

ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI  
FAKULTA STROJNÍ

Studijní program: N2301 Strojní inženýrství  
Studijní obor: Materiálové inženýrství a strojírenská metalurgie

**DIPLOMOVÁ PRÁCE**

Vliv tepelně mechanického zpracování na mikrostrukturu a vlastnosti oceli se  
zvýšeným obsahem hliníku

Autor: **Petr NOVÁČEK**

Vedoucí práce: **Doc. RNDr. Dagmar JANDOVÁ, Ph.D.**

Akademický rok 2019/2020

## **ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE**

<b>Jméno a příjmení:</b>	Bc. Petr Nováček
<b>Osobní číslo:</b>	S17N0050P
<b>Studijní program:</b>	N2301 Strojní inženýrství
<b>Studijní obor:</b>	Materiálové inženýrství a strojírenská metalurgie
<b>Název tématu:</b>	Vliv tepelně mechanického zpracování na mikrostrukturu a vlastnosti oceli se zvýšeným obsahem hliníku
<b>Zadávací katedra:</b>	Katedra materiálu a strojírenské metalurgie

### ***Zásady pro vypracování:***

### **Osnova diplomové práce:**

---

1. Úvod
  2. Teoretická část
    - Vysokopevné oceli v automobilovém průmyslu
    - TRIP oceli
      - Mikrostruktura
      - Mechanické vlastnosti
      - Vliv chemického složení
      - Tepelně mechanické zpracování
  3. Experimentální část
    - Cíl diplomové práce
    - Experimentální materiál
    - Experimentální program
    - Výsledky
      - Světelná mikroskopie
      - Elektronová mikroskopie
      - Rentgenová difrakční fázová analýza
      - Mechanické zkoušky
  4. Diskuze
  5. Závěr
-

## Seznam odborné literatury:

---

VERLINDEN, Bert, ed. et al. Termomechanical processing of metallic materials. Amsterdam: Elsevier, 2007. Pergamon materials series; vol. 11. ISBN 978-0-08-044497-0.

JIRKOVÁ, Hana. Vliv termomechanického zpracování s inkrementálními deformacemi na vlastnosti TRIP ocelí. Praha: Grada, 2012, 158 s. ISBN 978-80-247-4292-2.

ŽÁČEK, Ondřej, KLIBER, Jiří, MAN, Ondřej. Hodnocení vlivu parametrů zpracování na mechanické a mikrostrukturní vlastnosti TRIP ocelí. Sborník konference Metal 2005, Tanger s.r.o. Ostrava 2005.

BLECK, W. Using the TRIP effect - the dawn of a promising group of cold formable steels. Grips' sparkling world of steel, 2002, 1: 13 – 24.

JANDOVÁ, Andrea, KUČEROVÁ, Ludmila. Vliv částečné náhrady křemíku hliníkem na mikrostrukturu a mechanické vlastnosti tepelně zpracované oceli. Kovářství, 2018, 65: 18 – 21.

GRAJCAR, Adam, et al. Phase Equilibrium and Austenite Decomposition in Advanced High-Strength Medium-Mn Bainitic Steels. Metals, 2016, 6.10: 248.

ZAMBRANO, O. A. A general perspective of Fe–Mn–Al–C steels. Journal of materials science, 2018, 53.20: 14003-14062.

---

**Vedoucí diplomové práce:**                    **doc. RNDr. Dagmar Jandová, Ph.D.**

**Konzultant diplomové práce:**           **doc. Ing. Ludmila Kučerová, Ph.D.**

## **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 diplomové práce.

V Plzni dne: .....

.....  
podpis autora



# ANOTAČNÍ LIST DIPLOMOVÉ PRÁCE

<b>AUTOR</b>	<b>Příjmení</b> Nováček	<b>Jméno</b> Petr		
<b>STUDIJNÍ OBOR</b>	Materiálové inženýrství a strojírenská metalurgie			
<b>VEDOUCÍ PRÁCE</b>	<b>Příjmení (včetně titulů)</b> Doc. RNDr. Jandová, Ph.D.	<b>Jméno</b> Dagmar		
<b>PRACOVISŤE</b>	ZČU - FST - KMM			
<b>DRUH PRÁCE</b>	<b>DIPLOMOVÁ</b>	<b>BAKALÁŘSKÁ</b>	Nehodící se škrtněte	
<b>NÁZEV PRÁCE</b>	Vliv tepelně mechanického zpracování na mikrostrukturu a vlastnosti oceli se zvýšeným obsahem hliníku			

<b>FAKULTA</b>	strojní	<b>KATEDRA</b>	KMM	<b>ROK ODEVZD.</b>	2020
----------------	---------	----------------	-----	--------------------	------

## POČET STRAN (A4 a ekvivalentů A4)

<b>CELKEM</b>	65	<b>TEXTOVÁ ČÁST</b>	48	<b>GRAFICKÁ ČÁST</b>	17
---------------	----	---------------------	----	----------------------	----

<p style="text-align: center;"><b>STRUČNÝ POPIS (MAX 10 ŘÁDEK)</b></p> <p style="text-align: center;"><b>ZAMĚŘENÍ, TÉMA, CÍL POZNATKY A PŘÍNOSY</b></p>	<p>Tato diplomová práce se zabývá vlivem tepelného a tepelně – mechanického zpracování na mikrostrukturu a vlastnosti TRIP oceli se zvýšeným obsahem hliníku. Byly stanoveny různé režimy tepelného a tepelně – mechanického zpracování za účelem zjištění vlivu podmínek zpracování (teplota austenitizace, izotermická prodlava v oblasti bainitické transformace, deformace) především na výslednou mikrostrukturu a rozpouštění precipitátů karbidu niobu NbC do tuhého roztoku s využitím SEM a TEM. Dále byly provedeny mechanické zkoušky (tvrdost dle Vickerse, zkouška tahem) a hodnocení velikosti původního austenitického zrna v závislosti na teplotě austenitizace.</p>
<p style="text-align: center;"><b>KLÍČOVÁ SLOVA</b></p> <p style="text-align: center;"><b>ZPRAVIDLA JEDNOSLOVNÉ POJMY, KTERÉ VYSTIHUJÍ PODSTATU PRÁCE</b></p>	<p style="text-align: center;">TRIP oceli, vysocepevné oceli, tepelně – mechanické zpracování, precipitace, karbid niobu NbC, velikost austenitického zrna, mikrostruktura, SEM, TEM</p>

## SUMMARY OF DIPLOMA SHEET

<b>AUTHOR</b>	Surname Novacek	Name Petr	
<b>FIELD OF STUDY</b>	Materials Engineering and Engineering Metallurgy		
<b>SUPERVISOR</b>	Surname (Inclusive of Degrees) Doc. RNDr. Jandova, Ph.D.	Name Dagmar	
<b>INSTITUTION</b>	ZČU - FST - KMM		
<b>TYPE OF WORK</b>	<b>DIPLOMA</b>	<b>BACHELOR</b>	Delete when not applicable
<b>TITLE OF THE WORK</b>	The Influence of Thermo – Mechanical Processing on the Microstructure and Properties of Steel with Higher Aluminium Content		

<b>FACULTY</b>	Mechanical Engineering	<b>DEPARTMENT</b>	Material Engineering and Metallurgy	<b>SUBMITTED IN</b>	2020
----------------	------------------------	-------------------	-------------------------------------	---------------------	------

### NUMBER OF PAGES (A4 and eq. A4)

<b>TOTALLY</b>	65	<b>TEXT PART</b>	48	<b>GRAPHICAL PART</b>	17
----------------	----	------------------	----	-----------------------	----

<b>BRIEF DESCRIPTION TOPIC, GOAL, RESULTS AND CONTRIBUTIONS</b>	<p>This thesis deals with the influence of thermo – mechanical processing on the microstructure and mechanical properties of TRIP steel with higher aluminium content. Different thermo – mechanical conditions were provided to determine the influence of temperature, bainite isothermal holding and plastic deformation on niobium carbides precipitation and final microstructure. The precipitates and microstructure were characterized by TEM and SEM. The mechanical properties and prior austenite grain size were also evaluated.</p>
<b>KEY WORDS</b>	<p>TRIP steel, High strength steel, thermo – mechanical processing, precipitation, niobium carbides, prior austenite grain size, microstructure, SEM, TEM</p>

## **Poděkování**

Touto formou bych rád poděkoval všem, kteří mi pomohli s realizací této diplomové práce. Poděkování patří především vedoucí práce paní Doc. RNDr. Dagmar Jandové, Ph.D. za cenné rady, věcné připomínky a vstřícnost. Dále bych rád poděkoval paní Doc. Ing. Ludmile Kučerové, Ph.D. za odborné vedení a pomoc při zpracování experimentální části práce. V neposlední řadě bych rád poděkoval kolektivu na pracovišti NTC ZČU za poskytnuté zázemí.

# Obsah

1	Úvod.....	2
1.1	Charakteristika ocelí využívaných v automobilovém průmyslu .....	5
1.2	AHSS oceli (Advanced High Strength Steels) .....	6
2	TRIP oceli .....	9
2.1	Historie .....	11
2.2	Mechanické vlastnosti .....	12
2.3	Legující prvky.....	15
3	Tepelně - mechanické zpracování TRIP ocelí .....	22
3.1	Charakteristické fázové přeměny .....	23
3.2	Válcování za studena .....	26
3.3	Válcování za tepla .....	27
4	Experimentální program .....	31
4.1	Experimentální materiál .....	31
5	Výsledky .....	33
5.1	Mechanické vlastnosti .....	33
5.2	Světelná mikroskopie .....	35
5.3	Skenovací elektronová mikroskopie.....	38
5.4	Transmisní elektronová mikroskopie .....	49
5.5	Rentgenová difrakční analýza .....	56
6	Diskuze výsledků.....	56
7	Závěr .....	59
8	Zdroje.....	60

## Přehled použitých symbolů a zkratk

TMZ – tepelně – mechanické zpracování

TZ – tepelné zpracování

LS – Low Strength Steels

HSS – High Strength Steels

AHSS – Advance High Strength Steels

BH – Bake Hardening

TRIP – Transformation Induced Plasticity

HSLA - High Strength Low- Alloy Steels

DP - Dual Phase

CP - Complex Phase

TWIP - Transformation Induced Plasticity

MS – Martensitic Steels

Q&P - Quenching and Partitioning

FCC - kubická plošně centrovaná mřížka

HCP - hexagonální těsně uspořádaná mřížka

n - koeficient deformačního zpevnění

$\sigma_{true}$  - skutečné napětí [MPa]

$\varepsilon_{true}$  - skutečná deformace [MPa]

CCT – ARA - anizotermický rozpad austenitu

IRA – izotermický rozpad austenita

$M_s$  - martenzit start

$M_f$  – martenzit finiš

$A_{c3}$ ,  $A_{c1}$  – teploty překrytality

T – teplota [K]

M, X – koncentrace produktu [%]

SM – světelná mikroskopie

TEM – transmisní elektronová mikroskopie

SEM - řádkovací elektronová mikroskopie

EDX - energiově disperzní rentgenová mikroanalýza

HV – tvrdost dle Vickerse

F – zatěžující síla [N]

u – délka uhlopříčky [mm]

$R_e$  – mez kluzu

$R_m$  – mez pevnosti

A – tažnost [%]

$D_{ST}$  - střední rozměr zrna [mm]

$N_{ST}$  - střední počet zrn na 1 mm<sup>2</sup> plochy výbrusu [1/ mm<sup>2</sup>]

SE – sekundární elektrony

BSE – zpětně odražené elektrony

a – mezirovinná vzdálenost [nm]

RTG – rentgenová difrakční fázová analýza

# 1 Úvod

Jedno z největších a nejrychleji se rozvíjejících průmyslových odvětví představuje automobilový průmysl. Aktuální problematika ochrany životního prostředí společně s cílem minimalizace nákladů a snížení emisních spalin spojené se spotřebou paliva vede toto průmyslové odvětví směrem k vývoji nových technologií, metod, materiálů a způsobů, jak tyto zásadní otázky vyřešit. Materiálový výzkum směřuje na základě těchto požadavků k výzkumu nekonvenčních ocelí, které zajistí nižší hmotnost vozidla a s tím spojenou redukcí spotřeby paliva. Zároveň je v současné době kladen velký důraz na bezpečnost posádky, kterou zajistí pouze vhodně navržená konstrukce a zvolený materiál splňující předem definované pevnostní charakteristiky. Nárůst pevnosti je ale obvykle spojen se ztrátou tažnosti a tvárnosti materiálu, což výrazně problematizuje výrobu tvarově složitějších součástí. Proto jsou předmětem mnoha výzkumů nové postupy a koncepty především tepelně – mechanického zpracování (TMZ) nekonvenčních ocelí, které umožní dosáhnout dostatečné houževnatosti materiálu s odpovídající pevností splňující daná kritéria.

Skupiny ocelí s vysokou pevností a dobrou tvárností odpovídající aktuálním požadavkům zaznamenaly v posledních desítkách let výrazný rozvoj. Jedním z mnoha zástupců spadajících do této kategorie vysokopevných ocelí jsou tzv. TRIP oceli (transformation induced plasticity steel). Mechanické vlastnosti TRIP ocelí dosahují vysokých pevnostních hodnot v kombinaci s mimořádnými hodnotami houževnatosti. Těchto specifických vlastností je možno dosáhnout v důsledku tzv. TRIP efektu a při vhodném chemickém složení oceli s následným TMZ. Během tohoto procesu zpracování dochází ke stabilizaci zbytkového austenitu, který disponuje schopností přeměny na deformačně indukovaný martenzit. Tato strukturní přeměna společně se stabilitou zbytkového austenitu má vliv především na plasticitu materiálu a schopnost deformačního zpevnění. Výše popsané vlastnosti předurčují TRIP oceli na použití do oblastí, kde je požadavek na dobrou houževnatost během procesu výroby a zároveň na schopnost absorpce velkého množství energie vlivem deformačního zpevnění.

Na téma vysokopevných ocelí bylo publikováno v posledních dekádách nepřeberné množství odborných článků a zároveň došlo k přesunu těchto ocelí z laboratorních podmínek do průmyslových aplikací. Jednoho ze zástupců této kategorie představují TRIP oceli, které našly své uplatnění na trhu především v automobilovém průmyslu pro výrobu plechových komponent. Typické chemické složení TRIP oceli je přibližně 0,2% C, 1-2% Mn, a 1–2% Si. [1] Zatímco mangan stabilizuje austenit, křemík je feritotvorný prvek a zároveň brání formaci nežádoucího cementitu. Další nepostradatelnou výhodou křemíku je, že zvyšuje zpevnění tuhého roztoku. Na druhou stranu s rostoucím obsahem křemíku ve struktuře nastávají potíže při svařování a dále v důsledku přítomnosti křemíku dochází ke vzniku nežádoucích oxidických vrstev během procesu galvanického pokovení. Přísada hliníku představuje možnou alternativu při náhradě křemíku v těchto ocelích. Mezi další slibné přísady, které zlepšují vlastnosti těchto ocelí, patří niob. Ten je v oceli přítomen obvykle jako mikro – legující prvek a má vliv na mechanické a mikrostrukturní vlastnosti a představuje tudíž velice zajímavý prvek pro průmyslové aplikace TRIP ocelí.

Cílem této práce je zjistit vliv různých režimů tepelného zpracování (TZ) a TMZ na vlastnosti a mikrostrukturu TRIP ocelí o různém chemickém složení. K tomuto účelu bylo provedeno několik režimů zpracování lišících se ve výši austenitizačních teplot a dalších podmínkách zpracování. Práce je zaměřena především na využití světelné a elektronové mikroskopie k hodnocení mikrostrukturních vlastností, jako je fázové složení, velikost původního austenitického zrna a rozložení precipitujících částic.

Tato práce byla realizována a prováděna ve spolupráci s NTC ZČU v Plzni, Katedrou materiálu a strojírenské metalurgie, firmou COMTES FHT a s technologickým institutem RTI ZČU.

## 1.1 Charakteristika ocelí využívaných v automobilovém průmyslu

Během procesu navrhování a konstrukce určitého výrobku, který má být úspěšný na trhu, hraje velkou roli výběr materiálu, a to nejen v automobilovém průmyslu. Při výběru materiálu jsou klíčové tři faktory. Především se jedná o materiálovou charakteristiku (pevnost, korozní odolnost, obrobitelnost atd.), dále požadavky zákazníka (cena, kvalita) a v neposlední řadě také o vládní regulaci (emise s ohledem na životní prostředí).

Vývoj nových materiálů v automobilovém průmyslu se ubírá především tím směrem, aby došlo ke zvýšení bezpečnosti posádky a snížení spotřeby paliva s ohledem na ekonomická hlediska. Tento požadavek automobilového průmyslu vedl k rozvoji vysokopevných ocelí. Dnes trh disponuje značným množstvím ocelí využívaných v automobilovém průmyslu, v současné době není přesně stanoveno, na základě jakých parametrů lze tyto materiály rozdělit do daných skupin. Existují však tři základní faktory, na základě nichž se oceli dělí do daných tříd, a to z hlediska metalurgického, pevnostních vlastností a parametrů tváření.

První konvenční přístup rozděluje oceli na základě metalurgického hlediska do tří následujících kategorií (viz. obr 1.1): [1]

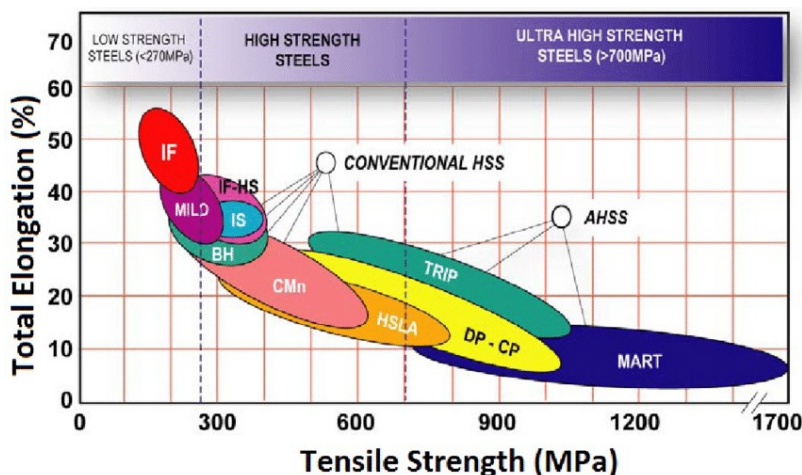
- **Nízkopevné oceli tzv. LS** (Low-Strength Steels) - IF oceli a Mild oceli
- **Konvenční vysokopevné oceli tzv. HSS** (High Strength Steels)
  - Uhlíko – manganové oceli - CMn, bake hardening oceli - BH
  - Pevné nízkolegované oceli tzv. HSLA (High Strength Low- Alloy Steels)
- **Moderní vysokopevné oceli tzv. AHSS** (Advance High Strength Steels)
  - dvoufázové oceli tzv. DP (Dual Phase), TRIP oceli (Transformation Induced Plasticity), komplexní fázové oceli tzv. CP (Complex Phase), martenzitické oceli, TWIP (Transformation Induced Plasticity) oceli

Jinak lze oceli využívané v automobilovém průmyslu dělit podle jejich pevnostních charakteristik. Oceli s mezí kluzu v rozmezí od 210 do 550 MPa a s mezí pevnosti v rozmezí od 270 do 700 MPa jsou označovány jako vysokopevné (HSS) oceli. Druhou kategorií představují ultrapevné moderní (UHSS, AHSS) oceli s mezí kluzu nad 550 MPa a s mezí pevnosti nad 770 MPa. [1]

Třetí typ klasifikace dělí oceli do různých kategorií na základě specifických vlastností, jako jsou tažnost a parametry tváření. [1]



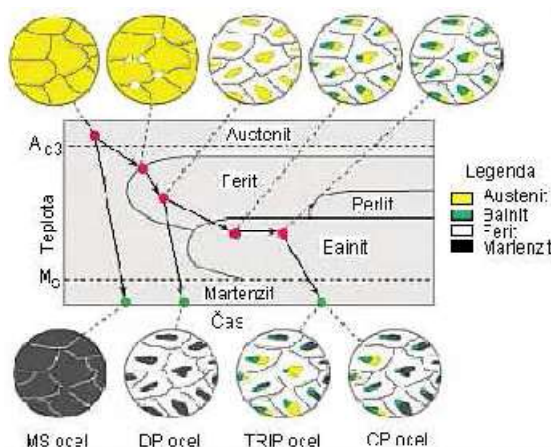
Obr. 1.1: Klasifikace ocelí na základě celkového prodloužení a dosaženého napětí na mezi pevnosti [1]



## 1.2 AHSS oceli (Advanced High Strength Steels)

Termín AHSS vyjadřuje označení moderních vysokopevnostních ocelí, jejichž vývoj odstartovaly požadavky automobilového průmyslu na zvýšení bezpečnosti posádky, snížení hmotnosti, spotřeby paliva a emisí. Konvenční vysokopevné oceli (HSS) jsou charakteristické jednofázovou strukturou, často obsahují nízké množství uhlíku a legujících částic a vynikají svou dobrou houževnatostí. AHSS oceli charakterizuje narozdíl od HSS ocelí vícefázová mikrostruktura, díky níž lze u těchto materiálů dosáhnout vhodné kombinace pevnostních charakteristik při zachování dobré tažnosti materiálu. Do této skupiny vícefázových ocelí patří také TRIP oceli. [2]

Obr. 1.2: Proces charakteristického tepelného zpracování pro AHSS oceli [2]



K dosažení vysoké pevnosti zde hrají velkou roli legující prvky, ale také zpevnění zjemněním zrna, dislokační a precipitační zpevnění. U těchto ocelí je obvykle v konečné fázi výroby začleněn proces TZ nebo TMZ, kdy dojde k fázové transformaci a k dosažení požadované struktury (obr. 1.2). Srovnání mechanických vlastností jednotlivých druhů AHSS ocelí je patrné z tab. 1.1. [3]

Vlastnosti vícefázových ocelí určuje mimo další vlivy také kombinace jednotlivých mikrostrukturních složek. Narozdíl od jednofázových ocelí tvářených za studena je nutno mít u těchto materiálů informace o objemu, velikosti a rozložení jednotlivých fází. Martenzitické MS oceli charakterizuje především podíl martenzitu ve struktuře, dvofázové DP oceli charakterizuje podíl martenzitických ostrůvků o objemu 5 – 10 % rozložených ve feritické matici. TRIP oceli, zejména ty nízkolegované, jsou třífázové a charakteristické převažujícím podílem feritu, bainitem a zbytkovým austenitem v rozmezí 10 – 15 %. [10]

Tab. 1.1: Srovnání mechanických vlastností jednotlivých druhů AHSS ocelí [2]

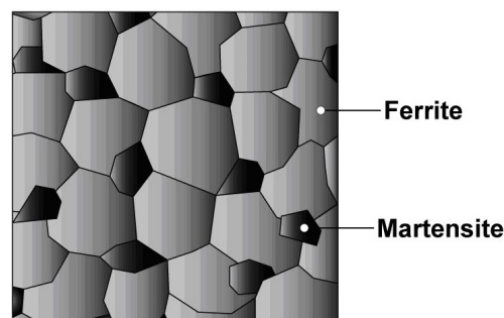
Typ oceli	Mez kluzu [MPa]	Mez pevnosti [MPa]	Tažnost [%]
HSLA 350/450	350	450	23 – 27
DP 300/500	300	500	30-34
DP 350/600	350	600	24-30
TRIP 450/800	450	800	26-32
DP 500/800	500	800	14-20
CP 700/800	700	800	10 – 15
DP 700/1000	700	1000	12-17
Mart 1250/1520	1250	1520	4-6

### 1.2.1 DP oceli (Dual Phase Steels)

DP oceli charakterizuje dvoufázová mikrostruktura složená z feritické matrice, v níž jsou rozloženy drobné ostrůvky martenzitických částic. (obr. 1.3). Kombinace těchto měkkých a tvrdých fází dodává oceli vysokou pevnost, tvrdost, odolnost proti únavě a houževnatost při zachování dobré tvařitelnosti. Pevnostní charakteristiky rostou se zvyšujícím se objemovým podílem martenzitických částic. Mezi základní legující prvky patří Mo, Cr, V, Ni přidávané ve vhodné kombinaci s ohledem na dosažení požadovaných vlastností. [2]

Obr. 1.3: Schéma mikrostruktury DP oceli [1]

#### Ferrite-Martensite DP



Výroba těchto ocelí spočívá v řízeném ochlazování z austenitické fáze nebo z austeniticko – feritické oblasti za účelem transformace austenitu na ferit před procesem kritického ochlazení, kdy dojde k přeměně zbývajícího austenitu na martenzit. Vzhledem k produkčnímu procesu může být ve struktuře přítomen také bainit nebo zbytkový austenit.

Tyto oceli nalézají využití zejména u dílů lisovaných za studena a při výrobě jsou na ně kladeny zvláštní požadavky, jako plynulá závislost deformace a napětí bez výrazné meze kluzu, vysoká hodnota deformačního zpevnění nebo odolnost proti stárnutí při pokojových teplotách. Mezi další vlastnosti těchto ocelí patří tzv. BH efekt (Bake Hardening), kdy dochází k zvyšování meze kluzu při zvýšené teplotě, například při vypalování laku. Vynikají dobrou tvařitelností za studena, schopností pohltit nárazovou energii a odolností proti šíření únavových trhlin. Proto jsou tyto oceli hojně zastoupeny při výrobě bočních rámců karoserií, střech, podlah, sloupků nebo výztuh nárazníků. [5]

### 1.2.2 CP oceli (Complex Phase Steels)

Mikrostruktura CP ocelí obsahuje malé množství martenzitu, zbytkového austenitu a perlitu uspořádaného ve feriticko – bainitické matrici. Tato skupina ocelí vykazuje velmi jemnou mikrostrukturu, které je dosaženo buď rekrytalizací, nebo precipitací částic obsahujících mikrolegující prvky jako například titan nebo niob. [2]

V porovnání s DP oceli dosahují CP oceli výrazně vyšších hodnot meze kluzu, přičemž hodnoty meze pevnosti jsou u těchto dvou skupin srovnatelné. [2] Mezi další charakteristické vlastnosti patří odolnost proti opotřebení a vysoká únavová pevnost. [4] Oceli vykazují velmi dobrou absorpční schopnost energie, proto jsou hojně využívány jako materiál pro bezpečnostní prvky v automobilech.

### 1.2.3 MS oceli (Martensitic Steels)

Při výrobě MS ocelí dochází během ohřevu nad  $A_{c1}$  nebo během TMZ a následného ochlazování k přeměně austenitu na martenzit, který ve struktuře tvoří majoritní zastoupení. Martenzitické oceli mohou ve své struktuře vedle martenzitu obsahovat minoritní podíl fází v podobě feritu, zbytkového austenitu a bainitu. V rámci moderních vysokopevnostních ocelí (AHSS) vykazují tyto oceli nejvyšší hodnoty meze pevnosti v tahu, která dosahuje hodnot až 1700 MPa. Tyto oceli vykazují velmi nízké hodnoty celkového prodloužení a proto se pro zachování tvařitelnosti do procesu výroby začleňuje operace dalšího TZ (válcování za tepla, žihání, popouštění), díky čemuž je dosaženo dobré tvárnosti při zachování vysoké pevnosti. [2]

Zvyšováním obsahu uhlíku dochází ke zpevňování oceli a ke zvýšení tvrdosti povrchu. Mezi další legující prvky v různé kombinaci patří mangan, křemík, chrom, molybden, bór, vanad a nikl. Díky svým vlastnostem nacházejí tyto oceli uplatnění především v tvarově jednodušších konstrukcích, kde je požadována vysoká pevnost a odolnost proti vzniku únavových lomů. [4]

### 1.2.4 TWIP oceli (Twinning Induced Plasticity Steels)

TWIP oceli obsahují velký podíl manganu obvykle v rozmezí 17 – 24 %, který stabilizuje austenit při pokojové teplotě. Tyto oceli nacházejí své uplatnění v automobilovém průmyslu při výrobě složitě tvarovaných karoserií, a to především díky kombinaci vysoké tažnosti, pevnosti a houževnatosti společně se schopností absorbovat podíl nárazové energie. [2]

U TWIP ocelí je vlivem mikrostrukturního složení dosaženo extrémně vysokých hodnot tažnosti v rozmezí 60 – 90 %. [2] TWIP oceli, jak již název napovídá, využívají zpevňovacího mechanismu deformačního dvojčatění, díky čemuž jsou schopny pohltit nárazovou energii. Při deformaci zde nedochází k přeměně austenitu na transformačně indukovaný martenzit jako u TRIP ocelí, ale pouze ke změně krystalografické orientace v důsledku tvorby symetrických dvojčat. Na základě tohoto efektu si ocel uchovává svou tažnost i při velkých hodnotách deformace. Z mikrostrukturního pohledu se při srážce s cizím tělesem energie pohltí v důsledku tvorby hranic pro dislokace v podobě jednotlivých dvojčat. Každá oblast materiálu se nejprve deformuje, následně se zpevní a předá zbytek deformační energie do svého okolí. [4]

Obr. 1.4: Vzorek TWIP oceli při zkoušce krutem [4]

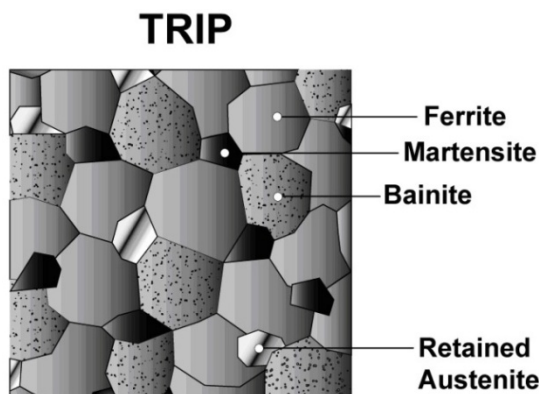


TWIP efekt se uplatňuje u ocelí s obsahem manganu vyšším než 15%, pod touto hranicí dochází u oceli k TRIP efektu. Vyjma využití oceli pro součásti lisované za studena na výrobu tvarově složitých částí karoserie se tento materiál uplatňuje například při výrobě nádrží pro kryotechniku. [4]

### 1.2.5 TRIP oceli (Transformation Induced Plasticity)

Skupina TRIP ocelí nachází své uplatnění především v automobilovém průmyslu při výrobě komponentů z plechů, a to hlavně díky svým vlastnostem jako vysoká pevnost a dobrá tvařitelnost. TRIP oceli jsou pojmenovány na základě efektu, kdy dochází k přeměně zbytkového austenitu na deformačně indukovaný martenzit během deformace. Z hlediska fázového složení se ve struktuře nachází ferit, který zde představuje měkkou fázi, dále potom bainit, martenzit a zbytkový austenit (obr. 1.5) v různém objemovém podílu. Typická mikrostruktura konvenční TRIP oceli se skládá z přibližně 40 – 60% feritu, 25% bainitu a 10 – 15% zbytkového austenitu. [6] Zbytkový austenit a jeho stabilita, v závislosti na objemovém podílu a chemickém složení, ovlivňují mechanické vlastnosti před deformací oceli. [2] Typické chemické složení konvenční nízko - legované TRIP oceli se pohybuje v rozmezí 0,15 - 0,4% C, 1 - 2% Si, 1 - 2% Mn. [7]

Obr. 1.5: Schéma mikrostruktury TRIP oceli [1]



## 2 TRIP oceli

Vývoj TRIP ocelí odstartoval v šedesátých letech minulého století, ale k jejich praktickému využití došlo až v 90. letech. TRIP efekt se vyskytuje u široké škály ocelí s odlišným chemickým složením. Transformačně indukovaná plasticita ocelí přispívá výrazným způsobem k jejich pevnosti a tvárnosti v důsledku přeměny austenitu na martenzit během plastické deformace. Vzniklá martenzitická fáze za pokojových teplot výrazně zvyšuje koeficient deformačního zpevnění a má vliv na další mechanické vlastnosti. Přítomnost legujících prvků umožňuje stabilizaci austenitu i za pokojových teplot. Přehled odlišných legovacích strategií u vybraných zástupců ocelí s TRIP efektem je uspořádán v tabulce 2.1.

