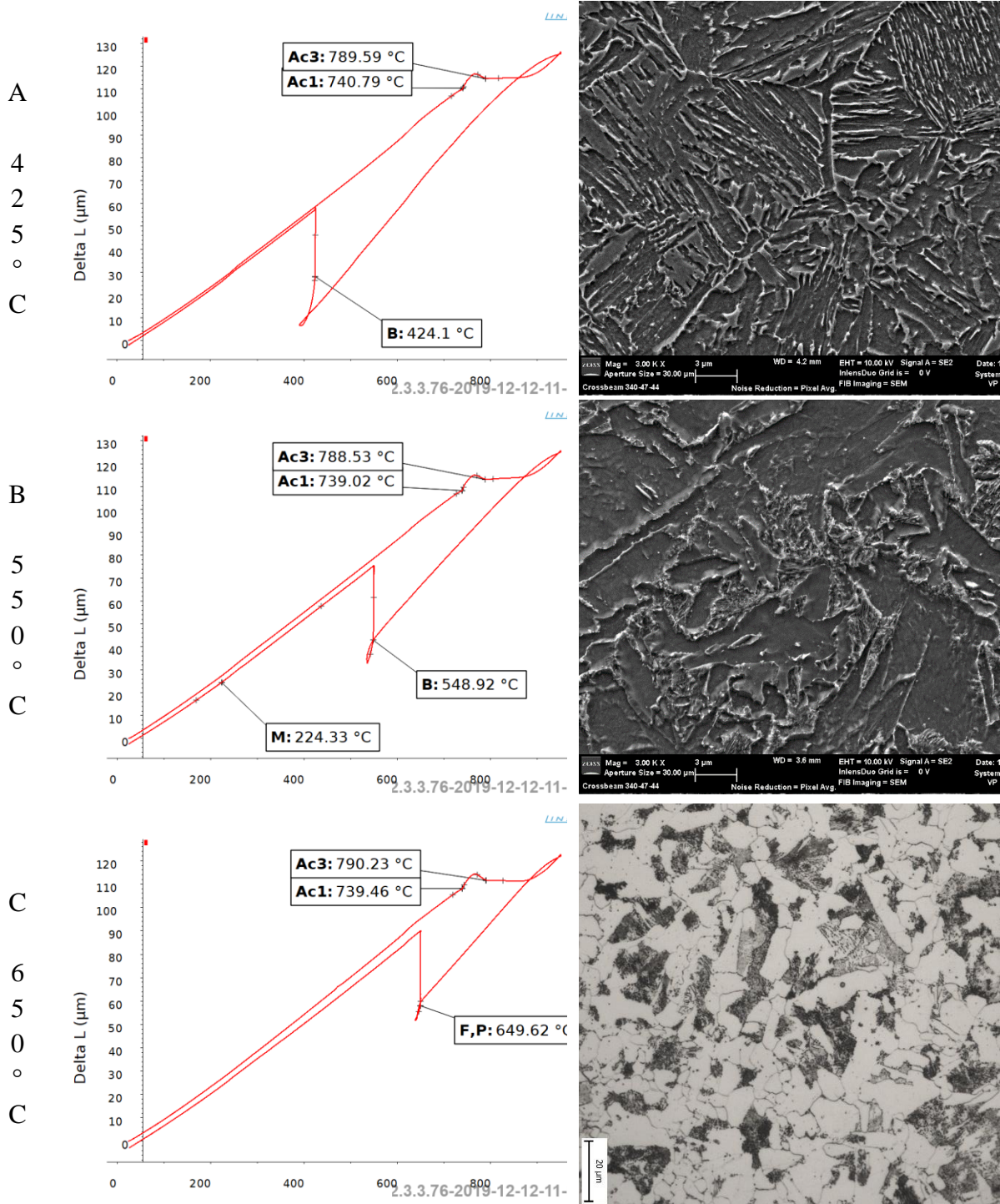
Při tomto experimentu byla při nižších teplotách pozorována bainitická struktura (Tabulka 11) s malým podílem zbytkového austenitu, který se neměnil ani v případě izotermické prodlevy při 450 °C, 550 °C. Při teplotní prodlevě 525 °C se na dilatometrické křivce objevil skok značící martenzitickou přeměnu (Obrázek 31 – B). Martenzit se vyloučil v malém množství, dobře detekovatelným elektronovým mikroskopem. Trend tvrdosti HV10 má klesající tendenci se zvyšující se teplotou. Souvisí to se zvyšujícím se podílem feritické fáze (Obrázek 30).



Obrázek 29 – Výchozí stav materiálu VS



Obrázek 30 - Vývoj tvrdosti HV10 v závislosti na teplotě izotermické prodlevy



Obrázek 31 – Dilatometrické křivky materiálu VS při různých izotermických prodlévách (levá strana) a snímky mikrostruktury (pravá strana). Teploty výdrže A – 425 °C, B – 550 °C, C – 650 °C.

6.5 Vyhodnocení XRD analýza

Část vzorků byla vybrána k rentgenové difrakční analýze, aby bylo zjištěno množství zbytkového austenitu, který hraje u TRIP ocelí významnou roli. Výsledky z rentgenové difrakční zkoušky popisuje Tabulka 12.

Tabulka 12 – Podíl fází naměřených difraktometrem

Vzorek	Feritové složky [± 3 %]	Austenitová složka [± 3 %]
0,08%Ti – 550	100	0
0,08%Ti – 450	96	4
0,2%Mo - 0,08%Ti – 550	98	2
0,2%Mo - 0,08%Ti – 450	91	9
0,4%Mo - 0,08%Ti – 550	87	13
0,4%Mo - 0,08%Ti – 450	83	17
VS – 550	99	1
VS – 450	99	1

Největší podíl zbytkového austenitu byl prokázán u materiálu 0,4%Mo - 0,08%Ti při izotermické prodlevě 450 °C. Se zvyšující se teplotou bylo obecným trendem, že se procento zbytkového austenitu snižovalo. Materiál 0,2%Mo - 0,08%Ti naznačuje také jistý potenciál tvorby zbytkového austenitu při izotermické prodlevě 450 °C.

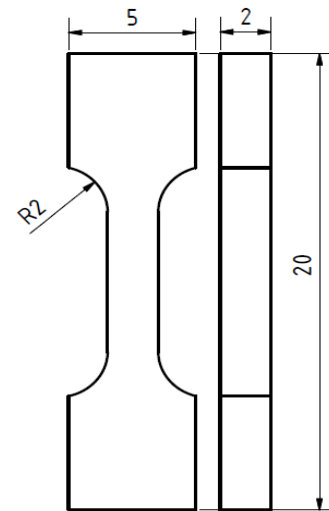
U materiálu 0,08%Ti, se dokonce podařilo zbytkový austenit téměř odstranit. To dokazuje, že tato teplota izotermické prodlevy je pro dosažení TRIP efektu u této oceli nežádoucí. Jako nevhodný se také jeví experimentální materiál VS bez přidaných mikrolegur při tepelném zpracování izotermickými prodlevami 450 °C, 550 °C. Zbytkový austenit zde nedosahuje potřebných hodnot.

6.6 Mechanické vlastnosti

K dalšímu prohloubení znalostí o těchto experimentálních materiálech byly navrženy dva programy tepelného zpracování. Byl k tomu využit simulační přístroj MTS, kterým disponuje RTI (Obrázek 32). Z předchozích výsledků dilatometrických křivek je patrné, že většina vzorků má dominantní bainitickou strukturu pouze v jiných formách. Z toho důvodu byla snížena rychlost ochlazování v obou případech. Dosáhne se tím tak tvorba feritu ve struktuře a díky tomu by měla vzrůst tažnost a houževnatost materiálu.



