

ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI
FAKULTA STROJNÍ

Studijní program: N2301 Strojní inženýrství
Studijní obor: 3911T016 Materiálové inženýrství a strojírenská metalurgie

DIPLOMOVÁ PRÁCE

Tixoforming ocelí vyrobených práškovou metalurgií

Autor: **Hedvika MIŠTEROVÁ**
Vedoucí práce: **Dr.- Ing. Hana JIRKOVÁ**

Akademický rok 2012/2013

Poděkování

Tímto bych chtěla poděkovat všem, kteří se podíleli na vzniku mé diplomové práce. Největší dík patří Dr.- Ing. Haně Jirkové za vedení práce, odborné rady a nemálo času, který mi věnovala, a Ing. Davidu Aišmanovi za konzultaci práce a pomoc při provádění experimentu.

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

V Plzni dne:

.....
podpis autora

ANOTAČNÍ LIST DIPLOMOVÉ PRÁCE

AUTOR	Příjmení Mišterová	Jméno Hedvika		
STUDIJNÍ OBOR	3911T016 „Materiálové inženýrství a strojírenská metalurgie“			
VEDOUcí PRÁCE	Příjmení (včetně titulů) Dr.- Ing. Jirková	Jméno Hana		
PRACOVISŤE	ZČU - FST - KMM			
DRUH PRÁCE	DIPLOMOVÁ	BAKALÁŘSKÁ	Nehodící se škrtněte	
NÁZEV PRÁCE	Tixoforming ocelí vyrobených práškovou metalurgií			

FAKULTA	strojní	KATEDRA	KMM	ROK ODEVZD.	2013
----------------	---------	----------------	-----	--------------------	------

POČET STRAN (A4 a ekvivalentů A4)

CELKEM	89	TEXTOVÁ ČÁST	77	GRAFICKÁ ČÁST	12
---------------	----	---------------------	----	----------------------	----

<p style="text-align: center;">STRUČNÝ POPIS (MAX 10 ŘÁDEK)</p> <p>ZAMĚŘENÍ, TÉMA, CÍL POZNATKY A PŘÍNOSY</p>	<p>Diplomová práce se skládá ze dvou částí. První teoretická část se zabývá popisem nové nekonvenční technologie – tixoforming. Ve druhé části je tato technologie aplikována na konkrétní experiment. Hlavním cílem je výběr nových materiálů pro tixoforming a následná optimalizace technologických parametrů procesu pro zvolené materiály. Výsledné produkty jsou podrobeny podrobným analýzám.</p>
<p style="text-align: center;">KLÍČOVÁ SLOVA</p> <p style="text-align: center;">ZPRAVIDLA JEDNOSLOVNÉ POJMY, KTERÉ VYSTIHUJÍ PODSTATU PRÁCE</p>	<p style="text-align: center;">Tixoforming, prášková metalurgie, CPM 15V, CPM S30V, K190</p>

SUMMARY OF DIPLOMA SHEET

AUTHOR	Surname Misterova	Name Hedvika	
FIELD OF STUDY	3911T016 “ Materials Engineering and Engineering Metallurgy“		
SUPERVISOR	Surname (Inclusive of Degrees) Dr.- Ing. Jirkova	Name Hana	
INSTITUTION	ZCU - FST – KMM		
TYPE OF WORK	DIPLOMA	BACHELOR	Delete when not applicable
TITLE OF THE WORK	Tixofforming of steels produced by powder metallurgy		

FACULTY	Mechanical Engineering	DEPARTMENT	Material Engineering	SUBMITTED IN	2013
----------------	------------------------	-------------------	----------------------	---------------------	------

NUMBER OF PAGES (A4 and eq. A4)

TOTALLY	89	TEXT PART	77	GRAPHICAL PART	12
----------------	----	------------------	----	-----------------------	----

BRIEF DESCRIPTION TOPIC, GOAL, RESULTS AND CONTRIBUTIONS	<p>The diploma thesis is consisted of two parts. The first theoretical part describes a new unconventional technology – tixofforming. The technology is applied on the concrete experiment in the second part. The choice of new materials and following optimization of technological parameters for the chosen materials are the main goals of this thesis. The detailed analyses were performed on the resultant products.</p>
KEY WORDS	Tixofforming, Powder Metallurgy, CPM 15V, CPM S30V, K190

Obsah

1.	ÚVOD	1
2.	CHARAKTERISTIKA TVÁŘENÍ V SEMI-SOLID STAVU	2
2.1	Historie	2
2.2	Tixotropie, tixotropní chování	2
2.3	Technologie zpracování v semi-solid stavu	3
2.3.1	Tixo-procesy	4
2.3.2	Rheo-procesy.....	5
2.4	Materiály používané pro tixotropní tváření	6
2.4.1	Hliník a jeho slitiny	6
2.4.2	Hořík a jeho slitiny	7
2.5	Jednotlivé etapy při návrhu technologie tváření v semi-solid stavu	7
2.5.1	Kriteria pro výběr materiálu	7
2.5.1.1	Příprava ocelových polotovarů pro tváření v semi-solid stavu	8
2.5.2	Ohřev polotovaru do oblasti semi-solid stavu	8
2.5.3	Tváření v oblasti semi-solid stavu	10
2.5.4	Nástroje pro tixofforming.....	10
2.6	Výhody a nevýhody zpracování tixofformingu	11
2.7	Vlastnosti finálního produktu.....	13
2.7.1	Metalurgické a mechanické vlastnosti	13
2.8	Typická struktura po tixofformingu	14
2.9	Vady po tixofformingu.....	14
3.	MOTIVACE A CÍLE PRÁCE.....	17
3.1	Vývoj technologie mini-tixofformingu pro oceli vyráběné práškovou metalurgií.....	17
3.2	Získání nekonvenčních struktur.....	17
4.	VOLBA MATERIÁLU.....	18
4.1	Prášková metalurgie.....	18
4.2	Vlastnosti ocelí se zvýšeným obsahem uhlíku a tvorba karbidů	19
4.2.1	Nukleace karbidů M_7C_3 během procesu solidifikace.....	20
5.	EXPERIMENTÁLNÍ PROGRAM	24
5.1	Experimentální zařízení pro mini-tixofforming.....	24

5.2	Použité metody vyhodnocení.....	26
5.2.1	JMATPro – software pro výpočet materiálových vlastností.....	26
5.2.2	Metalografická příprava vzorků	26
5.2.3	Světelná mikroskopie:	26
5.2.4	Scanovací elektornová mikroskopie:.....	27
5.2.5	Rentgenová difrakce:.....	27
5.2.6	Meření tvrdosti:.....	27
5.3	Experimentální materiál	27
5.4	Analýza výchozího stavu.....	27
5.4.1	CPM 15V	27
5.4.2	CPM S30V	31
5.4.3	K190.....	34
5.4.4	Diskuse výsledků analýzy výchozích stavů	37
5.5	Mini-tixofforming	38
5.5.1	CPM 15V	40
5.5.1.1	Teplota ohřevu 1310°C.....	40
5.5.1.2	Teplota Ohřevu 1270°C	41
5.5.1.3	Teplota ohřevu 1265°C.....	45
5.5.1.4	Diskuse výsledků oceli CPM 15V	46
5.5.2	CPM S30V	48
5.5.2.1	Teplota ohřevu 1280°C.....	48
5.5.2.2	Teplota ohřevu 1270°C.....	49
5.5.2.3	Teplota ohřevu 1260°C.....	53
5.5.2.4	Diskuse výsledků oceli CPM S30V.....	54
5.5.3	K190.....	56
5.5.3.1	Teplota ohřevu 1260°C.....	56
5.5.3.2	Teplota ohřevu 1255°C.....	57
5.5.3.3	Teplota ohřevu 1250°C.....	59
5.5.3.4	Teplota ohřevu 1240°C.....	60
5.5.3.5	Teplota ohřevu 1230°C.....	64
5.5.3.6	Diskuse výsledků pro ocel K190	65
6.	ZÁVĚR:	67

1. ÚVOD

Z důvodu neustále se zvyšujících požadavků na materiálové vlastnosti při zachování co nejnižších nákladů, jsou zlepšovány a vyvíjeny nové technologie zpracování. Jedním představitelem inovačních metod je nekonvenční technologie tváření zvaná tixofforming. Podstatou technologie je tváření v semi-solid stavu což znamená, že po ohřevu na požadovanou teplotu tváření je polotovar v částečně tekutém a částečně tuhém skupenství. Podíl tekuté fáze by se měl pohybovat kolem 30%. Díky tomu jsou síly potřebné pro tváření ve srovnání s konvenčními technologiemi značně nižší a na jednu tvářecí operaci je možné získat tvarově složitý výsledný produkt.

Zpracování kovových materiálů v polotekutém stavu je známo především ze zpracování slitin s nižší teplotou tavení. Nejčastěji se jedná o Al a Mg slitiny. Tixofforming nízkotavitelných slitin je v současné době zaváděn do průmyslové praxe. Oproti tomu tixofforming ocelí je zatím prováděn pouze v laboratorních podmínkách a to z důvodu, že během zpracování v semi-solid stavu existuje celá řada problémů, které jsou spojeny zejména s vysokými teplotami ohřevu a technologickým řízením procesu. Na pracovišti Výzkumného centra tvářecích technologií FORTECH byla v minulých letech vyvinuta technologie mini-tixofforming, která je určena pro tváření velmi malých součástí z oceli.

Hlavním cílem této práce je vývoj technologie mini-tixofmingu pro speciální typy vysoce legovaných nástrojových ocelí vyrobených práškovou metalurgií. Tato skupina ocelí byla vybrána z důvodu možné variability chemického složení, zejména karbidotvorných prvků. Na základě vhodně zvoleného chemického složení je možné získat nekonvenční struktury po tixofmingu, které jsou tvořeny houževnatou maticí a v ní uloženými disperzními karbidy. Díky tomuto uspořádání má struktura potenciál vykazovat dobré mechanické a otěruvzdorné vlastnosti. Oproti tomu standartní struktura po tixofmingu ocelí je tvořena polyedrickými austenitickými zrny, které jsou obklopeny křehkým karbidicko-austenitickým síťovím.

Na základě literární rešerše a předběžných experimentů byly vybrány tři oceli vyrobené práškovou metalurgií: CPM 15V, CPM S30V a K 190. Správný teplotní interval i parametry deformace pro mini-tixofforming byly vedle výpočtu v programu JMatPro zjišťovány i postupnými experimentálními optimalizačními kroky celého procesu. Po zjištění optimálních parametrů zpracování jako je teplota ohřevu, velikost a rychlost deformace byly vyrobeny různé tvarové demonstrátory.

Metalografická analýza byla zaměřena na popis jednotlivých strukturních složek a způsobu a postupu vyplnění dutiny formy materiálem. Celá analýza byla doplněna i obrazovou analýzou popisující podíl karbidů a velikost jejich částic. Byly využity různé mikroskopické metody - světelná, laserová konfokální a řádkovací elektronová. Lokální chemické složení bylo stanoveno energiově disperzní analýzou EDX. Podíly jednotlivých strukturních složek byly určeny rentgenovou fázovou difrakční analýzou. Mechanické vlastnosti byly stanoveny měřením tvrdosti, mikrotvrdosti.

Tato práce vznikla za podpory řady projektů. Jednalo se zejména o projekt Grantové agentury České republiky GA ČR P107/12/2600 Vliv tváření v semi-solid stavu na vývoj struktury ocelí vyrobené práškovou metalurgií, projekt Studentské grantové soutěže Západočeské univerzity SGS-2011-056 - Nové nekonvenční materiály na bázi železa a vanadu získané rychlou solidifikací ze semi-solid stavu a projekt ESF OP VpK Posílení spolupráce mezi vysokými školami, výzkumnými ústavy a průmyslovými partnery v Plzeňském kraji – CZ.1.07/2.4.00/17.0052.

2. CHARAKTERISTIKA TVÁŘENÍ V SEMI-SOLID STAVU

Pod pojmem tváření v semi-solid stavu je zahrnuta velká skupina relativně nových, stále vyvíjených nekonvenčních technologií modifikovaných pro široké spektrum materiálů. Problematikou těchto technologií a jejich podrobným popisem se budou zabývat následující kapitoly.

2.1 Historie

Tixotropní chování slitiny cínu a olova bylo objeveno v roce 1972 během experimentu solidifikace. Okamžitě byl rozpoznán potenciál i důležitost těchto výsledků a nově vznikajících technologií, které jsou dnes nazývány jako tváření v semi-solid stavu (SSM). První vývoj a výzkum byl zaměřen zejména na materiály s nízkou teplotou tavení a to slitiny hliníku a hořčíku. Teprve nedávno se pro tixoforoming začaly využívat materiály s vyšší teplotou tavení jako například ocel. Od té doby se tixoforoming ocelí stal nedílnou součástí technologie tváření v semi-solid stavu a tímto problémem se zabývá několik výzkumných center zejména v Evropě. I několik průmyslových koncernů jako například Ascometal se podílí na vývoji této technologie a snaží se nalézt způsob jak aplikovat tixoforoming na výrobu složitých součástí při zachování ekonomicky příznivých podmínek. Nicméně tixoforoming s použitím vysokých teplot je neustále velkou výzvou. Problematika je spojena zejména s vyšší teplotou procesu (více než 1200°C), úzkým teplotním intervalem semi-solid stavu pro některé materiály a technologickými parametry.

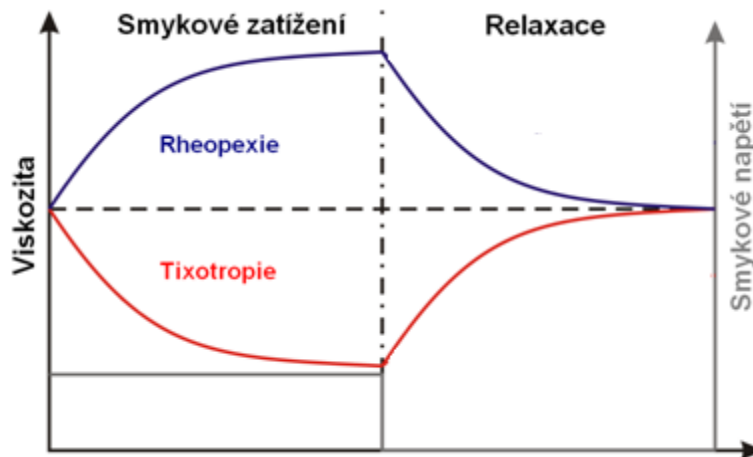
[1]

2.2 Tixotropie, tixotropní chování

Hlavní podstatou tváření materiálů v semi-solid stavu představuje tixotropie. Tixotropie je reologická vlastnost kapalin a suspenzí, která popisuje neúměru mezi rychlostí deformace a působícím napětím. Tixotropní chování je vratný děj, který se vyskytuje u některých koloidních látek. Tyto látky vykazují při klidových podmínkách vysokou viskozitu, avšak při působení smykového napětí - fyzikálním zásahem zejména mechanickým – míchání, třepání, ale i ultrazvukem a zářením, přecházejí z tuhého do kapalného stavu. Příkladem tohoto chování je přeměna gelu v sol. Jelikož se jedná o děj vratný, při opětovaném ponechání v klidovém stavu dochází opět k nárůstu viskozity a ta se asymptoticky blíží k původní hodnotě (**Obr. 1**). K růstu viskozity dochází díky globulárním částicím, které mají v klidovém stavu tendenci se shlukovat a spojovat se do větších celků. Při působení smykového namáhání dojde naopak k rozdrobení těchto konglomerátů, což vede naopak k poklesu viskozity. Opačný jev tixotropie je rheopexie. K dosažení teoreticky optimálního stavu tixotropního chování by po ohřevu do polotuhého stavu měl být podíl tuhé fáze mezi 10 - 60% v závislosti na konkrétní technologii zpracování v semi-solid stavu [6]. Z tohoto důvodu jsou pro tixotváření vhodnější slitiny s nízkou citlivostí k podílu tuhé fáze, protože je u nich méně pravděpodobná nežádoucí solidifikace při ochlazení během plnění formy. Tím lze během procesu snáze regulovat teplotu. [4][5]

„Zřetelné tixotropní vlastnosti jsou pozorovány u některých gelů reverzibilních i ireverzibilních s fyzikálními vazbami. Jsou-li síly poutající původní disperzní částice do síťovité struktury velmi slabé, je možno gel více nebo méně prudkým protřepáním převést opět na roztok - mechanickými účinky se ruší slabé vazby mezi částicemi. Zůstane-li ztekucený roztok stát v klidu, vazby se pomalu obnovují a dochází k nové gelaci a viskozita postupně nabude původní hodnoty“[2].

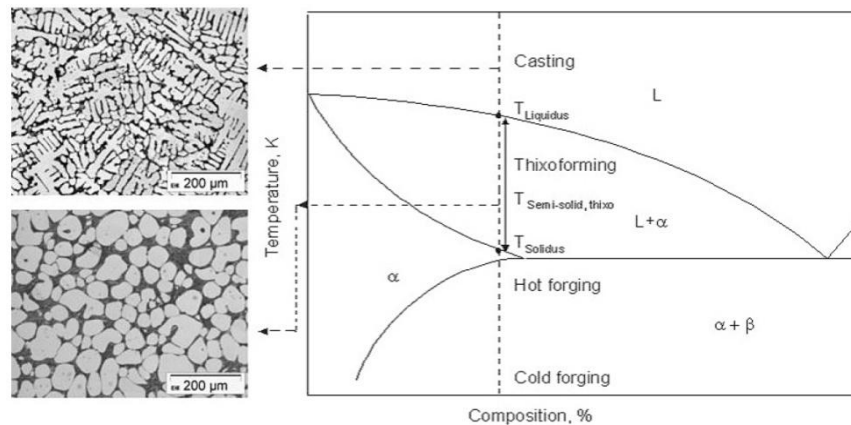
Tixotropní chování je ve velké míře využíváno při používání barev a laků, kdy tixotropie popisuje jejich roztékání. Barvy s vysokou tixotropií (malá tekutost) volně stékají a relativně rychle se utrhout, naopak barvy s nízkou tixotropií mají vysokou tažnost a netrhají se. Hlavním požadavkem v tomto případě je, aby barva při natírání byla tekutá a po nanesení rychle utuhla. Další použití tixotropie je v potravinářství, kosmetice atd. Nově je snaha využít tixotropního chování i v oblasti tváření kovů. [4][5]



Obr. 1 Tixotropní chování [3]

2.3 Technologie zpracování v semi-solid stavu

Při semi-solid stavu je materiál částečně nataven a nachází se v oblasti mezi solidem a likvidem (**Obr. 2**). V tomto stavu je možné u materiálu využít tixotropního chování. Tváření v oblasti semi-solid stavu představuje kompromis mezi technologiemi přesného lití a tváření za tepla, kde je snaha o využití výhod obou těchto technologií. Struktura po zpracování v semi-solid stavu je na rozdíl od dendritické struktury po lití tvořena v případě ocelí polyedrickými zrny austenitu, které jsou ohraničené karbidicko-austenitickým sítovím (**Obr. 2**). Celkově je struktura jemnozrnější a homogenní. Oproti tváření za tepla umožňuje tváření za semi-solid stavu v jedné tvářecí operaci získat produkt složitého tvaru a povrchu dobrých vlastností, tvářecí síly jsou nižší než u konvenčních tvářecích procesů. Díky této technologii je možno tvářet materiály jinak velmi obtížně tvářitelné, jako například vysocelegované oceli, ale i těžko obrobitelné. [14]



Obr. 2 Znázornění semi-solid stavu [20]

Výhody zpracování v semi-solid stavu:

- Získání komplexních dílů složitého tvaru
- Malé výrobní tolerance
- Nižší pracovní teploty (v porovnání s odléváním)
- Nízký obsah rozpuštěných plynů (v porovnání s odléváním)
- Snížení smršťování dílů (v porovnání s odléváním)
- Snížení tendence k tvorbě trhlin za tepla
- Globulární (nedendritická) struktura dílu
- Minimalizace staženin a plynových bublin (v porovnání s odléváním)
- Vyšší mechanické vlastnosti [14]

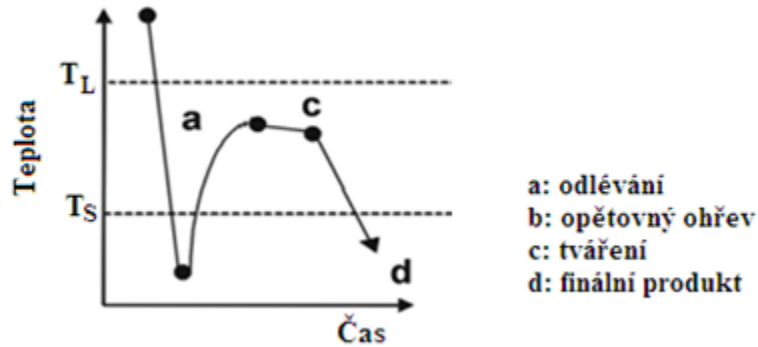
Nevýhody zpracování v semi-solid stavu

- Vysoké teploty ohřevu
- Nákladné nástroje
- Vyšší nároky na dodržování pracovních postupů [14]

Technologií zpracování v semi-solid stavu je hned několik, mnoho z nich vychází z konvenčních technologií zpracování materiálu, jiné byly vyvinuty výhradně pro potřebu zpracování v semi-solid stavu. Tyto technologie jsou děleny na 2 základní skupiny: Tixo-procesy a Rheo-procesy.