**Metastabilní austenitické nerezové oceli** obsahují v porovnání s konvenčními nerezovými oceli redukováné množství Ni (2 – 10%) a vysoký obsah chromu. Struktura těchto ocelí je plně austenitická a deformačně indukovaný martenzit vzniká za pokojových teplot. Legující prvky jako C, N a Mn jsou zde přidávány jako částečná náhrada Ni pro stabilizaci austenitu za pokojových teplot, jejich efektivita při stabilizaci austenitu se vyjadřuje za pomoci empirických rovnic jako Ni ekvivalent. Tyto oceli nacházejí své uplatnění jako deformačně zpevňující se komponenty se schopností absorbovat energii, navíc mohou být vystaveny koroznímu prostředí. Tyto oceli dosahují výborné kombinace vlastností jako pevnost, tažnost, tvárnost a korozní odolnost. [31]

**Nízko – uhlíkové TRIP oceli**, narozdíl od nerezových ocelí obsahují pouze 5 – 15% zbytkového austenitu společně s feritem, bainitem nebo martenzitem v závislosti na chemickém složení a TZ. Oproti konvenčním nízko - uhlíkovým ocelím obsahují více uhlíku za účelem stabilizace austenitu. Mezi další legující prvky patří mangan, fosfor, křemík a hliník. K dosažení vhodných mechanických vlastností se využívá precipitace částic obsahující mikrolegury jako V, Nb a Ti. Pevnost těchto ocelí obecně roste se zvyšujícím se množstvím uhlíku, nicméně velké množství uhlíku zpožďuje bainitickou transformaci a způsobuje problémy při svařování ocelí. Díky kombinaci měkké fáze feritu a tvrdých fází jako bainitu a martenzitu vynikají tyto oceli dobrými mechanickými vlastnostmi. [31]

**Oceli s vysokým obsahem manganu** vznikají na základě požadavku automobilového průmyslu s cílem dosáhnout vysokých hodnot tažnosti a tvárnosti při zachování dobré pevnosti. Existují tři hlavní skupiny ocelí s TRIP efektem a s vysokým obsahem manganu, tedy Fe – Mn – C, Fe – Mn – Al – C a Fe – Mn – Al – Si. Vysoký podíl manganu přítomný ve struktuře stabilizuje austenit, tím pádem jsou tyto oceli převážně austenitické nebo se skládají z více fází s významným podílem austenitu. Výjmečně mechanické vlastnosti jsou důsledkem deformačních mechanismů jako dislokační skluz, TRIP efekt a TWIP efekt. Oceli, u kterých převažuje TRIP efekt nad TWIP efektem, dosahují obecně menší tažnosti. Pevnost těchto ocelí dosahuje hodnot na mezi pevnosti v rozmezí 800 – 1000 MPa s celkovou tažností kolem 40 – 60%. [31]

**Oceli se středním obsahem manganu** (4 – 12%) obsahují další legující prvky jako C, Al a Si, přičemž Mn a C patří mezi stabilizátory austenitu. Obsah uhlíku se zde nachází obvykle v rozmezí od 0,03 do 0,4 %, křemík a hliník od 1,5 do 3%. Výroba těchto ocelí spočívá ve dvou po sobě následujících krocích. V prvním kroku se ocelový pás ohřeje nad teplotu  $A_3$  a plně se zaustenitizuje. Následně se austenitická struktura kalením na pokojovou teplotu transformuje v závislosti na chemickém složení a podmínkách ochlazování zcela nebo zčásti na martenzit. V dalším kroku je proveden další ohřev mezi teploty  $A_1$  a  $A_3$  s izotermickou prodlevou na této teplotě, následně se chladí na pokojovou teplotu. V průběhu TZ může být do procesu zařazeno válcování za tepla a za studena. Například válcování za tepla je možno provést v prvním kroku TZ po austenitizaci, zatímco válcování za studena probíhá mezi dvěma ohřevy. Během válcování za studena se zbytkový austenit přemění na deformačně indukovaný martenzit. Výsledkem tohoto zpracování je zvýšená stabilita zbytkového austenitu a jemnozrná struktura. Oceli dosahují pevnosti v tahu kolem 800 – 1600 MPa s celkovou tažností v rozmezí od 20 – 60%. [31,32]

Tab. 2.1: Přehled odlišných legovacích strategií u TRIP ocelí [31]

Označení oceli	Chemické složení v hmotnostních procentech								
	C [%]	Si [%]	Mn [%]	Al [%]	Cr [%]	Ni [%]	P [%]	N [%]	V [%]
X5CrNi18-10	0,07	-	2,0		17,5 – 19,5	8,0 – 10,5	-	0,11	-
TRIP 690	0,24	2,00	2,20	0,015 – 2,0	-	-	0,050	-	-
Fe-19Mn-3Al-3Si	0,04	2,90	18,80	2,90	-	-	-	-	-
Fe-4,5Mn-0,2C	0,20	0,15	4,50	0,028	0,1	-	-	-	-



## 2.1 Historie

První zmínka o indukci martenzitu pochází z roku 1930, kdy Scheil [27] pozoroval vznik jehlicovitého martenzitu stříhovým mechanismem v Fe - Ni slitinách. Scheil definoval dvě hypotézy o vzniku martenzitu. První napěťová hypotéza předpokládala, že pro transformaci martenzitu je zapotřebí minimální stříhové napětí. Druhá hypotéza o nestabilitě tvrdila, že k martenzitické transformaci dochází zcela náhodně při dosažení určité teploty. Wasserman [30] také pozoroval vznik deformačně indukovaného martenzitu u slitin Fe - Ni, kdy byly vzorky vystaveny jednoosé tahové deformaci. Bylo prokázáno, že tato transformace přispívá k zvyšování pevnosti materiálu. V následujících letech bylo dále prováděno mnoho studií o martenzitické transformaci z pohledu termodynamiky a působícího napětí.

První možnost využití ocelí s meta - stabilním austenitem pro praktické účely se datuje k roku 1967, kdy Zackay et al. [11] popsal a definoval TRIP efekt u vysoce legovaných martenzitických ocelí s vysokým obsahem niklu (8 - 10%) a ostatních legujících prvků (např. Cr, Mo, Mn, Si). U těchto ocelí byl pozorován velký podíl zbytkového meta - stabilního austenitu po termo - mechanickém zpracování, kdy byly tyto vysoce legované oceli nejprve válcovány za tepla a následně zakaleny do kapalného dusíku. Z pohledu mechanických vlastností získaly tyto oceli mnohem větší tažnost díky deformačně indukovanému martenzitu. Meta - stabilní austenitická fáze byla doposud pozorována za pokojových teplot pouze u ocelí s vysokým podílem drahých legujících prvků (Ni), což výrazně zvyšovalo výrobní náklady. Využití těchto ocelí se tedy soustřeďovalo pouze na speciální aplikace a použití v průmyslu bylo z ekonomického hlediska velmi omezené. Dobrá kombinace mechanických vlastností a snaha začlenit tyto oceli do komerční sféry vyústila v řadu výzkumů s cílem redukovat výrobní náklady těchto ocelí.

V roce 1980 byl pozorován TRIP efekt u nízkolegované oceli o chemickém složení 0,2 - 0,4% C, 1 - 2% Mn a 1 - 2% Si. Mikrostruktura těchto ocelí, narozdíl od plně austenitických vysoce legovaných ocelí, byla složena z přibližně 40 - 60% feritu, 35 - 45% bainitu a zbytkového austenitu 5 - 15% s nebo bez obsahu martenzitu. Skupina těchto ocelí se v literatuře označuje termínem jako první generace AHSS ocelí. Tyto oceli jsou charakteristické vysokou tvárností za studena a feritickou maticí (dále např. DP oceli). Tyto oceli se poté staly předvojem pro využití především v automobilovém průmyslu. První úspěšný pokus o zavedení TRIP ocelí do průmyslu se datuje k roku 1990 a je připisován firmě Nippon Steel Corporation. Tato společnost vyvinula vícefázovou ocel s přísadami 0,4% C, 1,5% Si, 0,8% Mn. Stabilizace austenitu zde bylo dosaženo interkritickým ochlazováním na teplotu bainitické přeměny a následné výdrži na této teplotě. [14]

Deformačně indukovaný martenzit byl také pozorován u Fe - Mn - C ocelí s vysokým obsahem manganu (16 - 36 %) na základě výzkumu Hadfield ocelí. Od roku 2000 se tyto oceli staly předmětem výzkumu především díky skvělé tažnosti a schopnosti deformačního zpevnění. Z mikrostrukturního hlediska jsou plně austenitické a v literatuře nesou označení druhá generace AHSS ocelí. Od roku 2010 se poté výzkum orientoval spíše na oceli se středním obsahem manganu (medium manganese steels). TRIP efekt byl poprvé u těchto ocelí pozorován v roce 1972 u oceli Fe - 5,7 Mn - 0,11 C (%) po interkritickém ochlazování do oblasti alfa + gama, což vedlo ke vzniku jemnozrnné a duplexní mikrostruktury s obsahem 10 - 30% austenitu. U této oceli bylo naměřeno hodnot 1145 MPa na mezi pevnosti a celkové prodloužení 30,5 %. [15]

V roce 2003, Speer et al. [28] publikoval proces s označením Q&P (Quenching and Partitioning), který umožňuje výrobu martenzitických ocelí s přesně definovaným množstvím zbytkové austenitu. Austenitická fáze je stabilizována přerozdělením uhlíku mezi martenzit a nepřetransformovaný austenit při procesu kalení na teploty mezi  $M_s$  a  $M_f$ . V literatuře se poté

Q&P oceli společně s oceli se středním obsahem manganu označují jako třetí generace AHSS, neboť zaplňují mezeru mezi první a druhou generací.

V roce 2009 byl TRIP efekt dále objeven také u tzv. maraging ocelí (stárnutí martenzitu - aging martensite). Tyto oceli přinesly nový koncept, jak zvýšit pevnost a tažnost oceli způsobem, kdy se souběžně kombinuje TRIP efekt a stárnutí martenzitu. Během stárnutí martenzitu dochází k nano - precipitaci intermetalických fází a následnému zvyšování pevnosti. Tyto oceli dosahují pevnosti 1500 MPa a celkového prodloužení v rozmezí od 15 - 20%. [15]

Li et al [29] reportovala novou třídu ocelí, kde se uplatňuje TRIP efekt u dvoufázových slitin s vysokou entropií a přesně nastaveným chemickým složením (TRIP assisted high - entropy dual phase alloys). U oceli s označením Fe50Mn30Co10Cr10 TRIP-DP-HEAs byla pozorována struktura předcházející deformaci složená ze 72% z fáze s kubickou plošně centrovanou mřížkou (FCC) a zbylých 28% zaujímal fáze s hexagonální těsně uspořádanou (HCP). Při zkoušce tahem se během zatěžování po fázi krčkování přibližně 56% FCC fáze přeměnilo na fázi HCP s výsledným napětím na mezi pevnosti 850 MPa a celkovou tažností přibližně 75%.

## 2.2 Mechanické vlastnosti

Mechanické vlastnosti TRIP ocelí, obdobně jako u konvenčních materiálů, jsou závislé na chemickém složení a podmínkách zpracování. Moderní vysokopevné oceli získávají své mechanické vlastnosti především až v průběhu výroby. U TRIP ocelí se například vlastnosti mění během deformace za studena v důsledku deformačně indukovaného martenzitu. Během produkce konvenčních ocelí (např. válcování za studena) se při zvyšování pevnosti rapidně snižuje tažnost a tvárnost ocelí. TRIP oceli si zachovávají svou tvárnost a tažnost i při vysokých hodnotách dosahovaných pevností. Velký vliv na mechanické vlastnosti má také mikrostruktura oceli, především feritická fáze, jejíž podíl je ve struktuře největší.

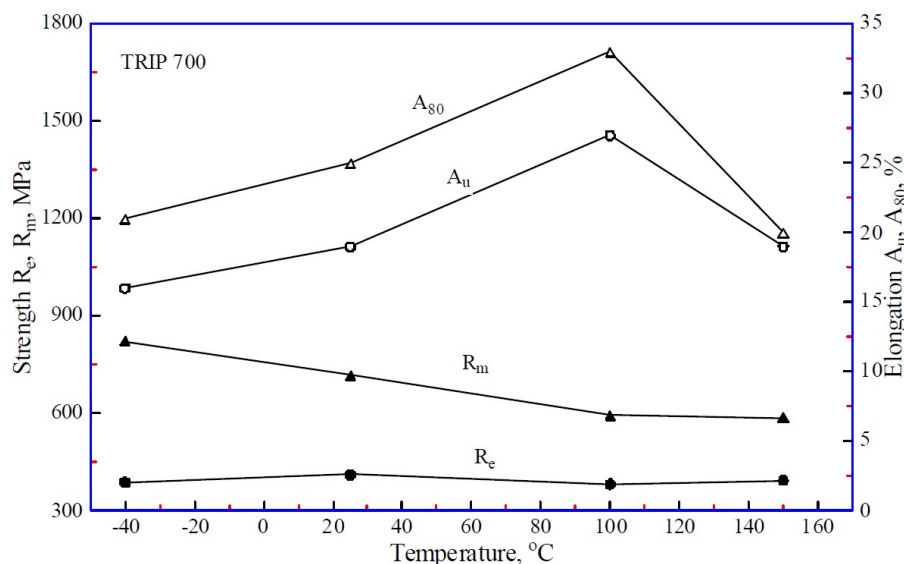
TRIP oceli dosahují poměrně nízké meze kluzu především díky přítomnosti feritické fáze, ve které se zvyšuje hustota dislokací v blízkosti rozhraní s martenzitickou fází. S rostoucím podílem bainitické fáze se dosahuje vyšších hodnot na mezi kluzu. Během TZ se při vyšších rychlostech ochlazování tvoří větší podíl bainitu, který ovlivňuje i mez pevnosti. Mez pevnosti je dále ovlivněna zpevněním tuhého roztoku, zjemněním zrna a precipitáty legujících prvků. Mez pevnosti těchto ocelí může dosáhnout hodnot až 2000 MPa s vysokými hodnotami tažnosti od 25 do 75%.

Z materiálového pohledu ovlivňuje únavové chování materiálu především mikrostrukturní stav. Příznivé únavové vlastnosti u TRIP ocelí jsou srovnatelné s martenzitickými vysokopevnými oceli a jsou důsledkem přítomnosti zbytkového austenitu ve struktuře, který se v průběhu zatěžování deformačně transformuje na martenzit. Přeměna zbytkového austenitu na martenzit vnáší do materiálu tlakové pnutí, které velice příznivě působí na mez únavy. Zásadní vliv na zvyšování meze únavy mají také jemné martenzitické ostrůvky rozptýlené ve struktuře, které tvoří překážku při šíření únavových thlin. [10]

Pevnostní charakteristiky TRIP ocelí jsou obdobně jako u konvenčních ocelí závislé na teplotě (obr. 2.1). S rostoucí teplotou klesá výrazně mez pevnosti, zatímco mez kluzu není natolik ovlivněna. Při teplotách nižších než teplota pokojová vykazuje mez pevnosti významný nárůst, zatímco mez kluzu nepatrně klesá. Téměř konstantní průběh meze kluzu v závislosti na teplotě je způsoben především deformačně indukovanou fázovou přeměnou, která se začíná uplatňovat až při vyšších hodnotách napětí, tudíž výrazně neovlivňuje mez kluzu. Prodloužení dosahuje největších hodnot v rozmezí teplot 50 – 120 °C v důsledku

optimální stability zbytkového austenitu v souvislosti s aplikovaným napětím. Stabilita zbytkového austenitu je značně ovlivněna teplotou a při rostoucí teplotě se zvyšuje. Proto se množství zbytkového austenitu přeměněného na martenzit bude zmenšovat se zvyšující se teplotou, zatímco při nízkých teplotách je zbytkový austenit nestabilní a jeho zvýšená přeměna přispívá k zvýšení meze pevnosti, ale nepřispívá k zlepšení tažnosti. [24]

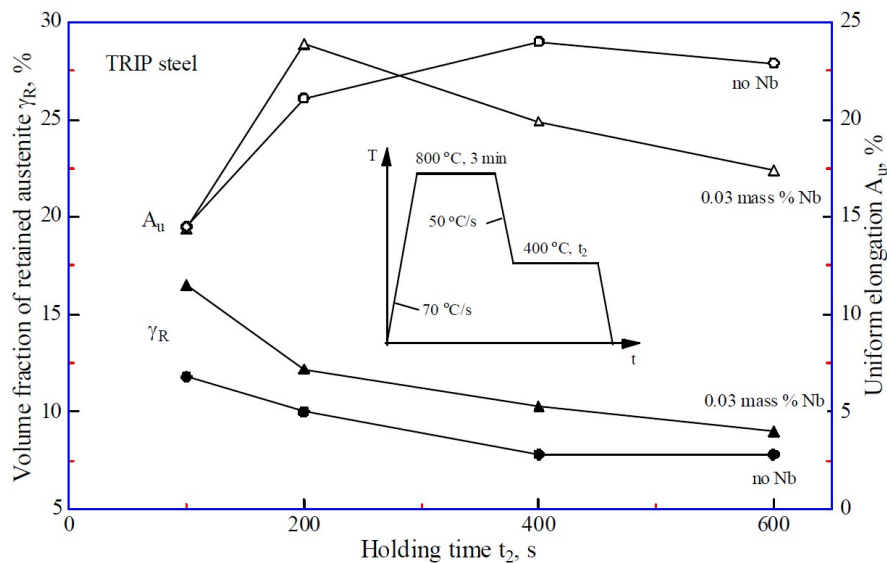
Obr. 2.1: Vliv teploty na mechanické vlastnosti oceli s označením TRIP 700 [24]



Přítomnost zbytkového austenitu ve struktuře TRIP oceli má výrazný vliv na mechanické vlastnosti. Neexistuje ovšem přímá souvislost mezi množstvím austenitu a dosaženými hodnotami tažnosti, s maximálním množstvím zbytkového austenitu není dosaženo maximální tažnosti (obr. 2.2). Nicméně k dosažení určitých vlastností TRIP ocelí je zapotřebí minimální množství zbytkového austenitu. V případě vysokého množství zbytkového austenitu dochází ke ztrátě tažnosti v důsledku nedostatečného obohacení austenitu uhlíkem a tím způsobené jeho nízké stabilitě, kdy dochází k transformaci na martenzit již v prvotních fázích plastické, popřípadě elastické deformace. Jelikož je ve struktuře přítomno vždy pouze omezené množství uhlíku, je nutno najít kompromis mezi množstvím austenitu a uhlíku v něm přítomného. Z obr. 2.2 pro ocel o chemickém složení: 0,2% C, 1,4% Mn, 0,5% Si, 0,75% Al, 0,04% P je dále patrné, že kratší časy bainitické výdrže vedly ke zvýšenému množství zbytkového austenitu. Přísada niobu má značný vliv na mechanické vlastnosti oceli, neboť zvyšuje deformační zpevnění oceli v důsledku tvorby jemných precipitujících částic. Při kratších časech bainitické výdrže je u oceli s niobem v porovnání s ocelí bez této přísady dosaženo vyšších hodnot tažnosti až do určité meze, kdy při delších časech dochází ke ztrátě tažnosti a tato závislost se časem obrátí (obr. 2.2). [24]



Obr. 2.2: Závislost množství austenitu a prodloužení na délce bainitické výdrže u TRIP oceli [24]



Během deformace, podobně jako u DP ocelí, tvrdá fáze (např. bainit) rozložená v měkké fázi (např. ferit) způsobuje deformační zpevnění. Nicméně u TRIP ocelí dochází především díky přeměně zbytkového austenitu na deformačně indukovaný martenzit k nárůstu podílu deformačního zpevnění se zvyšujícím se napětím při zatěžování v oblasti plastických deformací. Tento nárůst je patrný z diagramu při zkoušce tahem, kde jsou porovnány tři typy ocelí s přibližně stejnou hodnotou napětí na mezi kluzu (obr. 2.3). TRIP ocel vyazuje největší podíl deformačního zpevnění, neboť plocha pod křivkou je ze tří typů ocelí největší. To vede například k dosažení vyšší míry absorpce energie při nárazu. V první fázi zatěžování vykazuje TRIP ocel pozvolný nárůst koeficientu deformačního zpevnění oproti DP oceli, kde dochází k prudkému nárůstu při malých hodnotách deformace. Při dalším růstu napětí dochází k poklesu hodnoty koeficientu u DP a HSLA ocelí a k nárůstu koeficientu u TRIP ocelí. Tento efekt zapříčiňuje především postupná tvorba ostrůvků martenzitu v průběhu deformace. [2, 10]

Mechanické zpevňování materiálu určuje koeficient deformačního zpevnění, který je definován jako:

$$n = \frac{d(\ln\sigma_{true})}{d(\ln\varepsilon_{true})} \quad (1)$$

kde:

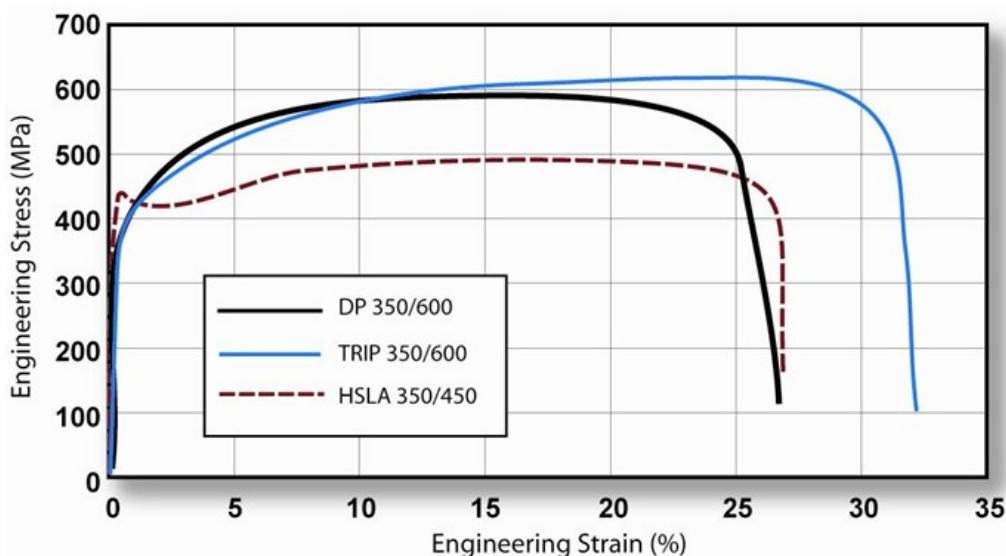
$n$  - koeficient deformačního zpevnění

$\sigma_{true}$  - skutečné napětí [MPa]

$\varepsilon_{true}$  - skutečná deformace [MPa]

Koeficient deformačního zpevnění  $n$  představuje klíčový parametr při tvářecích operacích, například při tažení hlubokých profilů. TRIP oceli vykazují výbornou tvařitelnost, díky čemuž je možno vyrábět komplexní tvary. Rostoucí hodnota koeficientu navíc zamezuje nebezpečí tvorby lokální kontrakce plechu v místech s velkým podílem nerovnoměrné deformace. [4,10]

Obr. 2.3: Průběh zkoušky tahem DP, TRIP a HSLA oceli [10]



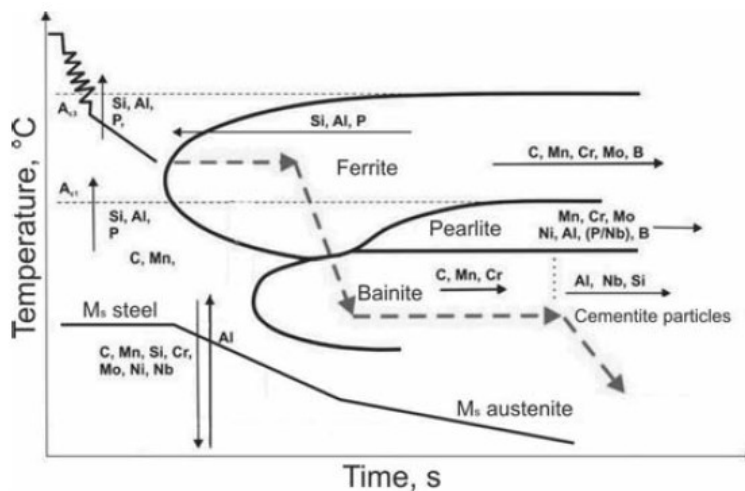
Mechanické vlastnosti TRIP ocelí mohou být v konečné fázi výroby a při následné aplikaci ocelí do automobilového průmyslu ovlivněny při vypalování laku. Tento proces způsobí zpevňování v důsledku zablokování dislokací segregacemi intersticiálních prvků. Velkou roli hraje podíl feritu, kdy dochází při vypalování k tepelné aktivaci atomů ve feritické matici a tím k zpomalení pohybu dislokací během deformace. Tento jev je v literatuře označován jako tzv. BH efekt (z anglického bake hardening). Oceli používané na karoserie automobilů jsou v nezpevněném stavu tvárné s nízkou mezí kluzu. Po vypálení laku (cca 20 min. při 170 °C) dochází ke zpevnění. V důsledku tohoto procesu se zvyšuje mez kluzu při zachování tažnosti. [10]

### 2.3 Legující prvky

Přidáním legujících elementů do struktury materiálu dochází ke změně termodynamické stability fází a kinetiky transformací, následkem čehož je pozorován posuv teplot transformací. Legující prvky ovlivňují precipitační zpevňování, tuhý roztok, transformační teploty a mají vliv i na velikost zrna. Cílem legování u tohoto typu ocelí je především zabránit precipitaci karbidů, stabilizovat zbytkový austenit i při teplotě okolí a dosáhnout vhodných pevnostních charakteristik vlivem zpevňování tuhého roztoku. [16]

Vliv legujících prvků na posuv jednotlivých křivek v CCT (anizotermický rozpad austenitu) digramu během ochlazování z austenitizační teploty je zobrazen na obr. 2.4. Z grafu je patrné, že přísada křemíku, hliníku a fosforu posouvá oblast transformace austenitu na ferit doleva, zatímco prvky jako uhlík, mangan, chrom nebo molybden mají opačný efekt. Hliník, křemík a fosfor dále zvyšují teplotu transformace  $A_{c3}$  a  $A_{c1}$ . Niob, obdobně jako hliník a křemík, zpožďuje tvorbu cementitu  $Fe_3C$  během bainitické transformace. Uhlík, mangan a chrom zpožďují bainitickou transformaci. Během legování hliníkem je důležité vzít v úvahu, že dochází k zvyšování teploty  $M_s$  (martenzit start), tzn. že dochází k destabilizaci zbytkového austenitu a nežádoucímu posunu teplotního intervalu  $M_s - M_f$  částečně nad pokojovou teplotu. [45]

Obr. 2.4: Vliv legur na proces transformace během ochlazování charakteristického pro TRIP oceli [45]



Důležitým faktorem pro vznik výsledné žádoucí mikrostruktury je podíl feritotvorných a austenitotvorných prvků. Mezi prvky vyskytující se ve struktuře TRIP oceli s feritotvorným účinkem patří křemík, hliník, fosfor, chrom molybden a vanad. Austenitotvorně působí mangan, nikl a uhlík.

### 2.3.1 Uhlík

Uhlík představuje hlavní legující prvek ovlivňující všechny probíhající transformace, finální mikrostrukturu a mechanické vlastnosti. Mimo jiné má výrazný vliv na technologické vlastnosti, především na svařitelnost ocelí.

V porovnání s DP oceli obsahují TRIP oceli větší podíl uhlíku z důvodu stabilizace zbytkového austenitu při pokojové teplotě. Velikost napětí potřebného k iniciaci transformace austenit - martenzit závisí na stabilitě zbytkového austenitu a na podílu uhlíku ve struktuře. Při nízké stabilitě austenitu a tedy při malém obsahu uhlíku začíná transformace již při nízkých napětích. Zatímco u stabilního austenitu s vyšším obsahem uhlíku je transformace opožděná a začíná až při vyšších hodnotách napětí. Během výroby součástí se u ocelí se zvýšeným obsahem uhlíku část austenitu přemění na martenzit a část zůstává ve struktuře stabilní i po tvářecích operacích, díky čemuž je možno využít tyto oceli v tzv. crash zónách k absorpci nárazové energie vlivem sekundárního deformačního zpevnění. [2,4]

### 2.3.2 Mangan

Mangan patří mezi prvky, které stabilizují austenit a hraje důležitou roli při řízení transformací. Tento prvek zvyšuje rozpustnost uhlíku v austenitu a zpožďuje tvorbu perlitu, čímž dochází k rozšíření intervalu vhodných rychlostí ochlazování během TZ. Při vysokém obsahu manganu dochází ve struktuře oceli ke snížení aktivity uhlíku v austenitu a k následné tvorbě karbidů. Z hlediska mechanických vlastností má mangan nezanedbatelný vliv na pevnost, neboť zpevňuje tuhý roztok obdobně jako legura křemíku. [10]

Zvýšený obsah manganu vede k získání většího podílu zbytkového austenitu (10 – 30 %) a zároveň zvyšuje rozpustnost uhlíku. Bylo pozorováno, že příliš velký obsah hliníku a manganu vede k zhoršení plasticity TRIP ocelí. [21]

Byl pozorován vliv na mikrostrukturní vlastnosti dvou ocelí (3,3Mn – 1,5Al a 4,7Mn – 1,5Al) s obdobným chemickým složením vyjma obsahu manganu. U oceli s nižším obsahem manganu bylo pozorováno přibližně 17 % zbytkového austenitu, zatímco u druhé oceli přibližně 11 %. S rostoucím obsahem manganu bylo pozorováno snížení obsahu uhlíku

v austenitu z 1,1 % na 0,9 %. Z pohledu mechanických vlastností se ukázalo, že při zvýšeném obsahu manganu bylo naměřeno výrazně vyšší napětí na mezi pevnosti, ale snížila se tažnost oceli. [22]

### 2.3.3 Křemík

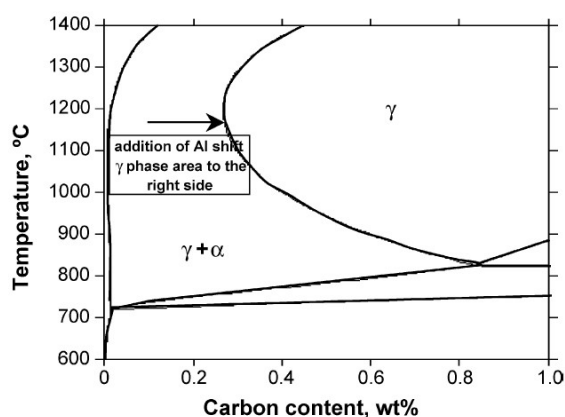
Legura křemíku přispívá k tvorbě proeutektoidního feritu během ochlazování po interkritickém žhání. Křemík je nerozpustný prvek v cementitu a zpomaluje precipitaci karbidů během tvorby bainitické fáze a umožňuje difuzi uhlíku do zbytkového austenitu. Křemík dále pozitivně působí na pevnost zpevněním tuhého roztoku. [4, 10].