Obrázek 32 - Tepelné zpracování materiálu T20 pomocí simulátoru MTS. Na snímku je vidět přivařený termočlánek ke kontrole teploty.



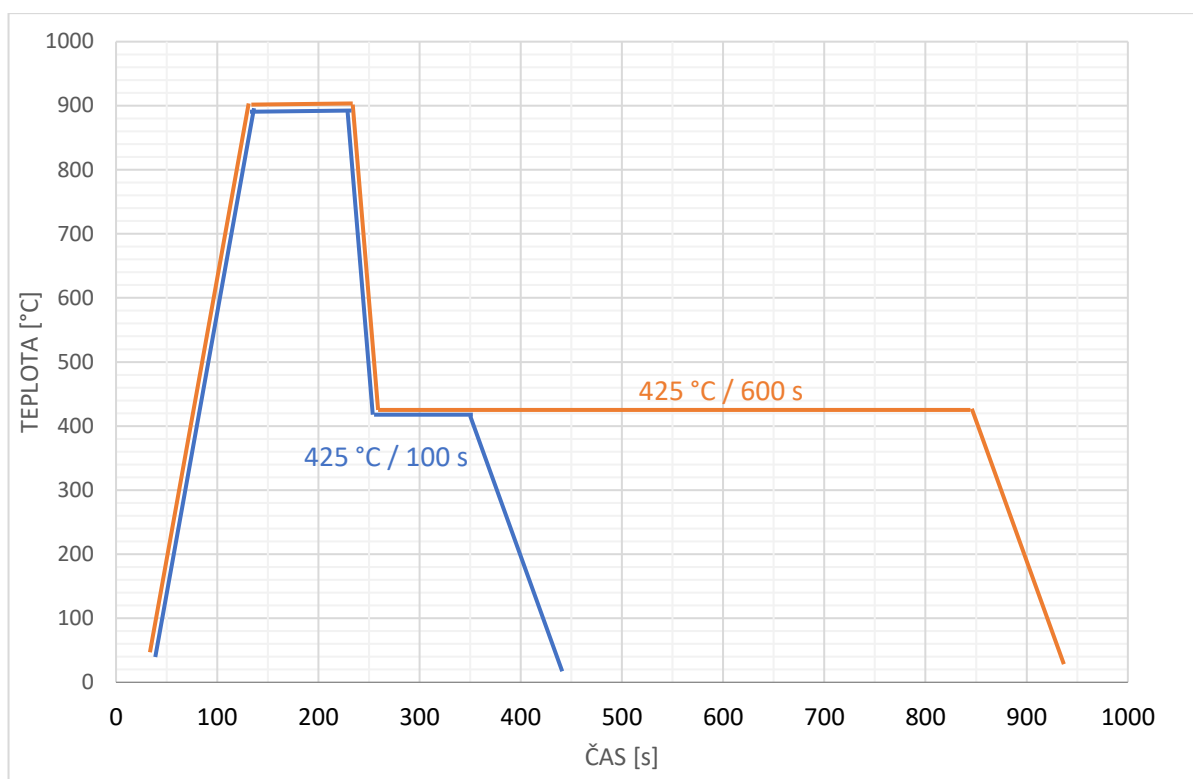
Obrázek 33 – Výkres vyrobených tahových vzorků

Prvním krokem bylo převedení parametrů navrženého tepelného zpracování do programu pro simulátor. Ze vzorků zpracovaných na simulátoru se potom vyřezávaly na drátové rezačce malé, ploché tahové vzorky. (Obrázek 33) pro následnou mechanickou zkoušku.

Návrh tepelného zpracování (Obrázek 34):

- ohřev na teplotu 900 °C – podle předchozích měření nad A_{c3} , není třeba vyšší austenitizace
- austenitizace celého vzorku při teplotě 900 °C po dobu 100 s
- ochlazení rychlostí 16 °C/s na teplotu 425 °C
- dvě výdrže na teplotě – 100 s a 600 s
- dochlazení na pokojovou teplotu rychlostí 3 °C/s

Toto tepelné zpracování bylo zopakováno pro každý materiál. Celkem tedy bylo tepelně zpracováno 8 vzorků.



Obrázek 34 – Návrh tepelného zpracování, simulovaného na přístroji MTS

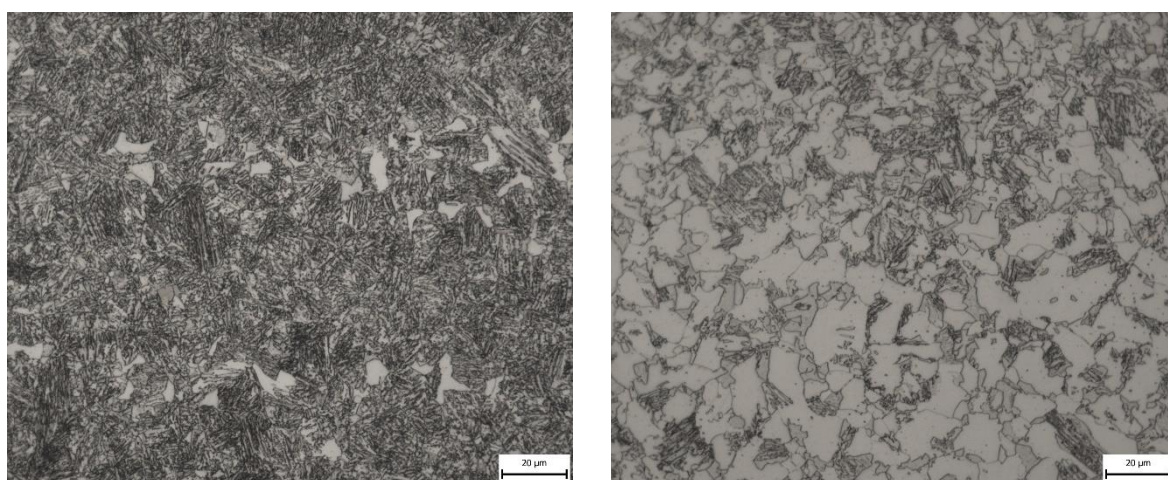
Z tahového diagramu byly odečteny hodnoty meze kluzu $R_{p0,2}$, mez pevnosti R_m a tažnost A .

Při tahové zkoušce byly testovány vždy dva vzorky. U každého režimu se z nich pak vypočítala průměrná hodnota meze kluzu $R_{p0,2}$, meze pevnosti R_m a procenta tažnosti A . Ty jsou zaneseny v Tabulka 13. Vzhledem k tomu, že tažnost byla vyhodnocena na velmi malých vzorcích, jsou získané výsledky nadhodnoceny a nelze je proto porovnávat s výsledky tahové zkoušky standardních vzorků. Mez pevnost byla nejvyšší u materiálu 0,4%Mo - 0,08%Ti, který však zároveň dosahoval nejnižší tažnost.

Různá délka prodlev 100 s nebo 600 s na teplotě 425 °C neměla na mez kluzu a mez pevnosti téměř žádný vliv. Také tažnost u třech materiálů nezaznamenala velkého rozptylu v průměru pouze o 2 %. Jen u materiálu VS byl pokles tažnosti při prodlevě 100 s o 8 % nižší než při prodlevě 600 s. Společně s provedením zkoušky tahem byla také hodnocena tvrdost HV10 (Tabulka 14). Nejvyšší tvrdost měl materiál 0,4%Mo - 0,08%Ti, který dle mikrostrukturních snímků obsahoval velký podíl zákalných struktur a velmi málo feritu (Obrázek 35).