2.3.1 Tixo-procesy

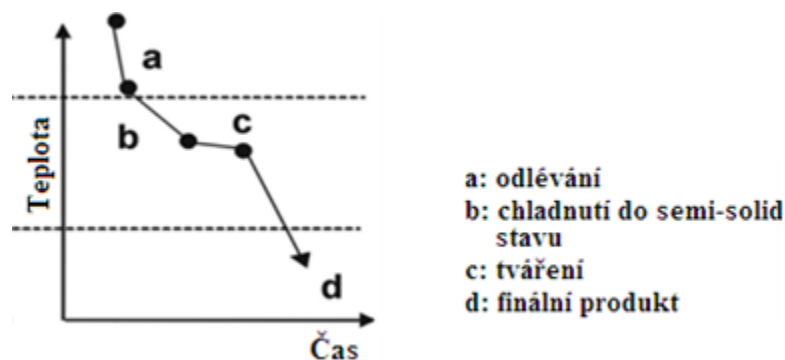
Při tixo-procesech je materiál odlit a dochází k plné solidifikaci, následně je ohřát na teplotu semi-solid stavu, kde je tvářen a následně ochlazen (**Obr. 3**). Vstupní materiál se tedy nachází v pevném stavu a polotovár může být získán libovolným způsobem v závislosti na materiálu a požadavcích na něj. V těchto případech je stupeň integrace procesu do výroby relativně nízký, příprava polotovaru a následné zpracování jsou zcela oddělené, v některých případech to však může představovat určitou výhodu. Technologie tixo-procesů mají opět několik podskupin: thixoextrusion – tixo-protlačování, thixo lateral extrusion - příčné rázové tixo-vytlačování), thixorolling – tixo-válcování, či dále podrobně popisovaný tixofforming. [6][12]



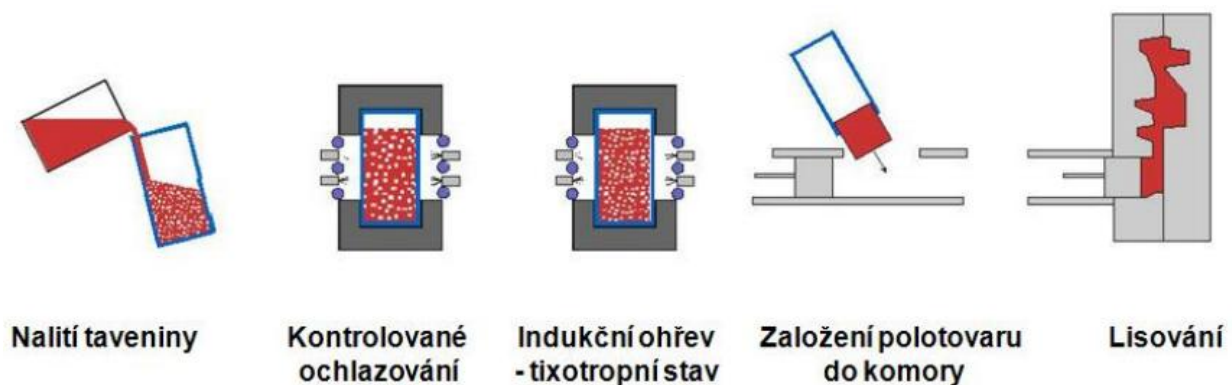
Obr. 3 Schematické znázornění Tixo-procesu [12]

2.3.2 Rheo-procesy

Při Rheo procesu dochází přímo po odlíání k ochlazení do semi-solid stavu, kde je materiál tvářen a následně vychlazen (Obr. 4, Obr. 5). Vstupní materiál pro Rheo procesy je tedy v tekutém stavu. Rheocasting má opět několik podskupin – new rheocasting, twin-screw rheomoulding, atd. Během posledních deseti let došlo k rozvoji této technologie a bylo vyzkoušeno mnoho variant, které se liší zejména podle podílu tekuté fáze. [12][13]



Obr. 4 Schematické znázornění Rheo-procesu [12]



Obr. 5 Schéma rheocastingu [14]

Výhoda rheocastingu oproti tixocastingu:

- Jednodušší proces – není nutný opětovaný ohřev do semi-solid stavu, ani robotický manipulátor
- Větší flexibilita – není zde žádné velikostní omezení předlitku
- Snadnější získání polotovarů – ingotové zápusky jsou dostupnější a levnější než speciálně připravené pro tixocasting
- Recyklace – odpad lze přetavit a znovu použít, zatímco v případě tixo-castingu se vrací dodavateli [15]

Tento výzkum je zaměřen na tixo-procesy, následující rešerše bude věnována zejména tixoformingu.

2.4 Materiály používané pro tixotropní tváření

Doposud bylo tixotváření prováděno zejména na lehkých slitinách s nízkou teplotou tání a širokým intervalem teploty mezi solidem a likvidem. Lehké slitiny mají nespornou výhodu ve své nízké hmotnosti, která se většinou projevuje na úkor mechanických vlastností. Tixotropní tváření umožňuje využití těchto slitin v mnoha dalších aplikacích. Ve srovnání s odléváním a v některých případech i tvářením mají výrobky potenciál dosáhnout lepších vlastností. Nejčastěji používaným materiálem pro tuto technologii je zejména hliník a hořčík. V poslední době je snaha tixotropní tváření aplikovat i na běžně používané materiály, a to například oceli, niklové slitiny, kombinace kovu a keramiky apod. [6][8][10]

2.4.1 Hliník a jeho slitiny

Nejpoužívanějším materiálem pro tváření v semi-solid stavu jsou právě slitiny hliníku to zejména ty na bázi Al-Si - siluminy. Dle obsahu křemíku jsou tyto binární slitiny děleny na podeutektické, eutektické a nadeutektické, kde eutektické slitiny Al-Si obsahují 11,5-13% Si, při teplotě 577°C je tato hodnota 12,2 at. %.

Nadeutektické slitiny hliník – křemík jsou dobře aplikovatelné v automobilovém průmyslu, kde nabízejí možnosti původních kompozitů – křemík ve formě výplňové fáze. Tyto slitiny se vyznačují velmi dobrými a specifickými vlastnostmi, jako je vysoká pevnost a tvrdost a nízký koeficient tepelné roztažnosti. Vysoká odolnost proti opotřebení je zaručena díky vysoce tvrdým disperzním křemičitým částicím, které jsou rozptýleny v základním materiálu. Na základě toho jsou tyto materiály používány pro těžké opotřebení často za zvýšených či středně zvýšených teplot – písty, bloky motoru, klimatizační kompresory. Nespornou výhodou je ve srovnání s oceli nízká hmotnost těchto slitin, která se odrazí ve snížených provozních podmínkách. Jejich použití však zahrnuje několik problémů a nedostatků. Při konvenčních licích technikách v tavenině rostou křemičité částice, které nepříznivě ovlivňují mechanické vlastnosti. V důsledku širokého rozmezí tuhnutí těchto slitin, značně hrubnou primární krystaly křemíku, což snižuje lomovou houževnatost odlitku. Při obsahu křemíku vyšším než 18 hm. % dochází značnému hrubnutí a snížení houževnatosti, kdy je při konvenční rychlosti ochlazování lití téměř nemožné docílit dobré kvality výrobku. Množností jak tento nedostatek řešit, je aplikace procesu

tixoformingu, který umožňuje dosáhnout u nadeutektických slitin Al-Si při podílu tekuté fáze 40-50% tváření tvarově čistých slitin s jemnou velikostí křemičitých částic. Slitiny mají dobré mechanické vlastnosti, zejména únavové. Teplota tixoformingu hliníkových slitin, konkrétně Al7075 je 615 – 618°C. [6][8][9]

2.4.2 Hořčík a jeho slitiny

Hořčík a jeho slitiny jsou využívány zejména kvůli jejich vysoké specifické pevnosti, což je poměr meze pevnosti ku měrné hmotnosti. Hojněji se vyskytují slitiny slévárenské, protože hořčíkové slitiny jsou obtížně tvářitelné a to kvůli krystalizaci v hexagonální soustavě, kde existuje malý počet skluzových mechanismů. Pro samotné zpracování v semi-solid stavu jsou rozšířeny méně než slitiny hliníku. Jejich výhodou je však nízká teplota tavení, se kterou klesá i teplota pro zpracování v semi-solid stavu. Při těchto teplotách nejsou na materiály zápustek a nástrojů kladeny vysoké nároky jako například u ocelí. Nejrozšířenější jsou slitiny Mg-Al-Zn (AZ), Mg-Al-Mn (AM), Mg-Al-Si (AS). Nejčastěji využívaný typ hořčíkových slitin – Mg-Al-Zn obsahuje 3 – 9% Al, 0,2 – 1,5 % Zn a 0,15 – 0,5 % Mn (hm %), kde hliník zaručuje podstatné zvýšení tvrdosti, pevnosti, slévatelnosti, zinek přispívá ke zvýšení pevnosti a houževnatosti, mangan zvyšuje odolnost proti korozi a svařitelnost. Mikrostrukturu hořčíkových slitin tvoří tuhý roztok přísady v hořčíku a intermediálními fázemi, které se vyskytují v kompaktní formě nebo jako součást segregáčního eutektika. Rozpustnost manganu je silně závislá na teplotě, při 645°C se rozpouští asi 3,4 hm. % Mn, zatímco při 200 °C je rozpustnost manganu prakticky nulová. Nevýhodou binárních slitin Mg - Mn je velmi hrubé zrno v litém stavu, takže jejich tváření je obtížné. Pro zjemnění zrna se používá přísada vápníku nebo ceru. Teplota tixoformingu hořčíkových slitin, konkrétně AZ61 se pohybuje kolem 595°C. [6][10][11].

2.5 Jednotlivé etapy při návrhu technologie tváření v semi-solid stavu

Pro správný průběh celé technologie zpracování v semi-solid stavu je nutné zvládnout všechny etapy procesu od volby materiálu až po správné zvolení parametrů tváření. Vliv na následný tixoforming má zejména chemické složení oceli a její výroba.

2.5.1 Kriteria pro výběr materiálu

Hlavním kritériem pro výběr ocelí jsou konečné mechanické vlastnosti a oblast uplatnění. Nezávisle na procesu není možné použít některé druhy ocelí, například s vysokým obsahem síry pro ložiska, a to kvůli požadované vysoké čistotě v tomto odvětví. Taktéž není možné získat martenzitické oceli s vysokou tvrdostí při použití nízkouhlíkových ocelí. Další kritérium pro výběr oceli je tzv. „thixofomatibility“ v překladu vhodnost materiálu pro tixotropní tváření či tixotvařitelnost, což znamená, že ocel musí splňovat následující kritéria:

- Vhodný teplotní interval semi-solid stavu - tento interval je většinou zobrazen jako závislost tekuté frakce na teplotě
- Schopnost vytvářet vhodnou mikrostrukturu během tváření [1]

Chování materiálu v semi-solid stavu silně závisí na tekuté fázi. Obecně platí, že spolehlivější a ekonomičtější je širší teplotní interval mezi solidem a likvidem, který se vyskytuje za co nejnižších teplot. Široký teplotní interval zajistí možnost tváření v semi-solid stavu, protože podíl tekuté fáze bude méně citlivý na výkyvy teplotního pole. [1]

Teplota nástroje hraje důležitou roli v chování materiálu. Redukce teplotního gradientu mezi polotovarem a nástroji zlepšuje tok materiálu a snižuje požadovanou sílu. Výrazného zlepšení „thixoformatibility“ je možné získat při nízké teplotě solidu a širokém rozsahu teplot polotuhé fáze. Ze studií autorů vzešel závěr, že vysokouhlíkové oceli mají širší interval polotuhé fáze než nízkouhlíkové, což vyplývá s diagramu Fe-Fe₃C. Zvyšování obsahu uhlíku je však omezeno vznikem primárního cementitu. Každá ocel je tixotvařitelná v případě, že má semi-solid interval. Nicméně oceli, které mají tento interval široký a k procesu vyžadují nižší teplotu, jsou pro tixoforging přijatelnější. [13] Proto došlo k vytvoření speciální skupiny tzv. low thixoforging temperature steel (LTT) vyvinutých a patentovaných skupinou ASCOMETAL [1][7]. U těchto ocelí byla snížena teplota solidu a rozšířen teplotní interval mezi solidem a liquidem.

2.5.1.1 Příprava ocelových polotovarů pro tváření v semi-solid stavu

Bylo prokázáno, že morfologie mikrostruktury semi-solid stavu ovlivňuje tok polotekutých materiálů [1, 6, 12]. Pro výrobu vysoce kvalitních produktů je nutno docílit laminárního proudění při plnění dutiny forem, potom vzniká ideální struktura tvořena malými kulovitými zrny bez obsažené tekuté fáze spojených tak, aby mohly dosáhnout tixotropního chování. Pro dosažení této struktury je důležitá výroba polotovarů a proces ohřevu. Nicméně se současnými znalostmi a vzhledem k aktuálnímu výzkumu tohoto procesu (např. vysoký teplotní gradient mezi nástrojem a polotovarem) se zdá, že vliv výrobního procesu na vliv morfologie mikrostruktury je až druhým parametrem oproti vlivu podílu tekuté fáze či parametrům procesu tváření. Testováno bylo několik polotovarů, vyrobených 3 různými způsoby, kdy podmínky z hlediska proudění a zatížení při tváření na lisu byly shodné:

- Válcované tyče
- Tažené tyče
- Opracované čtvercové polotovary

Tixoforging vysoce legovaných ocelí je úspěšný i přes vznik nekonvenční semi-solid struktury. K získání správné struktury polotovaru byl úspěšně aplikován napětím indukovaný proces tavení. V tomto případě se konvenčně vyrobené tyče válcováním za tepla jeví jako produkty vstupující do tixoforgingu dostačující. Při výrobě kovových polotovarů vstupuje v úvahu mnoho parametrů – druh lití, přetvárný poměr, teplota válcování apod. Všechny tyto parametry budou mít vliv na morfologii v semi-solid stavu, ale budou mít nepatrný vliv na konečné chování materiálu ve srovnání například s podílem kapalné fáze. [1]

2.5.2 Ohřev polotovaru do oblasti semi-solid stavu

Tato fáze tixoforgingu je pro polotovar zásadní a její nesprávné nastavení může být pro výsledek kritické. Běžným způsobem dosažení požadované teploty u polotovarů je indukční ohřev, protože je spolehlivý, snadno a rychle proveditelný. Objevila se snaha navrhnout efektivní cívku, která dokáže poskytnout homogenní rozložení teplotního pole, protože právě tento parametr je nezbytný pro úspěšný tixoforging. Avšak dokonalá homogenita teplotního pole v polotovaru je velmi nákladná a těžko proveditelná, proto vyvstává otázka, zda by nebylo vhodné stanovit přijatelnou heterogenitu mezi povrchem a středem. Existují čtyři nejdůležitější parametry ohřevu, které mají vliv na výslednou strukturu:

- **Teplota ohřevu:** teplota ohřevu je volena dle požadavků na podíl tekuté fáze, k dosažení teoreticky optimálního stavu tixotropního chování by po ohřevu do polotuhého stavu měl být podíl tuhé fáze mezi 10 - 60% v závislosti na konkrétní technologii zpracování v semi-solid stavu. Konkrétně v případě tixofornímu se podíl tekuté fáze pohybuje kolem 30%. Při nedodržení správné teploty ohřevu není možné úspěšně tixoforní provést. Pokud je teplota příliš nízká, nedochází k požadovanému zatečení kovu do zápustky a na produktu vznikají defekty. Při teplotě naopak příliš vysoké dochází ke vzniku nežádoucí dendritické struktury a tvorbě např. staženin v místě s vysokým podílem taveniny.[1]
- **Rychlost ohřevu:** na rychlosti ohřevu závisí fázové transformace. Je faktem, že změnou rychlosti ohřevu lze měnit hodnotu bodu tavení a je pravděpodobné, že vzhledem k chemickým difúzním jevům, bude možné nízkou rychlostí ohřevu zvýšit bod tavení, což by mělo vést ke snížení chemické segregace. Z průmyslového hlediska je při vysoké rychlosti ohřevu snaha snížit spotřebu energie a zvýšit produktivitu. Krom toho dlouhodobé vystavení materiálu vysokým teplotám vede ke hrubnutí austenitického zrna, ke špatné tixofornímu a k následně neuspokojivým mechanickým vlastnostem. Zvýšením obsahu prvků jako například titan, může snížit růst zrn a to precipitací TiN, nicméně kontrola procesu ohřevu je mnohem důležitější. [1]
- **Prodleva:** mnoho studií prokázalo u materiálů s nízkou teplotou tavení ovlivnění výsledné mikrostruktury délkou prodlevy na teplotě ohřevu [1][16][17]. Zvýšení času prodlevy vede k růstu zrn, uvolnění kapalných fází v zrnech do mezikrystalových prostor a aglomeraci zrn. Stejný fenomén byl pozorován u ocelí, ale problematika přítomnosti segregace v průmyslových ocelových produktech, se odvíjí od konkrétního použití. Například chemická segregace u lineárního válcování může upravit vývoj mikrostruktury. I přes to, že zvýšení doby výdrže může přinést tyto výhody, existují však i dvě velká omezení. V první řadě je obtížné udržet striktně konstantní teplotu indukčním ohřevem, protože fyzikální vlastnosti silně závisí na podílu tekuté fáze. Druhým problémem je, že výdrž není rentabilní z energetického hlediska nákladů. [1]
- **Přenesení polotovaru** – existuje mnoho nástrojů pro přenos polotovarů do prostoru tvářecích nástrojů. Důležitým parametrem je zde dodržení stejně dlouhých časových úseků pro přenos polotovaru. Protože i velmi malá změna času přenosu může mít významné důsledky pro konečné tečení materiálu. Řízený a spolehlivý přenos materiálu je velmi důležitý pro uspokojivé dosažení výsledných součástí. Povrchová teplota polotovaru během přenosu klesá a tuto ztrátu je nutné minimalizovat užitím přenosového zařízení, které pracuje rychle a s minimální tepelnou výměnou. Dále je nutno tuto ztrátu předvídat a na základě toho optimálně zvýšit teplotu ohřevu. Kromě automatizované metody přenosu je zkoumána i možnost integrovaného ohřevu přímo v tvářecím stroji, které eliminuje tyto ztráty. Při integrovaném ohřevu odpadá nutnost složité manipulace s nataveným polotovarem, dále je zde kratší doba a nižší teplota na vysoké teplotě a díky tomu je i nižší oxidace povrchu polotovaru. [1]

2.5.3 Tváření v oblasti semi-solid stavu

Další neméně důležitou etapou v celé technologii tixoformingu je vlastní proces tváření. Díky tixoformingu získá produkt finální (nebo téměř finální) geometrii, strukturu a mechanické vlastnosti. Z průmyslového hlediska by měly být vyřešeny následující otázky:

- Ovlivnění vlastností použitým tlakem ke tváření
- Ovlivnění tvarem zápusťky

Při řešení těchto otázek však nesmí být opomíjen vliv smykového napětí a tepelných výměn na změnu struktury. Tečné (smykové) napětí je vyvoláno vnitřním třením neboli viskozitou tekutiny, vzniká na rozhraní sousedních vrstev kapaliny s různými rychlostmi. [1][18]

- **Vliv rychlosti deformace:** je obecně známo, že na chování toku materiálu má vliv jak smykové napětí, tak deformační rychlost. Zvyšující se smykové napětí vede ke disglomeraci z pevného základu, a tím vede ke snížení viskozity. Ve skutečnosti deformace a zejména rychlost deformace vedou k porušování pevných vazeb mezi zrnky. Tím se uvolní část zadržené tekuté fáze, která se spolupodílí na deformaci snižováním viskozity. Někteří autoři rovněž poukázali na to, že vyšší rychlost deformace má pozitivní vliv na tok materiálu. Tyto závěry byly získány při aplikaci zkoušek na materiály s nízkým bodem tání, oceli v semi-solid stavu vykazují podobné výsledky. Při průmyslovém tváření je nutno v potaz vzít následující fakta:
 - Gradient rychlosti deformace materiálu v semi-solid stavu souvisí s konečnou geometrií produktu
 - Vliv rychlosti tváření na rychlost deformace
 - Druh tváření (hydraulický lis, mechanický lis, vřetenový lis) může taktéž ovlivnit rychlost deformace

Není možno udržet po celou dobu tváření konstantní teplotu. Rychlost lisu bude nepřímo ovlivňovat rozložení teploty, protože ovlivní i dobu tváření. Toto chování bude vysvětleno později. V závislosti na stavu poznání se autoři domnívají, že pro tixoforming je možno použít téměř jakoukoliv technologii tváření. Nicméně buchar či lis, by měl mít komplexní design nástroje. Možné je použít multifunkční hydraulické lisy s velkou rychlostí a flexibilitou či multifunkční kinetiku uvnitř nástroje. [1]

2.5.4 Nástroje pro tixoforming

Požadavky na nástroje se liší v závislosti na technologii. Například při použití indukčního ohřevu jsou na tvářecí nástroje pro tixoforming kladeny nároky jako vysoká elektrická vodivost. Při tixoformingu probíhá tváření pouze do uzavřené zápusťky a to zejména z důvodu polotekutého stavu, ve kterém se tvářený kov nachází.