Z hlediska technologie výroby je vyšší obsah křemíku nežádoucí, protože způsobuje zhoršenou kvalitu povrchu oceli při válcování za tepla, kdy na povrchu vznikají neodstranitelné oxidické vrstvy ( $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Mn}_2\text{SiO}_4$ ), které znemožňují následné galvanické pokovení. Z těchto důvodů se budoucí výzkum orientuje směrem k náhradě křemíku jiným legujícím prvkem, například fosforem, mědí nebo hliníkem. [17]

### 2.3.4 Hliník

Hliník se na základě prováděných výzkumů jeví jako nejslibnější náhrada křemíku v TRIP ocelích. Často se využívá v kombinaci s vyšším obsahem uhlíku nebo fosforu, protože zpomaluje precipitaci cementitu a zároveň zpevňuje tuhý roztok. V takovém případě ale dochází k nárůstu transformační teploty a rozšíření interkritické oblasti, což má za následek neúplnou austenitizaci. Hliník, obdobně jako křemík, nejen potlačuje tvorbu perlitu a precipitaci karbidů během bainitické transformace, ale také urychluje bainitickou přeměnu. Hliník také posouvá oblast austenitu v rovnovážném diagramu doprava, tak jak je zobrazeno na obr. 2.5. Dále zvyšuje a podporuje tvorbu jehlicovitého feritu, čímž se zvyšuje podíl bainitu ve struktuře a klesá podíl zbytkového austenitu, který se díky obohacení o uhlík více stabilizuje. [10,18]

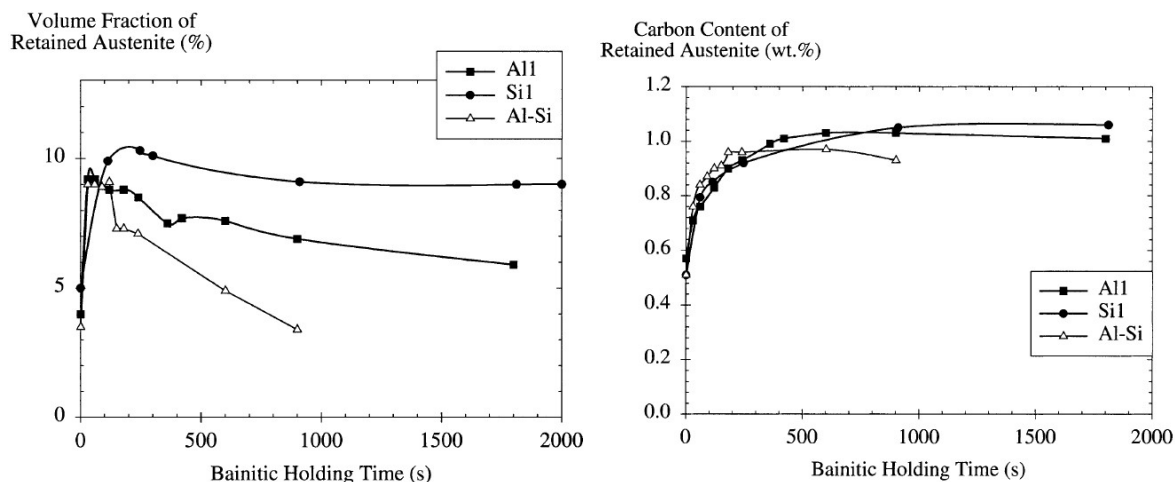
Obr. 2.5: Vliv Al na posuv oblasti austenitu v rovnovážném diagramu TRIP oceli s legurami Mn – Al – Si – Ti – V [44]



Na obr. č. 2.6 a 2.7 je vyobrazen podíl zbytkového austenitu a obsahu uhlíku ve zbytkovém austenitu v závislosti na časech bainitické prodlevy u oceli s částečnou a úplnou náhradou křemíku hliníkem při teplotě bainitické přeměny 375 °C. Oceli Al1 a Si1 vykazují obdobné chování, kdy během krátkých časů bainitické prodlevy roste podíl zbytkového austenitu na maximum přibližně 10 % a mírně klesá při delších časech prodlevy. Přísada hliníku se v porovnání s křemíkem jeví jako méně efektivní z pohledu obsahu podílu zbytkového austenitu ve struktuře. U oceli Al - Si dochází k nárůstu podílu zbytkového austenitu při krátkých časech až na maximální hodnotu kolem 9 %, ale s rostoucím časem

bainitické prodlevy dochází k výraznému poklesu. Z pohledu obsahu uhlíku ve zbytkovém austenitu vykazují oceli Al1 a Si1 obdobné chování. Ocel Al - Si se chová obdobně při kratších časech, ale po dosažení maximální hodnoty obsah uhlíku klesá. [41]

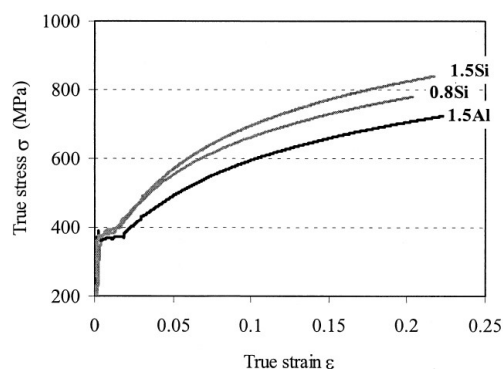
**Obr. 2.6, 2.7: Množství zbytkové austenitu a obsahu uhlíku v závislosti na čase bainitické prodlevy pro oceli 0,11 %C, 1,5% Mn s přísadou 1,5% Al, 1,5% Si a 0,49%Si - 0,38% Al [41]**



Úplná náhrada křemíku hliníkem nepřináší uspokojivé výsledky z hlediska výrazného poklesu pevnosti, proto je v mnoha výzkumech křemík nahrazován pouze částečně. Křemík umístěný v substitučních polohách výrazně zpevňuje ferit, zatímco hliník má menší efekt na zpevňování tuhého roztoku, což je patrné na obr. 2.8.

U oceli s mikrolegurou Nb byl proveden výzkum, při němž křemíkem legovaná ocel C-Mn-Si-Nb vykazovala větší podíl polygonálního feritu a úbytek zbytkového austenitu oproti oceli C-Mn-Si-Al-Nb s částečně nahrazeným křemíkem legurou hliníku po stejném zpracování. Přidání hliníku dále zapříčinilo posun feritické transformace v IRA (izotermický rozpad austenitu) diagramu k delším časům, polygonální ferit se ve struktuře vyskytoval pouze zřídka. Dále bylo pozorováno, že oceli s přísadou hliníku vykazovaly vyšší hodnoty prodloužení. Mez pevnosti (805 – 859 MPa) a tažnost byla značně ovlivněna teplotou ohřevu a rychlostí ochlazování. Zatímco při teplotě ohřevu 900°C vykazovala nepatrně vyšší hodnoty ocel C-Mn-Si-Nb, tak u oceli s přísadou hliníku byly naměřeny vyšší hodnoty při teplotě ohřevu 850 °C. Nejlepší kombinace mechanických vlastností byla pozorována u oceli C-Mn-Si-Al-Nb ochlazované z teploty 900 °C rychlostí 30°C/s. [20]

**Obr. 2.8: Záznam zkoušky tahem pro oceli s přísadou 1,5% Si, 1,5% Al a 0,8% Si [41]**



### 2.3.5 Fosfor

Náhrada křemíku hliníkem může být doprovázena přidavkem dalších legujících prvků, například fosforu. Fosfor se přidává, pokud je omezená možnost použití křemíku a hliníku. Obsah fosforu je často nižší než 0,1%, neboť při zvyšování jeho obsahu dochází k segregaci po hranicích zrn a následnému snížení tažnosti oceli. I při takto nízkém obsahu fosforu ve struktuře oceli se prokázalo, že dochází ke zpomalení precipitace karbidů železa a k zlepšení pevnosti. [10]

Hliník, narozdíl od křemíku, nepřispívá výrazným způsobem ke zpevnění tuhého roztoku ve feritické matici, což může být částečně kompenzováno fosforem. Fosfor potlačuje precipitaci cementitu během bainitické transformace a podporuje vznik zbytkového austenitu, ale pouze v kombinaci s křemíkem a hliníkem. Porovnáním CMnSi, CMnAl a CMnSiAl TRIP oceli z hlediska termodynamické stability bylo zjištěno, že největší stability zbytkového austenitu dosahuje ocel o chemickém složení CMnAl, zatímco ocel CMnSi vykazuje nejnižší stabilitu. [17,18]

### 2.3.6 Molybden

Molybden zvyšuje rozpustnost uhlíku v austenitu, což má za následek zpomalení precipitace karbidů. Dále podporuje tvorbu jehlicového feritu a lze jej tudíž využít k řízení a potlačení tvorby polygonálního feritu. Přísada molybdenu zvyšuje pevnost tuhého roztoku. Do ocelí je často přidáván v kombinaci s niobem za účelem zvýšení pevnosti a tažnosti. Bylo pozorováno, že kombinace niobu a molybdenu výrazně zlepšuje pevnostní charakteristiky. [10,23]

### 2.3.7 Niob

Niob patří mezi nejčastěji používané mikrolegující prvky, neboť má výrazný vliv na mikrostrukturu a mechanické vlastnosti. Ovlivňuje austenitizaci, rekrystalizaci, velikost zrna, transformační chování, pohyblivost hranic zrn a tvorbu karbidů. Mikrolegováním niobem o obsahu od 0,03% lze redukovat množství uhlíku v tuhém roztoku při zachování původní tvařitelnosti a zlepšení svařitelnosti. Niob mimo jiné ovlivňuje také transformaci austenitu na ferit a bainit, tedy objem jednotlivých frakcí a stabilitu zbytkového austenitu, což je zásadní pro požadované mechanické vlastnosti TRIP ocelí. [10,24]

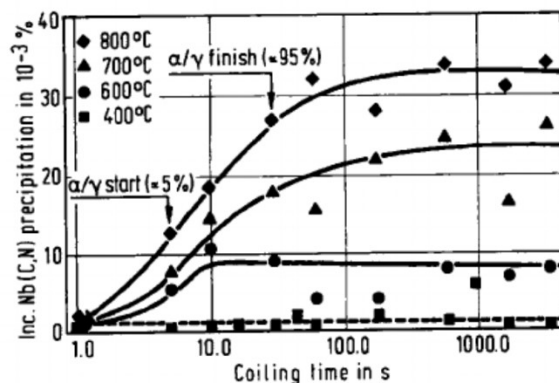
Niob v tuhém roztoku zpomaluje přeměnu austenitu na ferit, stejně jako statickou i dynamickou rekrystalizaci během deformace za tepla. Rozpuštěný niob má vliv na zpoždění přeměny především díky aktivitě uhlíku, která je snížena následkem intenzivní interakce mezi uhlíkem a niobem za vzniku NbC. Rychlost růstu feritu je dále ovlivněna segregací atomů niobu na fázovém rozhraní mezi feritem a austenitem. Malé karbonitridy, karbidy nebo nitridy niobu mají také vliv na zpomalení rekrystalizace, dále představují efektivní překážku při růstu zrna a pohybu dislokací a omezují difuzivitu, výsledkem čehož je vysoká hodnota zpevnění. [10,24]

Důležitým působením niobu v mikrolegovaných ocelích, které prošly TMZ, je zpomalení překrystalizace austenitu. Niob v tuhém roztoku ovlivňuje především difuzní pochody v oceli. Během TMZ dochází většinou k neúplné precipitaci v porovnání s rovnovážným stavem. V závislosti na chemickém složení a na podmínkách TMZ (stupeň a teplota deformace, teplota a délka výdrže) zůstává část atomů niobu rozpuštěna v tuhém roztoku, kde působí jako překážky transformace austenitu. Část atomů ve formě karbidů a karbonitridů niobu ve feritické matici přispívá k precipitačnímu zpevnění. [43]



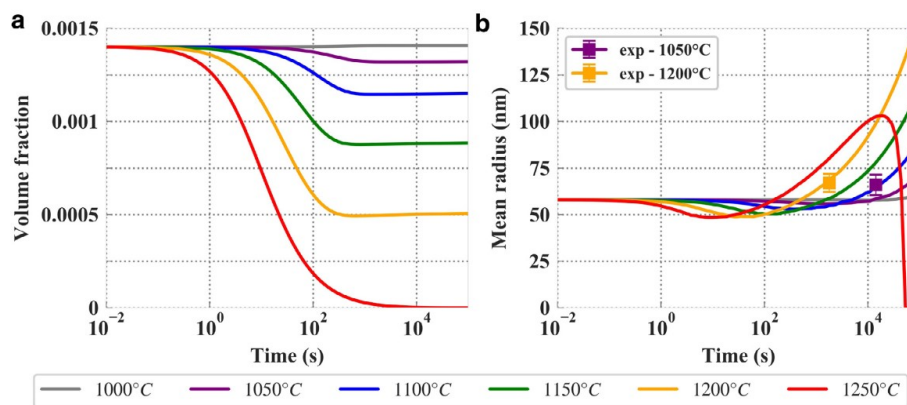
Na obr. 2.10 je patrný vliv teploty a následného ochlazování na množství precipitujičích částic karbonitridů niobu. Při vyšších teplotách během ochlazování dochází k precipitaci před počátkem transformace austenitu na ferit. Pouze malá část precipitátů vzniká po ukončení transformace austenitu na ferit. Při teplotách nižších (kolem 400 °C) je precipitace potlačena. K precipitaci nemusí vždy docházet na mezifázovém rozhraní, může k ní docházet na již vzniklých precipitátech v austenitu nebo v nově vzniklých feritických zrnech v důsledku nižší rozpustnosti niobu ve feritu než v austenitu.[43]

Obr. 2.10: Vliv rychlosti ochlazování a teploty výdrže na množství precipitujičích částic Nb (C,N) [43]



Při izotermické výdrži během austenitizace dochází k hrubnutí větších částic niobu přítomných ve struktuře na úkor menších. Tento jev je v literatuře nazýván jako Ostwaldovo zrání, někdy též Ostwaldovo hrubnutí. Hlavním řídicím mechanismem Ostwaldova hrubnutí jsou difuzní procesy. Na obr. 2.11 je zachycen vývoj částic Nb (C,N) v závislosti na teplotě a době austenitizace. S rostoucí teplotou a časem výdrže dochází k poklesu objemového podílu částic ve struktuře v důsledku rozpouštění těchto částic do tuhého roztoku. Dále je zřejmé, že vyšší teplota a delší čas vede k růstu těchto precipitátů. [8]

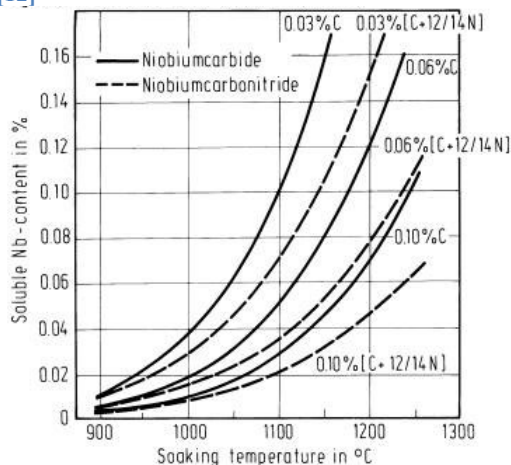
Obr. 2.11: Vliv teploty a doby izotermické výdrže během austenitizace na objemový podíl částic Nb (C,N) a jejich velikost [8]



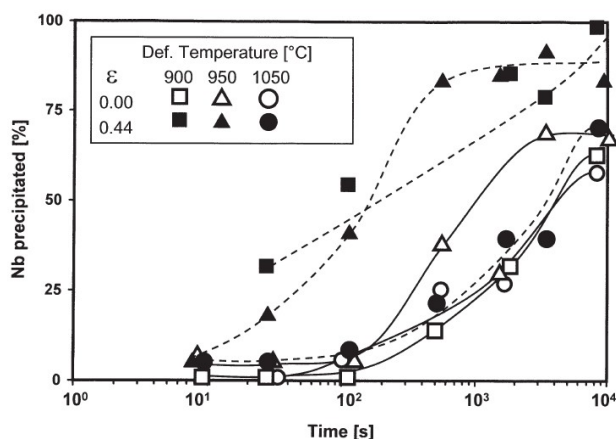
Na obr. 2.12 je zobrazen vliv teploty austenitizace a množství uhlíku potřebné na rozpouštění karbidů a karbonitridů niobu do tuhého roztoku pro oceli o různém chemickém složení. Je zřejmé, že karbonitridy niobu jsou stabilnější než karbidy niobu. Aby došlo ke kompletnímu rozpouštění částic niobu do tuhého roztoku, je zapotřební teplot vyšších než 1200 °C. S rostoucím obsahem uhlíku přítomného ve struktuře klesá množství rozpouštěného niobu v tuhém roztoku. U ocelí s nižším obsahem uhlíku je tedy možno efektivněji využít precipitace niobu například ke zpevnění feritické fáze. Po rozpouštění částic niobu a následném ochlazení mohou tyto částice nukleovat homogenně v matici nebo, a to je více pravděpodobné, dochází k nukleaci heterogenně na dislokacích, na hranicích subzrn a zrn, fázovém rozhraní, ale také na ostatních precipitátech, například na nitridech hliníku nebo titanu. Vliv deformace a teploty austenitizace na kinetiku precipitace těchto částic je znázorněn na obr. 2.13. Během deformace při dolních teplotách v austenitické oblasti niob v tuhém roztoku zpomaluje začátek difuzního procesu překrystalizace, k precipitaci tedy

dochází na dislokacích, které vznikly během procesu deformace. Z grafu je patrné, že vlivem deformace tedy dochází k precipitaci většího množství částic ve srovnání s nedeformovaným stavem, především při nižších teplotách. Při vyšších teplotách deformace se uplatňuje řídící síla překrystalizace, která zapříčiní start překrystalizace před samotnou precipitací. V tomto případě není kinetika precipitace ovlivněna deformací matrice, neboť precipitace se uskutečňuje až po rozpadu austenitu. [43]

Obr. 2.12: Vliv teploty na množství niobu rozpuštěného a přítomného ve formě precipitátů [12]



Obr. 2.13: Vliv teploty a stupně deformace na množství niobu rozpuštěného a přítomného ve formě precipitátů [12]



Kinetika precipitace částic niobu ve vícefázových ocelích může být ovlivněna zvýšeným obsahem legur ve struktuře – například manganem, hliníkem nebo křemíkem. Existují různé analytické a experimentální přístupy k popisu vztahu mezi kinetikou precipitace karbonitridů a vývojem austenitického zrna. Za rovnovážných podmínek, je rozpustnost částic typu MX (NbC, TiN apod.) popsána vztahem:

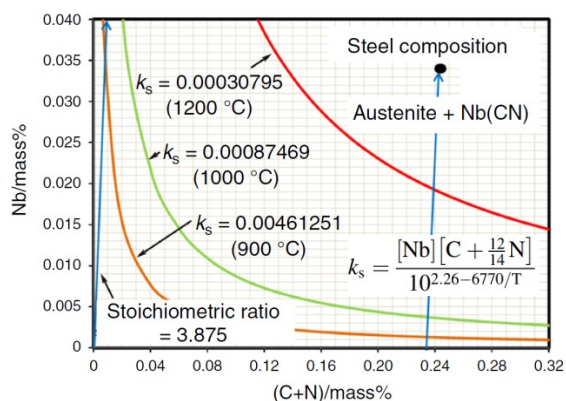
$$\log [M][X] = B - A/T \quad (2)$$

kde [M] a [X] představují koncentraci produktu [%], T je teplota [K] a A, B jsou konstanty pro daný systém závislé na volné energii potřebné k tvorbě jednotlivých složek. Existují modely, které uvažují vliv přítomnosti a následné interakce mezi precipitáty a přísadami v tuhém roztoku, například Speer [46] nebo Siciliano [19]. Na základě těchto kalkulací byl zjišťován vliv přísad křemíku a manganu na kinetiku precipitace a míru rozpustnosti částic typu MX v závislosti na teplotě. Křemík výrazně urychluje kinetiku precipitace částic Nb(C,N) a to tak, že s jeho rostoucí koncentrací se kinetika precipitace zvyšuje. To znamená, že s rostoucím obsahem křemíku ve struktuře klesá množství rozpuštěných částic Nb(C,N). Mangan má opačný efekt, tedy s rostoucím obsahem manganu ve struktuře roste rozpustnost těchto částic v tuhém roztoku a tudíž dochází ke zpomalení kinetiky precipitace. Přísada hliníku může mít podobný efekt jako mangan, neboť během válcování za tepla může docházet k tvorbě částic nitridu hliníku v důsledku vysoké afinity k dusíku, tento jev nebyl doposud zcela prozkoumán. [12] Na základě rovnic popisující rozpustnost částic typu MX byly vytvořeny diagramy (obr. 2.14, 2.15) popisující závislost množství niobu rozpuštěného v tuhém roztoku na obsahu uhlíku a dusíku pro různé austenizační teploty pro oceli s přísadou 1,55 %Mn a 0,87 %Si. Z diagramu je zřejmý výrazný vliv teploty na rozpustnost

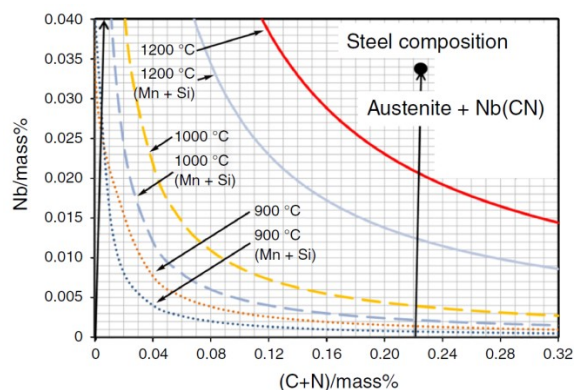


těchto částic. Dále je zřejmé, že křemík má výrazně větší vliv na kinetiku precipitace ve srovnání s přísadou manganu. [12]

Obr. 2.14: Vliv teploty a uhlíku na rozpustnost a kinetiku precipitace NbC [12]

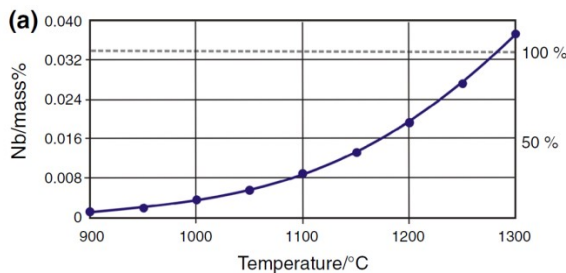


Obr. 2.15: Ocel s přísadou 1,55 %Mn, 0,87 %Si v porovnání s ocelí bez přísady [12]

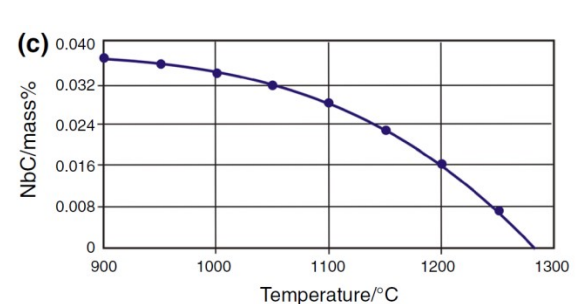


Na základě těchto modelů byly dále stanoveny teplotní závislosti na množství rozpuštěného niobu v tuhém roztoku (obr. 2.16) a na množství niobu vázaného v částicích NbC (obr. 2.17). Precipitace částic NbC začíná při teplotě těsně pod 1300 °C a sklesající teplotou množství karbidů roste. To je samozřejmě spojeno s klesajícím množstvím niobu přítomného v tuhém roztoku. Při teplotě kolem 900 °C je téměř všechen niob vyloučen ve formě precipitátů NbC. [12]

Obr. 2.16: Vliv teploty na množství rozpuštěného niobu [12]



Obr. 2.17: Vliv teploty na množství niobu vázaného v karbidech NbC [12]



### 3 Tepelně - mechanické zpracování TRIP ocelí

Pojem tepelně - mechanické zpracování představuje jednu z nejdůležitějších průmyslových operací k zlepšení mechanických vlastností nejčastěji u slitin kovů. Tento proces zahrnuje technologické postupy, které kombinují TZ s deformačním zpevněním. Za účelem dosažení vhodné kombinace mechanických vlastností je nutné kontrolovat mikrostrukturní vlastnosti jako objem feritu, bainitu a stabilitu zbytkového austenitu. Z doposud provedených výzkumů vyplývá, že TMZ umožňuje zvýšení pevnostních charakteristik o 300 až 500 MPa při zachování, popřípadě zlepšení plastických vlastností. Tento proces příznivě ovlivňuje také vrubovou houževnatost v souvislosti s odolností proti

křehkému porušení. Při cyklickém namáhání se takto zpracované výrobky vyznačují větší mezí pevnosti při únavě materiálu. [10,33]

Mezi klíčové faktory úspěšného procesu patří podmínky tváření jako teplota, stupeň a způsob deformace, ale také chemické složení materiálu, které značně ovlivňuje výsledky TMZ. Mezi prvky, které významně ovlivňují proces a výsledné zpevnění, patří především uhlík, křemík titan a niob. Tyto legury zvyšují pevnost oceli jednak zpevněním tuhého roztoku, ale také vylučováním precipitátů. Probíhající deformace během tohoto procesu má vliv na zjemnění austenitického zrna a martenzitických desek, tvorbu dislokací a deformačních dvojčat. [10]

Nejčastěji jsou TRIP oceli tepelně zpracovávány dvoukrokovým procesem, který se skládá z ohřevu a výdrže na teplotě austenitizace a z ochlazení do oblasti bainitické transformace s následným zakalením. V dnešní době existuje několik výrobních strategií z hlediska deformace, která může probíhat buď tvářením za tepla, nejčastěji válcováním, nebo válcováním za studena s následným tepelným zpracováním. [33]

### 3.1 Charakteristické fázové přeměny

V průběhu TZ a TMZ ocelí probíhají charakteristické fázové přeměny s cílem dosažení požadované struktury. Během procesu tepelného zpracování TRIP ocelí probíhá austenitizace, která představuje zásadní pochod v průběhu výroby z hlediska probíhajících fázových přeměn. Za teplot v rozmezí  $A_{c1}$  a  $A_{c3}$  pro podeutektoidní oceli a v rozmezí  $A_{c1}$  a  $A_{cm}$  pro nadeutektoidní oceli dochází k přeměně feriticko - cementické struktury na austenit, která má difúzní charakter. Během austenitizace dochází k transformaci feritu na austenit a k rozpouštění cementitu. Mezi základní veličiny austenitizace patří velikost austenitického zrna, která ovlivňuje výsledné mechanické a technologické vlastnosti oceli. Velikost austenitického zrna je ovlivněna především teplotou a dobou austenitizace, ale také stavem výchozí struktury a podmínkami překrytí. Obecně platí, že se zvyšující se teplotou a dobou austenitizace roste velikost austenitického zrna. Z praktického hlediska je žádoucí zamezit růstu austenitického zrna, například mikrolegováním niobem nebo tvářením za tepla, čímž dochází k zlepšení mechanických vlastností oceli. [10]

Při ochlazování austenitu z austenitizačních teplot dochází k transformaci austenitu na struktury, které vznikají v závislosti na rychlosti ochlazování. Při malých rychlostech ochlazování dochází ke vzniku proeutektoidních nebo eutektoidních fází. Pokud má ocel eutektoidní koncentraci, dochází k perlitické přeměně. Při vyšším obsahu uhlíku je proeutektoidní fází cementit, zatímco při nízkých koncentracích se jedná o ferit. Při vyšších rychlostech ochlazování dochází ke vzniku nerovnovážných struktur bainitu a martenzitu. Pokud nedojde k transformaci austenitu v celém objemu, nachází se ve struktuře za pokojových teplot jako zbytkový austenit.

#### 3.1.1 Vznik feritu v TRIP ocelích

Ferit v TRIP ocelích transformuje již v prvních fázích ochlazování z austenitu a tato feritická přeměna probíhá až do teplot v oblasti bainitické přeměny. V průběhu ochlazování dochází k obohacování austenitu o uhlík v důsledku tvorby feritických desek. Při pomalých rychlostech ochlazování dochází k tvorbě perlitu, který představuje nežádoucí strukturu přítomnou v TRIP ocelích.

Nasycení austenitu uhlíkem v dostatečném množství během ochlazování na teploty bainitické přeměny vede ke snížení difuze uhlíku do austenitu během prodlevy na teplotě v oblasti bainitické transformace, čímž se zpomaluje bainitická přeměna a dochází ke snižování obsahu bainitu. [10]

V průběhu TMZ v oblasti vzniku feritu má probíhající deformace výrazný vliv na průběh jeho tvorby. Při malých deformacích kolem 10% lze pozorovat vznik feritu na hranicích austenitických zrn v podobě tenkého filmu. Při rostoucím stupni deformace se zvyšuje množství nukleačních zárodků polygonálního feritu a při dalším zvyšování deformace na hodnoty kolem 40 % se již prodlužují austenitická zrna společně s podél nich vzniklým feritem. Pokud deformace dosáhne hodnot kolem 60 %, začíná probíhat nukleace polygonálního feritu i uvnitř austenitických zrn, čímž roste jeho podíl ve struktuře. Při stále rostoucím stupni deformace se zjemňuje feritické zrna. Bylo prokázáno, že přísada niobu zpomaluje deformačně – indukovanou tvorbu feritu. [10]

### 3.1.2 Bainitická transformace

Přechlazením austenitu pod teplotu cca 550 °C se docílí transformace na nerovnovážnou feriticko – karbidickou směs označovanou jako bainit. V průběhu bainitické transformace dochází pouze k difuzi intersteticky rozpuštěného uhlíku. Dále je pro tuto přeměnu charakteristická změna plošně středěné mřížku austenitu na prostorově středěnou mřížku feritu, která probíhá stříhem.

Teplota bainitické přeměny a chemické složení austenitu má výrazný vliv na morfologii bainitu. V oblasti vyšších teplot přeměny vzniká tzv. horní bainit. Horní bainit je tvořen svazky hrubších jehlic feritu a částicemi cementitu, které precipitují na mezifázové hranici ferit – austenit. Ferit zde vzniká stříhovým mechanismem a cementit je ve struktuře přítomen především na hranici feritických jehlic. Dolní bainit vzniká v oblasti nižších teplot bainitické přeměny a je charakteristický přítomností velkého množství jemných karbidických částic destičkovitého tvaru přítomných ve feritu. S klesající teplotou přeměny se snižuje tloušťka feritických jehlic. [10, 42]

Bainitická přeměna v TRIP ocelích probíhá vždy během izotermické výdrže s cílem omezit tvorbu cementitu, který výrazně snižuje obsah uhlíku v austenitu, neboť uhlík představuje nejdůležitější prvek pro stabilizaci austenitu. Pro TRIP oceli je charakteristická absence karbidů uvnitř bainitického feritu, kde se místo nich nacházejí ostrůvky zbytkového austenitu. Zabránění precipitaci cementitu lze docílit například legurou křemíku nebo hliníku, která má nízkou rozpustnost v cementitu, čímž se zpomaluje kinetika jeho růstu. Mezi další prvky, které mají vliv na kinetiku přeměny patří hliník, fosfor nebo měď. [10]

Mezi zásadní parametry bainitické přeměny patří teplota, doba izotermické prodlevy a chemické složení oceli. Doba výdrže na teplotě bainitické přeměny ovlivňuje obsah uhlíku ve zbytkovém austenitu. Bylo zjištěno, že při delších časech prodlevy je pro efektivní zpomalení tvorby cementitu dostačující obsah křemíku kolem 1,5 hm. %. Při nižším obsahu křemíku ve struktuře je pozorováno dosažení maximálního obsahu uhlíku v austenitu již v prvních fázích bainitické přeměny, zatímco při delších časech dochází ke snižování obsahu uhlíku. Obsah uhlíku ve zbytkovém austenitu je řízen difuzí uhlíku z bainitického feritu a zároveň potencionální precipitací cementitu. Pokud ve struktuře vznikne malé množství bainitu v důsledku krátkých časů izotermické prodlevy, dochází k stabilizaci menšího množství zbytkového austenitu vlivem heterogenního rozložení uhlíku ve struktuře. Pro dosažení optimálních mechanických vlastností je žádoucí, aby došlo ke stabilizaci zbytkového austenitu s vysokým obsahem uhlíku. [10]

### 3.1.3 Martenzitická transformace

Při přechlazení austenitu do oblasti teplot, kdy se neuplatňuje difuze substitučních prvků ani uhlíku, se austenit transformuje bezdifuzní přeměnou na martenzit – nerovnovážný přesycený tuhý roztok uhlíku v železe alfa. Jelikož při této přeměně je difuze zanedbatelná,

chemické složení původního austenitu a vznikajícího martenzitu je stejné. Je zde pozorována změna plošně středěné kubické mřížky austenitu na prostorově středěnou tetragonální mřížku martenzitu, ke které dochází stříhem mezi teplotami martenzit start ( $M_s$ ) a martenzit finiš ( $M_f$ ). Na výši teploty  $M_s$  má vliv především chemické složení, všechny prvky s výjimkou hliníku a kobaltu ji snižují. [24]

Pro TRIP oceli je vedle teplotně – indukovaného martenzitu klíčová především deformačně indukovaná martenzitická transformace. Tato přeměna obvykle probíhá již po TMZ v průběhu výroby nebo provozu součástí vyrobených z TRIP oceli a obvykle je požadováno, aby deformace zbytkového austenitu probíhala nad teplotou  $M_s$ . Deformačně – indukovaný martenzit také omezuje tvorbu mikrotrhlin v oblasti plastické deformace. Na čele mikrotrhliny se vlivem napětí indukuje martenzitická destička, která brání dalšímu růstu a šíření trhliny. Mechanická stabilita zbytkového austenitu je definována hodnotami teplot s označením  $M_s^\sigma$  a  $M_d$ .