Tabulka 13 – Vyhodnocená data z tahové zkoušky

	R _{p0,2} [MPa]		R _m [MPa]		A [%]	
	výdrž 425 °C/ 600 s	výdrž 425 °C/ 100 s	výdrž 425 °C/ 600 s	výdrž 425 °C/ 100 s	výdrž 425 °C/ 600 s	výdrž 425 °C/ 100 s
0,08%Ti	461	463	713	860	31,8	32,4
0,2%Mo – 0,08% Ti	653	674	970	988	32	30,7
0,4%Mo – 0,08% Ti	800	779	1023	1186	26,9	28,3
VS	473	426	798	864	44,6	36



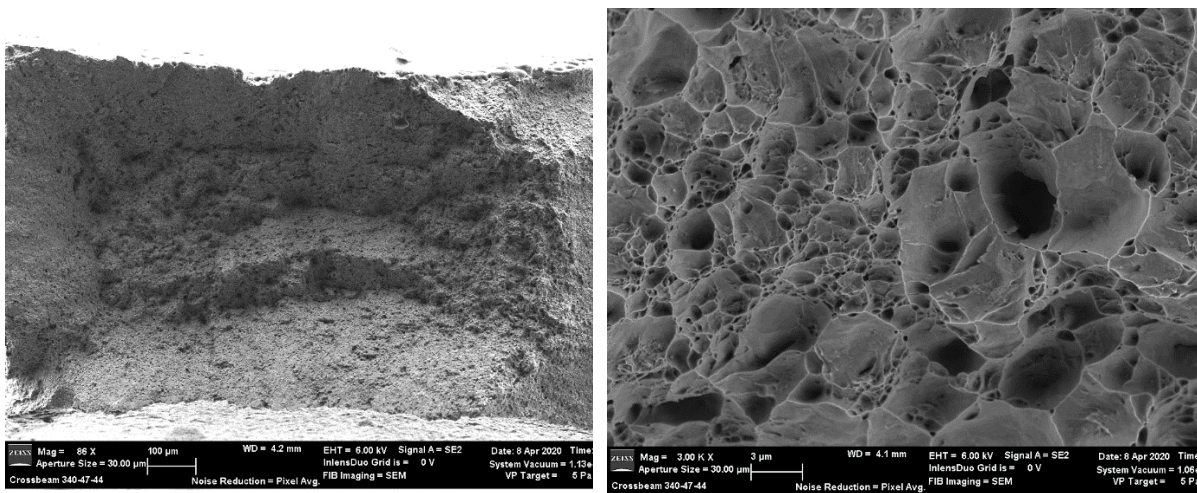
Obrázek 35 – Porovnání mikrostruktur materiálu 0,2%Mo - 0,08%Ti – základné struktury s ostrůvky feritu (vlevo) a 0,08%Ti – dominantní ferit (vpravo). Snímky ze světelné mikroskopie.

Tabulka 14 - Tvrdost HV10. Měřeno na metalografickém výbrusu tepelně zpracovaných vzorků

	HV 10	
	výdrž 425 °C/ 600 s	výdrž 425 °C/ 100 s
0,08%Ti	242	252
0,2%Mo – 0,08% Ti	297	308
0,4%Mo – 0,08% Ti	362	372
VS	226	245

Po přetržení všech vzorků byla provedena fraktografická analýza lomových ploch. Všechny materiály měly vysokou hodnotou tažnosti, což vedlo ke vzniku tvárných lomů s typickou jamkovou morfológií. Iniciační trhliny probíhala ve středové části namáhaného vzorku. Vznikl

tak typický číškový tvar, kdy ve středu vzorku vznikl houževnatý lom a na okrajích pak došlo k porušení vlivem smykového napětí. Na Obrázek 36 vpravo je vidět charakteristický číškový tvar a vlevo vytvořené jamky.



Obrázek 36 – Fraktografie VS s teplotní výdrží na 425 °C po dobu 600 s. U něhož vyšla houževnatost $A = 44,29 \%$.

7 Diskuse nad výsledky

Hlavním cílem této práce bylo popsání fázových transformací nově navržených vysoce pevných, nízkolegovaných ocelí typu TRIP. Tyto materiály obsahují shodně 0,2 %C, 1,8 % Si, 1,45% Mn a liší se mezi sebou v obsahu mikrolegujících prvků Ti, Mo.

Pro výpočty A_{c1} , A_{c3} byla využita velmi pomalá rychlost ohřevu (10 °C/min do 600 °C, pak ještě pomalejší na 3 °C/min do 1100 °C), aby byl výpočet co nejpřesnější a blížil se co nejvíce rovnovážnému diagramu. Při výpočtu teplot fázových přeměn austenitu na bainit a martenzit bylo zvoleno řízené ochlazování rychlostí 50 °C/s.

Výsledky dosažené experimentálním dilatometrickým měřením byly porovnány s fenomenologickými modely a softwarově vypočtenými hodnotami přeměn na základě chemického složení, teploty austenitizace a velikosti zrna.

Největší rozdíl mezi jednotlivými druhy měření nastal při určování teploty A_{c3} . Ta dosahovala rozptylu až 200 °C. Dilatometrickou analýzou byly prokázány u většiny materiálů teploty A_{c3} do 800 °C, zatímco výpočet pomocí fenomenologických modelů ukazoval okolo 980 °C, software JMatPro byl někde uprostřed. Z uvedených nesrovnalostí vyplývá, že ani běžně používané softwary a fenomenologické modely nemusí u nově vyvíjených ocelí poskytovat přesné a správné informace. Experimentální měření teplot fázových přeměn má stále nezastupitelný význam, protože i malé změny v legujících konceptech mohou způsobit významné posuny teplot fázových přeměn.

Protože se jedná o TRIP oceli, u kterých je velmi důležitá přítomnost bainitu a zbytkového austenitu v mikrostruktúře, dilatometrické analýzy se prováděly při izotermických prodlevách na různých teplotách. Výchozí teplota austenitizace byla zvolena na 950 °C, aby byla zajištěna úplná austenitizace ocelí. Pak proběhlo rychlé ochlazení na teploty výdrže (za 3 s). Ty byly stanoveny na 425, 450, 475, 500, 525, 550, 600, 650 °C. Tím byla zdokumentována hlavně bainitická část IRA diagramu, která je pro dvoukrokové tepelné zpracování TRIP ocelí zásadní.

Na dilatometrických vzorcích byla provedena mikrostrukturní analýza a měření tvrdosti. U materiálu T22, byla pak ověřována také mikrotvrdość HV 0,01 dvou různých fází. Toto měření potvrdilo převažující feriticko-martenzitický charakter mikrostruktury. Rozdíl mezi oběma fázemi byl 400 HV 0,01. Nutno zde uvést, že teplota tvorby martenzitu byla po izotermických výdržích značně rozdílná oproti softwarově naměřené. V údobí izotermické výdrže dochází k difundování uhlíku do austenitu, který se tím stabilizuje. To způsobí také lokální změnu chemického složení. Tato změna následně způsobí, že výslednou teplotu transformace M_s posune k nižším hodnotám.

Zajímavým ukazatelem je také vývoj trendu tvrdosti HV10. U materiálů 0,08%Ti, VS docházelo s rostoucí teplotou izotermické prodlevy k poklesu tvrdosti v souvislosti s růstem podílu feritu v mikrostruktúře. Naproti tomu u materiálů 0,2%Mo-0,08%Ti a 0,4%Mo-0,08%Ti byla zaznamenána nejvyšší hodnota tvrdosti HV 10 za vyšších teplot. U materiálu 0,2%Mo-0,08%Ti to byly teploty 425 °C – 370 HV10 a 550 °C – 352 HV10. Mezi nimi byl propad na 322 HV 10. U materiálu T22 docházelo k pozvolnému nárůstu tvrdosti až do 525 °C–420 HV10. Při dalším měření na izotermické prodlevě při 550 °C už ale tvrdost klesla na 339 HV10. To lze vysvětlit tím, že za vyšších teplot u těchto materiálů docházelo ke stabilizaci austenitu, který se pak při dochlazování na pokojovou teplotu přeměnil na martenzit, což mělo za důsledek nárůst tvrdosti HV10.