Životnost nástroje

Jedním z největších problémů při využití tixoformingu v průmyslovém procesu je nalezení optimálního nástroje, který je schopen vydržet provozní podmínky při zachování nízkých

nákladů. Z řešení problematiky životnosti nástrojů vyplynuly tři hlavní mechanismy degradace nástrojů [1]:

- Mechanické opotřebení roste se zvyšujícími se provozními teplotami
- Tepelná únava je důsledkem řady teplotních cyklů
- Koroze, abraze a adheze jsou následky kontaktu nástroje s ocelí v semi-solid stavu

Na základě těchto znalostí se jako vhodné materiály, které nabízí kompromis mezi různými druhy porušování, řadí například keramika na bázi nitridu křemíku a slitiny titanu či molybdenu. Avšak hlavním nedostatkem keramiky je její extrémní křehkost a smyková deformace. I přes tyto nedostatky lze keramiku v podobě vložky použít při kombinaci s jinými materiály. V tomto případě je naopak problém s různou dilatací materiálů. I přes velký pokrok ve výzkumu této problematiky a provedení mnoha experimentů blízcím se průmyslovým podmínkám, stále chybí ověření proveditelnosti procesu za vysokých produkčních rychlostí. [1]

Mazání

Dalším odvětvím výzkumu tixoformingu je mazání nástrojů. Tato problematika by měla být brána v potaz při řešení životnosti nástrojů, protože mazání může snížit jak koeficient tření, tak i tepelné výměny. Bylo zjištěno, že stříkaná keramická vrstva na nástroji má pozitivní vliv na potřebnou sílu tváření a chování toku materiálu. [1]

Tepelné účinky

Na důležitost tepelných jevů při tixoformingu je dnes kladen velký důraz, a to jak z hlediska polotovaru tak i nástroje. Tepelná výměna bude ovlivňovat průměrnou teplotu a tepelný gradient polotovaru v semi-solid stavu a v důsledku toho bude ovlivňovat i tekutou frakce. Při kontaktu, tedy tepelné výměně polotovaru v semi-solid stavu se studeným nástrojem, může dojít k tuhnutí materiálu na povrchu a následnému vytvoření skořápky kolem polotekutého materiálu. Tento jev bude mít vliv na proudění, tření, celkové chování a konečné vlastnosti. Prokázán byl vliv teploty nástrojů a rychlosti beranu na tixoforming. [19] Během instruovaného vytlačování bylo dokázáno korelovat tok, mikrostrukturu, tvrdost a tepelnou výměnu. Závěry z tohoto ukazují, že nejlepší tok materiálu a nejnižší požadovaná síla byly pozorovány při nejvyšší rychlosti beranu a nejvyšší teplotě nástroje. Navíc omezením tepelné výměny byly obdrženy více homogenní mechanické i metalurgické vlastnosti. Tyto výsledky vedou ke konstrukci nástrojů s integrovaným topným systémem. Dalšími faktory ovlivňujícími tepelnou výměnu jsou tepelná kapacita a tepelná vodivost nástrojů. [1]

2.6 Výhody a nevýhody zpracování tixoformingu

Ekonomická výhodnost je v dnešní době jedním z nejdůležitějších aspektů při každém rozvoji jakékoliv nové technologie. Tixoforming jasně vede ke snížení výrobních nákladů zejména proto, že výrazně zjednodušuje technologii tváření. Aspekty vedoucí ke snížení těchto nákladů jsou následující:

- Zjednodušení procesu tváření – v případě kování za tepla se kove v několika krocích s několika různými nástroji, v některých případech jsou potřebné mezioperační dohřevy mezi jednotlivými kroky a většinou jsou nutné velké síly. Při použití technologie tixoformingu je možno redukovat počet kroků až na jeden a potřebná síla pro tváření je mnohem menší ve srovnání s ostatními konvenčními technologiemi.

- Možnost výroby ocelových komponentů velmi složitých tvarů. U těchto komplexních produktů lze zachovat tenkou stěnu, díky čemuž dosahují oceli velmi dobrých mechanických vlastností a můžou tak i konkurovat drahým lehkým slitinám z hlediska hmotnosti i výkonů.
- Tixoforming umožňuje dosáhnout bližších konečných rozměrů než při klasickém kování.
- Zvýšení produktivity. Materiál v semi-solid stavu je charakterizován nízkou viskozitou. V porovnání s kovááním je se stejnou silou možnost vyrobit až 10x více produktů.

Výčet výhod popsaných výše není zdaleka konečný a je možné, že se během vývoje této technologie objeví ještě mnoho dalších. Další zvyšování teploty při doposud vyvinutých technologiích tixoformingu již pravděpodobně nepřinese další zlepšení. Je také nanejvýš pravděpodobné, že tixoformingem není možné nahradit většinu komponent vyráběných kovááním za tepla, nicméně bude vhodné tuto alternativu zvážit. Mnoho potenciálních výhod tixoformingu vedlo k vývoji již několika druhů komponent (**Obr. 6**). [1]

					
Year	1992	1992	1996	2000	2002
Weight	< 200g	~1,3kg	137g	530g	480g
Alloy	X105CrMo17, X5CrNi18-10	HS6-5-2, CoCr28MoNi	FC-10/20/30 FCD-45	C38, C70, C80	C38, 100Cr6
Tool material	-	Graphite	-	X38CrMoV5-3	X38CrMoV5-3
Nb of part	>1000	~30	-	~50	~50
References	[10]	[15]	[40]	[35]	[41]
<i>ctd</i>					
Year	2003	2003	2004	2004	2004
Weight	~250g	~ 630g	3,5kg	360g	305g
Alloy	100Cr6, HS6-5-3	C38, C60, C80, HS6-5-3	49MnVS3, 70MnVS5	X210CrW12, HS6-5-2, 100Cr6	C38, C50, 100Cr6
Tool material	NiCu20TiAl	Si ₃ N ₄ ceramics, X38CrMoV5-1, X38CrMoV5-3,	Si ₃ N ₄ ceramics, X45CrMoV5-1, Ni-base alloys	TZM, X38CrMoV5-1, X45CrMoV5-3-1	Si ₃ N ₄ ceramics
Nb of part	< 30	> 100	> 100	> 100	> 100
References	[25]	[42,43]	[44]	[21,27]	[36,37]

Obr. 6 Komponenty získané tixoformingem [1]

2.7 Vlastnosti finálního produktu

Typické výhody produktů po tixoformingu pro materiály s nízkou teplotou tání:

- Odpovídající mechanické vlastnosti součásti
- Vyšší čistota materiálu než u lití
- Blízký tvar konečnému požadovanému tvaru
- Lepší jakost povrchu než u kování [1]

2.7.1 Metalurgické a mechanické vlastnosti

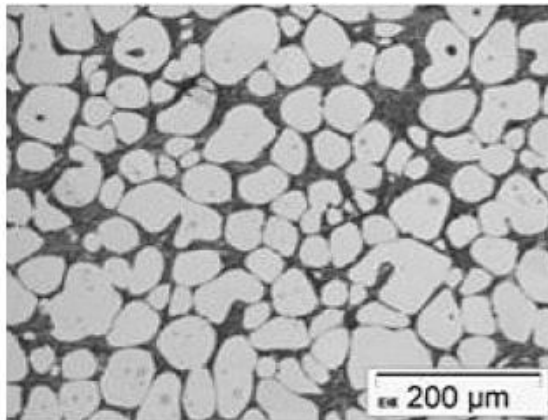
Je velmi náročné zobecnit všechny parametry ovlivňující konečné vlastnosti produktu, které byly uvedeny výše (chemické složení oceli, kapalná frakce, rychlost chlazení apod.). I přes to však lze z dosavadních publikovaných výsledků vyvodit určité závěry [1]:

- Tixované produkty mají srovnatelné vlastnosti s kovanými díly, problematická se může jevit křehkost některých tixovaných struktur.
- V důsledku vysoké teploty byl pozorován významný růst austenitického zrna, který vedl k následným heterogenitám ve struktuře a neuspokojivým mechanickým vlastnostem. Jako možným řešením, jak předcházet hrubnutí austenitu, je užití mikro příměsí titanu, který tvoří precipitáty TiN a indukuje tzv. balíky zrn. Toto řešení však není univerzální, vměstky titanu totiž nepříznivě ovlivňují únavové vlastnosti materiálu.
- Někteří autoři se snaží tixoforming modifikovat v tzv. tepelně zpracovávaný tixoforming pro minimalizaci heterogenit ve výsledné struktuře a zlepšení konečných vlastností. Získání požadovaných vlastností bez dodatečného tepelného zpracování je jeví jako velmi zajímavé.
- Při vysokém obsahu uhlíku, i přes široký interval teplot polotekuté fáze, se mohou objevovat ledeburitické oblasti a to z důvodu obohacení kapalně fáze o uhlík. Tento jev vede k významným tvrdostem a metalurgickým heterogenitám. Struktura je podobná struktuře litin, která obecně není vhodná pro uvažované aplikace.

Současní autoři jsou přesvědčeni, že produkty získané technologií tixoformingu jsou schopny vykazovat ekvivalentní metalurgické a mechanické vlastnosti jako jsou získávány při konvenčních technologiích a navíc je u nich možno získat složité tvary s tenkou stěnou. Znalost defektů a jejich řešení v poslední době přispělo k významnému nárůstu kvality produktů. Možnosti v řešení dalších problémů jsou spatřovány v eventuálním následném tepelném zpracování po tixoformingu. [1]

2.8 Typická struktura po tixoformingu

Struktura po tixoformingu je tvořena austenitickými globulitickými útvary obklopenými karbidickým síťovím (**Obr. 7**). Velikost, tvar, ale i podíl těchto austenitických útvarů závisí zejména na parametrech ohřevu a výdrži na teplotě před samotným tvářením.



Obr. 7 Typická struktura po tixoformingu

2.9 Vady po tixoformingu

Před diskusí finálních metalurgických a mechanických vlastností, je nutné se zaměřit na typické vady pozorované v produktech po tvářením v semi-solid stavu. Byl publikován katalog vad, kde jsou představeny různé defekty v morfologii, jejich původ a návod jak těmto vadám předejít. Druhy defektů záleží na způsobu zpracování, procesních parametrech a různých materiálových charakteristikách. [1]

Nejčastější makroskopické defekty:

- Separace tekuté a tuhé fáze – objevuje se jako tzv. efekt houby v polotekutých materiálech. Efekt houby je popisován jako vytlačení tekuté fáze z pevné matrice. K tomuto jevu dochází obvykle během tvářením při nízkém obsahu tuhé frakce nebo při selektivním rozpadu tuhé fáze, která vzniká jako důsledek nehomogenního rozložení teplot uvnitř polotovaru. Dalšími důvody vzniku tohoto defektu mohou být teplotní heterogenity, nepřizpůsobení se materiálu polotekuté struktury, příliš nízká teplota deformace, apod.
- Neúplné vyplnění zápusťky – neúplné zatečení kovu je taktéž velmi častým nedostatkem, způsobeným předčasným tuhnutím, které nastává po kontaktu polotekutého materiálu se studenou zápusťkou (**Obr. 8**). Efekt tuhnutí povrchové vrstvy nastává zejména při indukčním ohřevu či manipulaci s polotekutým materiálem, tento jev je ve většině případů doprovázen dekarbonizací povrchové vrstvy.

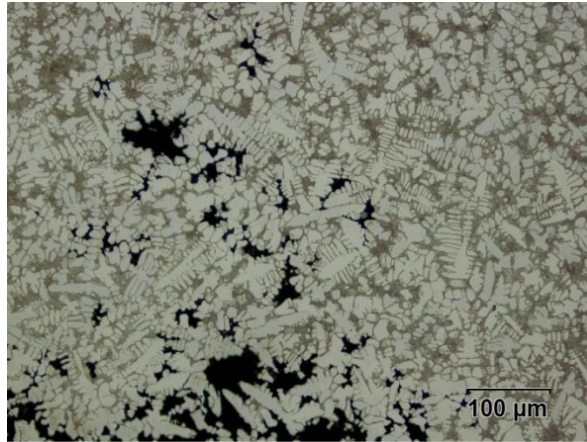


Obr. 8 Neúplné zatečení materiálu do zápustky

- Dutiny a díry – tyto defekty mají stejný původ jako neúplné vyplnění zápustky tedy předčasné tuhnutí, díry a dutiny se pak většinou objevují na konci produktu.
- Trhliny – typické vady vzniklé při fázových transformacích a/nebo při rychlém ochlazení.[1]

Nejčastější mikroskopické defekty:

- Nekovové vměstky – nejčastějším představitelem nekovových vměstků jsou oxidy na povrchu, které se mohou objevit v důsledku indukčního ohřevu. Vměstky vstupují ze strusky apod., pokud není přítomen dostačující ochranný plyn.
- Mikroskopické chemické segregace – vznikají obohacením tekuté fáze různými prvky a následné pomalé difúzi v pevném stavu. Problém způsobuje různé složení pevných částic a tuhnoucí fáze.
- Mikroskopická porozita – nejproblémovější mikroskopický defekt, je dána smrštěním při tuhnutí v inter-granulárním prostoru, kde je nedostatek tekuté fáze (**Obr. 9**). [1]



Obr. 9 Mikroskopická porozita

- Dendritická struktura – nežádoucí struktura způsobená rychlým odvodem tepla, tedy nevhodně zvolenou teplotou tixoformingu (**Obr. 10**).



Obr. 10 Dendritická struktura po tixoformingu

3. MOTIVACE A CÍLE PRÁCE

Diplomová práce si klade dva hlavní cíle. Prvním z nich je vývoj technologie mini-tixoformingu pro oceli zpracované práškovou metalurgií. Jedná se o vysoce legované oceli s obtížnou tváritelností konvenčním způsobem, jejichž vstupní struktura je tvořena směsí karbidů uložených většinou ve feritické matici. Druhým cílem je vývoj a popis nekonvenčních struktur získaných po tixoformingu, které by odstranily nevýhodu dosud získávaných struktur a to křehké karbidické síťoví.

3.1 Vývoj technologie mini-tixoformingu pro oceli vyráběné práškovou metalurgií

Celosvětový výzkum se doposud zabýval vývojem tixoformingu zejména slitin s nízkou teplotou tavení. V posledních několika letech se objevují i nové výzkumy v oblasti materiálů s vyššími teplotami tavení. Na pracovišti Výzkumného centra tvářecích technologií FORTECH byla v posledních letech vyvinuta technologie mini-tixoformingu pro výrobu velmi malých produktů z ocelí. Tento výzkum byl zatím prováděn na standardně používaných ocelích pro zpracování v semi-solid stavu. Uspokojivých výsledků bylo dosaženo pro nástrojovou ocel X210Cr12, kde byly nalezeny optimální parametry pro mini-tixoforming a byly získány výsledné produkty bez výrazných makroskopických i mikroskopických defektů. Prvním cílem této práce, bylo provést vývoj technologie mini-tixoformingu pro nové materiály, na kterých doposud zpracování v semi-solid stavu nebylo provedeno. Při výběru materiálu bylo bráno v potaz zejména chemické složení, které umožní získání neobvyklých struktur. Po výběru potenciálně vhodného materiálu je nutno experimentálně nalézt optimální parametry procesu, tato problematika pro konkrétní případy bude popsána níže.

3.2 Získání nekonvenčních struktur

Klasická struktura produktu z oceli získaná po tixoformingu je obvykle tvořena austenitickými útvary obklopenými karbidicko-austenitickým síťovím (**Obr. 7**). Tato struktura se může jevit jako nevhodná například při dalším tváření, jelikož karbidické síťové je velmi křehké. Z tohoto důvodu bylo jako druhý cíl této práce stanoveno získání nekonvenčních struktur po zpracování v semi-solid stavu. Ideální vize těchto struktur jsou tvrdé disperzní karbidy obsažené v houževnaté matici, což by ve výsledku znamenalo vynikající mechanické vlastnosti ve smyslu zachování tvrdosti a otěruvzdornosti při zachování vysoké houževnatosti.

4. VOLBA MATERIÁLU

Pro experimentální program byly zvoleny oceli vyrobené práškovou metalurgií. V následující kapitole je tato technologie stručně popsána a jsou zde uvedeny důvody pro volbu právě této technologie pro experimentální program. Mezi hlavní důvody patří zejména možná variabilita legování a relativně vysoký obsah legur.

4.1 Prášková metalurgie

Prášková metalurgie je progresivní technologie, která umožňuje výrobu nových materiálů s vysokými užitnými vlastnosti, při zachování relativně nízké ceny. Tato technologie se zabývá výrobou prášků kovů a nekovů a jejich sloučenin. Dalším zpracováním těchto prášků – tlakem (lisování) a následujícím ohřevem (slinutí) dosahují výsledné produkty požadované pevnosti, tvrdosti a dalších vlastností. [21][22][23][24]

Příprava prášků je prováděna nejčastěji mechanickým mletím čistých kovů a slitin v mlýnech či různými fyzikálně-chemickými způsoby – chemická redukce, elektrolýza, rozprašování. Mezi další způsoby přípravy patří i chemické a fyzikálně – mechanické postupy. V dalším kroku dochází k takzvanému zhutňování výrobků z prášku, kdy je dosaženo požadovaného tvaru, rozměrů a vlastností. Tento krok je prováděn za účelem dosažení co nejvyšší homogenity materiálu a minimální pórovitosti. Zhutňování může probíhat dvěma způsoby, a to s použitím tlaku (lisování) a bez použití tlaku. Po lisování přichází na řadu slinování, které zvyšuje většinou nevyhovující pevnost práškových polotovarů. Toto tepelné zpracování probíhá při homologických teplotách $(0,65 - 0,8)T$ složky s největší teplotou tavení. Díky slinování narůstá soudržnost výlisku zvětšením styčných ploch mezi částicemi, vytvořením slitin v místě styku a odstraněním deformačního zpevnění, které vzniklo při zhutňování prášků. [21][22][23][24]

Technologie práškové metalurgie je využívána zejména při výrobě nástrojů na obrábění a porézních dílů – filtry či olejem napuštěná ložiska.