Teplota  $M_s^\sigma$  charakterizuje dvě oblasti, a to působení deformace a napětí. Pod touto teplotou dochází k přeměně zbytkového austenitu na martenzit působením kritického napětí, zatímco nad ní dochází k transformaci vlivem deformace. Pokud je teplota prostředí rovna teplotě  $M_s^\sigma$ , napětí potřebné pro přeměnu je rovno mezi kluzu austenitu. Teplota  $M_d$  je definována jako teplota, nad kterou je austenit zcela stabilní a nedochází k jeho přeměně ani v případě, že došlo ke stavu napjatosti nebo deformaci. V praxi je dále definována teplota  $M_{d30}$ , při které se transformuje 50% austenitu na martenzit v důsledku probíhající tahového zatížení, z kterého je uvažováno právě 30% deformace. Tuto teplotu lze odvodit na základě empirických vztahů uvažujících různé chemické složení. Například TRIP oceli C-Mn-Si mají tuto teplotu kolem 95 °C, zatímco oceli C-Mn-Al kolem 59 °C. [10]

Bylo zjištěno, že nejvyšší hodnoty tažnosti jsou dosahovány těsně nad teplotou  $M_s^\sigma$ . V této oblasti bylo pozorováno omezení tvorby krčku v důsledku rovnoměrné deformace zkušebních tyčí. V mikroobjemech austenitu s relativně vysokým stupněm plastické deformace vznikně deformačně indukovaný martenzit. Tím dojde ke zpevnění a další plastické deformace se uskuteční v okolním austenitu. Tak se zabrání lokalizaci plastické deformace v jednom místě a tvorbě krčku. [10]

#### 3.1.4 Zbytkový austenit

Zbytkový austenit se ve struktuře TRIP ocelí nachází v metastabilním stavu po tepleném nebo TMZ, neboť nedochází k jeho přeměně během ochlazování na ferit, bainit nebo martenzit. Z mikrostrukturního hlediska se může vyskytovat jako granulovitý nebo jehlicovitý. Zatímco granulovitý austenit se nachází ve formě větších ostrůvků ve feritickém bainitu, jehlicovitý austenit se nachází vždy mezi bainitickými nebo martenzitickými laťkami ve formě tenkého filmu.[10]

Morfologie zbytkového austenitu má vliv na stabilitu během deformace. Zbytkový austenit se jeví jako stabilnější, pokud je ve struktuře přítomen jako slabý film mezi bainitickými laťkami, spíše než granulární typ. Sousedící fáze zbytkového austenitu má také vliv na jeho stabilitu. Pokud je v blízkosti přítomna měkká fáze, například ferit, napětí přestoupí do zbytkového austenitu již při nízkém stupni deformace feritu a dojde k přeměně na martenzit vlivem TRIP efektu. V přítomnosti tvrdé strukturní složky, například bainitu, je velká část napětí pohlcena touto relativně tvrdou složkou a transformace na martenzit probíhá pomaleji. [40]

Stabilita zbytkového austenitu je ovlivněna také velikostí původního austenitického zrna, přičemž s rostoucí velikostí zrna jeho stabilita klesá. Ostrůvky zbytkového austenitu větší než 1  $\mu\text{m}$  jsou nestabilní a již během ochlazování nebo při nízkých hodnotách deformace se přemění na martenzit. Ostrůvky menší velikosti jsou příznivější z pohledu stability, neboť

mají menší objem pro nukleaci martenzitu a vyžadují větší míru deformace potřebnou pro transformaci. Ostrůvky o velikosti setin mikrometrů jsou pro TRIP oceli zcela bezvýznamné, protože nedochází k jejich transformaci na martenzit. [10,39]

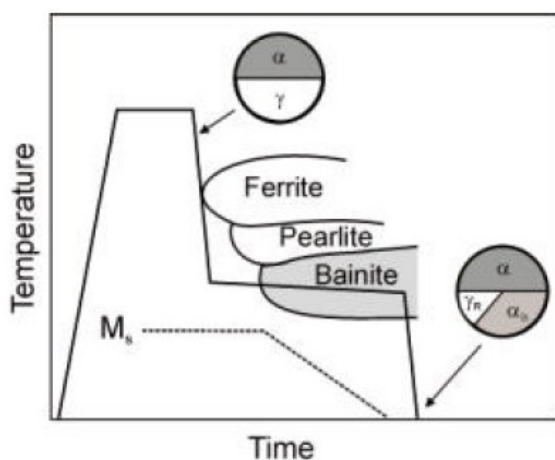
Množství obsahu uhlíku ve zbytkovém austenitu hraje významnou roli. Se zvyšujícím se obsahem uhlíku ve zbytkovém austenitu roste mechanická stabilita. Při koncentraci uhlíku 0,5 hm.% se ukazuje, že dochází k transformaci na martenzit příliš rychle. Naopak při koncentracích přesahujících 1,8 hm. % roste stabilita zbytkového austenitu natolik, že nedochází k jeho transformaci ani při vysokých stupních deformace. [10]

### 3.2 Válcování za studena

Operaci válcování ocelí za studena předchází válcování za tepla, buď v oblasti teplot kolem 700 °C, nebo při teplotách v oblasti tvorby bainitu kolem 500 °C. Při vyšších teplotách prvotních deformací je materiál houževnatější vlivem feriticko – perlitické struktury a při následném válcování za studena není zapotřebí tak velké válcovací síly, jako při válcování za nižších teplot s výslednou strukturou s podílem bainitu. [24]

Po válcování za studena probíhá TZ sestávající se ze dvou kroků: interkritického žíhání v rozmezí teplot 780 – 880 °C následovaného rychlým ochlazením a izotermickou bainitickou přeměnou při teplotách 350 – 500 °C s ochlazením na pokojovou teplotu. Schématické znázornění tohoto procesu je patrné z obr 3.1.

Obr. 3.1: Dvou – krokové tepelné zpracování TRIP ocelí [24]



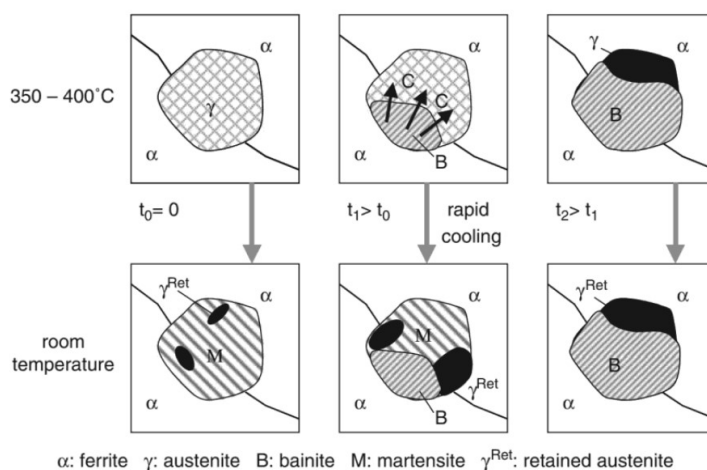
Při ohřevu na teplotu interkritického žíhání (780 – 880 °C) dochází v prvotní fázi k rekrytalizaci feritu po válcování za studena. Cementit se nejprve rozpouští do feritu a poté při překročení teploty  $A_{c1}$  se rozpouští do austenitu. Atomy uhlíku v prvotních fázích difundují do austenitické fáze, která v počátku obsahuje více uhlíku, než je rovnovážný stav. Při další výdrži na teplotě dochází k přerozdělení uhlíku a struktura je složená z feritu a austenitu s objemovým zastoupením 1:1. Austenitizační teplota je držena těsně nad  $A_{c1}$  z důvodu dosažení co největšího množství uhlíku v austenitu a zamezení růstu zrna. Při vyšších teplotách dochází k snížení podílu feritu a zvýšení podílu austenitu ve struktuře.

Délka výdrže na teplotě se volí s ohledem na růst austenitického zrna a na rozpuštění všech karbidických částic. Materiál je poté ochlazován na teplotu bainitické přeměny kritickou rychlostí tak, aby nedošlo k tvorbě příliš velkého množství feritu nebo ke vzniku perlitu. Rychlost ochlazování souvisí s tvorbou tzv. nového feritu, který vzniká z již existující feritické fáze a má za následek obohacení austenitu uhlíkem. [10, 24,34]

V druhém kroku během izotermického žhání v oblasti bainitické přeměny za teplot kolem 350 – 500 °C, následují další důležité transformace. Tento krok je zásadní pro optimalizaci TRIP ocelí. Mezi klíčové parametry patří obsah uhlíku, objemový podíl a velikost ostrůvků zbytkového austenitu ve struktuře. Zvolená teplota izotermického bainitického žhání má velký vliv na morfologii a objem zbytkového austenitu. V oblasti teplot 500 - 400 °C nedochází k výrazným objemovým změnám zbytkového austenitu a zbytkový austenit se nachází mezi lačkami horního bainitu v podobě tenkých destiček. Při teplotách nižších kolem 300 °C se již projevují objemové změny v podílu zbytkového austenitu, který se nachází spíše v oblasti uvnitř dolního bainitu. Doba výdrže na teplotě bainitické přeměny ovlivňuje objemový podíl a stabilitu zbytkového austenitu. Při rostoucí době prodlevy na této teplotě dochází ke zvyšování podílu bainitu a k poklesu objemu zbytkového austenitu. Vlivem tohoto poklesu je pozorováno lokální zvýšení koncentrace uhlíku ve zbytkovém austenitu, které přispívá k jeho stabilitě. [10]

Díky obohacení austenitu o uhlík dochází k jeho stabilizaci, proto teplota  $M_s$  leží pod pokojovou teplotou. Nicméně při dlouhých žhacích časech může docházet k rozpadu austenitu v metastabilním stavu na feriticko – karbidickou směs. Například přísada křemíku zpomaluje tento rozpad. Po izotermické prodlevě je ocel rychle ochlazená na pokojovou teplotu. Při velmi krátkých časech ( $t_0$ ) žhání dochází k přeměně nestabilního austenitu na martenzit (obr. 3.2), ačkoliv určitý podíl zbytkového austenitu je ve struktuře stále přítomen. U některých TRIP ocelí se teplota  $M_f$  nachází pod pokojovou teplotou. Při delších časech ( $t_1$ ) výdrže se po ochlazení část austenitu přemění na martenzit, ale větší podíl austenitu nebude transformovat a zůstane přítomen ve struktuře jako zbytkový, neboť došlo k jeho stabilizaci vlivem redistribuce uhlíku. Při optimálních časech ( $t_2$ ) výdrže je austenit natolik stabilní, že po ochlazení netransformuje na martenzit a zůstává ve struktuře přítomen i za pokojových teplot. Finální mikrostruktura je při optimálních podmínkách a za pokojových teplot složena ze zbytkového austenitu (5 – 15%), bainitu (25 – 40%) a feritu (50 – 60%). [24]

Obr. 3.2: Schéma strukturních změn během izotermického bainitického žhání (nahore) a produktů přeměny za pokojových teplot (dole) [34]



### 3.3 Válcování za tepla

Do zpracování TRIP ocelí může být zařazeno tváření za tepla. Schéma TMZ sdílí obdobné principy jako válcování za studena z hlediska probíhajících transformací (obr. 3.3). Mezi největší výhody tohoto procesu patří především možnost ovlivnit rozložení jednotlivých fází a finální morfologii vlivem TMZ. Dále se díky deformaci za tepla výrazně zjemňuje zrno



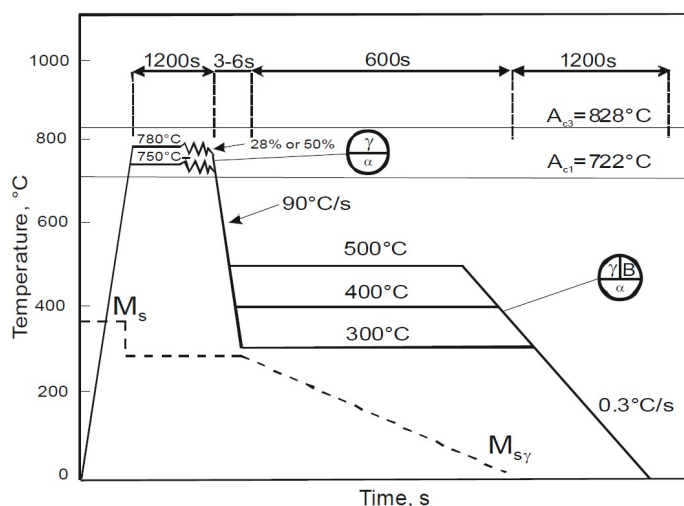
a dochází k podpoře vzniku feritu. Při deformaci v oblasti teplot 700 – 800 °C se urychluje nukleace feritu a roste jeho objemový podíl. To je dáno především tím, že při transformaci zdeformovaného austenitu se ferit vytváří na hranicích i uvnitř austenitických zrn, zatímco při transformaci nezdeformovaného austenitu se ferit tvoří pouze na hranicích zrn. [10,34]

Deformace v interkritické oblasti, tj. koexistence feritu a austenitu, má vliv na podíl zbytkového austenitu ve struktuře, zjemňuje se zrno austenitu a také má vliv na koncentraci uhlíku. Při větším stupni deformace v interkritickém regionu dochází k tvorbě větší plochy hranic austenitických zrn společně se zvětšující se délkou rozhraní mezi austenitem a feritem. Při větším stupni deformace se také urychluje růst feritu do austenitických zrn, vzniká větší množství pohyblivých dislokací, které je při nižších teplotách pouze částečně zregenerováno a pomáhá k urychlení difuze a tvorbě feritu. V oblasti bainitické přeměny se vlivem plastické deformace zvyšuje množství nukleačních center bainitu a zároveň dochází ke snižování tempa jeho růstu. [10]

Materiál je tvářen v oblasti austenitu nebo v oblasti koexistence feritu a austenitu pro podeutektoidní oceli. Austenit může být také tvářen při teplotách nižších, než je rekrytalizační teplota. To vede k prodloužení austenitických zrn. Během následného ochlazení na teplotu bainitické přeměny dochází k nukleaci většího počtu feritických zárodků, což v konečném důsledku vede k jemnějším feritickým zrnům a menším bainitickým útvarům. Bylo pozorováno, že přechod deformace austenitu za tepla vede k vyšší stabilitě zbytkového austenitu. Při následné deformaci oceli za studena se tento zbytkový austenit přeměňuje pozvolně v martenzit zlepšují se mechanické vlastnosti (vyšší pevnost a lomová houževnatost). [34]

Deformace v oblasti existence austenitu a feritu má výrazný vliv na multifázové složení TRIP oceli, především na stabilitu zbytkového austenitu. V průběhu procesu TMZ je zásadním parametrem především rychlost ochlazování po deformaci do oblasti bainitické transformace z důvodu zamezení tvorby perlitu. Vhodnou kombinací parametrů procesu jako teplota austenitizace, míra deformace, teplota bainitické přeměny a rychlost ochlazování lze dosáhnout optimálního mikrostrukturního složení.

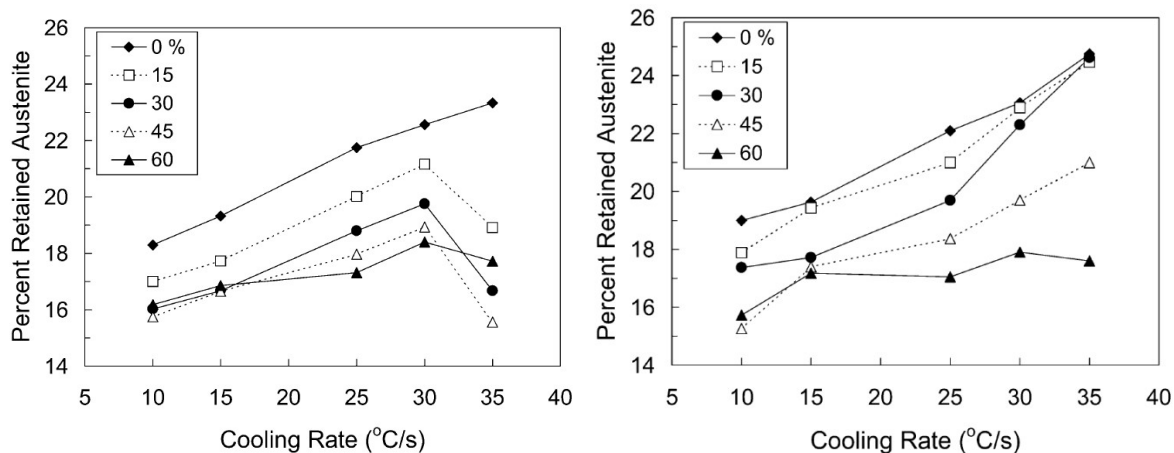
Obr. 3.3: TMZ charakteristické pro TRIP oceli [38]



U oceli Si – Mn s nízkým obsahem manganu byl pozorován vliv deformace při teplotě nad  $A_{c3}$  na zbytkový austenit při různých rychlostech ochlazování a stupních deformace (obr. 3.4, 3.5). U vzorků, které nebyly vystaveny deformaci bylo zjištěno, že zvyšování ochlazovací rychlosti z různých teplot bainitické přeměny (420 – 480 °C) vede k vyššímu množství zbytkového austenitu ve struktuře a snižování objemu feritu ve struktuře. Množství zbytkového austenitu v závislosti na teplotě bainitické přeměny se lišilo pouze v jednotkách procent a to tak, že při nižších teplotách byl pozorován větší podíl austenitu, zatímco vliv této teploty na podíl feritu nebyl pozorován. Vzorky vystavené deformaci za tepla vykazovaly nižší podíl zbytkového austenitu ve struktuře oproti vzorkům bez deformace. Zvyšování

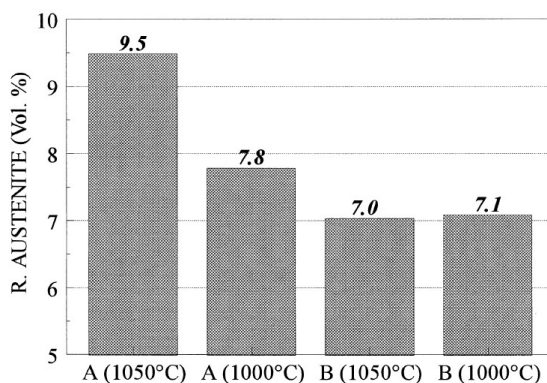
stupně deformace vedlo ke snížení objemu zbytkového austenitu ve struktuře a zároveň ke zvyšování objemu feritu. [35]

Obr. 3.4, 3.5: Množství zbytkového austenitu v závislosti na ochlazovací rychlosti a různých stupních deformace za tepla, ochlazováno z teplot vlevo 480°C, vpravo 420 °C [35]



Na výsledné mikrostrukturní složení mají během TMZ také vliv legující prvky, například niob a hliník (obr. 3.6). Niob může být rozpuštěn v tuhém roztoku nebo tvořit precipitát typu Nb(CN). Rozpuštění prvků v matici probíhá za zvýšených teplot (kolem 1200 °C) a následně při ochlazování dochází k precipitaci částic typu Nb(CN) nebo AlN.

Obr 3.6: Vliv Nb při různých podmínkách TMZ (deformace při teplotě 1000 nebo 1050 °C) na obsah zbytkového austenitu ve struktuře pro ocel s Nb (A) a bez Nb (B) [36]



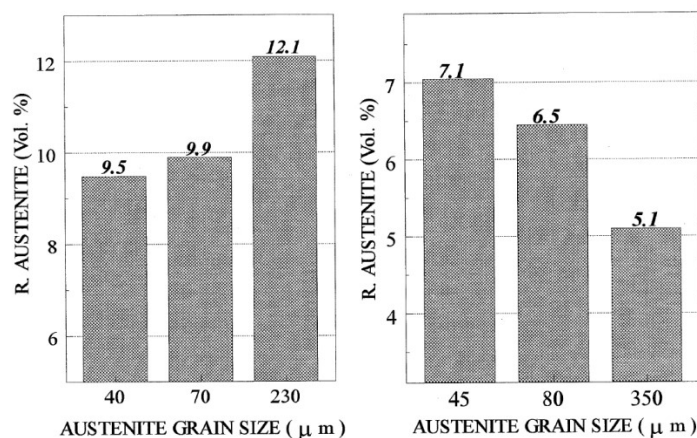
Vyloučení precipitátů NbC z tuhého roztoku stejně jako přítomnost Nb v tuhém roztoku má vliv na objem zbytkového austenitu ve struktuře. Niob rozpuštěný v tuhém roztoku brzdí tvorbu feritu, zatímco přítomný ve formě karbidů nemá vliv na kinetiku transformace. Snížení teploty deformace TMZ vede k redukci množství Nb přítomného v tuhém roztoku vlivem vyloučení precipitátů, což má za následek snížení objemu zbytkového austenitu ve struktuře. [36]

Během deformace dochází k zjemnění austenitického zrna a při rozpadu austenitu vznikají jemnozrné struktury feritu, bainitu nebo martenzitu. U hrubších austenitických zrn vznikají větší bainitické útvary. To má při následném ochlazování vliv na snižování obsahu austenitu ve struktuře, který má větší tendenci k transformaci na bainit nebo martenzit. Jemnozrnější austenitická struktura má vliv na teplotu  $M_s$ , kterou posouvá k nižším hodnotám. Při rostoucí velikosti původního austenitického zrna se zvyšuje podíl zbytkového



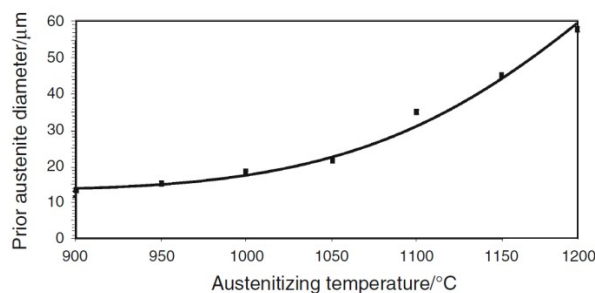
austenitu především z důvodu přítomnosti Nb v tuhém roztoku. U ocelí bez přísady Nb platí opačná závislost (obr. 3.7). [36]

**Obr. 3.7: Závislost velikosti austenitického zrna na podílu zbytkového austenitu pro ocel s přísadou Nb (vlevo) a bez přísady niobu (vpravo) [36]**



Na obr. 3.8 je zachycena závislost velikosti původního austenitického zrna na teplotě austenitizace v rozmezí od 900 – 1200 °C pro Si – Al TRIP ocel s přísadou Nb. Při teplotě austenitizace v rozmezí 900 – 1050 °C byla pozorována jemnozrná struktura a nedocházelo k výraznému hrubnutí původního austenitického zrna. To je způsobeno především přítomností niobu ve formě precipitátů Nb(C,N), kdy dochází k efektivnímu zabránění růstu austenitického zrna v tomto teplotním intervalu. Při teplotách nad 1050 °C již bylo pozorováno rozpouštění těchto částic do tuhého roztoku a s tím spojené hrubnutí původního austenitického zrna.[48]

**Obr. 3.8: Závislost velikosti austenitického zrna na teplotě austenitizace pro ocel Si – Al – Nb [48]**



Za účelem zjištění vlivu TMZ na mikrostrukturu, morfologii a podíl jednotlivých fází byl proveden výzkum nízko – legované TRIP oceli (0,18 %C, 1,45 %Mn, 1,90 %Si, 0,03 %Al). [37] Bylo provedeno několik režimů lišících se v teplotě austenitizace, stupni deformace, rychlosti a prostředí pro ochlazování (obr. 3.9)

**Obr. 3.9: Režimy TMZ a výsledný podíl feritu a austenitu ve struktuře TRIP oceli [37]**

Specimen	Austenitization	Compression deformation	Bainitic hold	Specimen	Ferrite (%)	Austenite (%)
T1	950 °C/900s	710 °C/16s, 30%, water	400 °C/300s	T1	41	–
T2	950 °C/450s	710 °C/16s, 30%, water	400 °C/300s	T2	38	22
T3	950 °C/450s	610 °C/16s, 30%, water	400 °C/300s	T3	46	6
T4	900 °C/450s	660 °C/16s, 30%, water	400 °C/300s	T4	49	4
T5	850 °C/450s	710 °C/16s, 30%, water	400 °C/300s	T5	57	18
T6	850 °C/450s	700 °C/16s, 30%, CO <sub>2</sub>	400 °C/300s	T6	43	17
T7	850 °C/450s	700 °C/16s, 50%, CO <sub>2</sub>	400 °C/300s	T7	48	17

Vzorky T1 – T4 s vyšší teplotou austenitizace vykazovaly heterogenní feriticko – bainitickou strukturu s hrubým austenitickým zrnem. U vzorků T5 – T7 byla dále pozorována jemnozrná homogení feriticko – bainitická struktura. U vzorku T5 byl dále zjištěn malý podíl perlitu ve struktuře. Nejlepších výsledků bylo dosaženo u vzorku T6, který vykazoval jemnozrnou strukturu s velkým podílem zbytkového austenitu. U vzorku T7 byly při zvýšeném stupni deformace pozorovány mikrotrhliny ve struktuře. [37]

## 4 Experimentální program

Cílem experimentálního programu diplomové práce bylo zkoumat vliv TMZ a tepelného zpracování TRIP oceli se zvýšeným obsahem hliníku na výslednou mikrostrukturu a mechanické vlastnosti oceli. Úkolem bylo tedy především prozkoumat vliv různých austenitizačních teplot na velikost původního austenitického zrna a také vliv těchto teplot na rozpouštění precipitátů karbidů niobu do tuhého roztoku. K tomuto účelu byly poskytnuty tři tavby oceli lišící se v obsahu legujících prvků hliníku, manganu a niobu. Tyto tavby byly zpracovány různými režimy TZ a TMZ.

Za účelem zjištění vlivu teploty austenitizace na velikost původního austenitického zrna byly vzorky vystaveny různým režimům jedno – krokového TZ (austenitizace s následným zakalením). Velikost austenitického zrna byla následně zjišťována s využitím světelné mikroskopie (SM).

Další skupinu představují vzorky, které byly zpracovány za podmínek používaných v praxi pro TRIP oceli, tedy dvou – krokovým tepelným zpracováním (austenitizací s ochlazením na teplotu v oblasti bainitické transformace a prodlevou na této teplotě). U třetí skupiny vzorků bylo ve vybraných režimech dvou – krokového TZ zařazeno mechanické zpracování v podobě tlakové deformace. Cílem zkoumání těchto vzorků bylo zjistit vliv deformace a vliv izotermického žhání na charakter mikrostruktury a vliv na precipitaci jemných sekundárních částic niobu, popřípadě hliníku. K tomuto účelu byla vedle světelné mikroskopie využita transmisní elektronová mikroskopie (TEM) a řádkovací elektronová mikroskopie (SEM), popřípadě SM. Chemické složení částic bylo ověřeno pomocí energiově disperzní rentgenové mikroanalýzy (EDX).

V průběhu experimentu byly dále prováděny mechanické zkoušky. U vzorků, které prošly jedno – krokovým tepelným zpracováním byla měřena tvrdost dle Vickerse. U vzorků, které byly vystaveny dvou - krokovému zpracování a zpracování s deformací, byly vyhodnoceny mechanické vlastnosti jako mez kluzu, mez pevnosti a tažnost na základě dat ze zkoušky tahem. Dále byla provedena rentgenová difrakční fázová analýza pro zjištění množství zbytkového austenitu přítomného ve struktuře za pokojových teplot.

### 4.1 Experimentální materiál

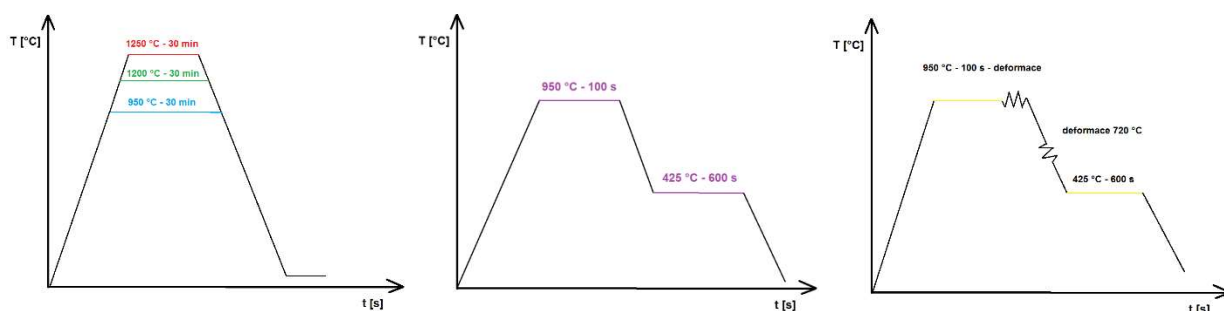
K experimentálnímu programu diplomové práce byly dodány tři tavby oceli s odlišným chemickým složením (tab. 4.1) a s rozdílnými podmínkami TZ a TMZ (tab. 4.2). Tavby s označením T4, T7 a T8 se z hlediska chemického složení liší v obsahu manganu, hliníku a niobu. Množství legujících prvků uvedené v hmotnostních procentech bylo stanoveno metodou optické emisní spektrometrie na zařízení Q4 TASMAN (výrobce Bruker – Elemental).

Tab. 4.1: Chemické složení jednotlivých taveb (hm. %)

Tavba	C	Si	Mn	P	S	Cr	Al	Nb
T8	0,21	0,55	3,13	0,008	0,003	0,18	2,01	0,060
T7	0,22	0,60	3,02	0,007	0,003	0,17	1,41	0,065
T4	0,21	0,55	1,5	0,008	0,004	0,18	1,43	0,06

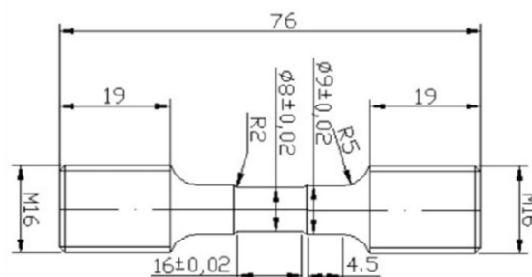
Bylo zkoumáno celkem patnáct vzorků (pět z každé tavby), které byly zpracovány různými režimy TZ a TMZ, které jsou schématicky zobrazeny na obr. 4.1. Prvních devět vzorků se liší teplotou austenitizace (950 °C, 1200 °C, 1250 °C) s dobou výdrže 30 minut a následným zakalením do vody. Druhá skupina třech vzorků prošla dvou – krokovým tepelným zpracováním provedeným na simulátoru MTS 810 se stejnými parametry pro všechny tři tavby. Teplota austenitizace byla stanovena na teplotu 950 °C po dobu 100 sekund a následně byly vzorky ochlazeny rychlostí 15 °C/s do oblasti bainitické přeměny, tedy na teplotu 425 °C po dobu 600 sekund a následným ochlazením na vzduchu. Poslední skupina třech vzorků byla vystavena TMZ s teplotou austenitizace 950 °C po dobu 100 sekund. Během ochlazování na teplotu bainitické prodlevy (425 °C/600 sekund) rychlostí 15 °C/s proběhly dvě 10 % tlakové deformace, první při teplotě 950 °C, druhá při 720 °C.

Obr. 4.1: Režimy tepelného a tepelně – mechanického zpracování



Vzorky pro experimentální program diplomové práce byly odebrány z kovaných tyčí - laboratorních taveb od firmy COMTES FHT a.s. Pro zpracování na simulátoru MTS byly zhotoveny vzorky s rozměry uvedenými na obr. 4.2. Ze středových částí zpracovaných vzorků byly vyrobeny metalografické výbrusy podélném řezu zalité v pryskyřici pro účely SM a SEM.

Obr. 4.2: Vzorek pro zpracování na simulátoru MTS



Tab. 4.2: Přehled a značení vzorků

Vzorek č.	Označení vzorku	Austenitizace/ bainitická prodleva [°C]
1	T4-950-30	950/-
2	T4-1200-30	1200/-
3	T4-1250-30	1250/-
4	T7-950-30	950/-
5	T7-1200-30	1200/-
6	T7-1250-30	1250/-

Vzorek č.	Označení vzorku	Austenitizace/ bainitická prodleva [°C]
7	T8-950-30	950/-
8	T8-1200-30	1200/-
9	T8-1250-30	1250/-
10	B4-T4-125	950/425
11	T7-01-MTS	950/425
12	T8-01-MTS	950/425

Vzorek č.	Označení vzorku	Austenitizace/bainitická prodleva [°C]	Tlaková deformace (10%)
13	B4 – T4 - 89	950/100	950/720 °C
14	T7 - 21	950/100	950/720 °C
15	T8 - 21	950/100	950/720 °C

Pro zviditelnění struktury při pozorování ve světelném a elektronovém řádkovacím mikroskopu bylo nutno vzorky dokonale vyleštit za pomoci patřičné techniky. Operace broušení a následného leštění vzorků byla provedena na zařízení STRUERS LABOPOL – 5 s magnetickými kotouči. Broušením pod vodou na příslušném kotouči se dosáhlo rovnoměrně drsného a rovného povrchu. Po broušení následovala operace leštění na leštících plátnech s diamantovými částicemi rozmístěnými v leštící pastě v posloupnosti velikostí 9, 6 a 3  $\mu\text{m}$ . Po leštění bylo dosaženo zrcadlového povrchu vzorku vhodného pro vyvolání mikrostruktury. Způsob vyvolání struktury se odlišoval pro pozorování ve SM a SEM. Z toho důvodu je vyvolání struktury experimentálních vzorků podrobně popsáno v odpovídajících kapitolách. Pro pozorování v TEM byly z naleptaných metalografických výbrusů sejmuty extrakční uhlíkové repliky. Podrobný popis přípravy finálních vzorků je uveden u výsledků pozorování příslušnými mikroskopickými metodami.