Vzorky s prodlevami na teplotách 450 °C a 550 °C byly vybrány k XRD analýze pro zjištění podílu fází. Obecně se zvyšující teplotou obsah zbytkového austenitu klesal. Největšího procenta zbytkového austenitu bylo naměřeno na materiálu 0,4%Mo-0,08%Ti. U tohoto materiálu se dá po tepelném zpracování při těchto teplotách počítat s možností uplatnění TRIP efektu, při kterém se mění austenit na martenzit během deformace za studena. Naopak pro materiály 0,08%Ti a VS jsou tyto teploty tepelného zpracování z hlediska možného uplatnění TRIP efektu nevhodné.

Na základně výsledků dilatometrických analýz byly navrženy dva režimy tepelného zpracování ocelí s různě dlouhou prodlevou (600 s, 100 s) na teplotě 425°C. Tepelné zpracování bylo provedeno na MTS simulátoru. Na takto zpracovaných vzorcích byly udělány mikrostrukturní analýzy a mechanické zkoušky. Tyto různě dlouhé prodlevy neměly žádný výsledný efekt na změnu v souvislosti na mezi kluzu a mezi pevnosti, pouze u materiálu VS byla snížena houževnatost tohoto materiálu o 8 %. Nejvyšší mez pevnosti R_m byla pozorována u materiálu 0,4%Mo-0,08%Ti 1186 MPa, který měl oproti ostatním největší podíl bainitu v mikrostruktúře a také nejvyšší naměřenou tvrdost 418 HV10. Ostatní materiály jsou si z hlediska mechanických vlastností velmi podobné, pouze u materiálu VS je výrazně vyšší houževnatost $A = 44,6 \%$.

8 Závěr

Tato práce se zabývala především dilatometrickou analýzou nově navržených experimentálních materiálů typu TRIP. Svými výsledky potvrdila nezastupitelnou hodnotu provedených a odzkoušených experimentů. Fázové přeměny definované softwarem JMatPro v tomto experimentu dobře posloužily jako odrazová plocha k definování programu experimentu. Nicméně jejich platnost nebyla úplně potvrzena, hlavně v posledních fázích navrženého experimentálního programu, kdy docházelo k ochlazování na pokojovou teplotu.

To bylo nejvíce patrné v případě určení teploty M_s , kdy na ochlazovacích dilatometrických křivkách bylo po izotermické prodlevě zřejmé, že došlo také k tvorbě martenzitu, a to za velmi odlišné teploty než u té uvedené v softwarově vypočítaných IRA diagramech. Podle IRA diagramů by po dokončení experimentu u všech zkoušených teplot i materiálů měl mít vzorek čistě bainitickou strukturu. Dilatometrická a mikrostrukturní analýza ale prokázaly, že se ve zkušebním tělese nachází také martenzit (nebo také ostrůvky feritu v případě materiálu 0,2%Mo - 0,08%Ti). Proto je nezbytné především u nestandardních nebo nově vyvíjených ocelí stále ověřovat výsledky speciálních softwarů pomocí dilatometrických experimentů.

V těchto experimentech vyšel jako nejvhodnější materiál 0,4%Mo - 0,08%Ti jak z hlediska mechanických vlastností, kde má nejvyšší mez pevnosti, tak nejvyšší dosažené tvrdosti HV10 a vhodné mikrostruktury pro TRIP ocel. Pomocí XRD analýzy u něj bylo naměřeno největší množství zbytkového austenitu s příhodnou jemnou bainitickou strukturou a jemným martenzitem, proto také tento materiál měl nejvyšší tvrdost 418 HV10. Z hlediska mechanických vlastností také vyšel tento materiál jako nepříhodnější. Z tahového digramu byla odečtena mez pevnosti $R_m = 1186$ MPa.

Vysoce pevné oceli mají v tomto okamžiku v praxi velmi široké zastoupení, především v automobilovém průmyslu. Proto je dobré znát a popsat jejich tepelné zpracování, při jakých režimech vzniknou konkrétní žádané mikrostruktury a příhodné mechanické vlastnosti.

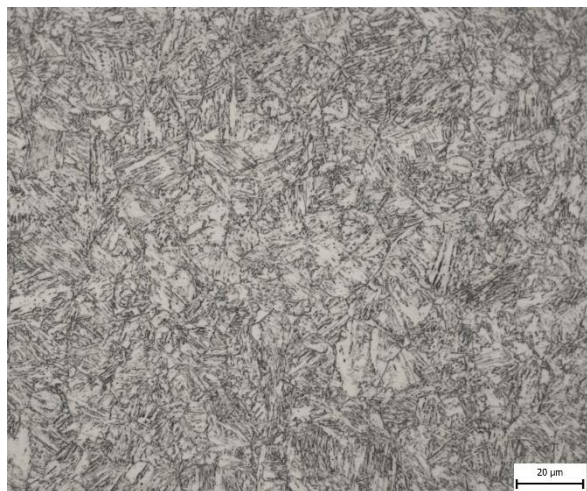
9 Seznam literatury

- [1] *Principy metod termické analýzy* (online): Dostupné z:
<https://www.yumpu.com/xx/document/view/26114999/principy-metod-termicke-analyzy> - viděno 3.12.2019 - [cit 12. 12. 2019]
- [2] *Metody termické analýzy* (online), Část skript: Dostupné z:
<https://uloz.to/file/fPi4CwSe/termicka-analyza-pdf> - [cit 12. 12. 2019]
- [3] Martin Hunkel, Holger Surm, Matthias Steinbacher, Chapter 3: *Dilatometry*, *Handbook of Thermal Analysis and Calorimetry*, Volume 6, 2018, Pages 103-129
- [4] Linseis L78 RITA: *Quench cooling and deformation dilatometer. Linseis Messgeräte: Thermische Analysen von -263°C bis 2800°C* [online]. Copyright © operation system. [cit. 12.12.2019]. Dostupné z: <https://www.linseis.com/en/products/dilatometer/178-rita/>
- [5] *ASM International the Materials Information Society - ASM International* [online]: Dostupné z:
https://www.asminternational.org/documents/10192/3466171/06117_Chapter%203B.pdf/a764507a-3499-4d23-b348-5536d31c0ba2
- [6] Vojtěch Průcha, *Diplomová práce ZČU: Vývoj mikrostruktury víceřazové oceli s TRIP efektem*, 2013
- [7] Jessica Gyhlestén Back, Kumar Babu Surreddi, *Microstructure analysis of martensitic low alloy carbon steel samples subjected to deformation dilatometry*, *Materials Characterization*, Volume 157, November 2019, Article 109926
- [8] Zjišťování fázových přeměn, Učební materiál TZS, 2019: Dostupné z:
https://www.opi.zcu.cz/zjistovani_fazovych_premen.pdf - [cit 12. 12. 2019]
- [9] Aleš Zamazal, *Diplomová práce: Mendelova univerzita v Brně: Performace rychlosti martenzitické transformace při snímání silových akustických pulsů*, 2016