Výhody:

- Úspora materiálu (využití materiálu 90÷95%) a nákladů
- Snížení energetických nároků o 30÷50% ve srovnání s litými a obráběnými materiály
- Vyrobení dílů jediným technologickým krokem
- Vysoká výrobní přesnost
- Možná příprava materiálů, které se nedají slévat – hliník, wolfram
- Homogenní struktura
- Úspora dokončovacích operací
- Speciální legování

Nevýhody:

- Drahé stroje – výroba se vyplácí při velkých sériích
 - Prášky jsou většinou dražší než jiný polotovar
 - Při nižší hutnosti prášků – nižší pevnost ve srovnání s ostatními způsoby výroby
- [21][22][23][24]

4.2 Vlastnosti ocelí se zvýšeným obsahem uhlíku a tvorba karbidů

Použité oceli v experimentálním programu jsou zařazeny do skupiny vysokolegovaných nástrojových ocelí ledeburitického typu, které se značí vysokým obsahem legur, zpravidla více než 10% a často i vyšším obsahem uhlíku. Jak bylo uvedeno v předchozích kapitolách, jedním z cílů práce je získání nekonvenčních struktur po tixoformingu, které budou tvořeny tvrdými disperzními karbidickými částicemi uloženými v houževnaté matici. K jejich přesnému popisu a hlavně k pochopení vývoje struktury během zpracování v semi-solid stavu je nutné mít představu o tom, jaké procesy v materiálu probíhají a jaké struktury vznikají. Pro experiment byly zvoleny právě oceli, které se vyznačují zvýšeným obsahem uhlíku a dalších karbidotvorných prvků. [32][33]

Většina legujících prvků rozšiřuje oblast existence feritu a zmenšuje oblast austenitu. V důsledku toho se eutektoidní bod v diagramu železo - karbid železa stejně tak jako bod maximální rozpustnosti uhlíku v austenitu posouvají k nižším hodnotám obsahů uhlíku. [32][33]

Vlastnosti a struktura ledeburitických ocelí jsou dány charakterem matrice a množstvím, typem, velikostí a rozmístěním karbidů. Úloha karbidických fází a matrice v procesu výroby a zpracování je specificky dána. Tyto dvě strukturní součásti ledeburitických ocelí mají synergický efekt. Tvrdost je pak dána superpozicí těchto faktorů, tzn. tvrdostí jak matrice, tak fáze karbidické. [32][33]

Mezi legury použitých ocelí patří chrom, vanad, wolfram a molybden. Tyto legury mají zásadní vliv na proces tepelného zpracování a vlastnosti oceli a to zejména díky jejich schopnosti tvorby karbidických fází. Obsah legur u těchto ocelí je většinou více než 12%. [32][33]

Nejčastější a typickou legurou je chrom, kterého je v rychlořezných ocelích přítomno zhruba 4%. Při tomto obsahu chromu se v popisovaných materiálech vytváří karbid $M_{23}C_6$, který se v austenitu zcela rozpouští. Legováním je podstatně zvýšena prokalitelnost oceli a stabilita martenzitu ve vyšších teplotách. Při vyšším obsahu chromu tzn. více než 13% se jedná o chromové ledeburitické oceli. V tomto případě vzniká karbid M_7C_3 (chromový karbid s vyšším obsahem uhlíku, s tvrdostí 1600 - 1800 HV, v chromových ledeburitických ocelích se někdy může nacházet současně s fází $M_{23}C_6$), který je tvrdší a stabilnější a může se vylučovat přímo z taveniny, což je proces nazýván solidifikace. Díky velkému množství této karbidické fáze, jsou chromové ledeburitické oceli vysoce odolné proti opotřebení. [32][33]

Na základě těchto fakt, by karbid typu $M_{23}C_6$ měl vznikat v oceli CPM 15V, kde je přítomno 5,24% chromu. Karbid typu M_7C_3 by se měl vyskytovat v oceli CPM S30V, kde je 14% Cr, a v oceli K190, která obsahuje 12,5% Cr. V těchto dvou ocelích by se taktéž mohl vyskytovat karbid typu $M_{23}C_6$.

Druhým legujícím prvkem, který je velmi častý v ledeburitických ocelích, je wolfram. Wolfram tvoří základ pro směsní karbidy typu M_6C , které se částečně rozpustí během austenitizace a účastní se tepelného zpracování. Jejich nerozpuštěná část pak zvyšuje odolnost proti opotřebení. Stabilita wolframových karbidů je zajištěna nízkou rychlostí difuze v železe. Karbidy na bázi wolframu mají vysokou tvrdost i za zvýšených teplot. [32][33]

Další typickou legurou v ocelích ledeburitického typu je vanad, který tvoří velmi stabilní karbidy typu MC (typický karbid ledeburitických ocelí tvořený hlavně vanadem, s tvrdostí až 3000 HV). Je nutno brát potaz, že 1% vanadu na sebe váže 0,17% uhlíku. Vanad zlepšuje odolnost proti opotřebení, avšak zhoršuje obrobitelnost a brousitelnost ocelí. [32][33]

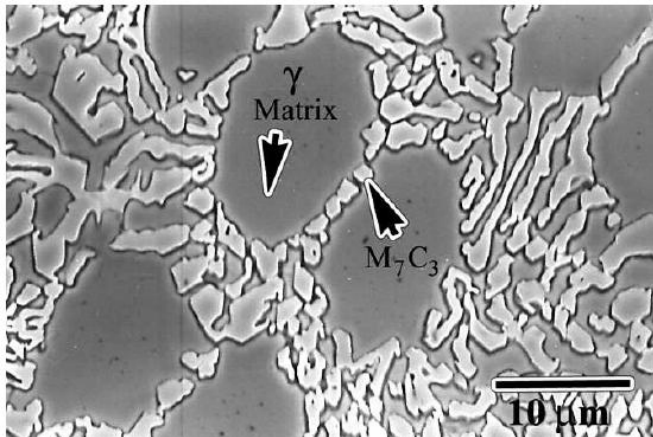
Karbid typu MC by se měl vyskytovat u všech experimentálních ocelí, zejména u oceli CPM 15V, která obsahuje 14,5% vanadu.

Molybden je další používanou legurou v ocelích ledeburitického typu, více se však začal používat až se snížením jeho ceny. Molybden do obsahu 2% zvyšuje prokalitelnost ocelí. [32][33]

Typickými doprovodnými prvky jsou křemík a mangan, jejichž obsah by u ledeburitických ocelí neměl být vyšší než 0,5%. Při vyšším obsahu manganu nastává stabilizace austenitu a vyšší obsah křemíku vyvolává stabilitu δ feritu. [32][33]

4.2.1 Nukleace karbidů M_7C_3 během procesu solidifikace

Následující kapitola se zabývá solidifikací a nukleací karbidů M_7C_3 ve vysoce chromových ocelí s obsahem chromu 11-30% a s obsahem uhlíku 1,8-3,6% plus další legující prvky jako je mangan, molybden, měď, nikl apod. Do této kategorie spadají i dvě ze tří použitých ocelí v experimentální části této práce. Na rozdíl od předchozí kapitoly je v literatuře uváděno, že při obsahu chromu vyšším než 12% se eutektické karbidy mění z M_3C na M_7C_3 , struktura karbidického eutektika je zásadně závislá na obsahu chromu. [34] Pro oba typy těchto karbidů platí, že při zvýšení obsahu chromu se zvyšuje obsah karbidů a zároveň i jejich tvrdost. Struktura karbidů byla donedávna považována za nesusvisle rozloženou v podobě tyčového či deskového rozložení, což bylo způsobeno faktem, že se jedná o vyleštěný a leptaný povrch (**Obr. 11**). Při hlubokém leptání a odstranění matrice se pomocí SEM pozorování však ukázalo, že 3D struktura karbidů není zcela oddělena. Karbidy, které se zdály na povrchu oddělené, mohou být spojeny a většina karbidických latí je dutého hexagonálního uspořádání a rostou preferenčně ve směru [0001]. Velikost karbidických latí je mezi 1 a 4μ . [34]



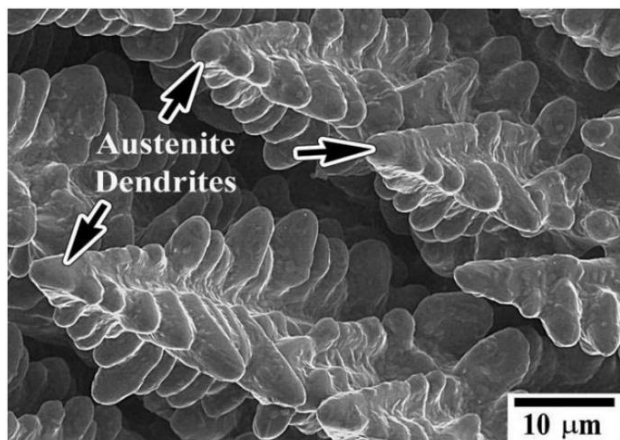
Obr. 11 Austenitická matrice s eutektickými karbidy [34]

Formované karbidické síťoví snižuje houževnatost materiálu, ten se stává velice křehký. Průmyslová aplikace těchto slitin se tedy omezuje pouze na využití jejich vysoké oteřuvzdornosti a odolnosti proti dynamickému rázovému periodickému zatěžování. Z těchto důvodů je mnoho prací zaměřeno na rozbití karbidického síťoví např. pomocí různých legujících prvků. Tyto pokusy zatím nebyly příliš úspěšné. Důležitou oblastí výzkumu pro správné pochopení celé problematiky je i schopnost správné detekce jednotlivých strukturních složek během solidifikace. [34]

Pomocí scanovacího elektronového mikroskopu byly pozorovány vzorky s obsahem chromu 14-18% a uhlíku 2-3%. Slitiny byly laboratorně připraveny v indukční peci, poté lity do

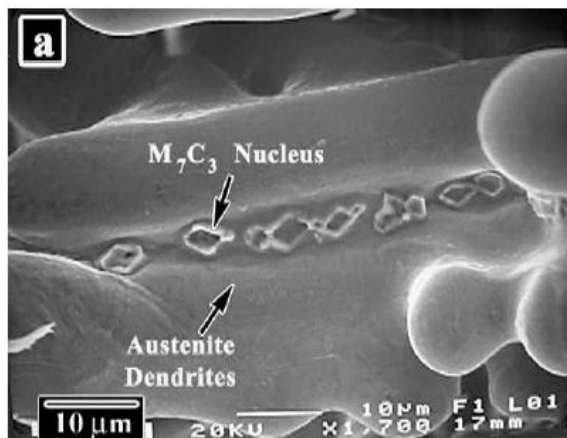
předeřátých hliníkových trubek (průměr 12mm), kde bylo teplo odváděno jedním koncem, spojeným s chlazením vodou, na měděnou základnu. Toto způsobilo přímou solidifikaci, která byla náhle přerušena mechanickým vstříknutím zbývající tekuté fáze. Díky tomuto přerušení mohlo být pozorováno několik kroků solidifikace. [34]

Pokud je chemické složení experimentálního materiálu udržováno jako nadeutektická slitina, první fáze, která je vylučována při solidifikaci je austenit v podobě dendritů (**Obr. 12**).



Obr. 12 Primární austenitické dendrity [34]

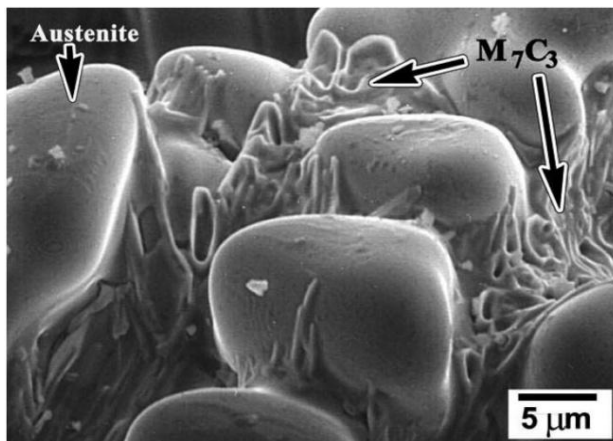
Při poklesu teploty a nárůstu solidifikace, primární austenitické dendrity vylučují uhlík a chrom do zbytkové taveniny. Díky nárůstu množství rozpuštěných prvků v mezidendritických prostorech, se tyto místa stávají vhodná pro nukleaci karbidů, zejména mezi přilehlými sekundárními rameny. Nastává eutektická reakce a velmi rychlá izolovaná nukleace karbidického eutektika (**Obr. 13**). Některé části však mohou být tak blízko u sebe, že se během růstu spojí a jsou spojeny sekundárními rameny. Další vhodná místa pro nukleaci karbidů mohou být také v místech dutin v hlavních dendritických ramenech. [34]



Obr. 13 Formace karbidů v mezidendritických prostorech v počátku eutektické solidifikace [34]

Izolované zárodky pravděpodobně rostou jako latě ve směru [0001]. Má-li však již formovaný zárodek blízké sousedy, kteří expandují laterálně přednostně před preferovaným směrem růstu, vytváří dlouhý zárodek a je pravděpodobné, že růst zárodku bude postupovat v desce nikoli v lati.

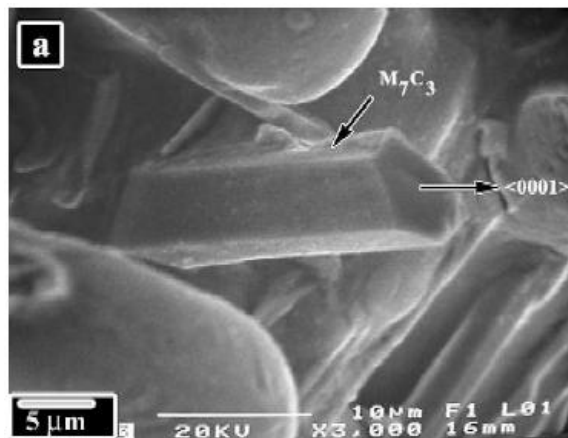
Toto je původ dvou struktur eutektických karbidů nalezených ve vysocechromových slitinách, kde je karbid M_7C_3 prezentován jako: lat' vyrůstající z izolované částice anebo deska vznikající z propojení se několika zárodků. Desky mohou být také formovány srůstáním jednotlivých desek. Během eutektické solidifikace u většiny vysokochromových ocelí, se může objevit iniciace zárodku karbidu tak spontánní, že se najednou zformuje kompletní propojená síť této fáze v celé zbývající tekuté fázi v mezidendritických prostorech předtím, než karbidy začnou růst v přednostním směru jako latě či desky (**Obr. 14**). [34]



Obr. 14 Karbidické síťoví v mezidendritických prostorech [34]

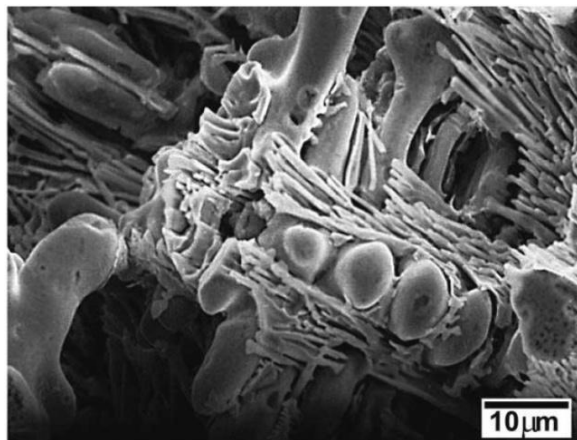
Byl navržen růstový mechanismus pro primární karbidy vysokochromových ocelí obsahující karbidy typu M_7C_3 . Předpokládá se, že takový mechanismus by měl být podobný eutektickým karbidům. Poněvadž M_7C_3 karbidy mají hcp strukturu, předpokládá se, že porostou vnitřně ze zbytkové taveniny nebo zmenšením dutin ve středové části hexagonálních formací jako latě rostoucí v přednostním směru růstu. [34]

Ačkoliv většina zárodků eutektických karbidů ukázala rhomboedrickou mřížku místo hexagonální, růstem byla získána hexagonální formace (**Obr. 15**).



Obr. 15 Růst eutektických karbidů latkových karbidů - typická hexagonální formace [34]

Zejména u lití do pískových forem je pozorován další případ stadia eutektické solidifikace. Kolonie dlouhých karbidů v mezidendritických prostorech rostoucí v jednom směru (**Obr. 16**). Zatímco sousední kolonie jsou orientovány naprosto náhodně navzdory tomu, že byla vyvinuta řízená solidifikace. [34]



Obr. 16 Kolonie laťkového karbidického eutektika v mezidendritických prostorech [34]

Eutektický růst v těchto ocelích je spojen s relativně hladkým rozhraním. Austenitická a karbidická fáze rostou víceméně stejnou rychlostí jako latě obklopené austenitem. Tento růst může být vysvětlen rozdělovacími koeficienty několika legujících prvků. Jsou malé pro jednu ze dvou fází a očekává se, že se tyto elementy akumulují nejdříve na rozhraní solidus likvidus. V případě, že je rozhraní mikroskopicky rovné, jako u pseudolamelárního růstu, koncentrace těchto prvků bude kolísat z místa na místo a bude nejvyšší na každé karbidické lamelle. Vysoká koncentrace rozpuštěné látky může místně redukovat teplotu semid-likvid, a tím zpomalovat růst karbidické fáze. Zesílená akumulace rozpuštěných látek může pomoci růstu karbidické fáze preferenčně do latí a vyhnout se deskovému růstu. [34]

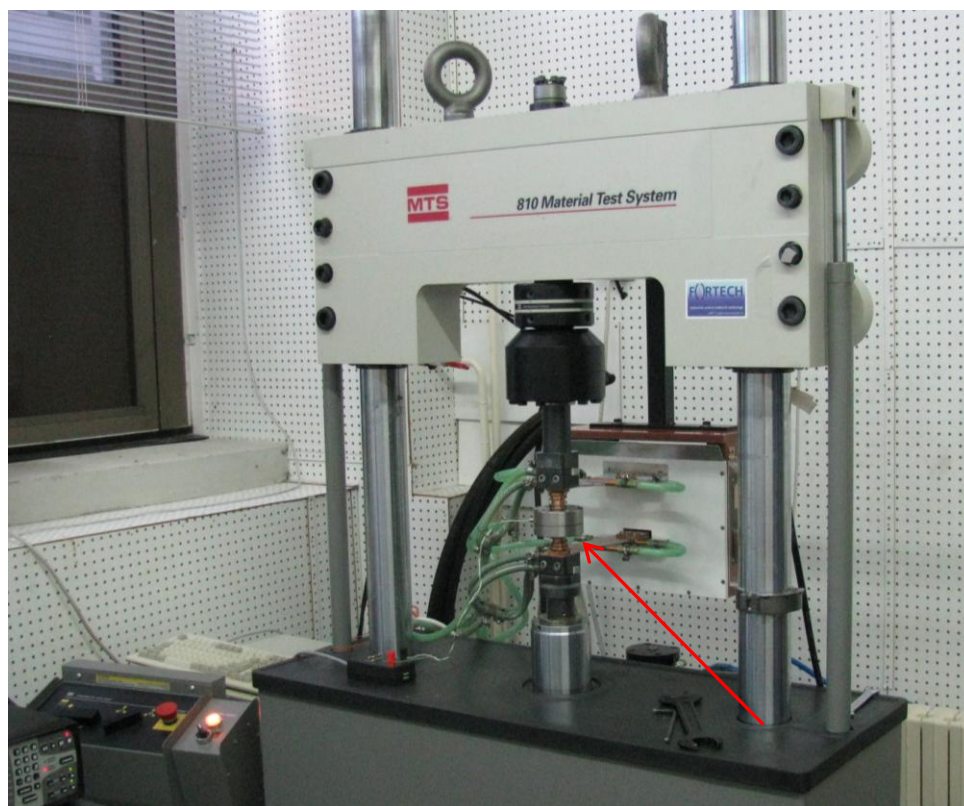
Další předpoklady pro růst latí ve vysoce chromových litinách publikoval Powell spol. Podchlazení musí být maximální v počátečním stadiu eutektické solidifikace, s čímž klesá její rychlost, a zvětšuje se prostor pro růst karbidických zárodků. Obojí růst (karbidu i austenitu) je rozvíjen na relativně hladkém rozhraní a nastává při vysoké ochlazovací rychlosti, přičemž vysoký stupeň podchlazení při stadiu vzniku eutektika solidifikací způsobuje nestabilní růst karbidů. Austenit se tvoří a roste v oblastech o karbidy ochuzené a jimi obklopené. V těchto případech je stupeň propojení karbidů definováno ve velmi raných stadiích solidifikace. Obě uvedené skutečnosti korespondují s finální strukturou a je obtížné určit, který z nich je přesnější. [34]

5. EXPERIMENTÁLNÍ PROGRAM

Náplň experimentálního programu byla zaměřena na vývoj a odzkoušení technologie mini-tixoforing pro tři vysocelegované nástrojové oceli. Jednalo se o oceli připravené technologií práškové metalurgie konkrétně CPM 15V, CPM S30V a K190, které byly zvoleny na základě jejich chemického složení. V první části proběhl teoretický výpočet parametrů procesu pomocí softwarových výpočtů. Poté byla provedena praktická část, kde došlo k finální optimalizaci parametrů, jednalo se zejména o teplotu ohřevu. Výsledné produkty, i neodpovídající kvality, byly podrobeny analýzám světelnou, konfokální laserovou a skenovací elektronovou mikroskopií a měření mechanických vlastností. Na základě výsledků byl určen vliv parametrů zpracování na vývoj struktury a mechanické vlastností. Díky tomu byly stanoveny optimální parametry mini-tixoforingu, které vedly k získání produktů s vysokou kvalitou povrchu a bez vnitřních defektů.