## 5 Výsledky

### 5.1 Mechanické vlastnosti

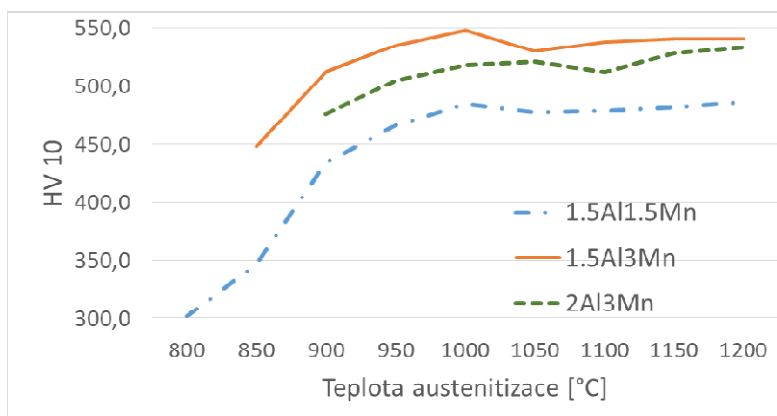
#### Měření tvrdosti

Tvrdot byla měřena dle Vickerse na základě normy ČSN EN ISO 6507-1. Indentor je pravidelný čtyřboký jehlan s vrcholovým úhlem 136°. Pro měření tvrdosti bylo zvoleno zatížení odpovídající deseti kilogramům s označením HV 10. Zatížení jedním kilogramem odpovídá dle normy síle o velikosti  $F = 9,807 \text{ N}$ . Hodnota tvrdosti je pak určena na základě proměření uhlopříček vtisku a po dosazení hodnot dle následujícího vztahu (3), kde  $F$  je zatěžující síla [N] a  $u$  aritmetický průměr ze dvou změřených uhlopříček každého vtisku [mm].

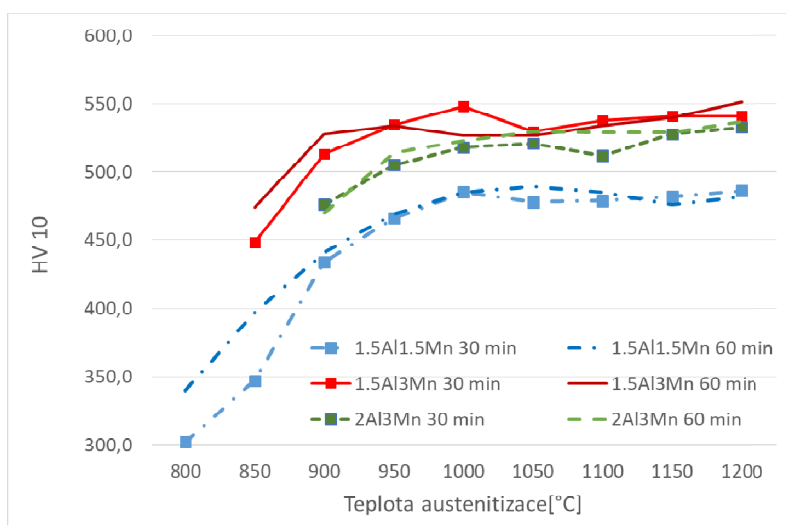
$$HV = 0,1891 \frac{F}{u^2} \quad (3)$$

U skupiny vzorků, které prošly jednokrokovým tepelným zpracováním (tj. prvních devět vzorků s výdrží na austenitizační teplotě 30 min dle tab. 4.2), byla měřena pouze tvrdost. Z těchto údajů byl sestaven graf závislosti tvrdosti na teplotě austenitizace pro jednotlivé tavby oceli (obr. 5.1). Nad rámec diplomové práce byla měřena tvrdost i u vzorků s výdrží na austenitizační teplotě 60 min. V grafu na obr. 5.2 jsou porovnány tvrdosti oceli v závislosti na teplotě austenitizace a době prodlevy na austenitizační teplotě.

Obr. 5.1: Průběh tvrdosti v závislosti na teplotě austenitizace pro jednotlivé tavby oceli (prodleva 30 min)



Obr. 5.2: Porovnání tvrdosti pro jednotlivé tavby oceli s různou dobou prodlevy na austenitizační teplotě



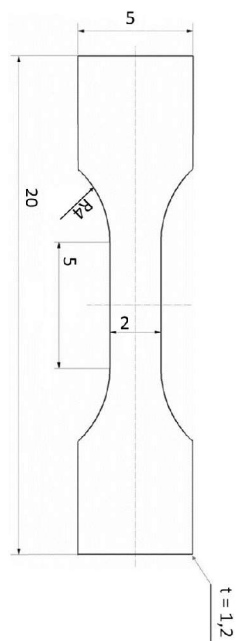
### Zkouška tahem

Zkouška tahem byla provedena na plochých vzorcích (viz obr. 5.4), které prošly dvou – krokovým tepelným a TMZ. Tato zkouška byla provedena při pokojové teplotě pro stanovení základních mechanických charakteristik jako mez kluzu  $R_e$ , mez pevnosti  $R_m$  a tažnost A. Zkoušky byly provedeny v souladu s normou ČSN EN ISO 6892-1 na stejném simulátoru, na němž bylo provedeno TZ a TMZ (obr. 5.3). Jedná se o servohydraulické zařízení s možností vysokofrekvenčního přímého odporového ohřevu o výkonu 3 kW v kombinaci s chlazením vzduchem a vodou. Síla byla snímána s využitím axiálního extenzometru. Napětíové a deformační charakteristiky zkušebních vzorků jsou zobrazeny v tabulce č. 5.1.

Obr. 5.3: Tepelně – mechanický simulátor MTS



Obr. 5.4: Náčrt vzorku pro zkoušku tahem



Tab. 5.1: Mechanické charakteristiky ze zkoušky tahem (střední hodnoty se směrodatnou odchylkou)

Označení vzorku	$R_e$ [MPa]	$R_m$ [MPa]	A [%]
<b>Dvou – krokové TZ – 950 °C – 425 °C</b>			
B4-T4-125	607 ±3	825±4	41±1
T7-01-MTS	720±5	1241±3	20±0
T8-01-MTS	663±1	1123±4	19±1
<b>TMZ</b>			
B4-T4-89	665±6	878±7	31±0
T8-21	1190±6	1679±1	9±0
T7-21	1180 ±9	1605±5	16±0

## 5.2 Světelná mikroskopie

### Hodnocení velikosti původního austenitického zrna

Stanovení velikosti původního austenitického zrna bylo provedeno lineární metodou dle normy s označením EN ISO 643. Na obraz mikrostruktury se položí úsečka o známé délce a počítá se počet zrn prořatých touto úsečkou. Zrna na koncích úsečky, která jí nejsou celá prořata, se počítají za jedno zrno. Střední rozměr zrna  $d_{ST}$  se určí z rovnice (4):

$$D_{ST} = \frac{\sum L}{n} [mm] \quad (4)$$

kde  $\sum L$  je celková délka úseček v mm,  
n celkový počet zrn prořatých úsečkami

Střední počet zrn  $N_{ST}$  na  $1 \text{ mm}^2$  plochy výbrusu se pak určí z rovnice (5):

$$N_{ST} = \left(\frac{1}{d_{ST}}\right)^2 \quad (5)$$

Stanovení je nutno provést nejméně na třech různých zorných polích, přičemž se položí celkem 10 úseček. Pokud je struktura rovnoosá, nezáleží na směru položení úseček. U nerovnoosých struktur se musí měření provést ve více směrech. Délka úseček a s tím související zvětšení mikroskopu se volí tak, aby každá z nich prořala co nejvíce možných zrn na mikrosnímku.

Měření velikosti původního austenitického zrna bylo provedeno na metalografických výbrusech všech experimentálních vzorků. Mechanicky vyleštěné výbrusy byly leptány v roztoku 3% Nitalu (3%  $\text{HNO}_3$ , ethanol) po dobu 5 - 8 sekund. K vyhodnocení velikosti austenitického zrna byla použita SM a software NIS Elements, který slouží pro obrazovou analýzu a byl zde využit jako vykreslovací nástroj pro zrna, jejichž hranice nebyly plně naleptány. V softwaru NIS Elements byly dále měřeny délky jednotlivých proložených úseček a zjišťován celkový počet zrn prořatých proloženými úsečkami na určitém mikrosnímku (obr. 5.5). Výsledné hodnoty z měření velikosti původního austenitického zrna na zkušebních vzorcích jsou patrné v tabulce č. 5.2.

Tab. 5.2: Hodnocení velikosti původního austenitického zrna

Označení vzorku	$D_{ST}$ [ $\mu\text{m}$ ]	$N_{ST}$ [ $\text{mm}^2$ ]
<b>T4 – 950/1200/1250 °C</b>		
T4-950-30	49	412
T4-1200-30	77	169
T4 – 1250 – 30	122	68

Označení vzorku	$D_{ST}$ [ $\mu\text{m}$ ]	$N_{ST}$ [ $\text{mm}^2$ ]
<b>T8 – 950/1200/1250 °C</b>		
T8-950-30	50	398
T8-1200-30	88	130
T8 – 1250 – 30	128	61

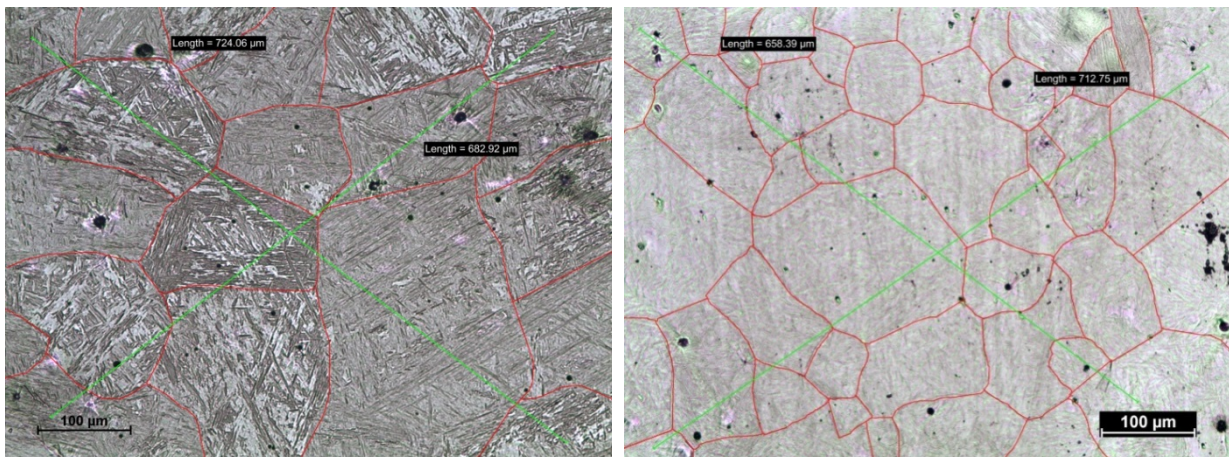
<b>T7 – 950/1200/1250 °C</b>		
T7-950-30	51	380
T7-1200-30	88	130
T7 – 1250 - 30	127	62

<b>T4/T7/T8 – 950 °C – 425 °C</b>		
B4-T4-125	49	407
T7-01-MTS	47	453
T8-01-MTS	45	493

Označení vzorku	$D_{ST}$ [ $\mu\text{m}$ ]	$N_{ST}$ [ $\text{mm}^2$ ]
<b>TMZ</b>		
T7-21	46	462
T8-21	46	475
B4-T4-89	45	498



Obr. 5.5: Hodnocení velikosti původního austenitického zrna – vlevo T4 – 1250 – 30, vpravo T4 – 950 – 30



### Hodnocení mikročistoty

Mikročistota oceli byla stanovena u každé tavby (T4, T7, T8) po jedno - krokovém TZ při teplotě austenitizace 1200 °C na základě normy DIN 50602. Tato norma se zabývá hodnocením nekovových sulfidických a oxidických vměstků, které jsou v oceli obsaženy vlivem procesu tavení - při styku materiálu se vyzdívkou pece, při oxidaci vzduchem nebo struskou apod. Toto měření bylo provedeno na metalografickém výbrusu po mechanickém broušení a leštění na SM při sto - násobném zvětšení.

Stupeň čistoty oceli nesoucí údaj o obsahu nekovových vměstků typů sulfidy a oxidy byl určen metodou K, pro kterou je stanovena charakteristická hodnota podílu nekovových vměstků jako sumární hodnota součtu ploch vměstků od předem stanovené velikosti vměstků (číslo K0 - K8) vztažená na plochu 1000 mm<sup>2</sup>. Vměstky na metalografickém výbrusu jsou porovnávány s etalonem na základě předem stanoveného indexu velikosti K, který vyjadřuje velikost nejmenšího hodnoceného vměstku, přičemž index K8 hodnotí vměstky patřící již do oblasti makrovměstků.

Pomocí clony mikroskopu při zvětšení obrazu 100:1 bylo ohraničeno pole metalografického výbrusu tak, aby odpovídalo obrazu etalonu. Na jednotlivých vzorcích byla hodnocena celá plocha výbrusu. Pokud zorné pole pozorované ve SM obsahovalo vměstky dané velikosti a tvaru stanovené dle etalonu, bylo toto pole zaznamenáno do tabulky (tab. 5.3), přičemž vměstky byly hodnoceny od ukazatele velikosti K1. Na všech hodnocených vzorcích byly pozorovány pouze globulitické vměstky. Výpočet sumární hodnoty probíhal následovně: počet pozorovaných polí s vměstky dle typu (oxidické globulitické, sulfidy apod.) a dle indexu velikosti se vynásobil faktorem  $f_g$  a výsledné součiny byly sečteny v mezisoučet, dále byla stanovena plocha hodnocené části výbrusu a výsledek byl přepočten na jednotkovou plochu výbrusu 1000 mm<sup>2</sup> dle následujícího vzorce (6):

$$\frac{\text{mezisoučet} * 1000 \text{ mm}^2}{\text{hodnocená plocha výbrusu (mm}^2\text{)}} = \text{sumární hodnota} \quad (6)$$

Všechny pozorované vměstky byly v rozmezí velikosti částic od 13 µm do 27 µm, tzn. v kategorii K<sub>1</sub> až K<sub>2</sub>. Žádné vměstky nebyly pozorovány v kategoriích od K<sub>4</sub> výše (od 38 µm), které se zpravidla zahrnují do měření čistoty požadovaného pro výrobní účely.



Tab. 5.3: Stanovení mikročistoty K1 dle normy DIN 50602

Označení vzorku	Plocha výbrusu [mm <sup>2</sup> ]	Typ vměstků	Počet vměstků podle indexu velikosti K									Násobení a mezisoučet
			0	1	2	3	4	5	6	7	8	Oxidické globulitické vměstky
			Koeficienty násobení $f_g$									
			0,05	0,1	0,2	0,5	1	2	5	10	20	
T4	244	OG		67	0							6,7
T7	330	OG		53	3							5,9
T8	201	OG		94	10							11,4
Celková sumární charakteristická hodnota K1												
T4	K1 = 27,5 (O = 67)											
T7	K1 = 17 (O = 56)											
T8	K1 = 56,7 (O = 104)											

### 5.3 Skenovací elektronová mikroskopie

Výhodou SEM ve srovnání se SM je výrazně vyšší rozlišovací schopnost, velká hloubka ostroty a vznik řady dalších signálů, které nesou doplňující informace o vzorku. K pozorování mikrostruktury byl použit mikroskop FEI QUANTA 200 s EDX (energiově disperzní) detektorem od firmy EDAX. Tento mikroskop disponuje wolframovou katodou. Urychlovací napětí bylo zvoleno 30 kV. Snímky byly pořizovány vždy v režimu vysokého vakua (tlak v komoře nižší než  $5 \times 10^{-4}$  Pa).

#### 5.3.1 Příprava vzorků

Před samotným pozorováním mikrostruktury bylo nutné povrch vzorku patřičně upravit. Během broušení a leštění vzorků vzniká na povrchu plasticky zdeformovaná vrstva - označována jako Beilbyova vrstva, kterou je možno odstranit elektrolytickým leštěním. Během elektrolytického leštění dochází dále k rozpouštění matrice a odhalení částic precipitátů, které s elektrolytem nereagují.

Elektrolytické leštění vzorků na zařízení STRUERS LectroPol 5 bylo vždy prováděno na předem zhotovených mechanicky vyleštěných metalografických výbrusech. Pro všechny vzorky byly zvoleny stejné parametry leštění, které jsou uvedeny v tabulce 5.4. Tyto parametry byly určeny na základě automatického vykreslení křivky voltampérové charakteristiky. Jako kontrola správně vyleštěného povrchu bylo použito pozorování ve SM. Vlivem působení elektrolytu o složení 500 ml ethanolu, 25 ml HClO<sub>4</sub> a 7,5 ml HNO<sub>3</sub> došlo k mírnému naleptání a odhalení struktury vzorku, přičemž byly dostatečně zřetelné i částice precipitátů.

Tab. 5.4: Parametry elektrolytického leštění vzorků

Č. vzorku	Elektrolyt	Napětí [V]	Čas [s]	Rychlost proudění
1 - 12	USER1	35	10	13

### 5.3.2 Režimy pozorování

Pro pozorování mikrostruktury, jemných a hrubých precipitátů niobu byly použity režimy sekundárních (SE) a zpětně odražených elektronů (BSE). Dále byly pořízeny snímky v režimu MIX vytvořené z 50% sekundárními a z 50% odraženými elektrony

Emisivita sekundárních elektronů ze vzorku je citlivá na povrchovou topografii, lokální chemické složení, elektrické a magnetické pole. Pomalé sekundární elektrony zachycené pomocí SE detektoru vytváří topografický kontrast povrchu sledovaného vzorku, přičemž míra emisivity závisí na úhlu dopadu primárních elektronů. Čím je ostřejší úhel mezi proudem elektronů primárního svazku a povrchem v místě dopadu, tím roste množství generovaných elektronů.

Obraz vytvořený pomocí odražených elektronů závisí také na topografii povrchu, ale především na průměrném atomovém čísle materiálu sledovaného vzorku. Obecně platí, že čím je průměrné atomové číslo dané části povrchu vyšší, tím vzrůstá emisivita odražených elektronů. Proto se ve výsledném snímku budou jevit oblasti s nižším atomovým číslem jako tmavší ve srovnání s oblastmi s vyšším průměrným atomovým číslem. Tento režim pozorování se používá především pro zobrazení objektů s rozdílným chemickým složením.

Energiově disperzní EDX mikroanalýza umožňuje stanovení prvkového složení. Tato metoda je založena na principu detekce a měření charakteristického rentgenového záření za využití polovodičového detektoru. Základní výstup z tohoto systému představuje spektrum energií rentgenového záření v podobě histogramu četnosti pulzů v jednotlivých energetických kanálech.

Metoda EDX byla využita za účelem rozlišení částic bohatých na niob a hliník. Sloužila tedy především jako informativní, kvalitativní a podpůrná metoda k SEM.

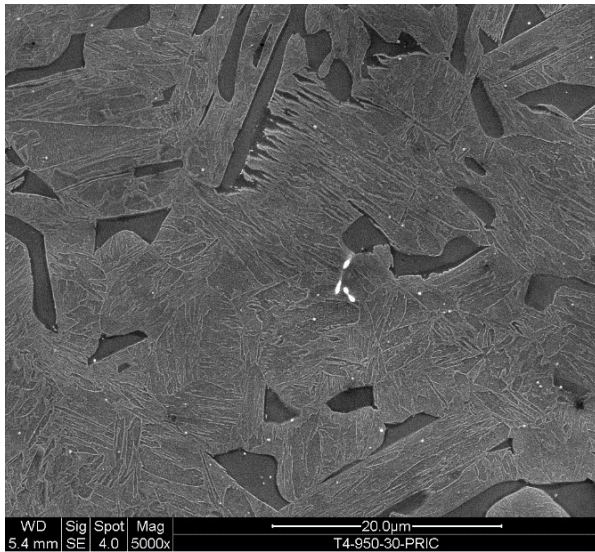
### 5.3.3 Hodnocení charakteru mikrostruktury

#### Teplota austenitizace 950 °C

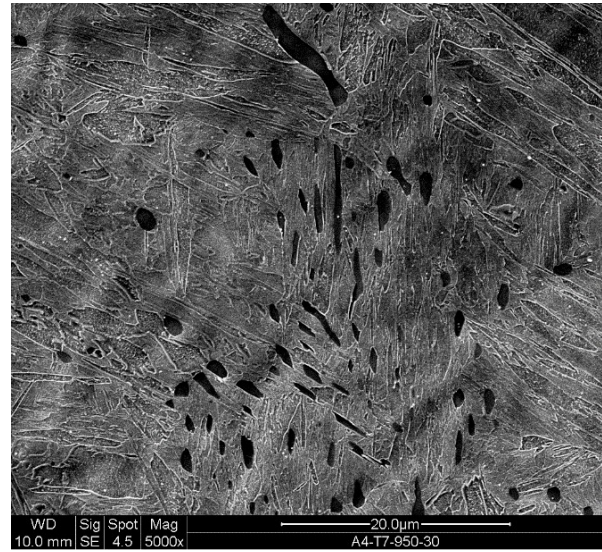
U vzorku T4 byla pozorována mikrostruktura složená z feritu, dolního bainitu a martenzitu (obr. 5.6). Zrna feritu (tmavá zrna na snímcích SEM) byla na výbrusu pozorována jen v některých nepravidelně rozložených oblastech. Ve zbylých místech výbrusu byla struktura tvořena směsí martenzitu a dolního bainitu. Feritická zrna mají různý tvar. U vzorku T4 je lze označit jako alotriomorfní ferit na hranicích původních austenitických zrn. Z některých zrn vybíhaly feritické šipky popisované v Košelevových tabulkách [50] a označované jako Widmannstättenův ferit. Tento ferit je zmiňován i v pozdější literatuře jako ferit vznikající při teplotách blízkých spodnímu limitu pro difúzní feritickou transformaci. U dolního bainitu byly zřetelně pozorovány částice uvnitř zrna feritických látek. U martenzitu byla patrná jen Widmannstättenova struktura.

U vzorku T7 byla struktura tvořena feritem, dolním bainitem a martenzitem. Ve srovnání se strukturou pozorovanou u vzorku T4 byla feritická zrna menší (obr. 5.7) a nacházela se jak na hranicích původních austenitických zrn, tak mezi bainitickými laťkami. Tento ferit lze označit jako bainitický a pravděpodobně vznikl stříhovou přeměnou v oblasti vyšších teplot bainitické transformace, kdy došlo k difuzi uhlíku z bainitického feritu do blízkého okolí těchto útvarů. Uvnitř zrn bainitického feritu nebyly pozorovány částice na rozdíl od zrn dolního bainitu. Obsah feritu ve struktuře byl oproti vzorku T4 nižší a zrna feritu se opět vyskytovala jen v určitých oblastech na výbrusu. Stejně jako u vzorku T4 zde převažovala struktura složená z dolního bainitu a martenzitu.

Obr. 5.6: T4 – 950 – 30 – alotriomorfní ferit, Widmannstättenův ferit, martenzit, dolní bainit

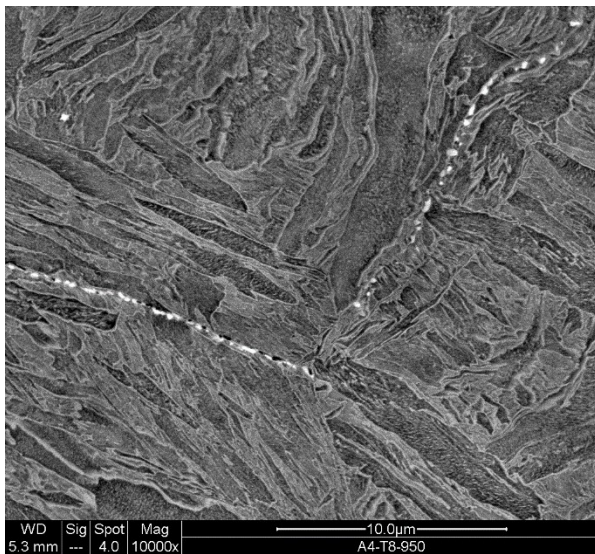


Obr. 5.7: T7 – 950 – 30 – bainitický ferit, martenzit, dolní bainit

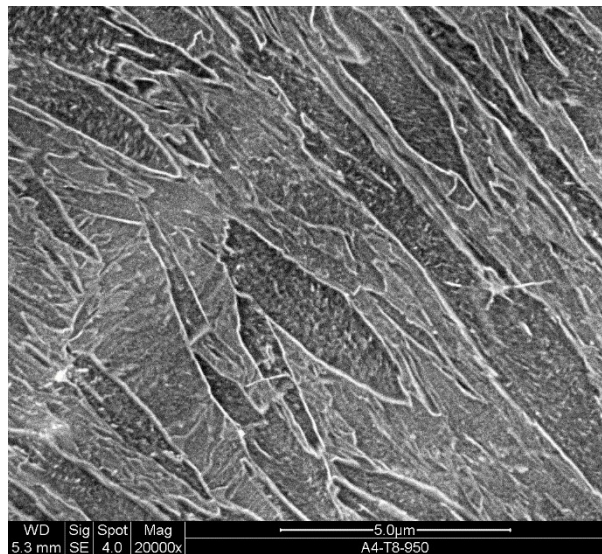


U vzorku T8 byla struktura tvořena směsí bainitického feritu, martenzitu a dolního bainitu. Feritická zrna měla podobný vzhled jako u vzorku T7, nacházela se uvnitř původních austenitických zrn a jejich podélná osa sledovala více méně směr latěk v daném paketu. Na hranicích původních austenitických zrn byly vyřádkovány částice na bázi niobu (obr. 5.8). Obdobně jako u taveby T4 a T7 zde byly v dolním bainitu zřetelně pozorovány částice uvnitř bainitických latěk (obr. 5.9).

Obr. 5.8: T8 – 950 – 30 – karbidy niobu na hranicích zrn



Obr. 5.9: T8 – 950 – 30 – dolní bainit, martenzit



### Teplota austenitizace 1200 °C

U vzorků, které prošly jedno - krokovým tepelným zpracováním s teplotou austenitizace 1200 °C a následným ochlazením na pokojovou teplotu, byla pozorována směšná struktura tvořena bainitickým feritem, martenzitem a dolním bainitem (obr. 5.10, 5.11). Objemově ve struktuře převažoval dolní bainit nad martenzitem a to u všech taveb T4, T7 a T8. Ve srovnání se vzorky s teplotou austenitizace 950 °C zde bylo pozorováno větší množství bainitu a feritu a méně martenzitu. U těchto taveb s teplotou austenitizace 1200 °C

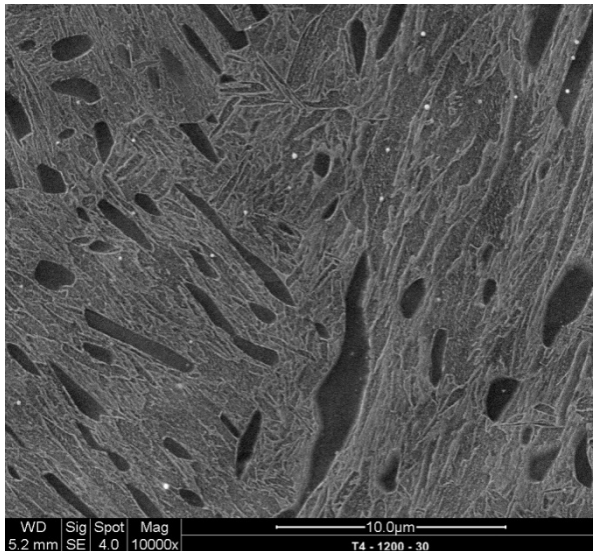


byl bainitický ferit pozorován vždy jen v náhodných lokalitách na metalografickém výbrusu, podélná osa bainitického feritu sledovala opět směr latěk v daném paketu.

Dolní bainit s viditelnými částicemi uvnitř zrn u této skupiny vzorků byl tvořen jehlicemi a deskami feritu v závislosti na provedeném řezu metalografického výbrusu. Jednotlivé bainitické útvary byly odděleny martenzitickými oblastmi (obr. 5.11). Dolní bainit se vyznačoval přítomností jemných částic uvnitř bainitického feritu, obdobně jako u vzorků s teplotou austenitizace 950 °C a 1250 °C.

Obr. 5.10: T4 – 1200 – 30 – ferit, martenzit, dolní bainit

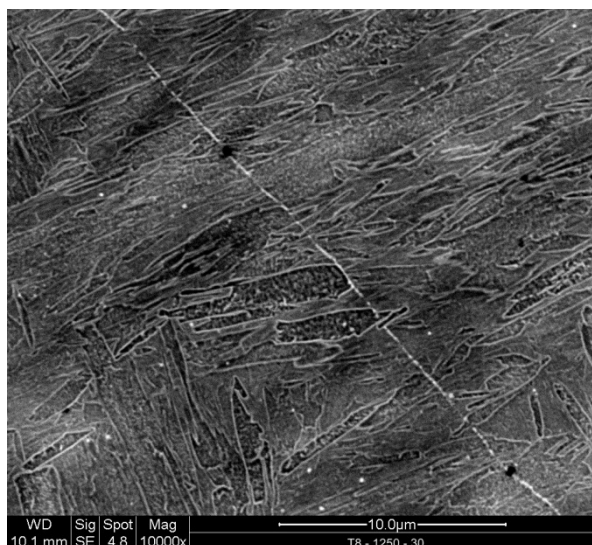
Obr. 5.11: T4 – 1200 – 30 – martenzit, dolní bainit



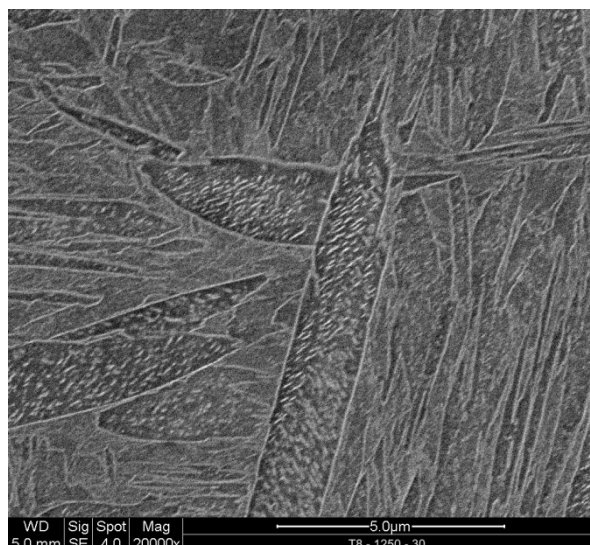
### Teplota austenitizace 1250 °C

U vzorku T8 – 1250 – 30 byla opět pozorována struktura tvořena směsí bainického feritu, martenzitu a dolního bainitu. Bainitický ferit bez viditelných částic uvnitř zrn byl pozorován jen v určitých lokalitách, ale objemově byl jeho podíl větší než u vzorků s nižší teplotou austenitizace. Ve srovnání se vzorky s nižší teplotou austenitizace lze konstatovat, že zde byl pozorován větší objemový podíl bainitu ve struktuře. Dále byly u tohoto vzorku pozorovány precipitáty – částice NbC, které byly vyřádkovány po hranicích zrn (obr. 5.12), obdobně jako u vzorku A4 – T8 – 950 jen s tím rozdílem, že množství precipitujících částic na hranicích zrn bylo nižší. Uvnitř zrn dolního bainitu byly opět pozorovány pravidelně uspořádané částice uspořádané v řádcích, jak je typické pro dolní bainit. (obr. 5.13).