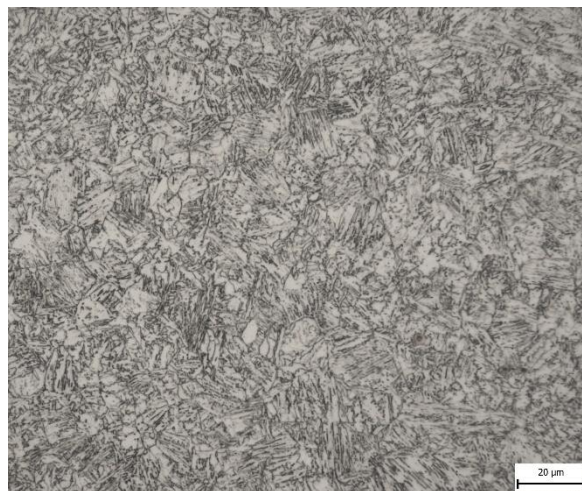
- [10] *Základy tepelného zpracování (online)*: Dostupné z:
http://jhamernik.sweb.cz/tepelne_zpracovani.htm - [cit 12. 12. 2019]
- [11] Kang, Park, Suh, Han, *Estimation of phase fraction in dual phase steel using microscopic characterizations and dilatometric analysis*, Volume 84, 2013, Pages 205-215
- [12] Driml, B.: *Tepelné zpracování kovových materiálů*. (online). Dostupné z
<http://www.elitalycea.wz.cz/files/tep/tep20.pdf> - [cit. 3. 7. 2020]
- [13] Jaroslav Jech, *Tepelné zpracování oceli / Metalografická příručka*, SNTL, 1969
- [14] Diekman Uwe, *Calculation of steel data using JMatPro*, Comat, 2012
- [15] Trzaska J., *Calculation of Critical Temperatures by Empirical Formulae*, 2016
- [16] R. Kohli, K. L. Mittal, *Developments in Surface Contamination and Cleaning*, Volume 12, Chapter 3 - Methods for Assessing Surface Cleanliness, 2019
- [17] David K. Matlock, John G. Speer, Emmanuel De Moor, Paul J. Gibbs, *Recent Developments in Advanced High Strength Sheet Steels for automotive Applications: An Overview*, Jestech, 2012

10 Příloha

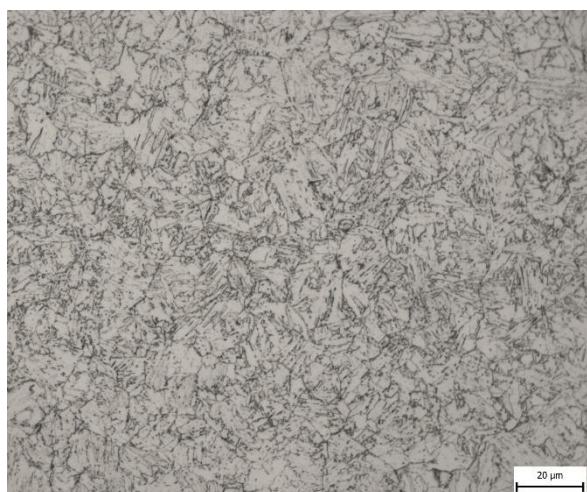
Příloha 1 – Soubor mikrostrukturních snímků materiálu 0,08%Ti