5.1 Experimentální zařízení pro mini-tixoforing

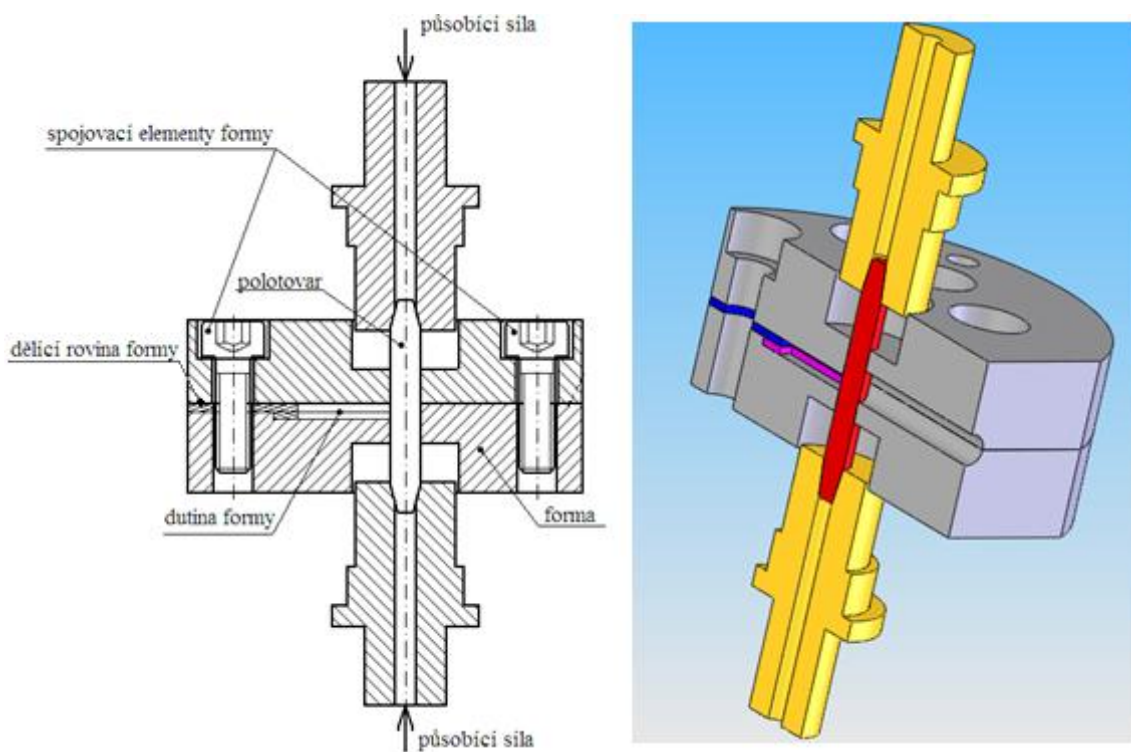
Experiment byl proveden ve formě, která byla umístěna v termomechanickém simulátoru (**Obr. 17**). Stroj je doplněn speciálním zařízením pro ohřev. Ohřev probíhá odporově-indukčním způsobem. U ocelí je možné dosáhnout gradientů ohřevu až 250°C/s. Díky přesnému řízení je možné přesně dodržovat předepsané parametry zpracování, jako je rychlost ohřevu, teplota ohřevu, výdrž na teplotě, tvářecí síla a rychlost ochlazování. Celý průběh zpracování je zaznamenán a po každém režimu je možné provést vyhodnocení různých veličin jako je teplota, velikost deformace, výkon topení, atd. Teplota experimentu je kontrolována termočlánkem typu K – chromel-alumel (Cr-Al) s citlivostí 41 μV/°C.



Obr. 17 Termomechaický simulátor

Forma je vyrobená ze slitiny titanu, kdy tento materiál nabízí dobrou pevnost, tažnost a příznivou hmotnost. Další výhodou tohoto materiálu je odolnost proti korozi v silně oxidických a středně redukčních prostředích. Důležitým aspektem je nemagnetičnost celé formy, aby nedocházelo k jejímu ohřevu v elektromagnetickém poli. Pro snadnou manipulaci s nástrojem a zkušebními vzorky byla forma rozdělena na několik částí. Forma má průměr 80 mm a výšku 40 mm a spojuje se 4 šrouby (Obr. 18 Obr. 19). Variabilita formy spočívá v možnosti výměny tvarových plechů, díky kterým je možné vytvořit drážku a tedy potom i produkt různých tvarů (Obr. 20). Drážka využívaná pro vlastní experiment je přímá o délce 20 mm a šířce 4mm. Vlastní forma pro tváření je namontována do pracovního prostoru termomechanického simulátoru. Díky tomu je možné přesně řídit požadovaný deformační průběh zpracování.

Pro mini-tixofforming byly použity válcové polotovary o průměru 6 mm a délce 50 mm zakončené komolými kužely se sražením 7,5°. Teplota byla měřena termočlánkem přivařeným na povrch vzorku, který je ke vzorku přiveden korundovou trubičkou.



Obr. 18 Schematické znázornění konstrukce a principu formy



Obr. 19 Titanová forma pro tixofforming



Obr. 20 Drážky pro tixofforming

5.2 Použité metody vyhodnocení

Pro analýzu výchozího stavu i stavu materiálu po mini-tixoformingu byly použity následující metody a přístroje:

5.2.1 JMatPro – software pro výpočet materiálových vlastností

Program JMatPro je simulační více platformový software, který slouží pro výpočet vlastností a chování vícesložkových slitin. Software JMatPro vznikl jako nástroj pro výpočet širokého intervalu vlastností od pokojové teploty až do oblasti tekuté fáze.

Pomocí softwaru lze zjistit:

- Stabilní a metastabilní fázové rovnováhy – latentní teploty, měrné teplo, entalpie
- Solidifikační vlastnosti a chování - hustota, koeficient teplotní roztažnosti, změny objemů, součinitel tepelné vodivosti, elektrická měrná vodivost, viskozita likvidu
- Mechanické vlastnosti – smluvní mez kluzu, mez pevnosti, koeficient zpevnění, výpočet creepu pro Ni slitiny, výpočet křivek napětí-deformace
- Tepelně-fyzikální a fyzikální vlastnosti
- Fázové transformace
 - IRA a ARA diagramy lze spočítat pro široký interval materiálů a je možné brát v úvahu i chlazení z dvoufázové oblasti
 - pokud je požadováno lze brát v úvahu zhrubnutí austenitického zrna
 - martenzitická teplota lze spočítat pro všechny druhy ocelí
- Chemické vlastnosti

Software funguje na základě zadání chemického složení zkoumaného materiálu. Volitelnými parametry jsou teplota austenitizace, velikost zrna a nejnižší procento detekované fáze. [35]

V konkrétním výzkumu byl program využit k určení výchozí teploty pro proces mini-tixoformingu, tedy k určení podílu tekuté fáze. Je však nutné brát v potaz, že se jedná pro teoretické výpočty, k určení optimální teploty pro tento proces je třeba provést několik experimentů.

5.2.2 Metalografická příprava vzorků

Vzorky byly zality do různých typů dentakrylu podle požadovaných analýz, jednalo se jak o vodivé tak nevodivé hmoty. Tyto vzorky byly postupně broušeny na brusných papírech od hrubých až po jemné a následně leštěny na leštících plátnech se suspenzemi o velikosti zrn 3 μ m a 1 μ m. V případě nutnosti pro konkrétní metodu pozorování byly vzorky leptány, jako nejvhodnější bylo zvoleno leptadlo V2A a proces leptání probíhal cca 20s, v některých případech bylo použito dvoukrokové leptání a jako druhé leptadlo byla použita Villela Bain, ve které leptání trvalo opět zhruba 20s.

5.2.3 Světelná mikroskopie:

Počáteční analýzy získaných struktur byly provedeny pomocí světelné mikroskopie. Na základě získaných výsledků byly poté voleny další vhodné metody. Prahováním jednotlivých fází byl určen jejich podíl. Velikost částic byla hodnocena průsečíkovou metodou.

5.2.4 Scanovací elektornová mikroskopie:

Podrobné analýzy struktury byly provedeny na elektronovém skenovacím mikroskopu. Vedle detailních snímků struktur byly na tomto mikroskopu provedeny i analýzy chemického složení pomocí EDX. Chemická analýza byla provedena jak lokální v konkrétních bodech, tak liniová přes hranice zrn a také mapa chemického složení ukazující plošné rozložení legujících prvků ve struktuře. Chemický i topografický kontrast byl zajištěn použitím sekundárních i zpětně odražených elektronů.

5.2.5 Rentgenová difrakce:

Rentgenová difrakce byla provedena za účelem identifikace fází struktury a potvrzení či vyvrácení teorií vzniklých při analýzách na mikroskopech. Dále byly určovány podíly identifikovaných fází.

5.2.6 Meření tvrdosti:

Měření tvrdosti dle Vickerse bylo provedeno za účelem porovnání tvrdostí materiálu před a po tixotomingu. Dále proběhlo měření tvrdosti po délce celého produktu, aby byla zjištěna homogenita vlastností v celém objemu.

5.3 Experimentální materiál

Pro experimentální program byly vybrány oceli vyrobené práškovou metalurgií, kvůli možné variabilitě legování a možnému relativně vysokému obsahu legur. Jednalo se o oceli CPM 15V, CPM S30V a K190, které byly vybrány zejména kvůli vysokému, ale rozdílnému obsahu legujících prvků jako Va, Mo, Cr a rozdílnému obsahu uhlíku. Takto připravené oceli jsou konvenčními metodami obecně velmi obtížně tvaritelné, což byl hlavní důvod jejich volby. Zvolení konkrétních ocelí proběhlo na základě jejich chemického složení a tedy schopností jednotlivých prvků ovlivnit celý proces tixotváření a výsledné vlastnosti produktů. Zjišťován byl vliv zejména vanadu, který má schopnost vytvářet karbidy o teplotách tání okolo 2800°C a umožnit tak vznik nových nekonvenčních struktur. Právě tyto karbidy mají potenciál zůstat v nově vznikající struktuře, ve své nenatavené podobě, a nerozpustit se do karbidického síťoví. Struktura je pak houževnatou austenitickou maticí s uloženými tvrdými karbidy. Tyto struktury mají potenciál vykazovat lepší mechanické vlastnosti.

5.4 Analýza výchozího stavu

5.4.1 CPM 15V

Ocel CPM 15V představuje nově vyvinutou nástrojovou ocel. Patří do skupiny ocelí CPM, které jsou vyráběné firmou Crucible Speciality Metals, USA. Navazuje na svoji předchůdkyni ocel CPM 10V, která se osvědčila díky dobré otěruvzdornosti. Ocel CPM 15V obsahuje zhruba o 50% víc otěruvzdorných karbidů vanadu v porovnání s ocelí CPM 10V. Díky těmto karbidům má ocel CPM 15 V velmi vysokou odolnost proti otěru a je používána v případech, kde je ocel obsahující karbidy wolframu, které nejsou tolik efektivní z důvodu jejich nižší houževnatosti, nevyhovující. Díky postupu výroby práškovou metalurgií je zaručena homogenní struktura, která je konvenčními metodami jen těžko dosažitelná. [25][26][27][28]

V porovnání s ostatními ocelmi se ocel CPM 15V vyznačuje nejvyšším obsahem uhlíku (3,4%) a vanadu (14,5%) a relativně nízkým obsahem chrómu (5,25 %) (**Tab. 1**).

Tab. 1 Chemické složení použitých práškových ocelí (hm. %) [25][29][31]

	C	Cr	Mn	Mo	V	Si
CPM 15V	3,4	5,25	0,5	1,3	14,5	0,9
CPM S 30V	1,45	14	-	2	4	-
K190	2,3	12,5	0,4	1,1	4	0,1

Fyzikální vlastnosti

Modul pružnosti a hustota byly pro zvolené tři oceli srovnatelné. Ocel CPM 15V má nejvyšší modul pružnosti 235 GPa a nejnižší hustotu 7,25 gcm⁻³. (Tab. 2)

Tab. 2 Fyzikální vlastnosti použitých ocelí [26][29][31]

	Modul pružnosti [GPa]	Hustota [gcm ⁻³]
CPM 15 V	235	7,25
CPM S 30 V	221	7,47
K 190	218	7,6

Součinitel teplotní roztažnosti pro ocel CPM 15V roste s rostoucí teplotou (Tab. 3).

Tab. 3 Součinitel teplotní roztažnosti ocel CPM 15V [26]

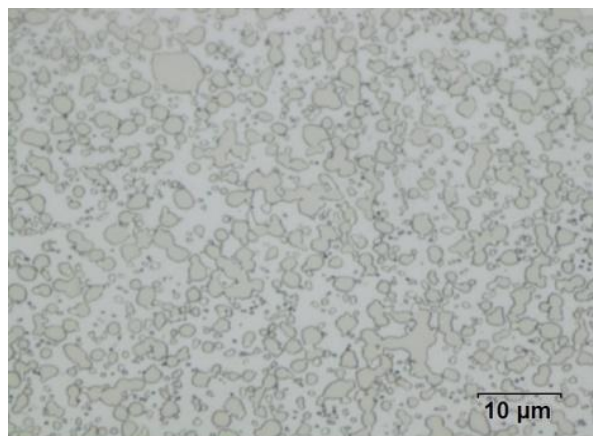
Teplota [°C]	$\frac{mm}{mm \cdot ^\circ C} \times 10^{-6}$
21 – 93	10.5
21 – 260	11.1
21 – 427	11.7
21 – 593	12.1

Použití:

Ocel CMP 15 V je využívána zejména na trny, zápustky, děrovací a protlačovací nástroje, nástroje pro lisování v práškové metalurgii, nože, frézy, obecně položky podléhající velkému opotřebení. [25][26][27][28]

Mikroskopická analýza

Při pozorování světelným mikroskopem se výchozí struktura oceli CPM 15 jevila jako feritická matrice s uloženými karbidy (Obr. 21). Velikost karbidů byl v širokém rozmezí od velikosti menší než 1μm až 5μm. Kvůli širokému rozptylu hodnot nebyla měřena jejich přesná velikost, ale byl určen pouze jejich podíl. Pomocí obrazové analýzy byl zjištěn podíl karbidů na 33,8% (Tab. 4).



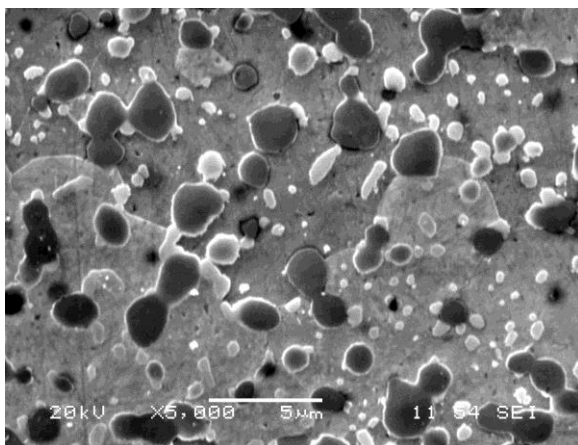
Obr. 21 Východí struktura oceli CPM 15V, světelný mikroskop

Tab. 4 Podíl fází, obrazová analýza

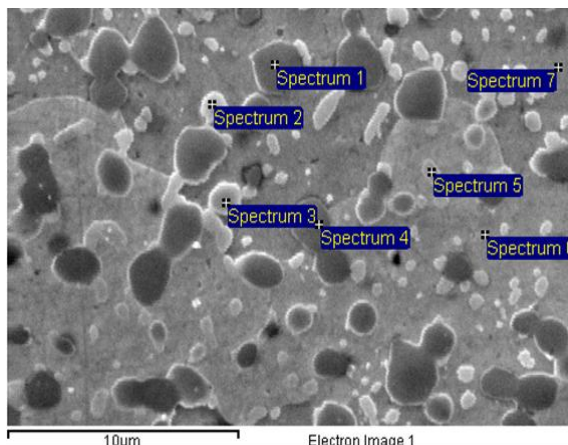
Materiál	a-Fe [At. %]	karbidy [At. %]
CPM15V	66,2	33,8
CPMS30V	66,1	33,9
K190	72,5	27,5

Skenovací elektronová mikroskopie

Dokumentace struktury pomocí řádkovacího elektronového mikroskopu ukázala, že se jedná o matici, zřejmě feritickou, a v ní uložené karbidy. Na rozdíl od snímků získaných světelným mikroskopem se v tomto případě prokázalo, že se jedná o různé typy karbidů (Obr. 22). To potvrdila i chemická analýza EDX, pomocí níž lze zjistit lokální chemické složení v jednotlivých karbidech s odlišným charakterem. Žádný z karbidů nebyl čistě vanadový či chromový, ale byly většinou směsné. Tmavé karbidy (Obr. 23, Tab. 5, spectrum 1 a spectrum 4) byly převážně vanadové (více než 50% V) a světlé karbidy (Obr. 23, Tab. 5, spectrum 5) se jeví jako více chromové. Převážně se v této oceli vyskytovaly karbidy vanadové, což koresponduje s chemickým složením této oceli s obsahem vanadu 14,5%.