Obr. 5.12: T8 – 1250 – 30 – karbidy po hranicích zrn

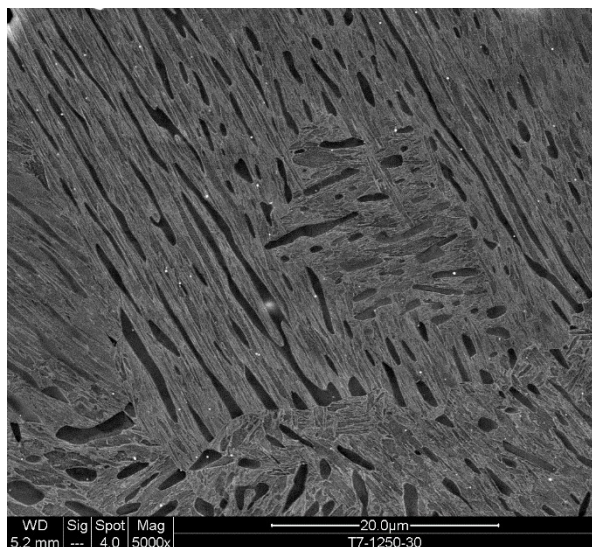


Obr. 5.13: T8 – 1250 – 30 - Dolní bainit, martenzit

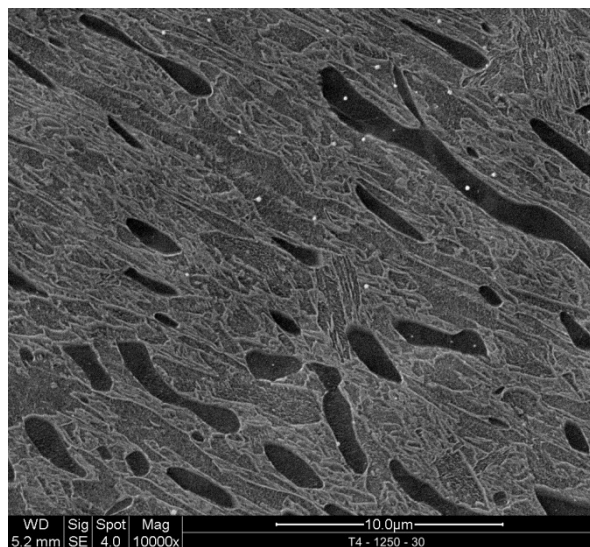


Vzorky T4 a T7 (obr. 5.14, 5.15) po TZ s teplotou austenitizace 1250 °C vykazovaly směšnou strukturu tvořenou bainitickým feritem, martenzitem a dolním bainitem. U těchto vzorků T4 a T7 došlo k rovnoměrnějšímu rozmístění feritických zrn, která již nebyla pozorována jen v určitých lokalitách, ale na celé ploše vzorku (obr. 5.14). U vzorku T7 byla pozorována feritická zrna ve formě protažených útvarů s podélnou osou ve směru bainitických latěk. Objem bainického feritu ve struktuře byl oproti vzorku T4 nižší. Ve srovnání se vzorky s teplotou austenitizace 950 °C byl pozorován větší podíl objemu bainického feritu ve struktuře na úkor podílu dolního bainitu a martenzitu.

Obr. 5.14: T7 – 1250 – 30 – bainitický ferit, martenzit, dolní bainit



Obr. 5.15: T4 – 1250 – 30 – bainitický ferit, martenzit, dolní bainit



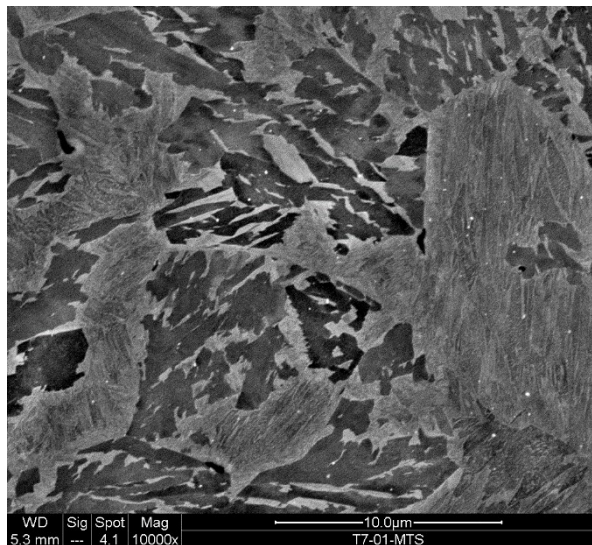
## Dvou – krokové tepelné zpracování

Vzorky s teplotou austenitizace 950 °C a izotermickou prodlevou v oblasti bainitické transformace vykazovaly odlišnou strukturu ve srovnání se vzorky se stejnou teplotou austenitizace bez izotermické prodlevy. Během prodlevy na teplotě 425 °C po dobu 600 sekund došlo u všech taveb (T4, T7, T8) k tvorbě tzv. granulárního bainitu ve struktuře. Po

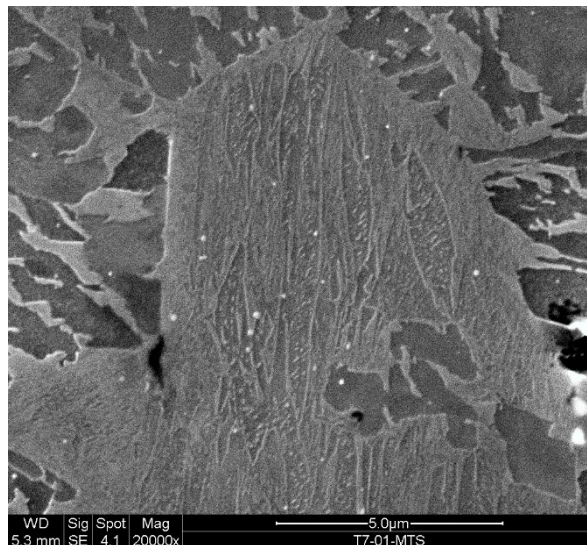


transformaci austenitu na bainitický ferit nedošlo během bainitické transformace k precipitaci karbidických částic, uhlík tedy stabilizoval zbytkový austenit. Tento uhlíkem obohacený austenit dále při ochlazení částečně transformoval na martenzit (tzv. M - A složka). Granulární bainit přítomný ve struktuře je tedy tvořen bainitickým feritem a zbytkovým austenitem, respektive M - A složkou. Vedle granulárního bainitu byly ve struktuře dále pozorovány dolní bainit, martenzit a alotrimorfní ferit v různém objemovém podílu v závislosti na dané tavně. Zrna bainitického feritu bez částic a M - A složky nebyla u těchto vzorků pozorována.

Obr. 5.16: T7 - 01 - MTS - granulární bainit, martenzit, dolní bainit

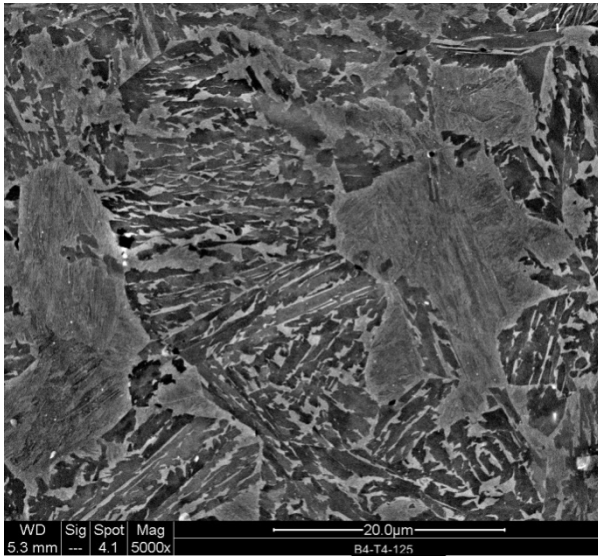


Obr. 5.17: T7 - 01 - MTS - Hrubý ostrůvek - směs martenzitu a dolního bainitu

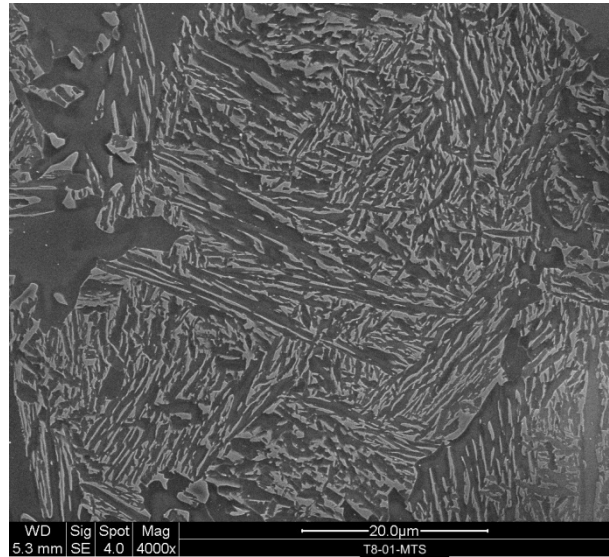


Snímek typické struktury granulárního bainitu s austenitickými ostrůvky vyskytující se u všech tří vzorků je na obr. 5.19. V některých lokalitách byly pozorovány i reliéfní hrubé ostrůvky patřící směsné struktuře martenzitu a dolního bainitu (obr. 5.16 a 5.17). U vzorku T7 - 01 - MTS a B4 - T4 - 125 byl pozorován přibližně stejný objemový podíl dolního bainitu a martenzitu. Tavnice T4 (obr. 5.18) vykazovala větší podíl feritu ve srovnání s tavnou T7 a T8. U vzorku T8 - 01 - MTS (obr. 5.19) byl pozorován největší podíl granulárního bainitu s M - A složkou ve srovnání se vzorky T7 a T4 po dvou - krokovém TZ. Dále bylo u vzorku T8 pozorován menší podíl hrubých bainitických a martenzitických ostrůvků ve srovnání se vzorky T4 a T7.

Obr. 5.18: B4 – T4 – 125 – granulární bainit, martenzit, dolní bainit



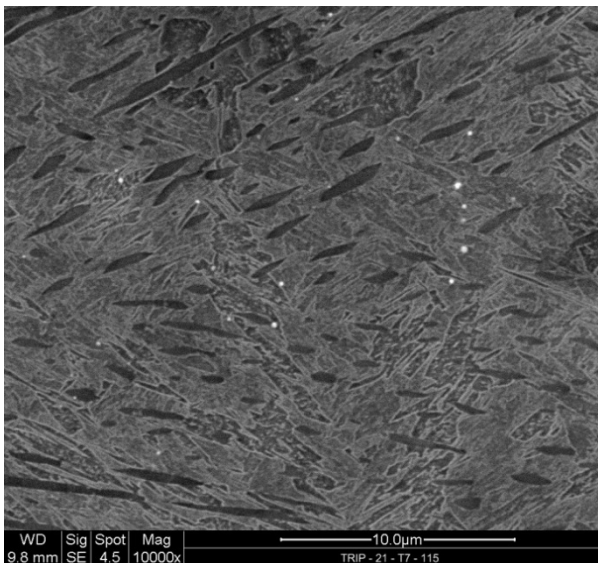
Obr. 5.19: T8 – 01 – MTS – granulární bainit s M-A složkou



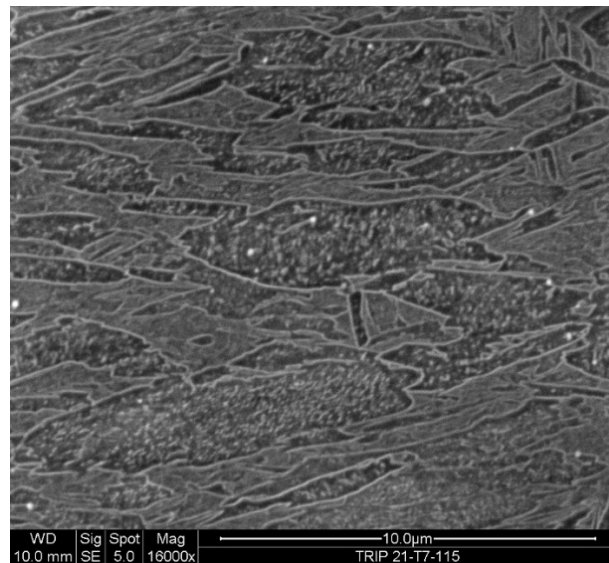
### Tepelně – mechanické zpracování

Vzorky po TMZ vykazovaly odlišnou strukturu ve srovnání se vzorky se stejnými parametry TZ bez deformace. U vzorku T7 (obr. 5.21) byla pozorována základní struktura se zvýšeným podílem martenzitu a dolního bainitu ve struktuře, dále byly ve struktuře výjimečně přítomny oblasti s útvary bainitického feritu bez částic a M-A složky (obr. 5.20). U vzorku T7 byl ve struktuře zaznamenán malý podíl granulárního bainitu s M – A složkou.

Obr. 5.20: T7 – 21 – bainitický ferit, martenzit, dolní bainit



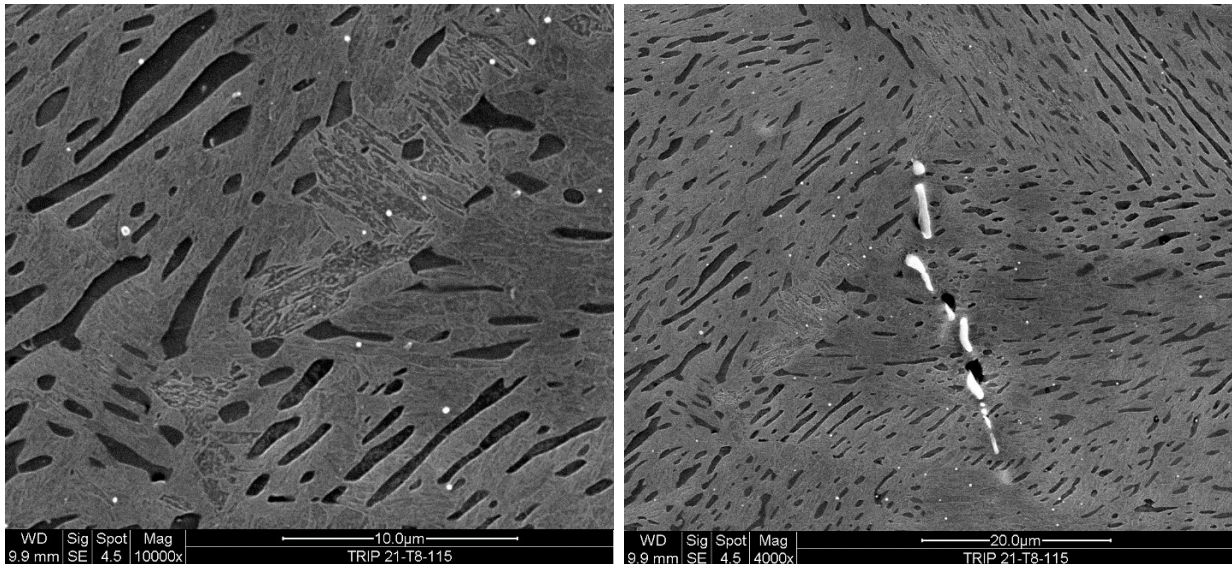
Obr. 5.21: T7 – 21 – dolní bainit s viditelnými částicemi, martenzit





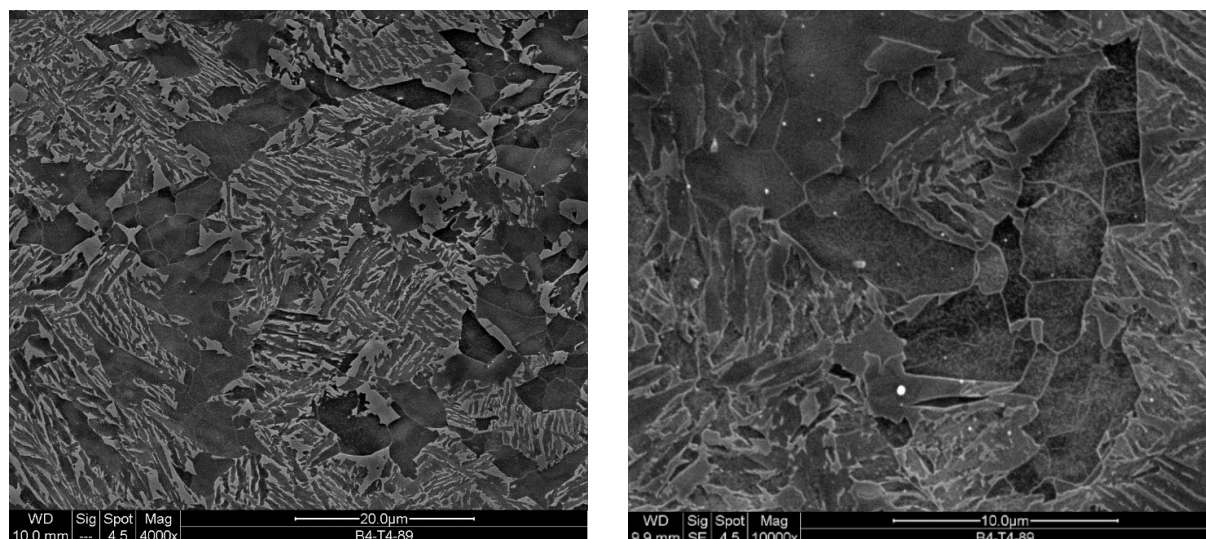
U vzorku 21 – T8 – 115 (obr. 5.22, 5.23) byl zaznamenán vysoký podíl protažených útvarů bainitického feritu ve struktuře, který vznikl v rámci původního austenitického zrna. Feritická zrna byla protažená ve směru bainitických latěk. Feritická zrna byla rozmístěna pravidelně, snímek typické mikrostruktury složené z feritu, dolního bainitu a martenzitu je na obr. 5.23. Ve struktuře byl zaznamenán velmi nízký podíl granulárního bainitu ve srovnání se vzorky po dvou – krokovém TZ.

Obr. 5.22, 5.23: Vzorek T8 - 21 – feritická zrna, martenzit, dolní bainit, precipitáty NbC



U vzorku B4 – T4 – 89 (obr. 5.24, 5.25) byl pozorován vysoký podíl granulárního bainitu podobně jako ve vzorku B4-T4-125 po stejném TZ. V porovnání se stavem po TZ bez deformace přibylo množství alotriomorfního feritu. Feritická zrna lze označit jako alotriomorfní ferit, nebyla protažená ve směru bainitických latěk a nacházela se převážně po hranicích původních austenitických zrn, ale některá zrna feritu byla pozorována také uvnitř původních austenitických zrn. Snímek charakteristické mikrostruktury, složené z granulárního bainitu a alotriomorfního feritu je na obr. 5.24. U vzorku T4 byly vedle převažujícího podílu granulárního bainitu pozorovány výjimečně ostrůvky složené z dolního bainitu a martenzitu.

Obr. 5.24, 5.25: Vzorek B4 –T4 – 89 – granulární bainit s M – A složkou, alotriomorfní ferit



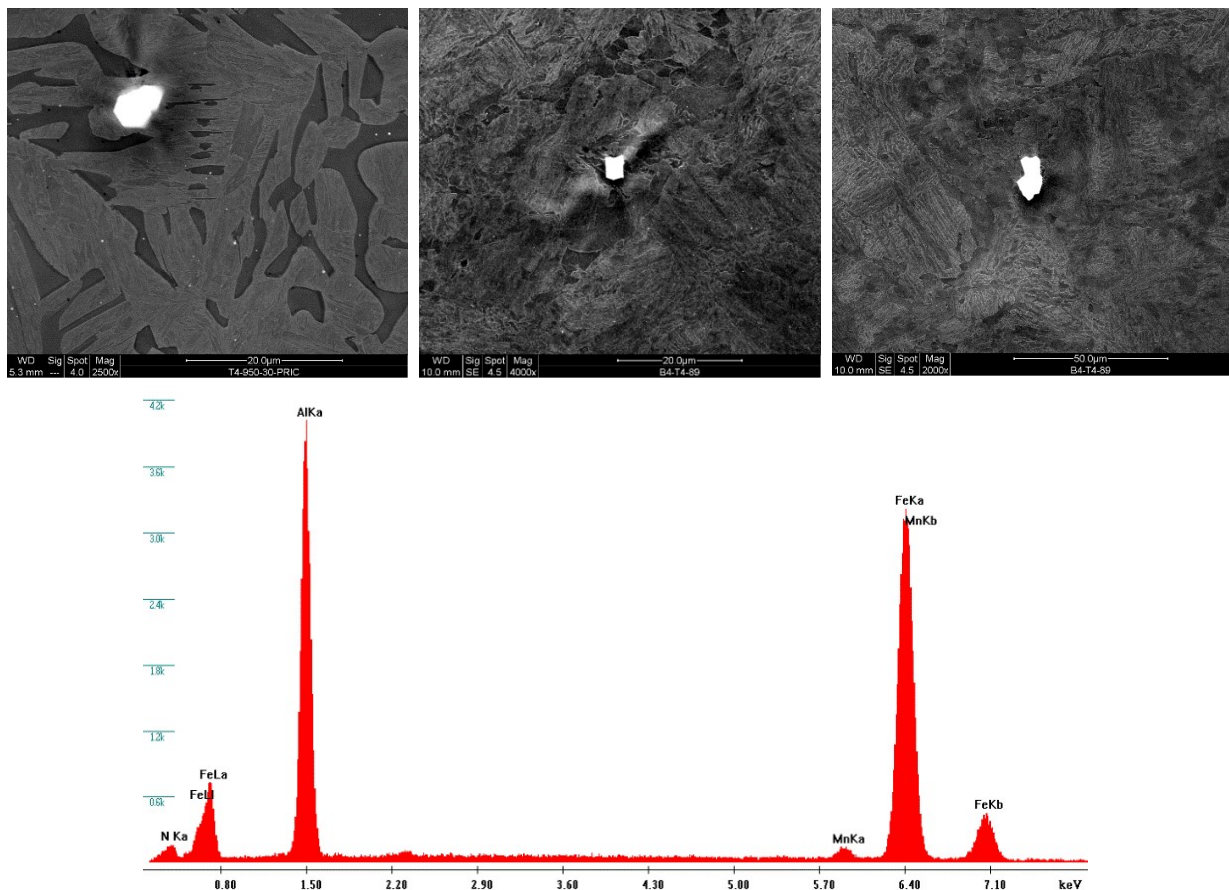
### 5.3.4 Hodnocení částic

U vzorků po jedno – krokovém TZ s různou teplotou austenitizace, u vzorků po dvou - krokovém TZ a u vzorků po TMZ byly pozorovány primární a sekundární částice karbidu niobu NbC v různé velikosti a objemovém podílu. U těchto vzorků bylo dále pozorováno i značné množství vměstků, jejichž výskyt byl hodnocen dle normy DIN 50602 (kapitola 5.2).

#### Vměstky

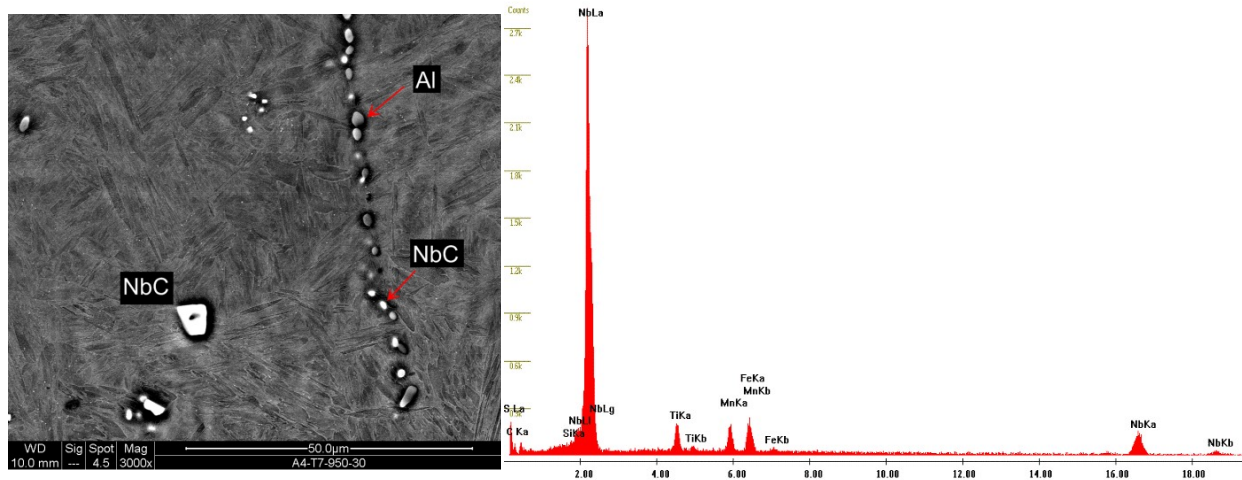
U všech experimentálních vzorků byla pozorována přítomnost částic bohatých na hliník. Některé částice vykazovaly po EDX analýze přítomnost dusíku (obr. 5.26, 5.27, 5.28), z toho lze usuzovat, že se jednalo pravděpodobně o nitridy hliníku. Tyto částice, nitridy hliníku, byly ve struktuře rozmístěny zcela nahodile a jejich velikost se pohybovala v řádech jednotek až desítek mikrometrů. Částice bohaté na hliník a křemík se ve struktuře vyskytovaly u všech vzorků, buď jednotlivě, nebo ve formě řetízků po hranicích zrn (obr. 5.29). Na některých částicích hliníku precipitovaly sekundární částice niobu.

Obr. 5.26, 5.27, 5.28 :T4 – 950 – 30 - Nitridy hliníku, snímek SEM a spektrum EDX z nitridu hliníku





Obr. 5.29: T7 – 950 – 30 – částice bohaté na hliník a karbid niobu NbC Obr. 5.30: EDX mikroanalýza



### Částice niobu

U všech experimentálních vzorků po TZ a TMZ byly pozorovány primární i sekundární karbidy niobu NbC v rozdílné velikosti, četnosti a rozložení, a to v závislosti na podmínkách zpracování.

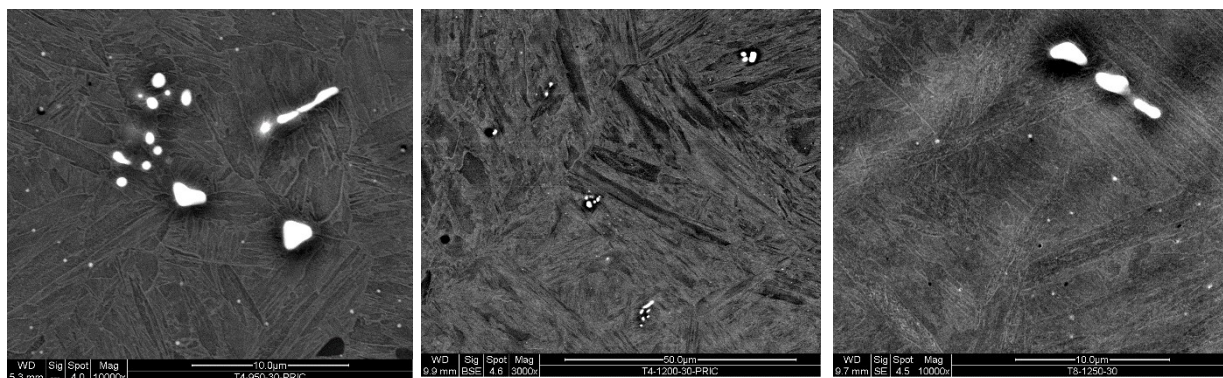
Hrubé primární částice NbC byly pozorovány na metalografickém výbrusu na zcela náhodných místech. Tyto hrubé karbidy niobu se lišily svou velikostí u vzorků po TZ s odlišnou teplotou austenitizace. U vzorků s teplotou austenitizace 1200 °C a 1250 °C byly pozorovány rozměrově menší hrubé částice ve srovnání se vzorky s teplotou austenitizace 950 °C. Tvar těchto částic byl převážně kruhovitý (obr. 5.34), některé částice byly nepravidelného tvaru (obr. 5.31, 5.32, 5.33). Velikost těchto hrubých primárních částic se pohybovala v řádech jednotek mikrometrů, výjimečně desítky mikrometrů.

Obr. 5.31, 5.32, 5.33 – Tavba T4 a T7 – teplota austenitizace zleva 2x 1200 °C a vpravo 1250 °C



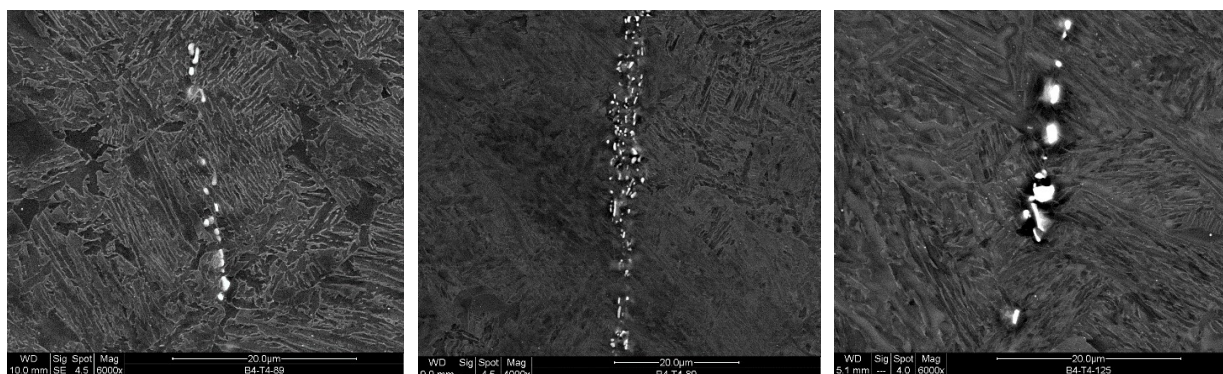
Primární hrubé karbidy NbC měly tendenci tvořit shluky o více částicích na jednom místě, a to u všech experimentálních vzorků. Při vyšších teplotách austenitizace docházelo k rozpouštění těchto částic do tuhého roztoku a v okolí hrubých primárních karbidů niobu byla u vzorků s vyšší teplotou austenitizace (1200 °C, 1250 °C) zaznamenána zvýšená koncentrace jemných sekundárních částic karbidů niobu (obr. 5.34, 5.35, 5.36).

Obr. 5.34, 5.35, 5.36: Vzorek T4 - Teplota austenitizace zleva 950 °C, 1200 °C, 1250 °C – karbidy niobu ve shlucích



U některých vzorků byl pozorován výskyt převážně hrubých, ale i jemných sekundárních precipitátů NbC ve formě shluků, které tvořily linie (obr. 5.37, 5.38, 5.39) po hranicích původních austenitických zrn. Tyto linie byly pozorovány zejména u vzorků s teplotou austenitizace 950 °C.

Obr. 5.37, 5.38, 5.39: B4 – T4 – 89 a B4 – T4 – 125: Hrubé a jemné precipitáty NbC ve formě linií

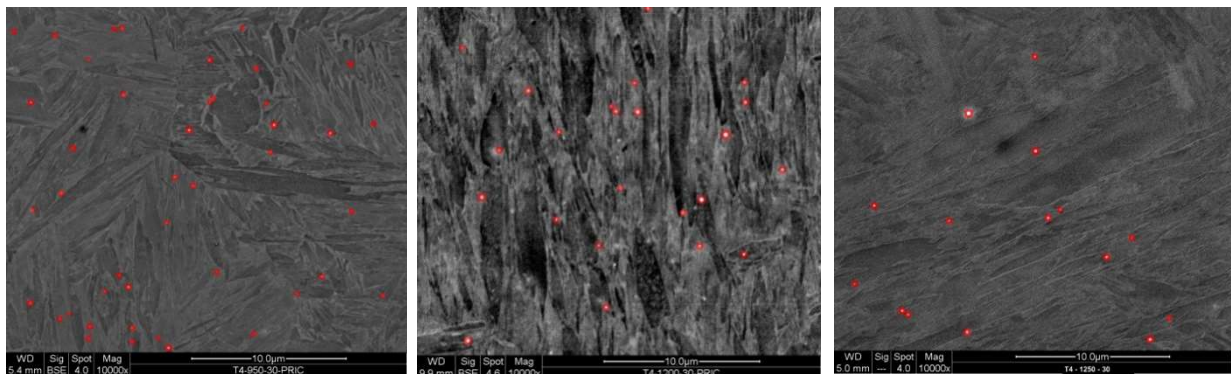


Sekundární precipitáty niobu byly pozorovány u všech vzorků po jedno - krokovém a dvou - krokovém TZ a TMZ. Rozložení sekundárních precipitátů ve struktuře bylo u vzorků s teplotou austenitizace 950 °C zcela pravidelné. U vzorků s teplotou austenitizace 1200 °C a 1250 °C byl výskyt částic výjimečný a byl vázán především na blízké okolí hrubých částic primárních karbidů niobu. Sekundární precipitáty niobu byly přítomné ve všech pozorovaných oblastech na výbrusu, tedy ve feritu, bainitu, martenzitu, ale také na hranicích původních austenitických zrn.