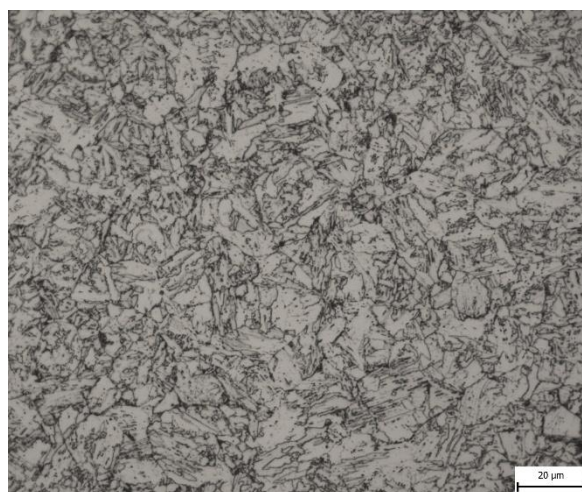
A – 425 °C



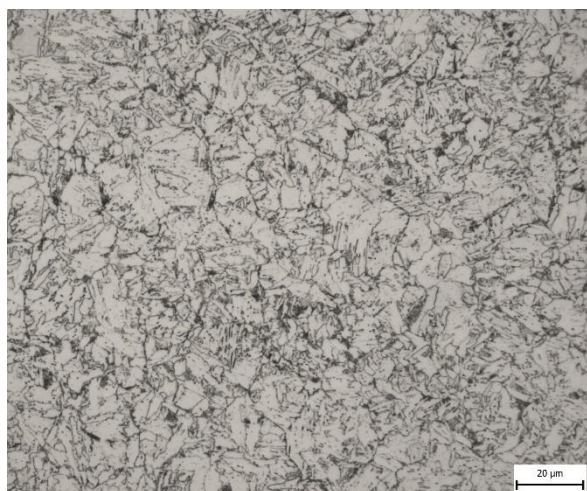
B – 450 °C



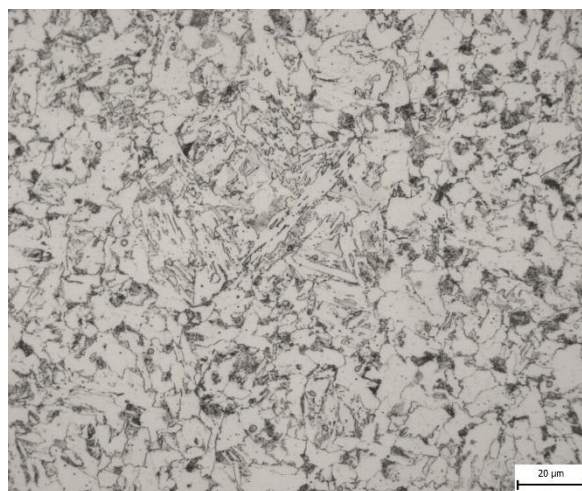
C – 475 °C



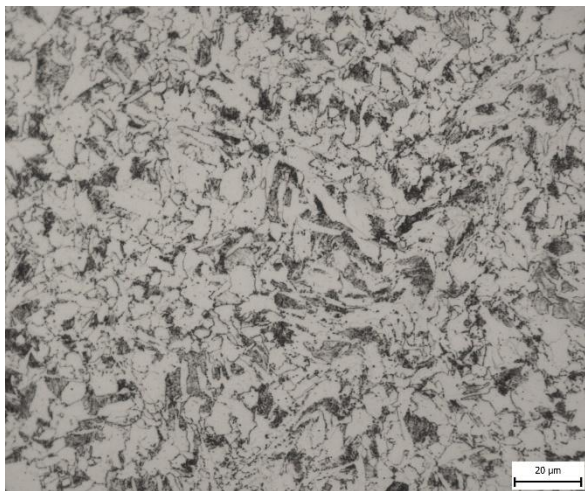
D – 500 °C



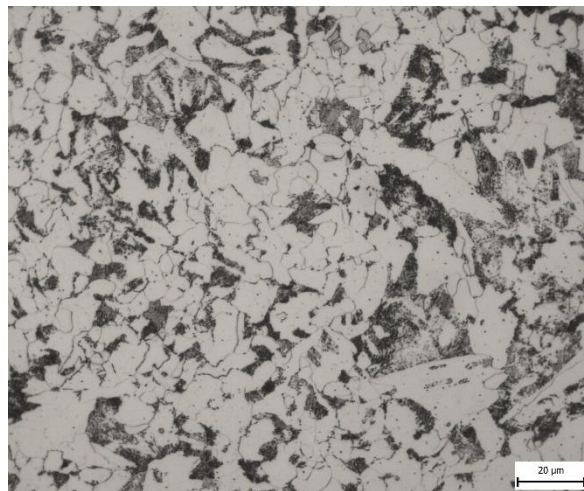
E – 525 °C



F – 550 °C

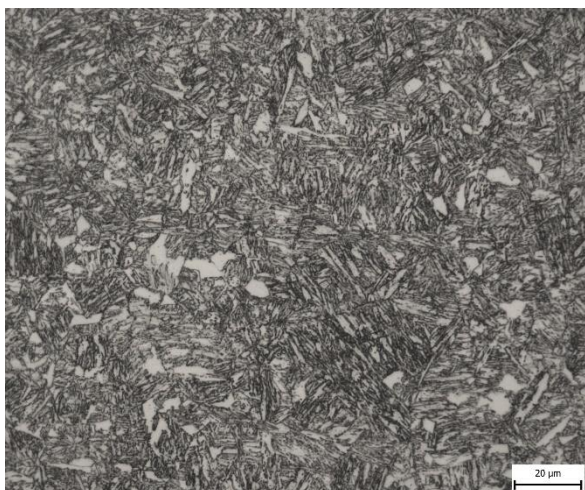


I – 600 °C

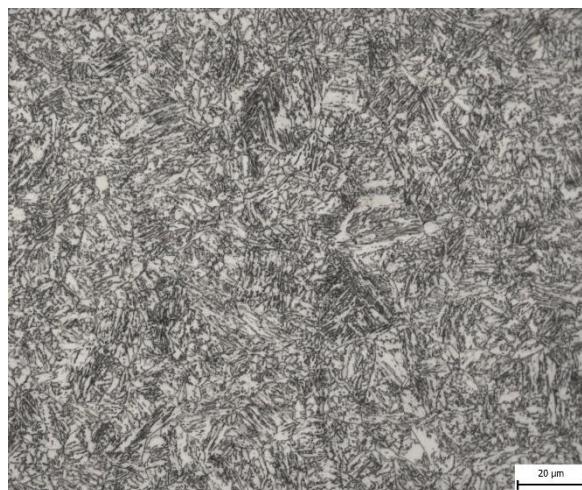


J – 650 °C

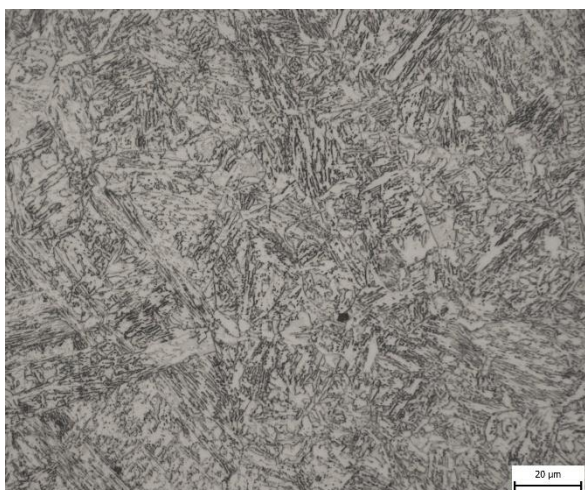
Příloha 2 - Soubor mikrostrukturních snímků materiálu 0,2%Mo - 0,08%Ti