Obr. 22 Východí struktura oceli CPM 15V, SEM



Obr. 23 CPM 15V – lokální chemické složení, EDX, SEM

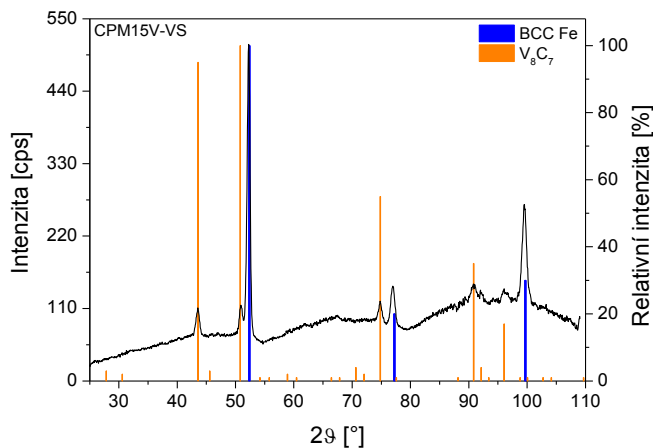
Tab. 5 CPM 15V Lokální chemické složení v jednotlivých místech na oceli, EDX

Spectrum	C	Si	V	Cr	Mn	Fe	Mo	Tot
Spectrum 1	26.2	0.0	58.5	4.7	0.4	6.9	3.3	100
Spectrum 2	20.7	0.7	5.5	2.9	0.4	69.3	0.6	100
Spectrum 3	25.0	0.7	15.1	3.2	0.2	54.3	1.5	100
Spectrum 4	26.8	0.1	56.9	4.8	0.1	8.5	3.0	100
Spectrum 5	20.0	0.4	3.4	18.8	1.1	55.6	0.7	100
Spectrum 6	16.4	0.8	1.5	3.0	0.5	77.6	0.3	100
Spectrum 7	15.1	0.8	5.6	2.8	0.3	74.9	0.4	100
Mean	21.4	0.5	20.9	5.8	0.4	49.6	1.4	100
Std.deviat.	4.7	0.3	25.5	5.8	0.4	30.0	1.3	
Max.	26.8	0.8	58.5	18.8	1.1	77.6	3.3	
Min.	15.1	0.0	1.5	2.8	0.1	6.9	0.3	

Rentgenová difrakce

Rentgenová difrakce byla na všechny oceli aplikována zejména pro potvrzení dosavadních poznatků a přesné určení jednotlivých fází, zvláště karbidů. Každý vzorek byl změřen vždy uprostřed metalografického výbrusu. Z naměřených výsledků bylo patrné, že struktura většiny vzorků byla jemnozrnná (hladké spojité linie), prakticky bez přednostní orientace. Přesnost měření byla i přes poměrně malou plochu ozařovanou RTG zářením (dána použitím polykapiláry) zajištěna jemnozrnností materiálu. V ozařovaném objemu materiálu se tak nacházelo velké množství krystalitů, jež generují difraktované záření.

Struktura byla v případě oceli CPM 15V tvořena fází železa s kubickou prostorově centrovanou mřížkou a karbidem vanadu V_8C_7 s kubickou krystalovou mřížkou (**Obr. 24**). Tento fakt koresponduje s předchozím tvrzením, že se jedná o feritickou matici, ve které jsou uloženy disperzní převážně vanadové karbidy V_8C_7 . Železa alfa se dle RTG difrakční analýzy nacházelo v materiálu zhruba 71,6% a karbidu V_8C_7 28,4% (**Tab. 6**). Dle obrazové analýzy bylo přítomno 33,8% karbidů (**Tab. 4**). Tento rozdíl je nepatrný a je přisuzován nepřesnostem v měření, či lidskému faktoru při hodnocení.



Obr. 24 CPM 15V Difraktogram

Tab. 6 Podíl fází, RTG

Materiál	a-Fe [At. %]	V8C7 [At. %]	Cr23C6	Cr7C3	Fe2C
CPM15V	71,6	28,4			
CPMS30V	69,1		30,9		
K190	70,5			22,6	6,9

Měření tvrdosti

Pro doplnění informací o výchozím stavu bylo provedeno měření tvrdosti a mikrotvrdosti. V případě makrotvrdosti byla dosažena hodnota 292 HV10. Výsledek byl získán průměrem ze třech měření.

Tab. 7 Tvrdost HV 10 výchozího stavu pro všechny použité experimentální materiály

HV10	CPM 15V	CPM S30V	K190
Průměr	292	310	232

Za účelem stanovení tvrdosti jednotlivých fází a jejich porovnání bylo provedeno i měření mikrotvrdosti. Zatížení bylo voleno tak, aby bylo zajištěno měření konkrétní fáze a přitom byla splněna norma pro měření tvrdosti. Zvolené zatížení bylo 1g, avšak při takto malém zatížení byly vtisky čitelné a měřitelné jen ve feritické matici. V karbidech byly vtisky velmi malé a problematicky odečitatelné. V případě měření mikrotvrdosti karbidů bylo měření velmi nepřesné, porovnání mezi jednotlivými fázemi tudíž nebylo možné, proto se toto měření nejevilo jako přínosné a nebylo dále vyhodnocené.

5.4.2 CPM S30V

Ocel CPM S 30 V je nově vyvinutým vysoce korozivzdorným materiálem z řady CPM, který je připravený technologií práškové metalurgie. Tato martenzitická ocel obsahuje velké množství malých a jemně rozptýlených vysoce ořezavzdorných karbidů chrómu. Je tedy vhodnou kombinací jak vynikajících korozivzdorných, tak ořezavzdorných vlastností [29][30].

V porovnání s ostatními použitými oceli má ocel CPM S30V vysoký obsah chrómu (14%) a nízký obsah uhlíku (1.45%) (**Tab. 1**).

Fyzikální vlastnosti

Ve srovnání s ocelí CPM 15V má ocel CPM S30V vyšší hustotu $7,47\text{gcm}^{-3}$ a nižší modul pružnosti 221GPa (**Tab. 2**).

Součinitel teplotní roztažnosti pro ocel CPM S30V narůstá se zvyšující se teplotou (**Tab. 8**).

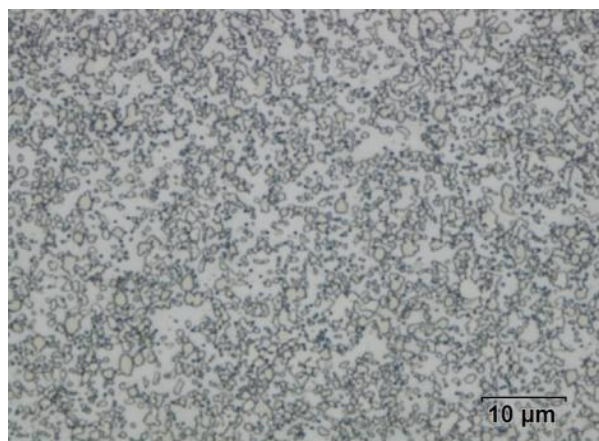
Tab. 8 Součinitel teplotní roztažnosti ocel CPM S30V [29]

Teplota [°C]	$\frac{\text{mm}}{\text{mm} \cdot ^\circ\text{C}} \times 10^{-6}$
20 – 200	11
20 – 315	11.5

Použití: chemický průmysl, zpracování gumy, ložiska, ložiskové pánve, ventily, hřídele, válce [29][30]

Mikroskopická analýza

Výchozí struktura oceli CPM S30V byla tvořena karbidy uloženými ve feritické matici (**Obr. 25**). Ve srovnání s ocelí CPM 15V jsou tyto karbidy značně jemnější. Jejich velikost nepřesahuje $3\mu\text{m}$, nejmenší karbidy jsou však velmi obtížně identifikovatelné pro měření jejich velikosti. Z tohoto důvodu a opět z důvodu širokému rozptylu hodnot nebyla měřena jejich přesná velikost a byl určen pouze jejich podíl. Pomocí obrazové analýzy byl zjištěn podíl karbidů 33,9% (**Tab. 4**).

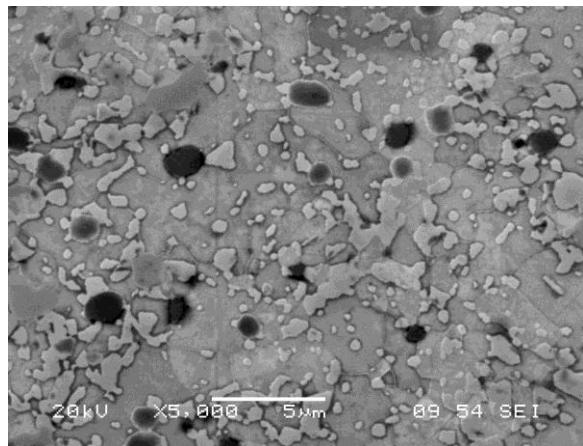


Obr. 25 Výchozí struktura oceli CPM S30V, SM

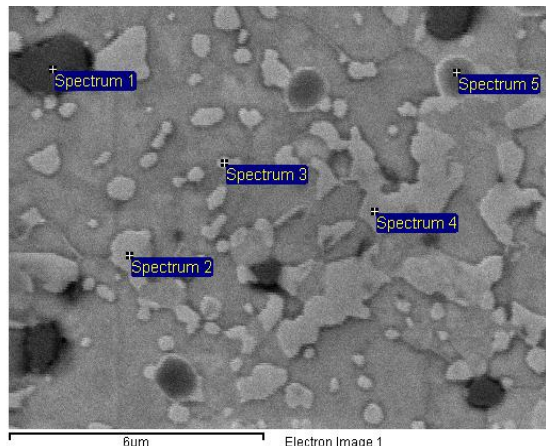
Skenovací elektronová mikroskopie

Při pozorování struktury řádkovacím elektronovým mikroskopem byla struktura vyhodnocena jako feritická matrice a v ní uložené karbidy, které byly ve srovnání s ocelí CPM 15V značně jemnější. Při pozorování skenovací elektronovou mikroskopií bylo zřejmé, že se opět jednalo o několik druhů karbidů (**Obr. 26**). To potvrdila i chemická analýza EDX, pomocí které lze rozlišit

příslušné karbidy. Žádný z karbidů nebyl čistě vanadový či chromový, ale byly většinou směsné. Tmavé karbidy (**Obr. 27, Tab. 9**, spectrum 1) byly převážně vanadové (více než 50% V) a světlé karbidy (**Obr. 27, Tab. 9**, spectrum 2, 4) obsahovaly vyšší obsah chromu. Převážně se v této oceli vyskytovaly karbidy chromové, což koresponduje s chemickým složením této oceli a obsahu chromu 14%.



Obr. 26 Výchozí struktura oceli CPM S30V, SEM



Obr. 27 CPM S30V – lokální chemické složení, EDX, SEM

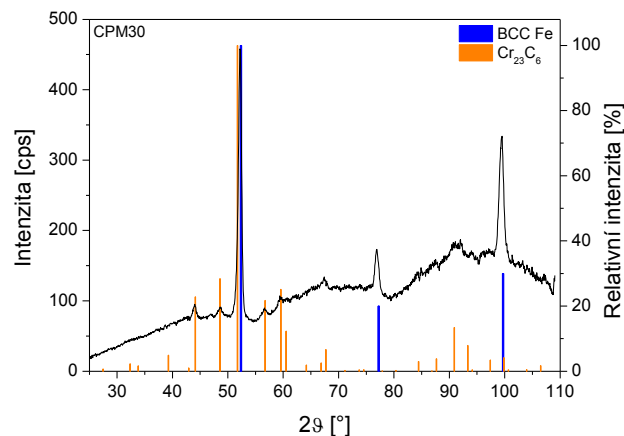
Tab. 9 CPM S30V Lokální chemické složení v jednotlivých místech na oceli, EDX

Spectrum	C	V	Cr	Fe	Mo	Total
Spectrum 1	6.0	57.7	14.9	18.4	2.9	100.0
Spectrum 2	19.7	3.0	23.8	50.8	2.7	100.0
Spectrum 3	3.9	1.7	15.5	78.8	0.2	100.0
Spectrum 4	6.4	3.2	31.9	53.6	5.0	100.0
Spectrum 5	-3.7	19.2	19.8	61.8	2.9	100.0
Mean	6.5	16.9	21.2	52.7	2.8	100.0
Std. deviat.	8.5	23.9	7.0	22.0	1.7	
Max.	19.7	57.7	31.9	78.8	5.0	
Min.	-3.7	1.7	14.9	18.4	0.2	

Rentgenová difrakce

Na oceli CPM S30V byly detekovány fáze pomocí RTG difrakční fázové analýzy. Struktura byla tvořena fází železa s kubickou prostorově centrovanou mřížkou a karbidem chromu Cr_{23}C_6 s kubickou plošně centrovanou krystalovou mřížkou (**Obr. 28**). Tento výsledek se shoduje s přechozím konstatováním, že se jedná o feritickou matici, ve které jsou disperzně uloženy převážně karbidy chromu Cr_{23}C_6 . Dle RTG difrakční analýzy bylo naměřeno 69,1% železa alfa a

30,9% karbidu Cr_{23}C_6 (Tab. 6). Toto měření víceméně korespondovalo s hodnotami získanými obrazovou analýzou (Tab. 4).



Obr. 28 CPM S30V Difraktogram

Měření tvrdosti

Materiál CPM S30V byl podroben zkoušce měření tvrdosti dle Vickerse. Hodnota HV10 byla 310 (Tab. 7).

5.4.3 K190

Ocel K190 je připravená technologií práškové metalurgie. Mezi její vynikající vlastnosti patří vysoká odolnost proti otěru, vysoká pevnost a vysoká pevnost v tlaku. Jako všechny oceli připravené touto technologií má homogenní vlastnosti po celém. Při použití tohoto materiálu na nástroje zajistí dlouhou životnost, snižuje náklady na opracování nástroje, eliminuje možnost zlomení či odlupování břitu.

Ocel K190 má ve srovnání s dalšími použitými ocelmi relativně vysoký obsah chromu (12.5%), obsahem dalších prvků se nijak výrazně neliší (Tab. 1). [31]

Fyzikální vlastnosti

Ve srovnání s ocelí CPM 15V i CPM S30V má ocel K190 větší hustotu $7,6 \text{ cmg}^{-3}$ a nižší modul pružnosti 218GPa (Tab. 2).

Součinitel teplotní roztažnosti pro ocel K190 roste se zvyšující se teplotou (Tab. 10).

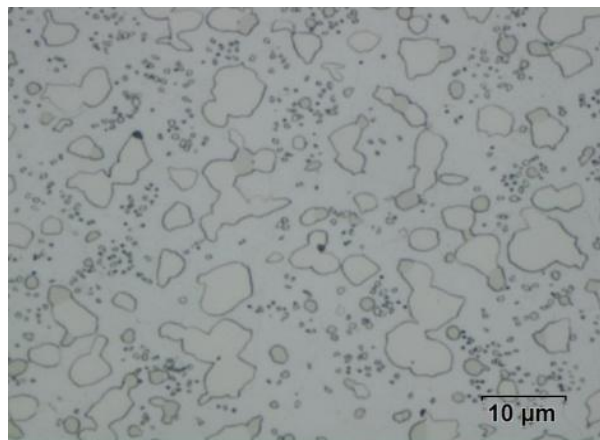
Tab. 10 Součinitel teplotní roztažnosti K190 [31]

Teplota [°C]	mm/mm/Cx 10^{-6}
20-100	12.2
20-200	12.5
20-300	13
20-400	13.2

Použití: řezné nástroje, nástroje pro tváření za studena, obráběcí stroje pro speciální účely, plastový průmysl, spotřební díly - zápustky, apod. [31]

Mikroskopická analýza

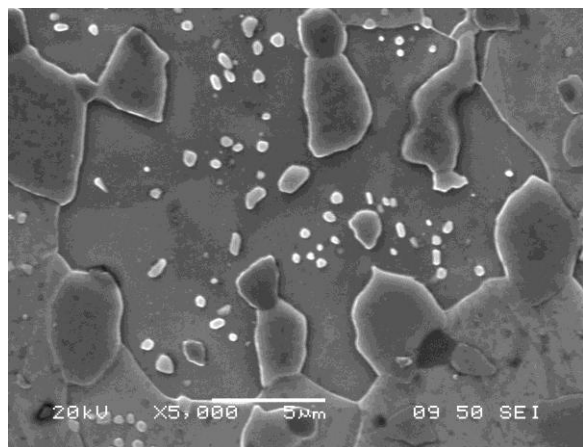
Výchozí struktura oceli K190 byla tvořena karbidy uloženými ve feritické matici (**Obr. 29**). Ve srovnání s ocelmi CPM S15V a CPM S30V se v oceli vyskytovaly karbidy s větší velikostí, dosahující rozměrů více než 10 μm , zároveň však byly přítomny i velmi jemné karbidy o rozměrech kolem 1 μm , ale i mnohem menší. Podíl karbidů dle obrazové analýzy dosahoval 23% (**Tab. 4**).



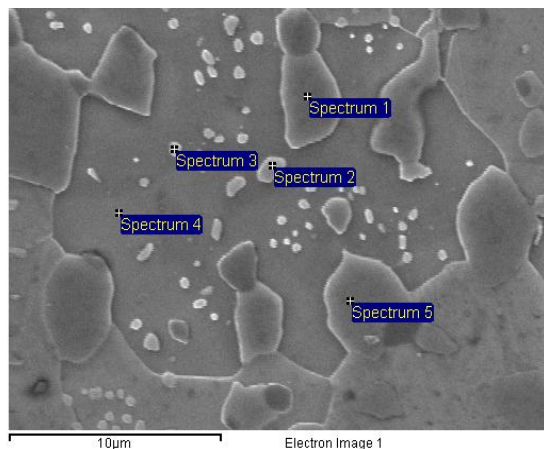
Obr. 29 Výchozí struktura oceli K190, SM

Skenovací elektronová mikroskopie

Pro detailnější analýzu struktury byl použit řádkovací elektronový mikroskop. Pozorovaná struktura byla tvořena karbidy uloženými ve feritické matici (**Obr. 30**). Opět se jednalo o několik druhů karbidů, karbidy jemné a větší karbidické útvary. Pomocí analýzy EDX bylo určeno chemické složení těchto karbidů. Jednalo z velké části o chromové karbidy (**Obr. 31, Tab. 11**).



Obr. 30 Výchozí struktura oceli K190, SEM



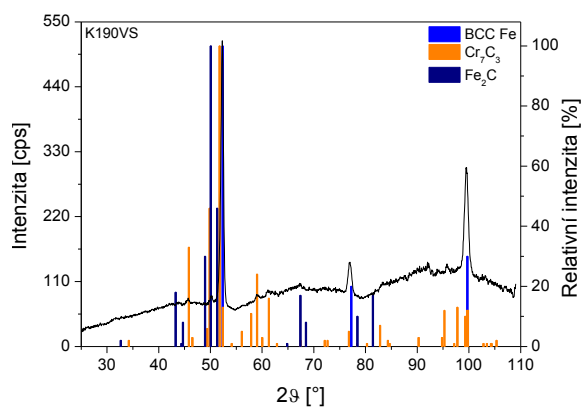
Obr. 31 K190 – lokální chemické složení, EDX, SEM

Tab. 11 K190 Lokální chemické složení v jednotlivých místech na oceli, EDX

Spectrum	C	Si	V	Cr	Mn	Fe	Mo	Total
Spectrum 1	20.2	-0.1	9.4	32.7	-0.1	36.2	1.8	100.0
Spectrum 2	16.1	0.8		13.4	0.4	67.6	1.8	100.0
Spectrum 3	28.4	0.5	2.1	14.3	0.2	54.6		100.0
Spectrum 4	26.5	0.6		4.5	0.5	67.9		100.0
Spectrum 5	29.7	-0.3	8.2	31.0	0.1	31.3		100.0
Max.	29.7	0.8	9.4	32.7	0.5	67.9	1.8	
Min.	16.1	-0.3		4.5	-0.1	31.3	1.8	

Rentgenová difrakce

Pomocí rentgenové fázové analýzy byly pro ocel K190 detekovány jednotlivé strukturní fáze. Struktura byla tvořena fází železa s kubickou prostorově centrovanou mřížkou, karbidem chrómu Cr_7C_3 s ortorombickou krystalovou mřížkou a fází která odpovídá s největší pravděpodobností karbidu železa Fe_2C s ortorombickou krystalovou mřížkou. Linie této fáze byly velmi slabé, což výrazně ztěžovalo spolehlivé vyhodnocení. V difraktogramu byly dále navíc patrné i artefakty struktury, u nichž bylo obtížné určit, zda se jednalo o difrakční linii. Struktura byla tedy tvořena feritickou maticí s disperzními karbidy chrómu Cr_7C_3 a pravděpodobně karbidy železa Fe_2C (**Obr. 32**). Dle RTG difrakční analýzy bylo naměřeno 70,5% železa alfa, 22,6% karbidu Cr_7C_3 a 6,9% karbidu Fe_2C (**Tab. 6**). Tyto výsledky jsou srovnatelné s hodnotami získanými obrazovou analýzou (**Tab. 4**).