Množství precipitujících částic bylo závislé především na teplotě austenitizace. Při vyšších teplotách austenitizace (1200 °C a 1250 °C) již docházelo k rozpouštění karbidických sekundárních částic niobu do tuhého roztoku a v důsledku toho byl pozorován nižší objem těchto částic ve struktuře. Na obr. 5.40, 5.41 a 5.42 jsou vyznačeny částice NbC, při teplotě 950 °C bylo ve struktuře zaznamenáno vyšší množství těchto částic přítomných ve struktuře ve srovnání s teplotami austenitizace 1200 a 1250 °C. Z literatury je známo, že při teplotách 1250 °C a výše již dochází k úplnému rozpouštění částic NbC do tuhého roztoku. [1]



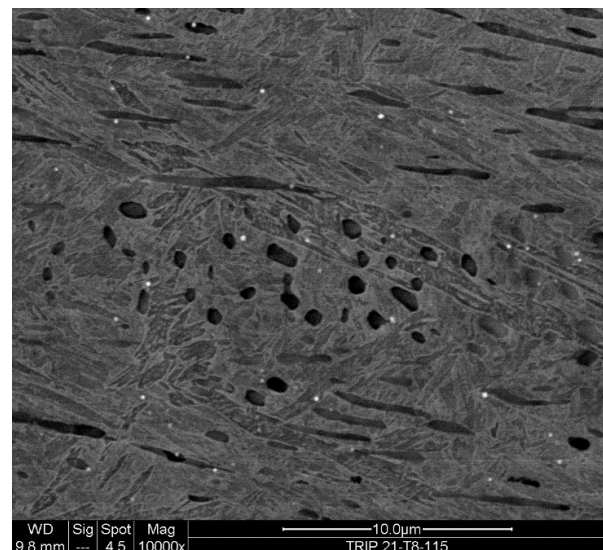
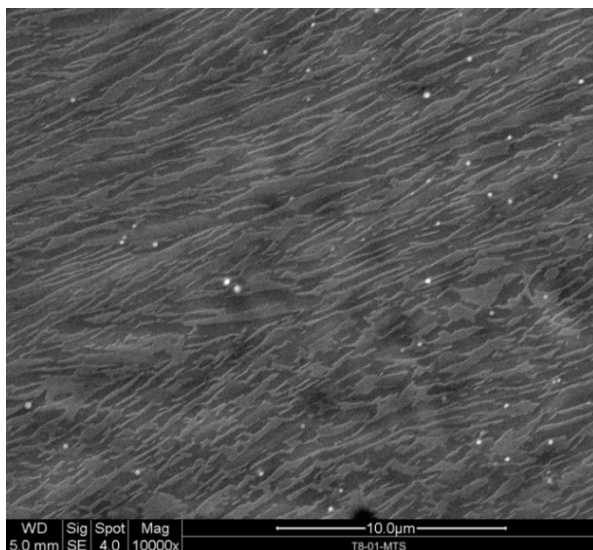
Obr. 5.40, 5.41, 5.42: Vzorek T4 po jednokrovém TZ – zleva teplota austenitizace 950 °C, 1200 °C a 1250 °C



U vzorků s dvou - krokovým tepelným zpracováním nebylo pozorováno na řádkovacím elektronovém mikroskopu zvýšené množství precipitujících částic během bainitické prodlevy ve srovnání se vzorky po jedno - krokovém TZ se stejnou teplotou austenitizace. U vzorků po TMZ nebyl na SEM zaznamenán zvýšený výskyt sekundárních částic niobu NbC ve srovnání se vzorky se stejným režimem TZ bez deformace (obr. 5.43, 5.44).

Obr. 5.43: T8 - 01 – MTS - sekundární precipitáty niobu NbC po dvou – krokovém TZ

Obr. 5.44: T8 – 21 - sekundární precipitáty niobu NbC po TMZ



## 5.4 Transmisní elektronová mikroskopie

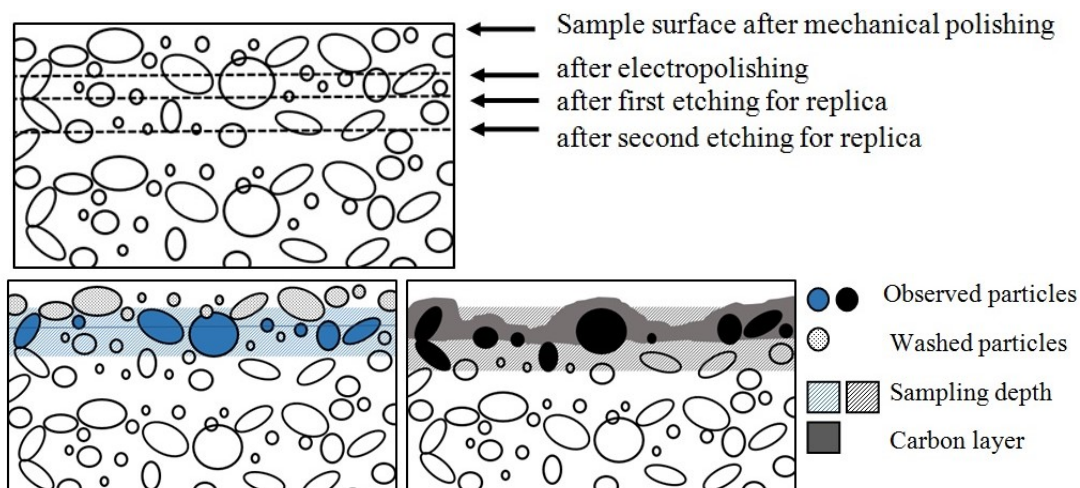
Transmisní (prozařovací) elektronová mikroskopie umožňuje dosažení většího zvětšení a lepší rozlišovací schopnosti ve srovnání se SEM a SM. Snímky z TEM byly pořízeny na zařízení TEM Jeol JEM-2200FS při urychlovacím napětí 200 kV, které využívá autoemisní zdroj elektronů - Schottkyho katodu a je zde možno dosáhnout atomového rozlišení (0,19 nm). Pozorování preparátů je možno pouze při vysokém vakuu  $1 \cdot 10^{-5}$  MPa.

### 5.4.1 Příprava preparátů

Pro pozorování v TEM byly zhotoveny extrakční uhlíkové repliky - otisky naleptaného povrchu metalografického výbrusu.

Zhotovený metalografický výbrus připravený mechanickým broušením a leštěním, byl následně elektrolyticky vyleštěn. V tomto stavu byl použit k pozorování v elektronovém řádkovacím mikroskopu. Pro TEM byl dále vzorek naleptán v roztoku 3% nitalu. Leptáním došlo k vytvoření reliéfu a k částečnému uvolnění sekundárních částic v metalografickém výbrusu (viz schéma na obr. 5.45, 5.46). Na tento výbrus byla následně napařena vrstva uhlíku o tloušťce přibližně 10 – 20 nm ve vysokovakuovém zařízení při tlaku  $10^{-4}$  Pa. Tato napařená vrstvička byla dále rozřezána skalpelem na čtverečky o velikosti 1x1 mm. Následovalo druhé leptání, konkrétně podleptání uhlíkové vrstvy v roztoku 10 % Nitalu po dobu 8 sekund a následné sejmutí repliky elektrolyticky. Elektrolytické sejmutí replik probíhalo při napětí 30V, kdy byl vzorek zapojen jako anoda a elektroda jako katoda, v roztoku 450 ml kyseliny octové  $\text{CH}_3\text{COOH}$ , 40 ml 60 % kyseliny chloristé  $\text{HClO}_4$ , a 10 ml destilované vody  $\text{H}_2\text{O}$ . Poté byly uhlíkové repliky prány v čistém lihu s příměsí destilované vody v různém poměru a následně umístěny na nosnou měděnou síťku, která se umístila do držáku v mikroskopu.

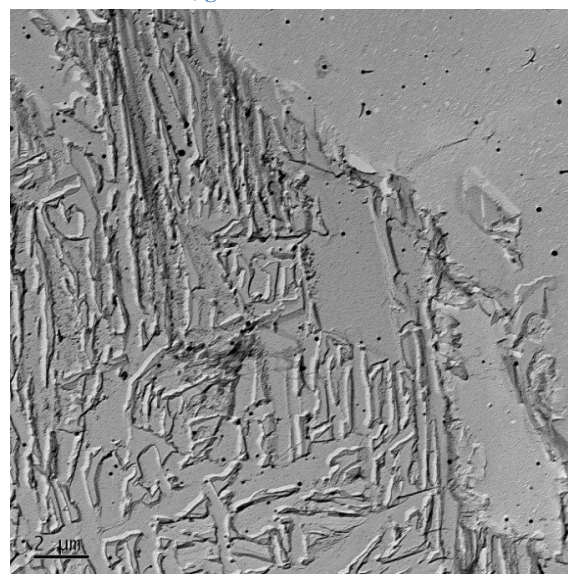
Obr. 5.45, 5.46: Schéma přípravy uhlíkových replik pro transmisní (vpravo dole) a řádkovací elektronovou mikroskopii (vlevo dole) a jejich porovnání [48]



### 5.4.2 Výsledky TEM

Snímky z transmisního elektronového mikroskopu byly využity především k pozorování velmi jemných precipitujících karbidických částic NbC, které již nebylo možné pozorovat na řádkovacím elektronovém mikroskopu. Dále byl na základě těchto snímků určován charakter mikrostruktury, jako doplňující a upřesňující metoda k SEM. U některých precipitujících částic byla provedena difrakce. TEM byla využita u vzorků po dvou - krokovém TZ a TMZ. Rozložení částic v replice bylo pozorováno při použití hmotového a tloušťkového kontrastu. Částice byly identifikovány na základě EDX mikroanalýzy a selekční elektronové difrakce.

Obr. 5.47: Vzorek B4 - T4 - 125 - 1000x - alotriomorfní ferit, granulární bainit



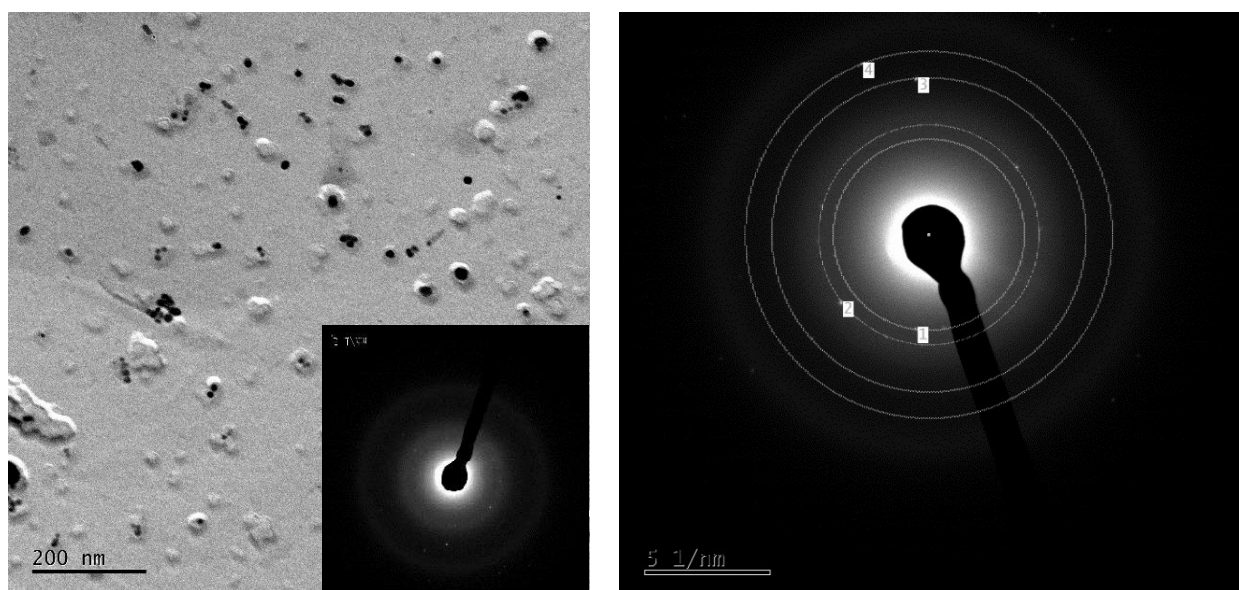


## Dvou – krokové tepelné zpracování

Na obr. 5.47 je snímek vzorku tavby T4 po dvou - krokovém TZ. Na obrázku je v pravém horním rohu zachycen alotriomorfní ferit, který vzniká difúzní fázovou transformací. Ve zbylé části snímku je dále možno pozorovat granulární bainit, kdy došlo stříhovou deformací k transformaci austenitu na ferit, ale zůstaly zde drobné ostrůvky zbytkového austenitu nebo martenzitu (M – A složka) umístěné ve feritické matici. Během přípravy uhlíkových replik dochází k výraznějšímu naleptání feritické matrice v porovnání s ostrůvky martenzitu a austenitu. Vlivem šikmého napaření uhlíkem a vytvoření silnější uhlíkové vrstvy jsou tyto ostrůvky na uhlíkových replikách výraznější díky tloušťkovému kontrastu.

Na obr. 5.48 jsou zachyceny jemné sekundární precipitáty karbidu niobu NbC ve feritické matici. Některé částice, které jsou ve shlucích, byly během přípravy replik splaveny. Na obr. 5.49 je vyobrazen difraktogram pořízený selekční elektronovou difrakcí z lokality na obr. 5.48 při použití největší selekční clony. Všechny difrakční stopy (nejsilnější jsou vyznačeny čísly) leží na vyznačených kružnicích. Na difraktogramu je málo duifrakčních stop, ale vzhledem k velikosti selekční clony a hustotě karbidů nebylo možné získat úplnější kruhový difraktogram. Porovnáním údajů naměřených a údajů uvedených v databázi (tab. 5.5) je zřejmé, že se jedná o fázi karbidu NbC.

Obr. 5.48, 5.49: B4 – T4 – 125 – Vlevo zvětšení 20000x a vpravo difraktogram



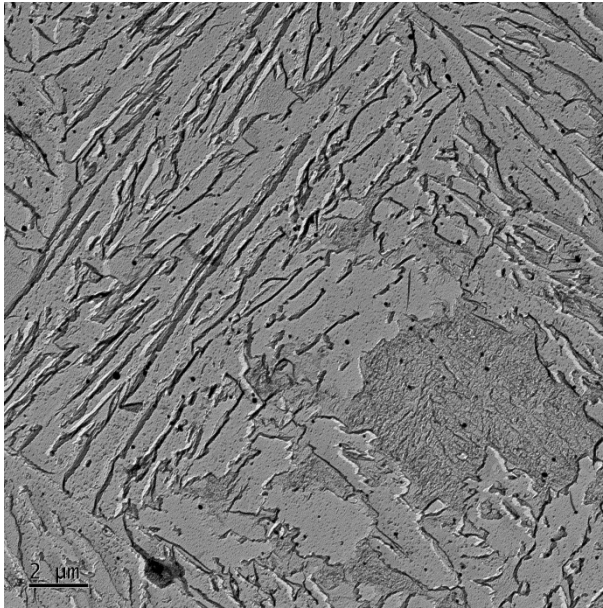
Tab. 5.5: B4 – T4 – 125 – Mezirovinné vzdálenosti z databáze a naměřené [49]

Rovina		Mezirovinné vzdálenosti a [nm]	
č.	Index	NbC - naměřené	NbC - databáze
1	111	0,261	0,258
2	200	0,225	0,223
3	220	0,160	0,158
4	311	0,136	0,135

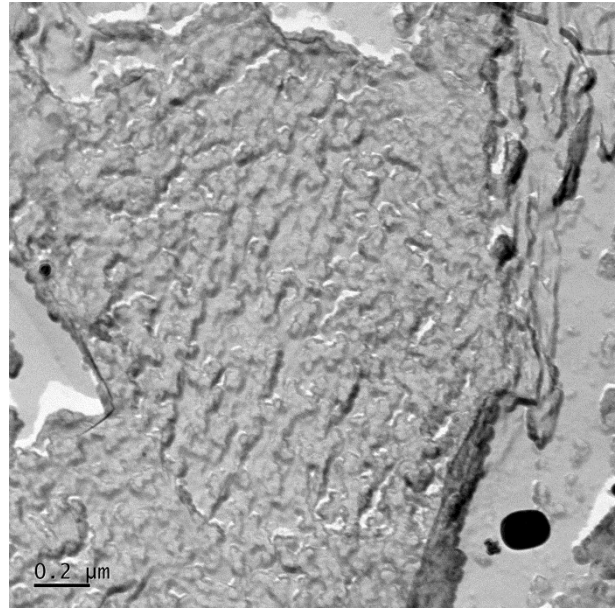


Na obr. 5.50 je snímek vzorku tavby T7 po dvou - krokovém TZ. Na celém snímku je zachycen granulární bainit s drobnými austenitickými ostrůvky a větším ostrůvkem martenzitu. Granulární bainit tvoří feritická matrice s M – A složkou, přičemž hladké ostrůvky na snímcích přísluší austenitickým útvarům, zatímco hrubé reliéfní ostrůvky jsou martenzitické. Na obr. 5.51 je zachycen martenzitický ostrůvek ve feritické matrici s hrubým reliéfem a na obr. 5.53 je poté možno pozorovat jemné austenitické ostrůvky s hladkým povrchem.

**Obr. 5.50: T7 – 01 – MTS – 1000x – granulární bainit a ostrůvek martenzitu**

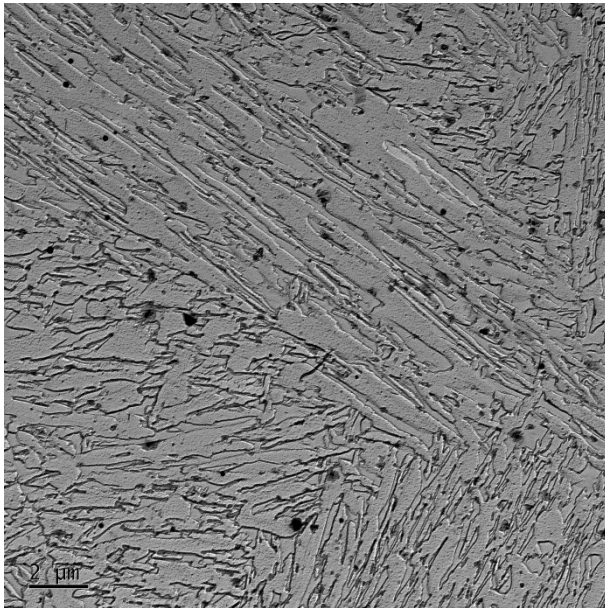


**Obr. 5.51: T7 – 01 – MTS – 10000x – hrubý reliéfní ostrůvek martenzitu**

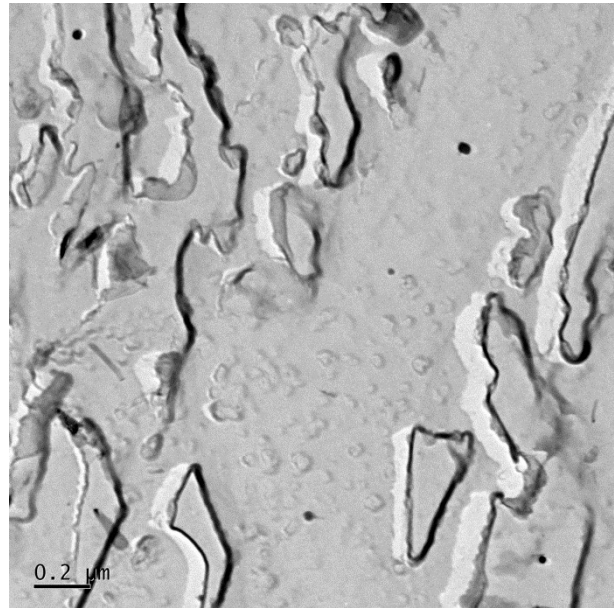


Na obr. 5.52 je poté zobrazen vzorek tavby T8 po dvou - krokovém TZ. U toho vzorku bylo pozorováno velké množství částic bohatých na hliník. Dále je na snímku zachycen granulární bainit, který ve srovnání se vzorky T4 a T7 obsahoval téměř výhradně drobné austenitické ostrůvky.

Obr. 5.52: T8 – 01 – MTS – 1000x – granulární bainit a částice bohaté na hliník a niob

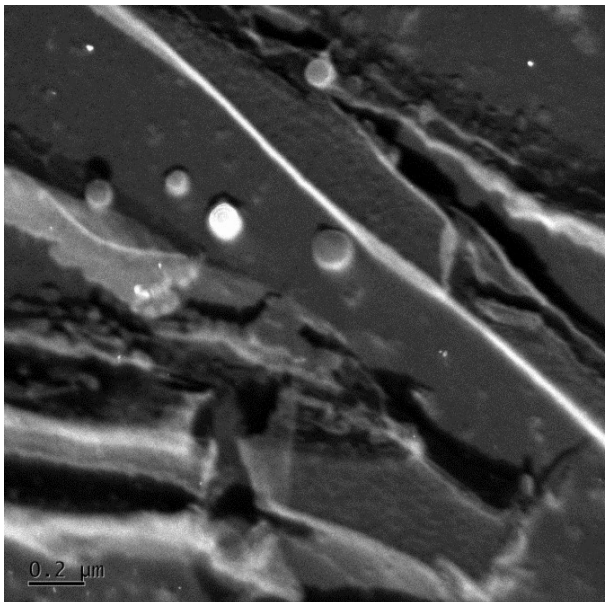


Obr. 5.53: T8 – 01 – MTS – 10000x – ostrůvky zbytkového austenitu



Na obr. 5.53 a 5.54 jsou dále patrné velmi jemné částice NbC. Tyto precipitáty karbidu niobu byly pozorovány na všech tavných po dvou - krokovém TZ. Velikost těchto částic se pohybovala v jednotkách až několik málo desítek nanometrů. Na obr. 5.55 je zachycen bodový difraktogram zářící globulitické částice karbidu niobu NbC ze snímku na obr. 5.54, který byl pořízen selekční elektronovou difrakcí. Pozorované difrakční stopy se překrývají se simulovaným obrazem difraktogramu zóny 11 $\bar{4}$  karbidu NbC. Porovnáním údajů naměřených a údajů uvedených v databázi (tab. 5.6) je zřejmé, že se jedná o fázi karbidu NbC.

Obr. 5.54, 5.55: B4 – T4 – 125 - Svítící jemné precipitáty niobu NbC vlevo a difraktogram vpravo





Tab. 5.6: B4 – T4 – 125 – Mezirovinné vzdálenosti z databáze a naměřené [49]

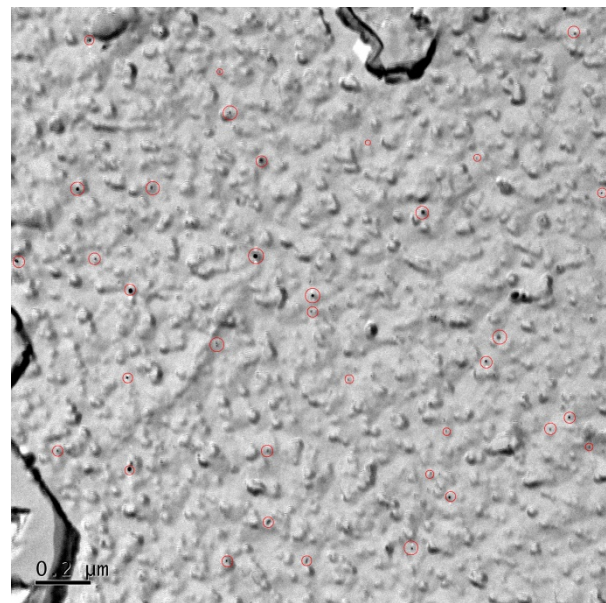
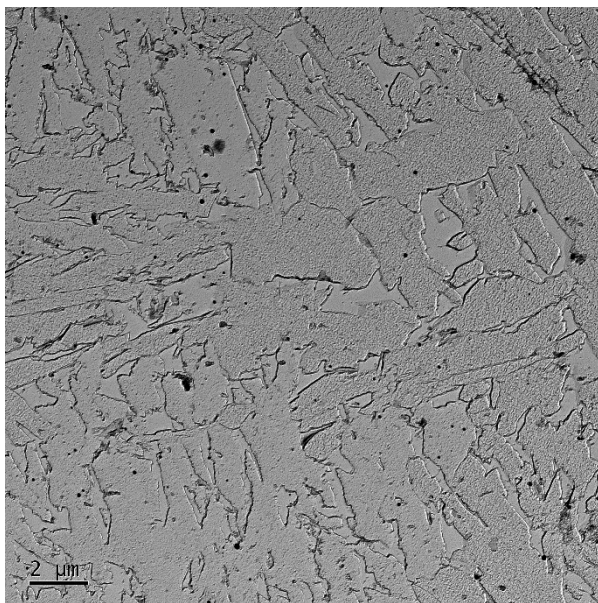
Rovina		Mezirovinné vzdálenosti a [nm]	
č.	Index	NbC - naměřené	NbC - databáze
1	131	0,137	0,135
2	311	0,136	0,135
3	$\bar{2}20$	0,161	0,158

### Tepelně – mechanické zpracování

Na obr. 5.56 je na vzorku T4 zachycen granulární bainit s M – A složkou, přičemž drobné hladké ostrůvky jsou otisky zbytkového austenitu, martenzitické ostrůvky byly pozorovány zcela výjimečně. Dále jsou na snímku patrná zrna alotriomorfního feritu, povrch těchto zrn je mírně naleptán a tvoří reliéf. Na snímku na obr. 5.57 jsou červeně vyznačeny jemné sekundární precipitáty karbidu niobu NbC rozložené ve feritu. Velikost těchto částic je v řádech desítek nanometrů a z toho důvodu nebyly viditelné na snímcích ze SEM. Rozložení karbidů niobu NbC bylo pravidelné a nacházely se především ve feritických zrnech. Ve srovnání s tavbou T4 po dvou - krokovém TZ zde byla zaznamenána zvýšená precipitace jemných částic, pravděpodobně v důsledku provedené deformace během TMZ.

Obr. 5.56: B4 – T4 – 89 – 1000x – granulární bainit

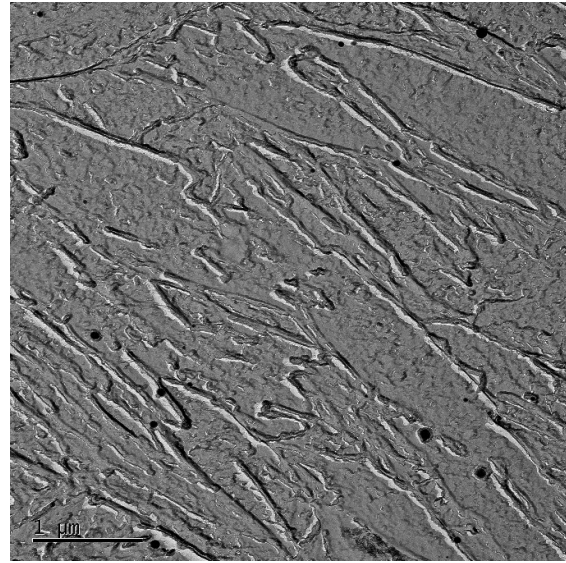
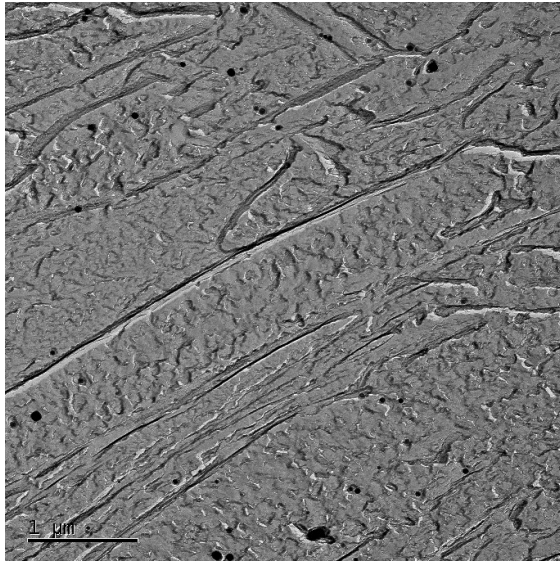
Obr. 5.57: B4 – T4 – 89 – 20000x – precipitáty NbC



U vzorku T7 po TMZ byla pozorována struktura převážně martenzitická s podílem dolního bainitu a bainitického feritu. Na snímcích na obr. 5.58 a 5.59 je zachycena martenzitická laťka s výraznou hranicí, pravděpodobně se zde nacházel zbytkový austenit ve formě tenkého filmu po hranici této laťky. U dolního bainitu nebyly při větším zvětšení uvnitř zrn pozorovány karbidické částice, ale pouze drobné ostrůvky zbytkového austenitu. Na snímcích z TEM nebyla zaznamenána zvýšená precipitace jemných sekundárních precipitátů karbidů niobu ve struktuře.



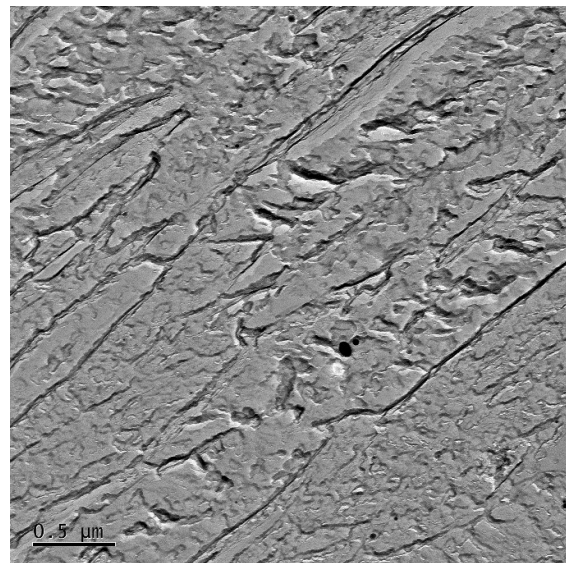
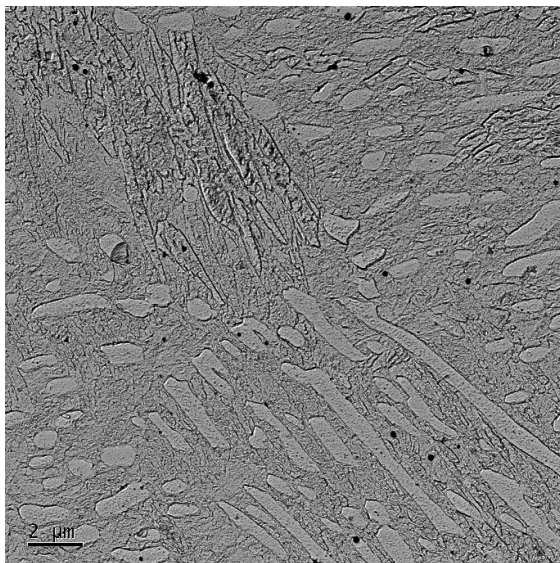
Obr. 5.58, 5.59: T7 - 21 – Zvětšení 4000x – martenzitické laťky a zbytkový austenit ve formě tenkého filmu



Na obr. 5.60 je u vzorku T8 zachycena struktura složená z bainitického feritu, martenzitu a dolního bainitu. Feritická zrna jsou protažena ve směru martenzitických laťek. Hranice některých martenzitických laťek byly výrazné a obdobně jako u vzorku T7 - 21 se zde pravděpodobně nacházel zbytkový austenit ve formě tenkého filmu. Na obr. 5.61 je poté zachycen detail otisku desky jevící se jako dolní bainit, avšak nenacházely se v něm typické uspořádané částice karbidů, ale podobně uspořádané vystouplé ostrůvky, pravděpodobně odpovídající přítomnosti zbytkového austenitu. Uvnitř těchto bainitických laťek tedy nebyly identifikovány karbidy, ale protáhlé útvary zbytkového austenitu napříč těmito laťkami. U vzorku T8 byla dále zaznamenána zvýšená koncentrace jemných precipitátů ve srovnání se vzorkem bez deformace. Tyto precipitáty byly rovnoměrně rozloženy a nacházely se především uvnitř feritických zrn.