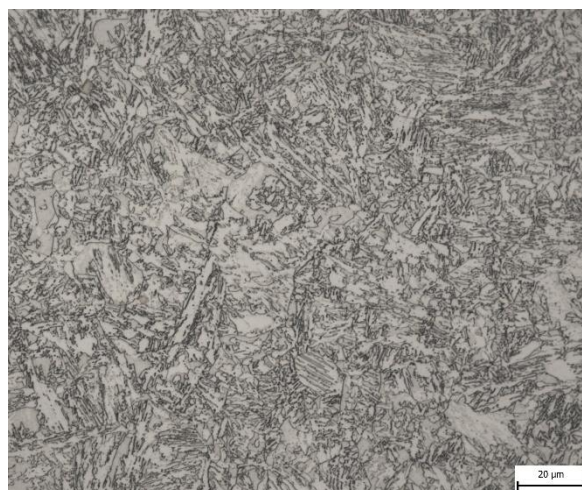
A – 425 °C



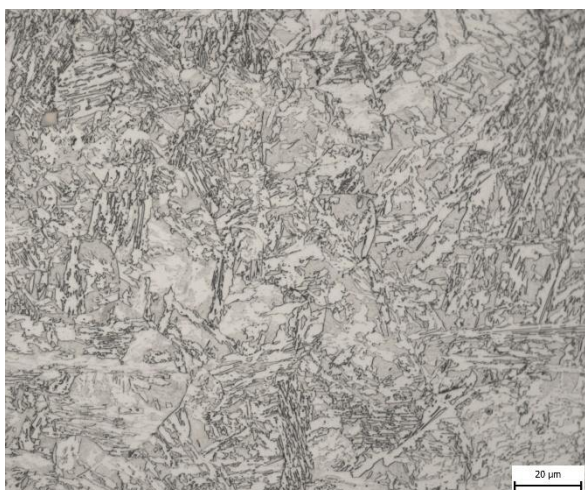
B – 450 °C



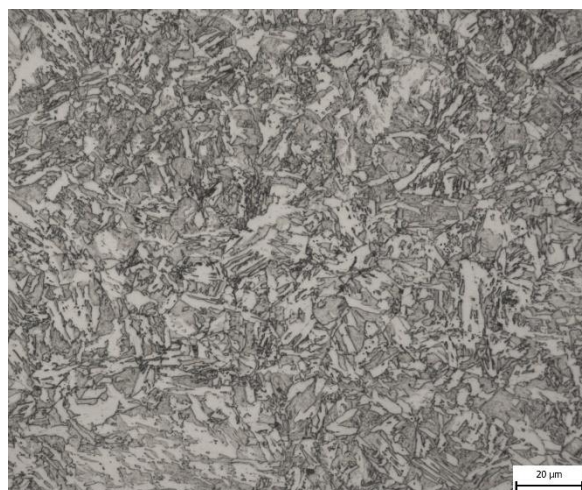
C – 475 °C



D – 500 °C



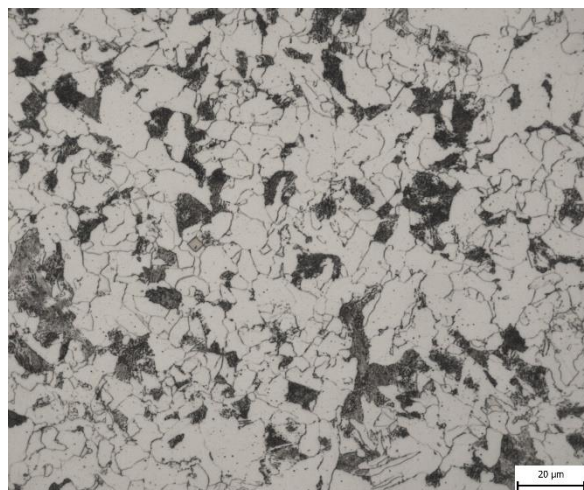
E – 525 °C



F – 550 °C

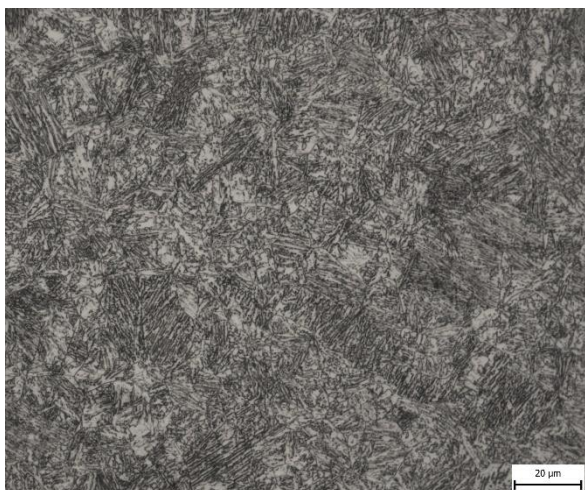


I – 600 °C

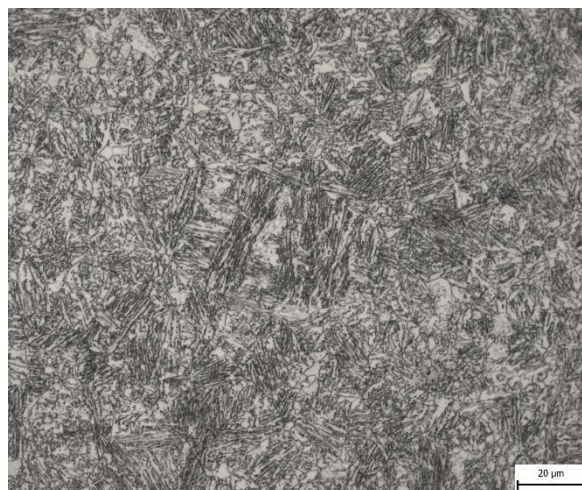


J – 650 °C

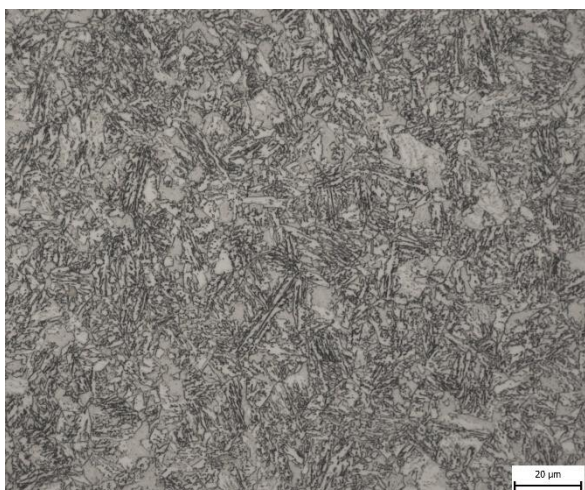
Příloha 3 - Soubor mikrostrukturních snímků materiálu 0,4%Mo - 0,08%Ti