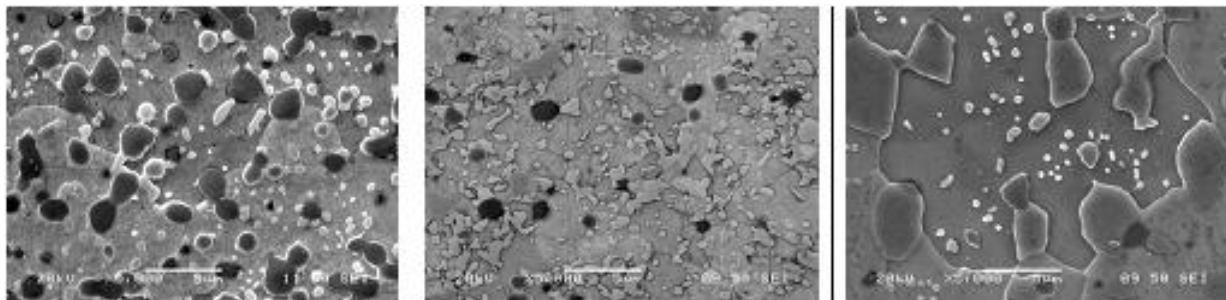
Obr. 32 K190 Difraktogram

Měření tvrdosti

Na oceli K190 byla taktéž zjišťována tvrdost. Naměřená hodnota HV 10 byla 232 (**Tab. 7**).

5.4.4 Diskuse výsledků analýzy výchozích stavů

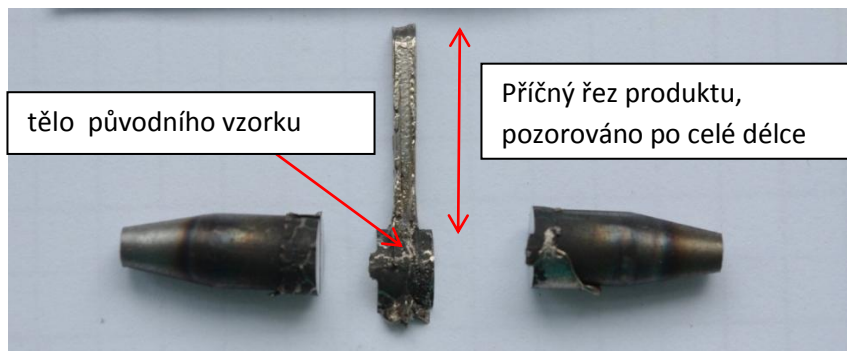
Výchozí stavy všech tří ocelí byly nejdříve pozorovány světelným a řádkovacím mikroskopem (**Obr. 33**), kde bylo zjištěno, že struktura je tvořena feritickou maticí s uloženými karbidy. Velikost těchto karbidů se u jednotlivých ocelí lišila. Nejjemnější byly karbidy pro oceli CPM S30V a nejhrubší pro ocel K190. Konkrétní velikost karbidických částic nebyla zjišťována z důvodu velkého rozptylu těchto hodnot. U všech ocelí byly jednotlivé fáze identifikovány nejdříve na základě chemického složení (SCAN - EDX) a posléze pomocí rentgenové difrakce. V oceli CPM 15V se dle RTG fázové analýzy ve feritické matici vyskytovaly vanadové karbidy V_8C_7 , v oceli CPM S30V chromové karbidy $Cr_{23}C_6$ a v oceli K190 chromové karbidy Cr_7C_3 a karbid železa Fe_2C . Dále byla na materiálech zjišťována tvrdost HV 10 (**Tab. 7**), nejvyšší tvrdost vykazovala ocel CPM S30V (310) a nejnižší ocel K190 (232) a ocel CPM 15V (292). Tento rozdíl je možné vysvětlit podílem karbidů a jejich velikostí. U oceli CPM S30V s nejvyšší hodnotou tvrdostí byl naměřen jak nejvyšší podíl karbidů, tak i karbidy rozptýlené po feritické matici byly nejjemnější.



Obr. 33 Porovnání výchozích struktur ŘEM, a) CPM 15V, b) CPM S30V c) K190

5.5 Mini-tixoforming

Po vyhodnocení výchozího stavu zvolených materiálů došlo k vlastnímu zpracování v semi-solid stavu. Postupně byly optimalizovány parametry zpracování tak, aby byly získány kvalitní produkty bez defektů. Výsledné produkty byly podrobně analyzovány. Metalografické hodnocení bylo provedeno na podélných výbrusech po celé délce produktu (**Obr. 34**) a v těle původního vzorku, aby byla zajištěna homogenita naměřených vlastností.



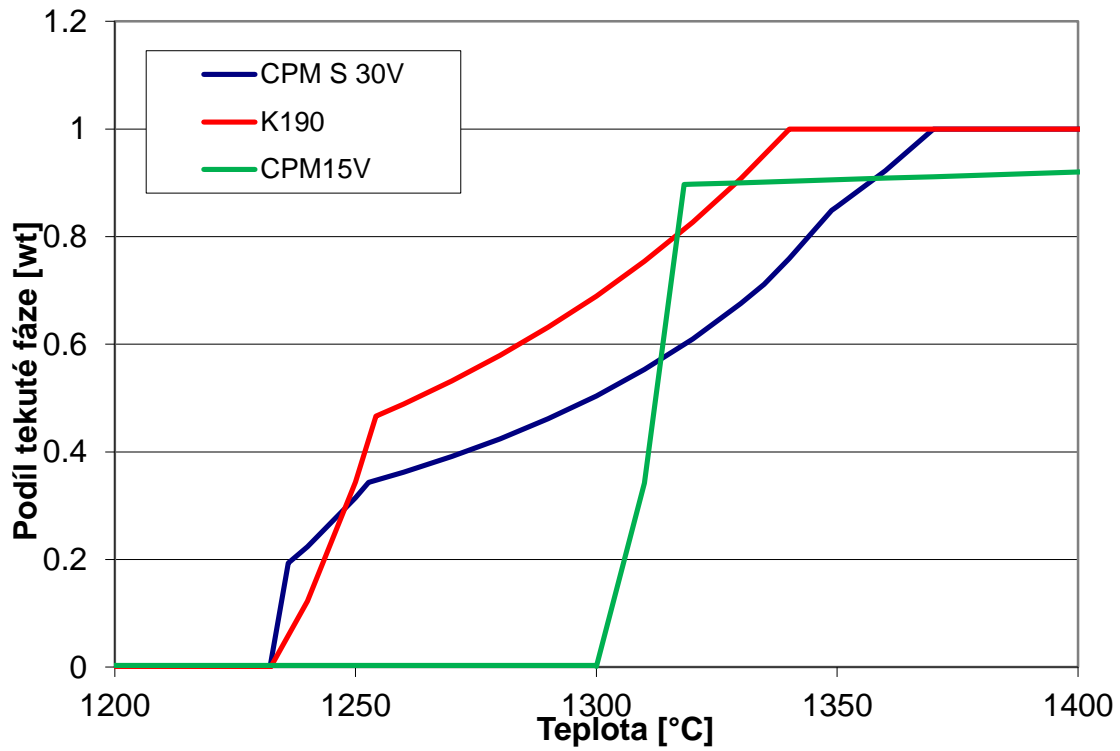
Obr. 34 Demontrace míst analýz produktu

Pro určení výchozích podmínek experimentu byl proveden výpočet softwarem JMatPro. Na základě závislosti podílu tekuté fáze na teplotě byl odečten požadovaný podíl tekuté fáze pro tixoforming 30% (**Obr. 35**). Ocel CPM 15V měla interval teplot v polotekutém stavu 1300-1650°C (350°C), ocel CPM S30V 1232-1370°C (138°C) a ocel K190 1232-1340°C (108°C). Nejširší teplotní interval polotekuté fáze vykazuje ocel CPM 15V, avšak zpočátku byl zřejmý velmi rychlý nárůst podílu tekuté frakce. Tento nárůst se vyskytoval v kritickém místě, kde se nacházelo právě požadované množství polotekuté fáze 30%, z čehož vyplývá, že řízení procesu bude pro ocel CPM 15V obtížné. Oceli CPM S30V a K190 měly srovnalně široký teplotní interval polotekuté fáze a řízení procesu mini-tixoforming by nemělo být náročné. Z těchto hodnot byla určena výchozí teplota pro mini-tixoforming (**Tab. 12**). Na základě předchozích experimentů byl ohřev na teplotu mini-tixoformingu prováděn 56s a ihned po dosažení této teploty byla provedena vlastní deformace silou 7kN.

Tab. 12 Výchozí teplota pro mini-tixoforming

	CPM 15V	CPM S30V	K190
T[°C]	1310	1280	1260

Po provedení experimentu byly produkty hodnoceny z hlediska makroanalýz - kvalita povrchu a míra vyplnění dutiny formy a z mikroanalýz – dendritická struktura byla nevyhovující, protože neumožňuje tixotropní chování.



Obr. 35 Podíl tekuté fáze v závislosti na teplotě pro všechny oceli, JMatPro

5.5.1 CPM 15V

Jako výchozí teplota mini-tixoformingu byla na základě výpočtů pro ocel CPM 15V zvolena hodnota 1310°C. Produkty byly v základní analýze pozorovány světelným mikroskopem a byla na nich měřena tvrdost ve vybraných místech. Podrobněji byly analyzovány produkty, jejichž povrch ani struktura nevykazovaly žádné defekty a kompletně vyplnily dutinu. Nevyhovující byla struktura dendritická, která nevykazuje požadované tixotropní chování.

5.5.1.1 Teplota ohřevu 1310°C

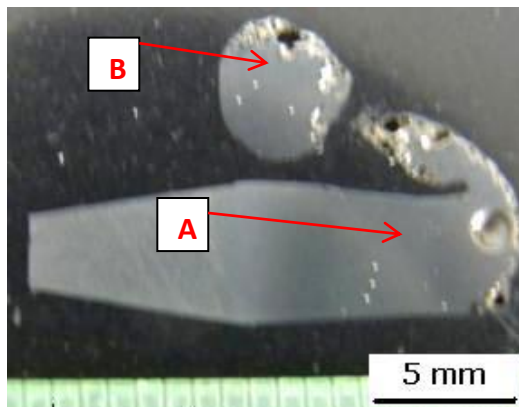
Na základě výpočtu v JMatPro byl jako první na oceli CPM 15V odzkoušen režim s teplotou ohřevu 1310°C. Mini-tixoformingem nebyl získán požadovaný produkt. Kov kvůli vysoké teplotě a tudíž vysokému podílu tekuté fáze zcela vytekl mimo požadovanou dutinu (**Obr. 36**). Pro základní analýzu bylo provedeno mikroskopické pozorování v podélném řezu a to v těle vzorku (**Obr. 37 A**) a ve vyteklé části kovu (**Obr. 37 B**).

Mikroskopický rozbor

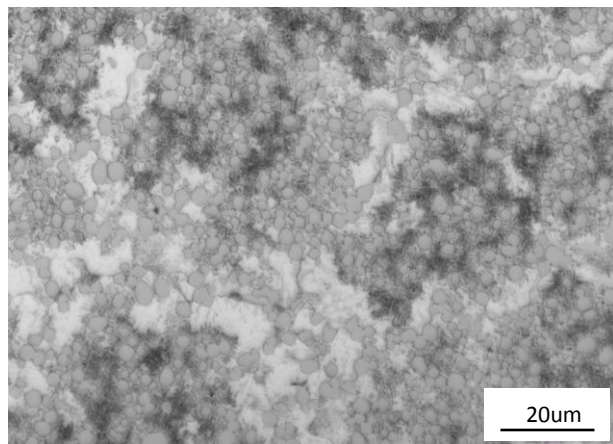
Struktura v těle vzorku (**Obr. 38**) i ve vyteklé části (**Obr. 39**) byla velmi podobná. Struktura byla tvořena austenitickou maticí, ve které byly rozloženy globulární karbidy, v některých místech se vyskytovaly zbytky karbidického síťoví. Pro další experiment bylo doporučeno snížit teplotu mini-tixoformingu.



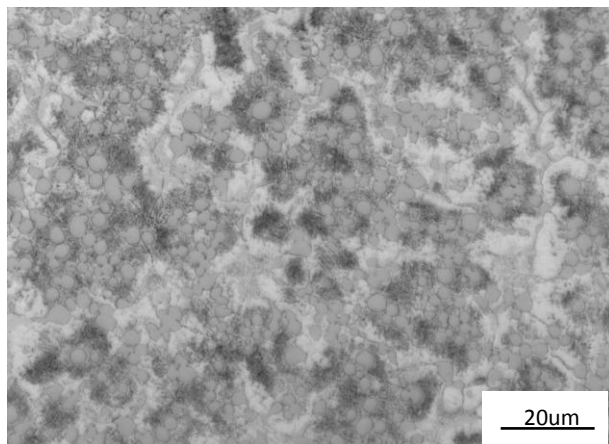
Obr. 36 CPM 15V, Detail produktu po mini-tixoformingu – 1310°C



Obr. 37 CPM 15V, Přehledové makro v podélné ose s vyznačenými analyzovanými místy - 1310°C



Obr. 38 CPM 15V, Struktura po mini-tixoforgingu – pozice A - 1310°C, světelný mikroskop



Obr. 39 CPM 15V, Struktura po mini-tixoforgingu - pozice B - 1310°C, světelný mikroskop

Měření tvrdosti

Pro porovnání změn vlastností byla na výsledném produktu změřena tvrdost dle Vickerse a to v místě těla vzorku a vyteklého materiálu (Tab. 13, Obr. 37).

Tab. 13 CPM 15V, tvrdost HV10, 1310°C

HV 10	Pozice A (tělo vzorku)	Pozice B (produkt – vytlačený natavený materiál)
Průměr	768	807

5.5.1.2 Teplota Ohřevu 1270°C

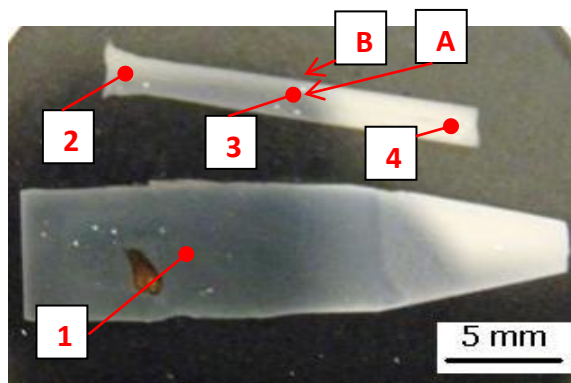
Na základě předchozího experimentu byla teplota ohřevu pro mini-tixoforging snížena na teplotu 1270°C. V tomto případě kov zcela vyplnil dutinu formy (Obr. 40) a na povrchu nebyly pozorovány zásadní defekty. Na podélném řezu byla provedena základní analýza světelnou mikroskopií, podrobný popis byl proveden ve středové oblasti produktu ve středu (Obr. 41 A) a u kraje (Obr. 41 B). Tyto dvě místa byla zvolena z důvodu, že ve středu produktu lze předpokládat již uklidněný tok materiálu a na okraj středu produktu lze zjistit vliv styku produktu s formou během tuhnutí a popsat případně vliv vyšší rychlosti ochlazování. Při metalografické přípravě vzorku došlo k oddělení produktu od původního vzorku (Obr. 41).

Mikroskopický rozbor

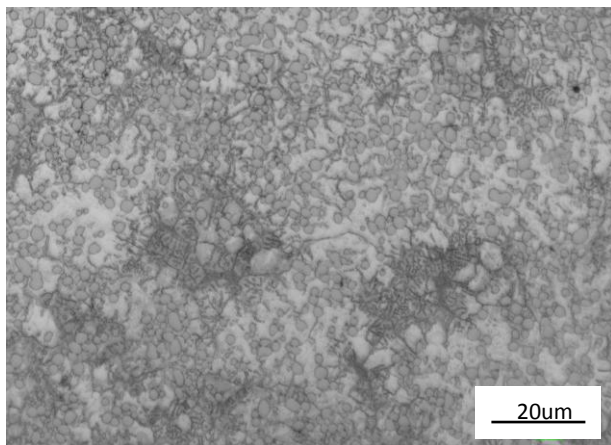
Struktura produktu byla v obou případech - uprostřed (Obr. 42) i na kraji (Obr. 43) tvořena austeniticko-martenzitickou maticí a v ní byly uloženy karbidy, na některých místech se vyskytovalo karbidické síťoví. Struktura byla velmi jemnozrná a pro podrobnější popis byly provedeny další analýzy.



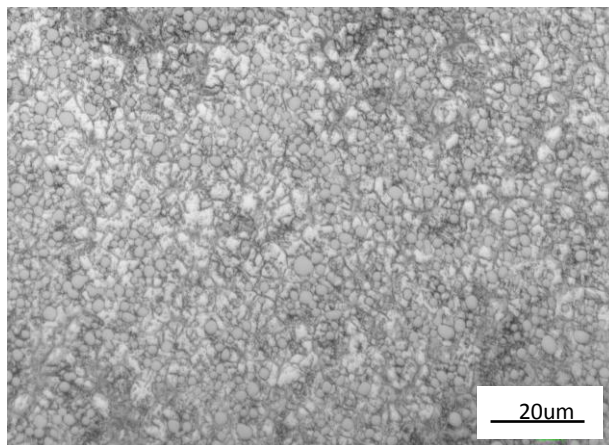
Obr. 40 CPM 15V, Detail produktu po mini-tixoformingu - 1270°C



Obr. 41 CPM 15V, Přehledové makro v podélné ose s vyznačenými analyzovanými místy - 1270°C



Obr. 42 CPM 15V, Struktura po mini-tixoformingu – pozice A - 1270°C



Obr. 43 CPM 15V, Struktura po mini-tixoformingu – pozice B - 1270°C

Po délce celého produktu byla struktura téměř homogenní (viz příloha 1). V některých místech se po okraji produktu vyskytovalo více karbidů v porovnání s oblastí uprostřed.

Měření tvrdosti

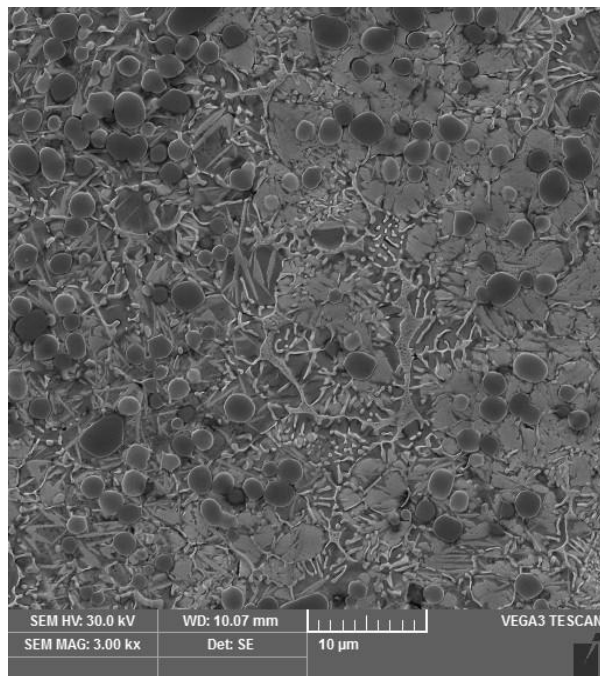
Pro zjištění homogenity byla ve čtyřech místech produktu zjišťována tvrdost dle Vickerse (**Tab. 14 Obr. 41**) Nejvyšší hodnota byla dosažena v těle vzorku a nejnižší na konci produktu, odlišnosti těchto hodnot byly způsobeny různým rozložením karbidů.