Obr. 5.60: T8 – 21 – 1500x – bainitický ferit, martenzit, dolní bainit

Obr. 5.61: T8 – 21 – 6000x – ostrůvky zbytkového austenitu uspořádané v dolním bainitu



## 5.5 Rentgenová difrakční analýza

Rentgenová difrakční fázová analýza (RTG) byla provedena na vzorcích T4 po dvou – krokovém TZ a TMZ. U vzorků T4 se předpokládalo zvýšené množství zbytkového austenitu přítomného ve struktuře s ohledem na provedené hodnocení charakteru mikrostruktury. Dále bylo u vzorků T4 narozdíl od T7 a T8 dosaženo příznivých hodnot tažnosti při zkoušce tahem, a to pravděpodobně z důvodu zvýšeného obsahu zbytkového austenitu ve struktuře. U nízkolegovaných TRIP ocelí je obvykle požadavek na množství zbytkového austenitu v rozmezí 10 – 15 %. [10] Analýza byla provedena v NTC - Nové technologie - výzkumné centrum - Západočeská univerzita v Plzni.

Měření bylo provedeno na automatickém práškovém difraktometru AXS Bruker D8 Discover s plošným, pozičně citlivým dektorem HI – STAR a kobaltovou RTG lampou ( $\lambda_{K\alpha} = 0,1790307$  nm). Přístroj je dále vybaven polykapilárou, která fokusuje primární RTG svazek na kruhovou stopu o průměru 0,5 mm. Po provedení integrace podél radiálního profilu 2D difrakčního záznamu, lze získat stejný difraktogram jako u přístrojů se symetrickou geometrií Bragg-Brentano. Měření bylo provedeno v intervalu difrakčních úhlů  $2\theta \div 110^\circ 2\theta$ . Výsledky z měření jsou uspořádány v tabulce 5.7.

Tab. 5.7: Výsledky z rentgenové difrakční analýzy

Označení vzorku	Režim zpracování	Zbytkový austenit [%]
B4 – T4 - 125	Dvou – krokové TZ	13 %
B4 – T4 - 89	TMZ	14,3 %

## 6 Diskuze výsledků

U vzorků po jedno – krokovém TZ (austenitizace, zakalení) bylo provedeno měření tvrdosti dle Vickerse HV 10. Z naměřených hodnot byl posuzován vliv austenitizace (teplota a čas prodlevy) a následného zakalení na výslednou tvrdost pro dané vzorky. Nejvyšších hodnot tvrdosti v závislosti na teplotě austenitizace (obr 5.1) bylo dosaženo u vzorku T7 (1.5Al3Mn) se zvýšeným obsahem manganu a nižším obsahem hliníku, nejnižších hodnot poté u T4 (1.5Al1Mn). Bylo zaznamenáno, že tvrdost v závislosti na teplotě austenitizace dosahuje maximálních hodnot až při vyšších teplotách austenitizace (nad 950 °C). Porovnáním doby prodlevy (30 minut a 60 minut) na austenitizační teplotě pro dané vzorky byl získán téměř identický průběh křivek tvrdosti (obr. 5.2), doba prodlevy neměla tedy výrazný vliv na výslednou tvrdost. Z výsledků tvrdosti je zřejmé, že u vzorků se zvýšeným podílem manganu ve struktuře bylo dosaženo vyšších hodnot tvrdosti. Porovnáním tvrdosti vzorků se stejným obsahem manganu je zřejmé, že vyšší obsah hliníku u vzorku T8 (2Al3Mn) způsobil nižší hodnoty tvrdosti. U této skupiny vzorků se nepředpokládalo, že budou použity jen ve stavu po zakalení, nejedná se totiž o „koncové“ zpracování, tudíž zde nebyly zjišťovány mechanické vlastnosti ze zkoušky tahem. Zkouška tahem byla provedena na vzorcích po dvou – krokovém TZ a TMZ.

Z naměřených hodnot ze zkoušky tahem je zřejmé (tab. 5.1), že nejvyšších hodnot na mezi pevnosti a mezi kluzu bylo dosaženo u vzorků po TMZ (T7 – 21 a T8 – 21), to odpovídá pozorované zákalné struktuře složené převážně z martenzitu, dolního bainitu a také bainitického feritu. U těchto dvou vzorků byla zároveň naměřena nejnižší hodnota tažnosti (16% a 9%) ze všech testovaných vzorků. Naměřené hodnoty tažnosti u vzorků T7 a T8 jsou

nevyhovující z hlediska využití těchto ocelí, kde se požaduje vysokých hodnot tažnosti při zachování mechanické pevnosti. U vzorků T4 po TZ a TMZ byla naměřena nejvyšší tažnost (nad 30 %) a hodnoty na mezi pevnosti přesahovaly 800 MPa, to odpovídá struktuře s vysokým podílem feritu a granulárního bainitu se zbytkovým austenitem, který v průběhu zatěžování při zkoušce tahem transformoval na martenzit. U vzorků s řízenou deformací bylo zpravidla zaznamenáno zvýšení pevnostních charakteristik vlivem deformace a charakteru mikrostruktury, která měla u vzorku T7 – 21 a T8 – 21 po TMZ převážně charakter zákalné struktury.

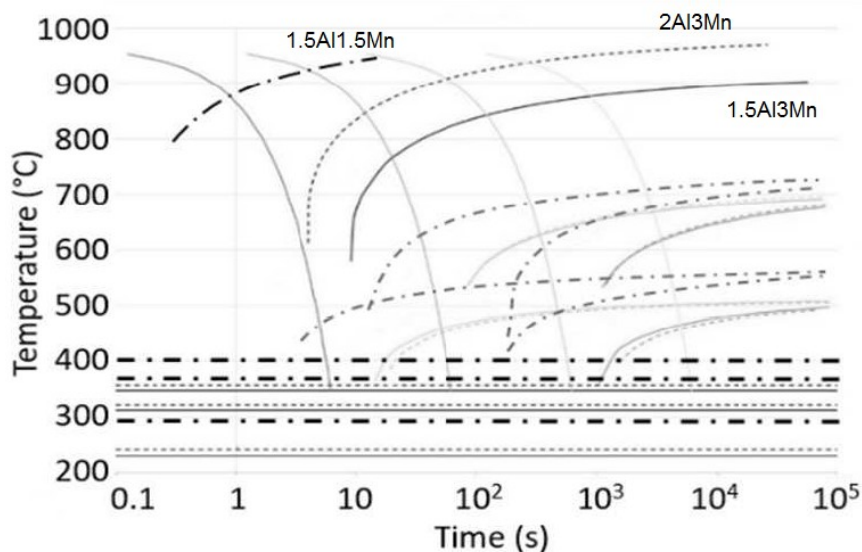
S využitím světelné mikroskopie bylo provedeno hodnocení velikosti původního austenitického zrna (tab. 5.2) lineární metodou dle EN ISO 643. U všech vzorků byl pozorován vliv teploty austenitizace na velikost původního austenitického zrna a to tak, že s rostoucí teplotou docházelo k výraznému hrubnutí původního austenitického zrna. Střední rozměr zrna u vzorků po jedno – krokovém a dvou – krokovém TZ dosahoval srovnatelných výsledků, bainitická prodleva neměla podle očekávání vliv na velikost původního austenitického zrna. Z literatury je známo, že při teplotách nad 1050 °C již dochází k výraznému rozpouštění precipitátů Nb(C,N) a zabránění v růstu austenitického zrna je nad touto teplotou neefektivní. [8, 12] Při teplotě austenitizace 1200 °C a poté 1250 °C byl pozorován skokový nárůst střední velikosti austenitického zrna. U vzorků po TMZ byla naměřena nižší hodnota velikosti původního austenitického zrna u všech vzorků ve srovnání se vzorky se stejnou teplotou austenitizace bez deformace. S ohledem na chybu měření neměla dynamická rekrystalizace pravděpodobně vliv na velikost původního austenitického zrna.

U vybraných vzorků po jedno – krokovém TZ bylo provedeno hodnocení mikročistoty dle DIN 50602 (tab. 5.3), neboť byl u těchto vzorků zaznamenán zvýšený podíl přítomnosti nekovových oxidických vměstů ve struktuře, zejména oxidů hliníku a křemíku. Nejvyšší podíl nekovových vměstků ve struktuře byl zaznamenán u vzorku T8 (2Al3Mn), který měl nejvyšší obsah hliníku ve struktuře. Velikost pozorovaných vměstků se pohybovala v rozmezí od 13 μm do 27 μm. Všechny měřené vzorky splňovaly obvyklé požadavky na čistotu pro výrobní účely.

Hodnocení charakteru mikrostruktury bylo provedeno u všech vzorků s různými režimy TZ a TMZ. Za účelem objasnění povahy mikrostruktury byly nasimulovány CCT (anizotermický rozpad austenitu) diagramy (obr. 6.1) pro vzorky T4, T7 a T8 v programu JMatPro. Zvýšení obsahu hliníku ve struktuře o 0,5 hm.% způsobilo posuv feritické oblasti transformace ke kratším časům, zatímco přísada manganu měla opačný efekt. Dále je zřejmé, že se zvyšujícím se poměrem manganu ku hliníku dochází k posuvu transformačních křivek k delším časům. [51]



Obr. 6.1: CCT diagram – T4 (1.5Al1.5Mn) linie tečky a čárky, T7 (1.5Al3Mn) plná linie, T8 (2Al3Mn) linie čárky [51]



U všech vzorků po jedno – krokovém TZ byla pozorována základní struktura složená převážně ze směsi dolního bainitu, martenzitu a feritu. U vzorků s teplotou austenitizace 950 °C měla feritická zrna různý tvar. U vzorku T4 – 950 - 30 (1.5Al1.5Mn) byl pozorován alotriomorfní ferit, který vznikl difuzně a byl rozmístěn po hranicích původních austenitických zrn. Dále byl u tohoto vzorku zaznamenán nežádoucí Widmannstättenův ferit. Zatímco u vzorků T7 (1.5Al3Mn) a T8 (2Al3Mn) byl pozorován bainitický ferit, který vznikl stříhovou přeměnou, nacházel se uvnitř i na hranicích původních austenitických zrn a byl nepravidelně rozmístěn na metalografickém výbrusu. S rostoucí teplotou austenitizace došlo k nárůstu podílu dolního bainitu a bainitického feritu ve struktuře, alotriomorfní ferit nebyl již ve struktuře pozorován.

Po dvou – krokovém TZ s bainitickou prodlevou byla ve struktuře vlivem izotermické výdrže při teplotě 425 °C po dobu 600s zaznamenána přítomnost granulárního bainitu u všech vzorků (T4, T7 a T8), ten je tvořen feritickou maticí a M – A složkou. U vzorku T8 byl zaznamenán zvýšení podíl přítomnosti granulárního bainitu s vysokým podílem jemných ostrůvků M – A složky ve struktuře, pravděpodobně vlivem zvýšeného podílu mangranu a hliníku ve struktuře, kdy došlo ke stabilizaci austenitu. U vzorku T4 a T7 bylo pozorováno oproti vzorku T8 vyšší množství reliéfních hrubých ostrůvků složených z martenzitu a dolního bainitu. Vzorek T4 dále vykazoval největší podíl alotriomorfního feritu ve struktuře. Dolní bainit pozorovaný u skupiny vzorků po dvou – krokovém TZ a TMZ se vyznačoval pravidelně rozmístěnými drobnými ostrůvky uvnitř bainitického feritu, z pozorování v TEM bylo zřejmé, že se jedná o drobné ostrůvky zbytkového austenitu.

Po TMZ byla zaznamenána odlišná mikrostruktura ve srovnání se vzorky bez proběhlé řízené deformace. Proběhlá deformace měla tedy výrazný vliv na charakter mikrostruktury. U vzorků T7 a T8 došlo, vlivem zvýšeného poměru mangranu ku hliníku a vlivem proběhlé deformace během TMZ, k výraznému posuvu bainitického nosu k delším časům. U těchto vzorků byla pozorována základní struktura s podílem bainitického feritu, granulární bainit s M – A složkou byl pozorován pouze výjimečně. Podíl alotriomorfního feritu byl u vzorku T7 (1.5Al3Mn) ve srovnání s T8 (2Al3Mn) nižší, to odpovídá CCT diagramu. U vzorku T7 a T8 byla dále pozorována v TEM přítomnost zbytkového austenitu ve formě tenkého filmu na hranicích martenzitických latěk. U vzorku T4 (1.5Al3Mn) byla pozorována struktura složená z granulárního bainitu a alotriomorfního feritu, který se nacházel jak na hranicích, tak uvnitř



původních austenitických zrn a jeho podíl byl ve struktuře vyšší vlivem proběhlé deformace, kdy došlo k posuvu feritického nosu ke kratším časům.

Na základě výsledků ze zkoušky tahem a z hodnocení charakteru mikrostruktury byla předpokládána zvýšená přítomnost zbytkové austenitu ve struktuře u vzorků T4 po TZ a TMZ, především ve formě drobných ostrůvků ve feritické matici. Dle výsledků z rentgenové difrakční fázové analýzy se ve struktuře nacházelo 13 % zbytkového austenitu po dvou – krokovém TZ a 14 % po TMZ zpracování. S ohledem na chybu měření jsou výsledky srovnatelné, deformace neměla výrazný vliv na množství zbytkového austenitu ve struktuře. Vzhledem k charakteru mikrostruktury a nepříznivým výsledkům ze zkoušky tahem, především s ohledem na nízké hodnoty tažnosti, nebyla u vzorků T7 a T8 provedena difrakční rentgenová analýza, neboť se předpokládalo snížené množství zbytkového austenitu ve struktuře.

U všech experimentálních vzorků byla vedle oxidických vměstků zaznamenána přítomnost částic bohatých na hliník. Z EDX analýzy je zřejmé, že některé částice odpovídaly nitridu hliníku. U TRIP ocelí je zcela žádoucí, aby byl hliník přítomný ve struktuře ve formě tuhého roztoku. Na některých částicích hliníku byla zaznamenána precipitace karbidu niobu NbC. Dále byly u všech experimentálních vzorků pozorovány primární i sekundární karbidické částice niobu NbC v různé velikosti, hustotě a rozložení. Chemické složení těchto částic bylo ověřeno s využitím EDX analýzy. Difraktogramy s využitím selekční elektronové difrakce potvrdily přítomnost fáze karbidu NbC.

Hrubé primární karbidické částice niobu byly převážně kruhovitěho tvaru a ve struktuře byly nepravidelně rozloženy. Tyto částice byly ve struktuře přítomny převážně ve formě shluků. V okolí těchto shluků byla zaznamenána zvýšená precipitace jemných sekundárních karbidických částic NbC, a to především u vzorků s vyšší teplotou austenitizace (1200 °C a 1250 °C), kdy pravděpodobně došlo k rozpouštění hrubých primárních karbidických částic a k následné precipitaci sekundárních jemných karbidů NbC.

U vzorků s teplotou austenitizace 950 °C byla zaznamenána precipitace jak jemných, tak hrubých sekundárních částic NbC ve formě linií po hranicích původních austenitických zrn. Tento jev je nežádoucí. U vzorků s teplotou austenitizace 950 °C byla zaznamenána zvýšená koncentrace jemných sekundárních částic NbC ve struktuře ve srovnání se vzorky s teplotou austenitizace 1200 °C a 1250 °C, kdy už docházelo k výraznému rozpouštění těchto částic do tuhého roztoku. [8] Vzhledem k výši teploty bainitické prodlevy lze předpokládat, že během výdrže nedocházelo k precipitaci karbidů NbC. U taveb T8 a T4 byla na TEM zaznamenána zvýšená koncentrace velmi jemných precipitátů u vzorků po TMZ pravděpodobně vlivem proběhlé deformace.

## 7 Závěr

Úvodní teoretická část diplomové práce zahrnuje komplexní rešerši týkající se problematiky vlivu tepelně – mechanického zpracování a chemického složení na mikrostrukturu a mechanické vlastnosti TRIP (transformation induced plasticity) ocelí. První kapitola práce je věnována skupině vysocepevných ocelí, do níž spadají i TRIP oceli. Práce se dále zabývá vlivem legujících prvků na mechanické vlastnosti a mikrostrukturu oceli, kde je velká část věnována mikrolegování niobem, který má vliv nejen na mechanické vlastnosti oceli, ale také na probíhající fázové přeměny, velikost původního austenitického zrna a tvorbu karbidů. Následuje kapitola, která popisuje tepelné a tepelně – mechanické zpracování TRIP ocelí, kde jsou popsány probíhající charakteristické fázové přeměny a mikrostrukturní útvary jako ferit, bainit, martenzit a zbytkový austenit. Dále jsou popsány procesy kombinující tepelné zpracování se zpracováním mechanickým, tedy válcování za tepla, popřípadě za

studena a vliv podmínek zpracování (teplota, doba výdrže na teplotě, stupeň deformace apod.) na mikrostrukturu a mechanické vlastnosti TRIP ocelí.

Cílem experimentálního programu diplomové práce bylo zkoumat vliv tepelného a tepelně – mechanického zpracování TRIP oceli se zvýšeným obsahem hliníku na mechanické vlastnosti a mikrostrukturu. Především objasnit vliv podmínek tepelného a tepelně - mechanického zpracování na mikrostrukturu a na rozpouštění a precipitaci primárních i sekundárních karbidických částic niobu NbC s využitím řádkovací a transmisní elektronové mikroskopie. Dále bylo úkolem stanovit vliv teplot austenitizace na velikost původního austenitického zrna s využitím světelné mikroskopie. Mikrostruktura oceli byla hodnocena s využitím světelné a elektronové mikroskopie v závislosti na režimech daného zpracování. Mechanické vlastnosti oceli byly stanoveny ze zkoušky tahem a zkoušky tvrdosti. Na závěr byla provedena rentgenová difrakční fázová analýza pro určení množství zbytkového austenitu.

V experimentálním programu byly provedeny tři různé režimy tepelného a tepelně – mechanického zpracování lišící se v teplotě austenitizace, probíhající izotermické prodlevě v oblasti bainitické přeměny a probíhající deformaci. Vzorky, které byly zpracovány těmito režimy, se odlišovaly z hlediska obsahu manganu a hliníku ve struktuře. Mangan u tohoto typu ocelí podporuje stabilitu zbytkového austenitu, zatímco hliník byl použit jako částečná náhrada legury křemíku.

V diplomové práci byl prokázán vliv chemického složení oceli a vliv tepelně – mechanického zpracování na mikrostrukturu a mechanické vlastnosti oceli. Vlivem tepelně – mechanického zpracování byla u všech vzorků pozorována odlišná struktura ve srovnání se vzorky, které prošly pouze tepelným zpracováním. U vzorků s izotermickou prodlevou v oblasti bainitické transformace došlo k tvorbě granulárního bainitu s M – A složkou (zbytkový austenit – martenzit). Objemový podíl granulárního bainitu a feritu ve struktuře byl závislý na chemickém složení a tedy odlišný pro dané vzorky. Dále byl prokázán vliv výše austenitizační teploty na precipitaci sekundárních karbidů niobu NbC a to tak, že při vyšších teplotách austenitizace (1200 a 1250 °C) docházelo k rozpouštění těchto částic do tuhého roztoku. Zároveň byla pozorována u vzorků s vyšší teplotou austenitizace zvýšená hustota koncentrace sekundárních precipitátů NbC v okolí primárních karbidických částic niobu. Vlivem rostoucí teploty austenitizace bylo pozorováno hrubnutí původního austenitického zrna. Hustota koncentrace precipitátů NbC u vzorků po jedno – krokovém a dvou – krokovém tepelném zpracování s bainitickou prodlevou byla stejná, zatímco u některých vzorků došlo vlivem proběhlé deformace ke zvýšené precipitaci jemných sekundárních karbidů NbC.

S ohledem na výsledky ze zkoušky tahem, kde je kladen u tohoto typu ocelí požadavek na vysokou tažnost při zachování pevnosti, a po zhodnocení charakteru mikrostruktury, se tavba T4 jeví jako nejvhodnější pro praktické použití. U tavby T4 bylo po dvou – krokovém tepelném a tepelně – mechanickém zpracování naměřeno vyhovující množství zbytkového austenitu (kolem 14 %) ve struktuře. Tavby T7 a T8 nebyly vyhovující vzhledem k naměřeným nízkým hodnotám tažnosti, to odpovídá pozorované zákalné struktuře po tepelně - mechanickém zpracování, kdy došlo vlivem deformace k posuvu bainitického nosu k delším časům.

## 8 Zdroje

- [1] Advanced High Strength Steel (AHSS) Application Guidelines. Application Guidelines [online]. Middletown: Committee on Automotive Applications, 2006 [cit. 2019-12-02]. Dostupné z: <https://www.worldautosteel.org/steel-basics/automotive-steel-definitions/>
- [2] GECK, P. Advanced High-Strength Steels Add Strength and Ductility to Vehicle Design In: [online]. [cit. 2019-12-02]. Dostupné z: <http://machinedesign.com/article/advanced-highstrength-steels-add-strength-and-ductility-to-vehicle-design-0503>.
- [3] R. Kuziak, R. Kawalla, S. Waengler, Advanced high strength steels for automotive industry In: [online]. [cit. 2019-12-02], Archives of Civil and Mechanical Engineering, Vol. VIII, No. 2, 103-117, (2008).
- [4] The Evolving Use of Advanced High-Strength Steels for Automotive Applications [online]. Southfield, 2011 [cit. 2019-10-04]. Dostupné z: [autosteel.org](http://autosteel.org). University of Michigan.
- [5] GIRMAN, Vladimír a Valentina HRABČÁKOVÁ. 2012. Kovové materiály automobilových konstrukcí: II.-Karoséria a karosárske plechy [online]. Košice [cit. 2019-05-15]. ISSN 1337 – 8953. Dostupné z: <http://www.materialing.com>
- [6] A. K. De, J.G. Speer, D.K. Matlock, Color tint-etching for Multiphase Steels, Advanced Materials & Processes. 161 (2003), 27.[cit. 2019-05-15]
- [7] R. Divišová, Deformačněindukovaná fázová přeměna v nízkolegované oceli, Diploma Thesis at the University of West Bohemia in Pilsen, 2003 (in Czech). [cit. 2019-06-15]
- [8] Graux, Alexis & Cazottes, S. & Mazariegos, David & San Martín, David & Capdevila, Carlos & Cabrera, Jose & Molas, Sílvia & Schreiber, Sebastian & Mirković, Djordje & Danoix, Frederic & Bugnet, Matthieu & Fabrègue, Damien & Perez, Michel. (2019). Precipitation and grain growth modelling in Ti-Nb microalloyed steels. Materialia. 5. 100233. 10.1016/j.mtla.2019.100233.
- [9] Kolnerová, M., Přehled vývoje vysokopevnostních materiálů, Studijní materiály, Technická univerzita v Liberci, 2008. [cit. 2019-08-15]
- [10] JIRKOVÁ, Hana. Vliv termo mechanického zpracování s inkrementálními deformacemi na vlastnosti TRIP ocelí. 1. vyd. Praha: Grada, 2012, 158 s. ISBN 978-80-247-4292-2.[cit. 2019-09-16]
- [11] V. Zackay, E. Parker, D. Fahr, R. Busch, The enhancement of ductility in high-strength steels, Trans. ASM 60 (1967) 252.[cit. 2019-07-18]
- [12] Grajcar, Adam. (2014). Thermodynamic analysis of precipitation processes in Nb-Ti-microalloyed Si-Al TRIP steel. Journal of Thermal Analysis and Calorimetry. 118. 1011-1020. 10.1007/s10973-014-3801-8.
- [13] ŽÁČEK, O., KLIBER, J. a MAN, O., Hodnocení vlivu parametrů termo mechanického zpracování na mechanické a mikrostrukturní vlastnosti TRIP ocelí, Metal 2005. [cit. 2019-05-19]
- [14] Liu, Li & He, Binbin & Huang, M.X.. (2017). The Role of Transformation-Induced Plasticity in the Development of Advanced High Strength Steels. Advanced Engineering Materials. 10.1002/adem.201701083.[cit. 2019-05-15]
- [15] BLECK, W. Using the TRIP effect - the dawn of a promising group of cold formable steels. Proc. international conference on TRIP-aided high strength ferrous alloys. Gent. Belgium. 19–21 June 2002.

- [16] SKÁLOVÁ, L.: Disertační práce ZČU, Vliv tepelně mechanického zpracování na mikrostrukturu a vlastnosti TRIP ocelí, 2006. [cit. 2019-08-09]
- [17] Samek, L., De Moor, E., Penning, J. et al. Metall and Mat Trans A (2006) 37: 109. <https://doi.org/10.1007/s11661-006-0157-0> [cit. 2019-09-15]
- [18] Traint, S., Pichler, A., Hauzenberger, K., Stiaszny, P., & Werner, E. (2002). Influence of silicon, aluminium, phosphorus and copper on the phase transformations of low alloyed TRIP-steels, Belgium, 2002. [cit. 2019-04-19]
- [19] Siciliano F, Jonas JJ. Mathematical modeling of the hot strip rolling of microalloyed Nb, multiply-alloyed Cr–Mo, and plain C–Mn steels. Metall Mater Trans A. 2000;31A:511–30. [cit. 2019-09-02]
- [20] Kučerová, Ludmila & Bystrianský, Martin. (2017). Comparison of thermo-mechanical treatment of C-Mn-Si-Nb and C-Mn-Si-Al-Nb TRIP steels. Procedia Engineering. 207. 1856-1861. 10.1016/j.proeng.2017.10.951. [cit. 2019-05-15]
- [21] Kaar, S.; Krizan, S.; Schwabe, J.; Hofmann, H.; Hebesberger, T.; Commenda, C.; Samek, L. Influence of the Al and Mn content on the structure–property relationship in density reduced TRIP-assisted sheet steels. Mater. Sci. [cit. 2019-08-15]
- [22] Grajcar, Adam & Kilarski, Andrzej & Kozłowska, Aleksandra. (2018). Microstructure–Property Relationships in Thermomechanically Processed Medium-Mn Steels with High Al Content. Metals. 8. 929. 10.3390/met8110929. [cit. 2019-06-12]
- [23] Pan, Haijun & Ding, Hua & Cai, Minghui. (2018). Microstructural evolution and precipitation behavior of the warm-rolled medium Mn steels containing Nb or Nb-Mo during intercritical annealing. Materials Science and Engineering: A. 736. 10.1016/j.msea.2018.08.055.
- [24] Bleck, Wolfgang & Frehn, Andreas & Ohlert, Joachim. (2001). Niobium in dual phase and trip steels. Niobium, Science and Technology. [cit. 2019-05-15]
- [25] Kučerová, Ludmila & Jirková, Hana & Mašek, B.. (2016). Influence of Nb micro-alloying on TRIP steels treated by continuous cooling process. 16. 145-149. [cit. 2019-08-09]
- [26] Mohrbacher, Hardy. (2008). THE EFFECTS OF NIOBIUM MICROALLOYING IN SECOND GENERATION ADVANCED HIGH STRENGTH STEELS. [cit. 2019-10-09]
- [27] E. Scheil, Z. Anorg. Allg. Chem. 1929, 183, 98. [cit. 2019-12-09]
- [28] J. G. Speer, D. K. Matlock, B. C. De Cooman, J. G. Schroth, Acta Mater. 2003, 51, 2611. [cit. 2019-08-09]
- [29] Z. Li, K. G. Pradeep, Y. Deng, D. Raabe, C. C. Tasan, Nature 2016, 534, 227. [cit. 2019-08-12]
- [30] G. Wassermann, Arch. Eisenhüttenwesen 1933, 6, 347. [cit. 2019-11-09]
- [31] Bleck, W. , Guo, X. and Ma, Y. (2017), The TRIP Effect and Its Application in Cold Formable Sheet Steels. steel research int., 88: 1700218. doi:10.1002/srin.201700218 [cit. 2019-08-15]
- [32] Yan Ma (2017) Medium-manganese steels processed by austenite-reverted-transformation annealing for automotive applications, Materials Science and Technology, 33:15, 1713-1727, DOI: 10.1080/02670836.2017.1312208 [cit. 2019-05-15]
- [33] Poliak, E.I. & Pottore, Narayan & Skolly, R.M. & Umlauf, W.P. & Brannbacka, J.C.. (2008). Thermomechanical processing of advanced high strength steels in production hot strip rolling. 3rd International Conference on Thermomechanical Processing of Steels, TMP 2008.

- [34] VERLINDEN, Bert, Julian DRIVER, Indradev SAMAJDAR a Roger DOHERTY. Thermo-Mechanical Processing of Metallic Materials. Oxford: Elsevier, 2007. ISBN 9780080544489.[cit. 2019-05-15]
- [35] Ryu, H.B., Speer, J.G. & Wise, J.P. Metall and Mat Trans A (2002) 33: 2811. <https://doi.org/10.1007/s11661-002-0266-3>
- [36] Hanzaki, A.Z., Hodgson, P.D. & Yue, S. Metall and Mat Trans A (1997) 28: 2405. <https://doi.org/10.1007/s11661-997-0197-0>[cit. 2019-02-15]
- [37] Skalova L, Divisova R, Jandova D. Thermo-mechanical processing of low-alloy TRIP-steel. J Mater Process Technol 2006;175:387–92. [cit. 2020-04-05]
- [38] Grajcar A. Hot-working in the c + a region of TRIP-aided microalloyed steel. Arch Mater Sci Eng 2007;28:743–50.[cit. 2019-09-15]
- [39] Wang J, Zwaag SVD. Stabilization mechanisms of retained austenite in transformation-induced plasticity steel. Metall Mater Trans A 2001;32:1527–39. [cit. 2020-07-09]
- [40] Chiang J, Boyd JD, Pilkey AK. Effect of microstructure on retained austenite stability and tensile behaviour in an aluminum-alloyed TRIP steel. MaterSci Eng, A 2015;638:132–42. [cit. 2020-01-07]
- [41] Jacques, P. & Girault, E. & Mertens, Anne & Verlinden, B. & Humbeeck, Jan & Delannay, F.. (2001). The Developments of Cold-rolled TRIP-assisted Multiphase Steels. Al-alloyed TRIP-assisted Multiphase Steels. Isij International - ISIJ INT. 41. 1068-1074. 10.2355/isijinternational.41.1068.[cit. 2019-08-15]
- [42] SKÁLOVÁ, J., KOUTSKÝ, J., MOTYČKA, V. Nauka o materiálech. Plzeň : Západočeská univerzita, 2003, 232 s. ISBN: 80-7043-244-6 [cit. 2020-04-06]
- [43] Klinkenberg, Christian & Hulka, Klaus & Bleck, Wolfgang. (2004). Niobium Carbide Precipitation in Microalloyed Steel. Steel Research International. 75. 744-752. 10.1002/srin.200405837. [cit. 2020-06-03]
- [44] Zhang, Mei & Li, L. & Fu, R.Y. & Krizan, Daniel & De Cooman, Bruno. (2006). Continuous cooling transformation diagrams and properties of micro-alloyed TRIP steels. Materials Science and Engineering A. 438-440. 296-299. 10.1016/j.msea.2006.01.128. [cit. 2019-10-12]
- [45] Grajcar, Adam & Kuziak, Roman & Zalecki, Wladyslaw. (2011). Designing of cooling conditions for Si-Al microalloyed TRIP steel on the basis of DCCT diagrams. Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering. 45. 115-124. [cit. 2020-03-09]
- [46] Speer JG, Michael JR, Hansen SS. Carbonitride precipitation in niobium/vanadium microalloyed steels. Metall Trans A. 1987; 18A:211–22.
- [47] Siciliano F, Jonas JJ. Mathematical modeling of the hot strip rolling of microalloyed Nb, multiply-alloyed Cr–Mo, and plain C–Mn steels. Metall Mater Trans A. 2000;31A:511–30. [cit. 2020-05-09]
- [48] D. JANDOVÁ: Kvantitativní analýza precipitátů v oceli P92 po krátkodobém žhání, technická zpráva, J2/2018, NTC, ZČU v Plzni, Plzeň, 2018 [cit. 2019-02-04]
- [49] Gates-Rector, S.; Blanton, T. The Powder Diffraction File: A Quality Materials Characterization Database. Powder Diffr. 2019, 34 (4), 352–360. <https://doi.org/10.1017/S0885715619000812>. [cit. 2020-02-07]
- [50] KOŠELEV, Vladimír. Metalografické tabulky. Praha: Technicko-vědecké vydavatelství, 1952. [cit. 2020-06-07]

[51] Kučerová, Ludmila & Jirková, Hana & Volkmannová, Julie & Vrtacek, Jiri. (2018). Effect of Aluminium and Manganese Contents on the Microstructure Development of Forged and Annealed TRIP Steel. Manufacturing Technology. 18. 605-610. 10.21062/ujep/146.2018/a/1213-2489/MT/18/4/605.[cit. 2020-07-06]