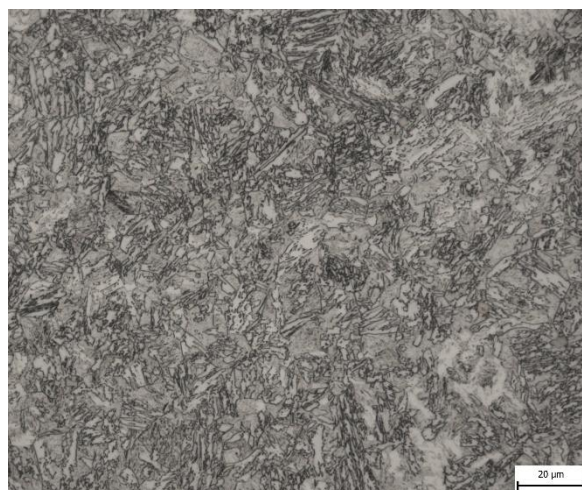
A – 425 °C



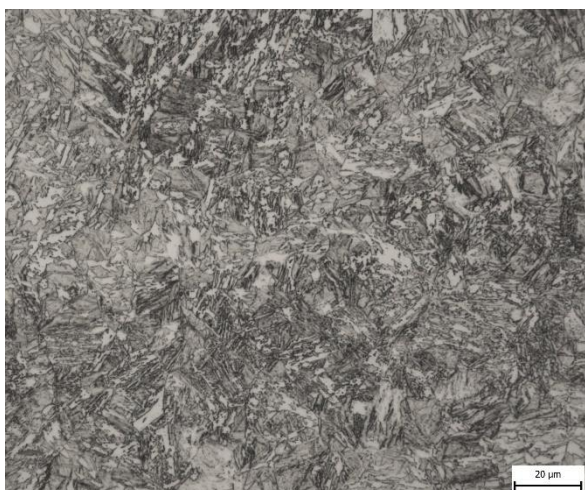
B – 450 °C



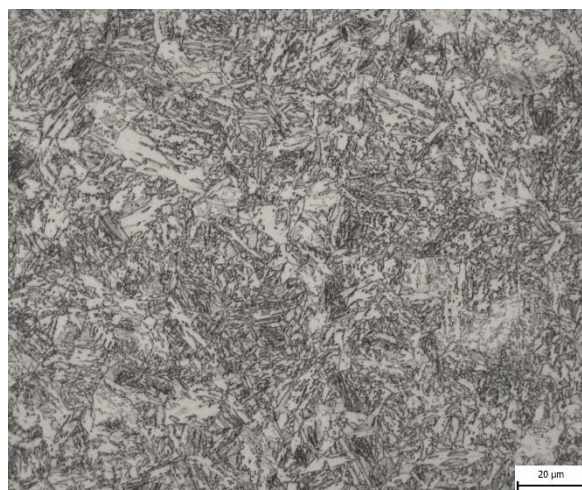
C – 475 °C



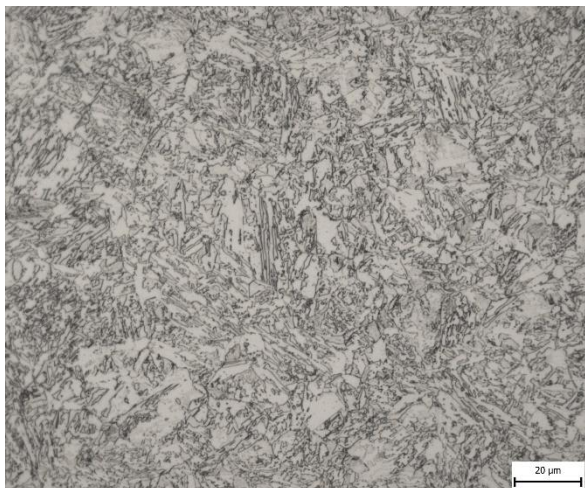
D – 500 °C



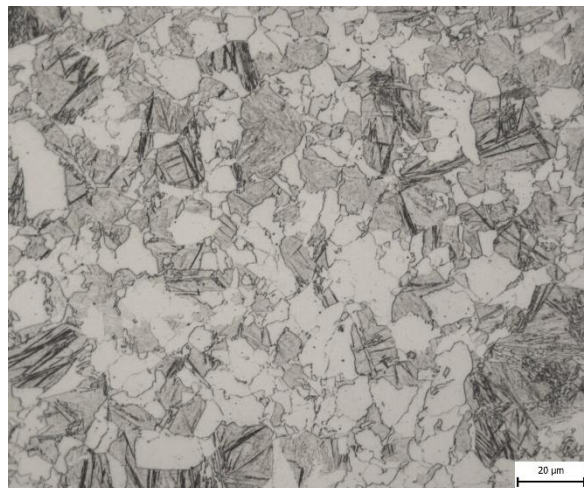
E – 525 °C



F – 550 °C

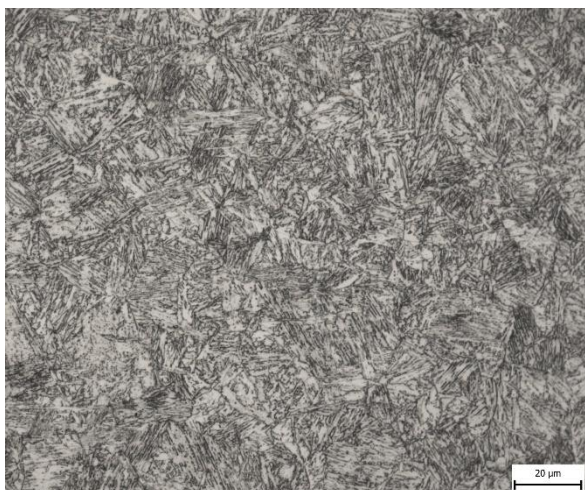


I – 600 °C

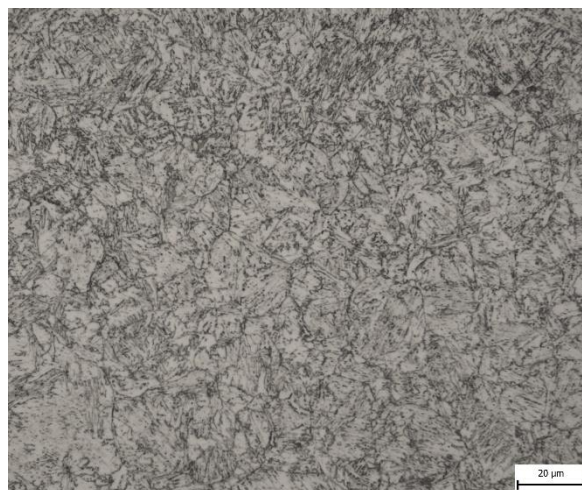


J – 650 °C

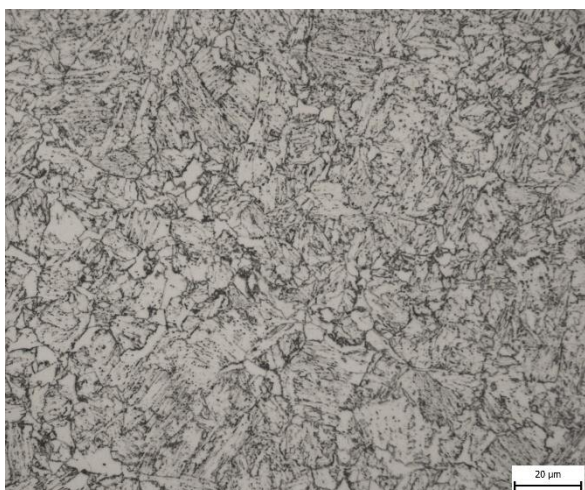
Příloha 3 - Soubor mikrostrukturních snímků materiálu VS



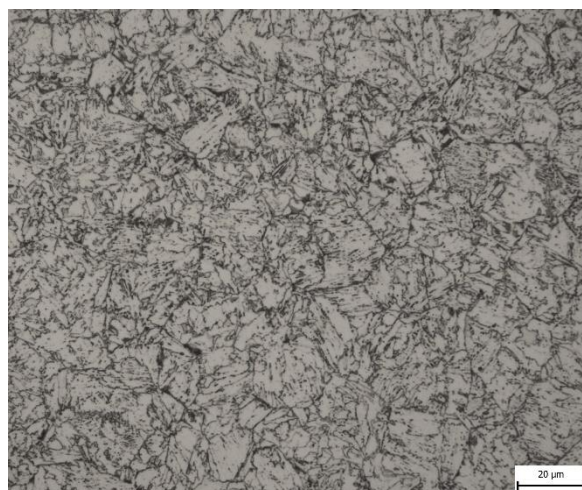
A – 425 °C



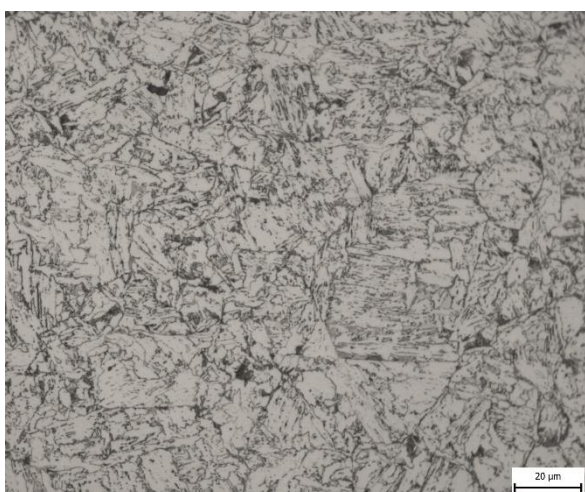
B – 450 °C



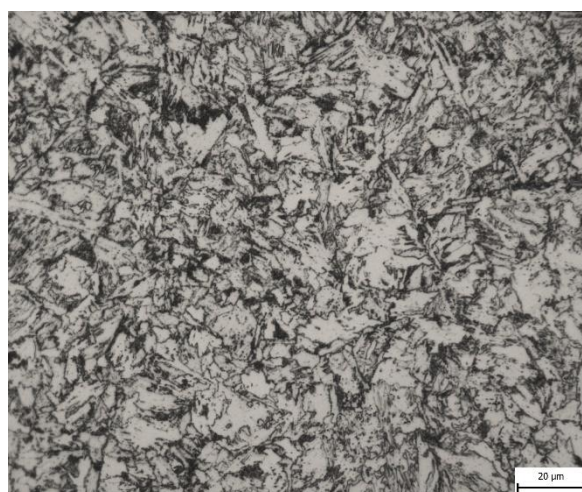
C – 475 °C



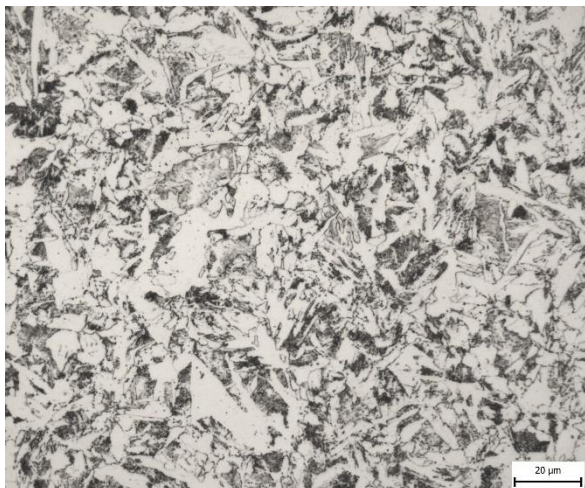
D – 500 °C



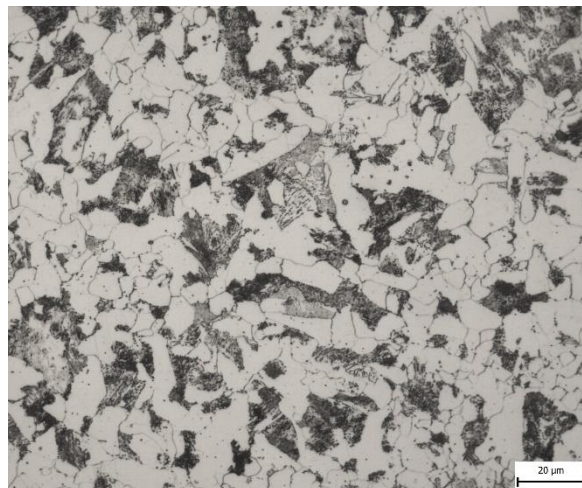
E – 525 °C



F – 550 °C



I – 600 °C



J – 650 °C