Tab. 14 CPM 15V, tvrdost HV10, 1270°C

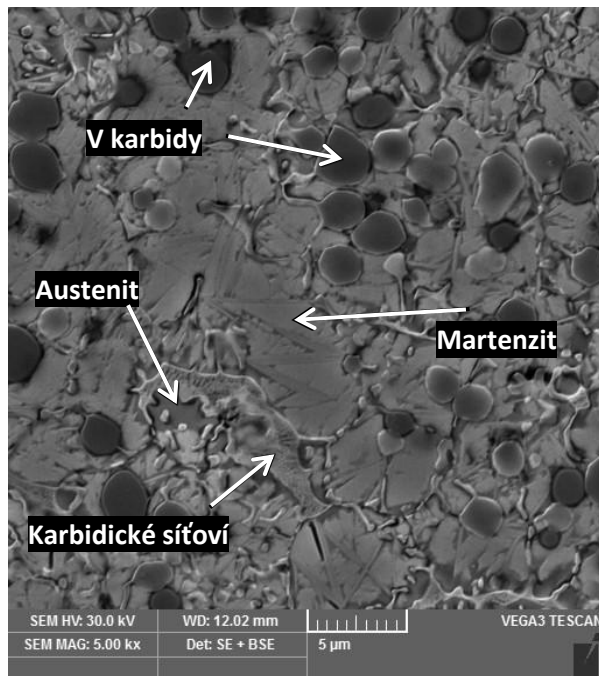
HV 10	Pozice 1 (tělo vzorku)	Pozice 2 (přechod mezi vzorkem a produktem)	Pozice 3 (střed produktu)	Pozice 4 (konec produktu)
průměr	752	745	694	683

Skenování elektronová mikroskopie

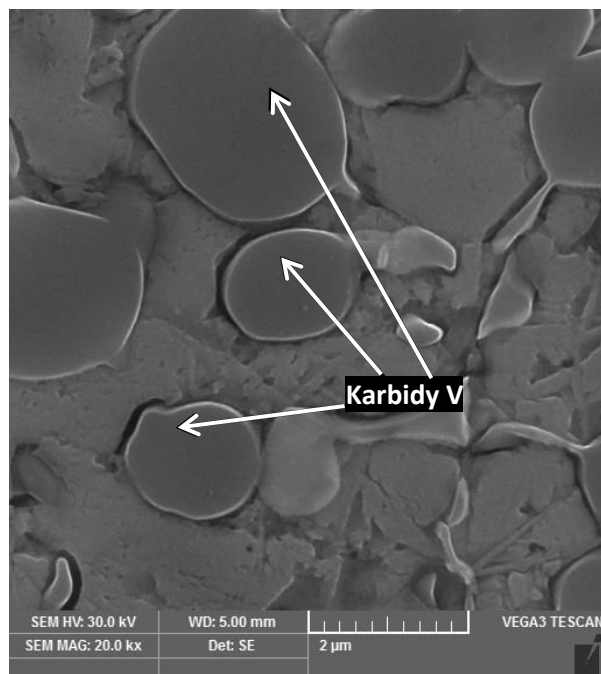
Pro zkoumání struktury byl použit detektor pro sekundární i zpětně odražené elektrony, aby byl zajištěn chemický i topografický kontrast, analyzován byl střed produktu. Oproti světelné mikroskopii se matrice nejevila jako jednofázová, ale byla tvořená austenitem a martenzitem (**Obr. 44**, **Obr. 45**). Ve struktuře zůstalo zachováno velké množství karbidů, které byly dle EDX analýzy identifikovány jako převážně vanadové (**Obr. 46**). Tyto karbidy zůstaly ve struktuře zachovány díky své vysoké teplotě tání. V literatuře je uváděno, že teplota tavení karbidů vanadu je 2810°C [36]. Ve struktuře se vyskytovalo i karbidické síťoví (**Obr. 47**), které bylo dle EDX analýzy převážně chromové.



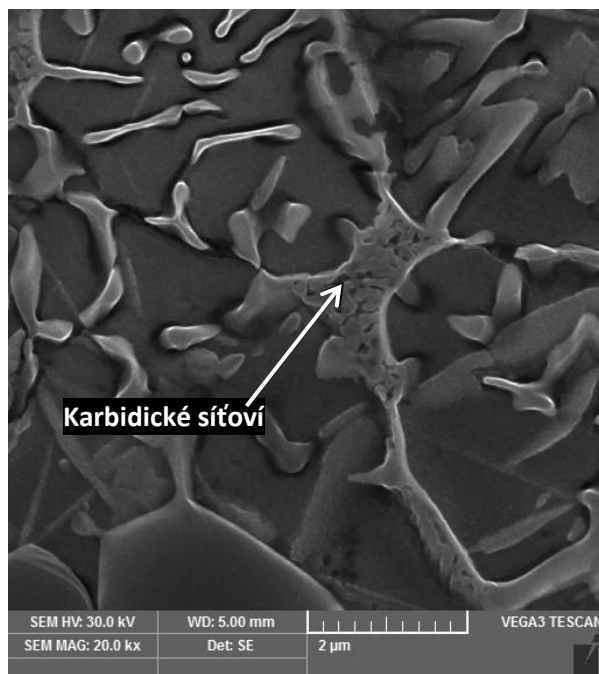
Obr. 44 CPM 15V struktura po mini-tixoformingu 1270°C, SEM



Obr. 45 CPM 15V struktura po mini-tixoformingu 1270°C, SEM



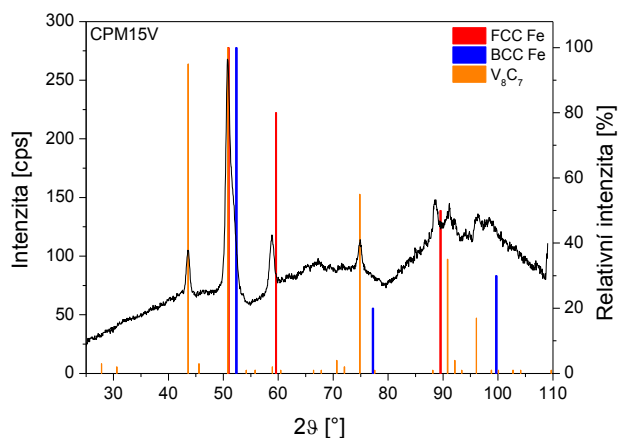
Obr. 46 CPM 15V struktura po mini-tixoformingu 1270°C, karbidy vanadu, SEM



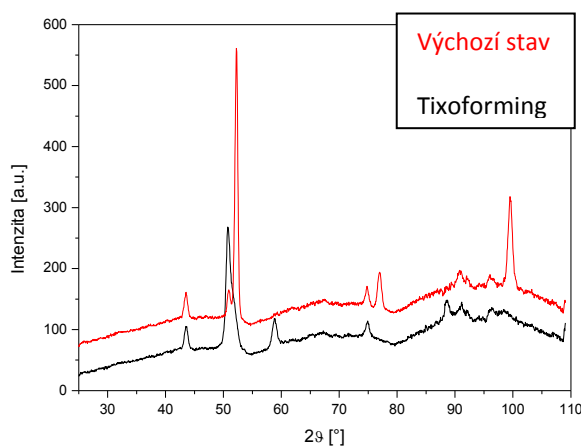
Obr. 47 CPM 15V struktura po mini-tixoformingu 1270°C, karbideckého síťoví, SEM

Rentgenová difrakce

Na základě rentgenové difrakční fázové analýzy bylo zjištěno, že struktura oceli CPM 15V po mini-tixoformingu ve středu produktu při teplotě 1270°C byla tvořena směsí austenitu 45,5%, fázi železa s kubickou prostorově centrovanou mřížkou 28,6% a karbidy vanadu V_8C_7 25,7% (Obr. 48 Tab. 15). V případě fáze železa alfa se s největší pravděpodobností jednalo o martenzit s obtížně identifikovatelnou tetragonalitou. Při srovnání s výchozím stavem oceli CPM 15V (Tab. 6) bylo zjištěno, že karbidy V_8C_7 zůstaly ve struktuře zachovány a došlo k přeměně feritické matrice na austenit a martenzit (Obr. 49).



Obr. 48 CPM 15V difraktogram



Obr. 49 Porovnání difraktogramu výchozího stavu a stavu po mini-tixoformingu, CPM 15V

Tab. 15 Podíl fází po tixoformingu, RTG

Vzorek	γ - $\Phi\epsilon$ [At. %]	α -Fe [At. %]	V8C7 [At. %]	Cr23C6	Cr7C3
CPM15V	45,5	28,6	25,9		
CPM S30V	55,0	31,1		11,9	
K190	57,8	33,6			8,6

5.5.1.3 Teplota ohřevu 1265°C

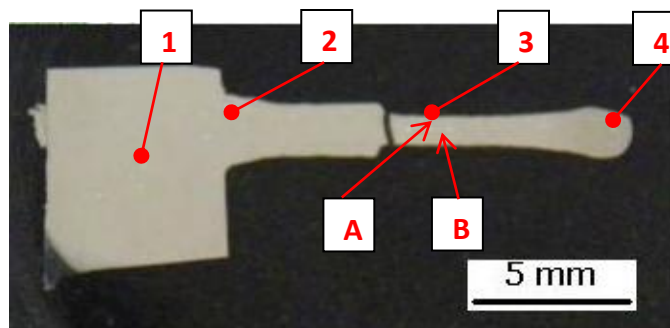
V následujícím kroku bylo provedeno ještě další snížení teploty ohřevu o 5°C. Tento experiment byl proveden za účelem potvrzení vhodné teploty procesu a pozorování chování materiálu pod touto teplotou. Při stlačení vzorku při této teplotě ohřevu však kov kvůli nízké teplotě zcela nevyplnil dutinu formy (Obr. 50). Byl proveden podélný řez produktu a analýza struktury po celé jeho délce. Detailnější mikroskopická analýza byla provedena ve středové oblasti produktu a to uprostřed (Obr. 51 A) a na kraji (Obr. 51 B).

Mikroskopický rozbor

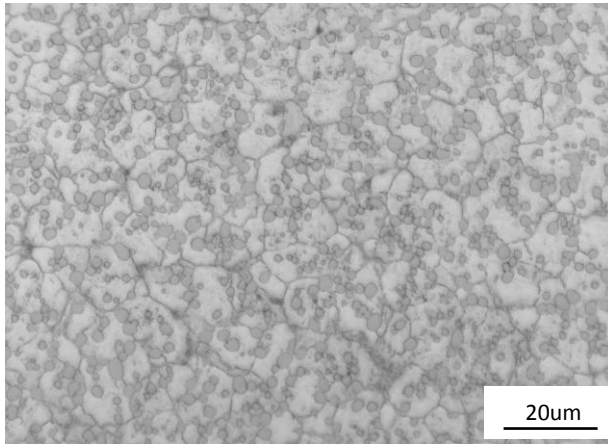
Struktura ve středu (Obr. 52) i na kraji středu produktu (Obr. 53) byla tvořena matricí a disperzně uloženými karbidy. Struktura se od předchozího experimentu zásadě nelišila. Problémem tohoto experimentu byl však nízký podíl tekuté frakce během mini-tixoformingu a tudíž nedostatečná zabíhavost kovu. Proto výsledný produkt byl nevyhovující kvality.



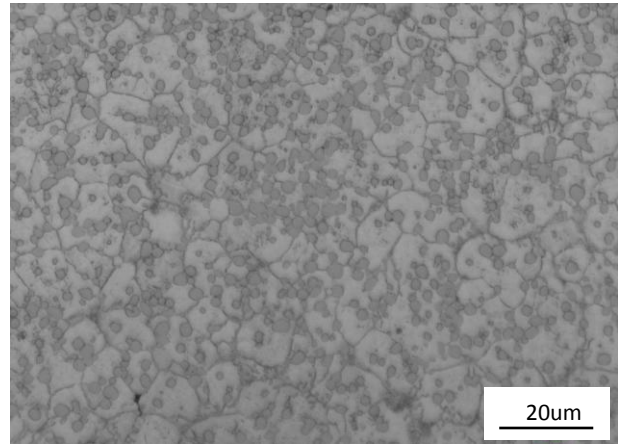
Obr. 50 CPM 15V, Detail produktu po mini-tixoformingu - 1265°C



Obr. 51 CPM 15V, Přehledové makro v podélné ose s vyznačenými analyzovanými místy - 1265°C



Obr. 52 CPM 15V, Struktura po mini-tixoforringu – pozice A - 1265°C



Obr. 53 CPM 15V, Struktura po mini-tixoforringu – pozice B - 1265°C

Při analýze produktu po celé délce (viz příloha 2) bylo zjištěno, že struktura byla homogenní zhruba do tří čtvrtin své délky a zde tvořena maticí a karbidy. Konec produktu byl však tvořen strukturou martenzitickou, což bylo způsobeno vyšší rychlostí ochlazování konce produktu. Rychlost odvodu tepla byla z konce produktu vyšší, protože produkt nebyl celistvý (Obr. 50), tedy plocha pro odvod tepla byla větší a nebyl zajištěn dostatečný kontakt se zbylým materiálem o vyšší teplotě.

Měření tvrdosti

Produkt byl podroben měření tvrdosti dle Vickerse po celé své délce pro zjištění homogenity (Obr. 51, Tab. 16). Hodnoty se pohybovaly v rozmezí 728 až 843 HV10, nejvyšší tvrdost byla naměřena na konci produktu, kde se vyskytovala martenzitická struktura. Další odlišnosti hodnot byly způsobeny rozdílným zatečením kovu do dutiny.

Tab. 16 CPM 15V tvrdost HV 10, 1270°C

HV 10	Pozice 1 (tělo vzorku)	Pozice 2 (přechod mezi vzorkem a produktem)	Pozice 3 (střed produktu)	Pozice 4 (konec produktu)
průměr	779	728	778	843

5.5.1.4 Diskuse výsledků oceli CPM 15V

Hlavním úkolem této části experimentálního programu bylo optimalizovat parametry technologie mini-tixoforring pro ocel CPM 15V, kdy variována byla zejména teplota ohřevu. Tvářecí síla 7kN a čas 56s potřebný pro ohřev byl převzat z předchozích experimentů provedených ve Výzkumném centru tvářecích technologií. Síla byla volena tak, aby bylo zajištěno dostatečné proudění polotekutého materiálu do dutiny formy. Na základě výpočtů v softwaru JMatPro byla výchozí teplota pro experimenty zvolena teplota 1310°C. Výsledné produkty byly podrobeny makro a mikro analýzám. Z makro hlediska bylo sledováno zejména vyplnění dutiny formy a kvalita povrchu produktu. Při mikro pozorování byl produkt hodnocen v podélném řezu a byl zjištěn vývoj mikrostruktury. Dále bylo provedeno měření tvrdosti.

Při provedení mini-tixoformingu s teplotou ohřevu a tedy i teplotou tváření 1310°C natavený kov kompletně vytekl mimo dutinu formy, což bylo způsobeno vysokým podílem tekuté fáze (**Obr. 36**). Výsledné struktury byly tvořeny disperzními karbidy uloženými v matici. V místě vytečení kovu byla měřena tvrdost dle Vickerse, kde hodnota HV10 dosahovala 807, což byl oproti výchozímu stavu nárůst o více než 500 jednotek HV. Tento nárůst byl způsoben zpevněním matrice, kdy se ferit přeměnil na austenit a martenzit. Na základě tohoto experimentu bylo zjištěno, že výpočet softwaru JMatPro je pouze teoretický a ke stanovení skutečných optimálních hodnot procesu je třeba přistoupit k experimentálnímu řešení.

Vzhledem k výsledkům předchozího experimentu byla teplota mini-tixoformingu snížena na 1270°C. Při této teplotě polotovar kompletně vyplnil dutinu (**Obr. 41**) a na jeho povrchu nebyly pozorovatelné výrazné defekty. Při podrobné analýze světelným a řádkovacím elektronovým mikroskopem bylo zjištěno, že struktura byla tvořena směsí austenitu, martenzitu, karbidického síťoví, které bylo převážně chromové, a karbidy vanadu. Rentgenovou difrakční fázovou analýzou bylo detekováno, že se jednalo o karbidy V_8C_7 , kterých se ve struktuře vyskytovalo 25,9%, což je zhruba stejná hodnota jako u výchozího stavu. Austenitu dle RTG bylo přítomno 44,5% a martenzitu 28,6%. Tato struktura se od klasické struktury po tixoformingu lišila zejména přítomností globulárních nerozpuštěných vanadových karbidů, které ve struktuře zůstaly zachovány a nerozpustily se do karbidického síťoví díky jejich vysoké teplotě tání. Jejich teplota tání je vyšší než 2800°C. Výskyt těchto karbidů ve struktuře přináší produktům nové možnosti, jako je například vysoká otěruvzdornost. Produkt byl podroben měření tvrdosti dle Vickerse po celé své délce. Hodnoty HV10 se pohybovaly v průměru okolo hodnoty 730 HV10, což je nárůst oproti výchozímu stavu zhruba o 440 jednotek. Nárůst hodnoty tvrdosti je možné vysvětlit změnou matrice z feritické na austeniticko-martenzitickou a disperzí karbidů v celém objemu struktury.

Další teplota pro mini-tixoforming oceli CPM 15V, která byla odzkoušena, byla 1265°C. Při této teplotě však produkt nevyplnil dutinu, jak bylo požadováno (**Obr. 50**). Struktura produktu byla tvořena austeniticko-martenzitickou maticí s disperzními karbidy vanadu, v některých případech vanadu a chromu. Tvrdost produktu se pohybovala okolo hodnoty 800 HV10 a její odchylky v různých místech byly způsobeny povahou zatečení kovu.

V první části experimentálního programu byla pro ocel CPM 15V úspěšně provedena optimalizace ohřevu pro technologii mini-tixoforming (**Tab. 17**) a byl získán výsledný produkt požadované kvality bez defektů. Výsledná struktura byla tvořena austeniticko-martenzitickou maticí, karbidy vanadu a karbidickým síťovím. Tato struktura je oproti klasické struktuře získané po zpracování v semi-solid stavu nekonveční, protože obsahuje globulární karbidy, které jsou uloženy austeniticko-martenzitickou maticí. Přičemž klasická struktura po tixoformingu je přesně obráceně, austenitické polyedrické útvary jsou ohraničeny karbidickým síťovím. Experiment mini-tixoformingu na této oceli v odborné literatuře doposud nebyl popsán.

Tab. 17 Optimální parametry mini-tixoformingu pro ocel CPM 15V

Doba ohřevu [s]	Teplota ohřevu [°C]	Tvářecí síla [kN]
56	1270	7

5.5.2 CPM S30V

Na základě výpočtů software JMatPro (**Obr. 35**) a výsledků získaných u oceli CPM 15V byla jako výchozí teplota pro mini-tixofoming oceli CPM S30V zvolena teplota 1280°C. Ohřev na tuto teplotu trval 56s a deformace byla provedena ihned po dosažení teploty silou 7kN. Produkty byly podélně rozříznuty a v základní analýze byla pozorována světelným mikroskopem struktura a měřena tvrdost ve vybraných místech. Podrobnější analýza byla provedena na produktech odpovídající kvality, které kompletně vyplnily dutiny, jejich struktura neobsahovala dendritickou strukturu a jejich povrch nevykazoval defekty. Dendritická struktura je považována za nevhodnou, protože díky ní není umožněno tixotropní chování materiálu potřebné pro proces tixofomingu.

5.5.2.1 Teplota ohřevu 1280°C

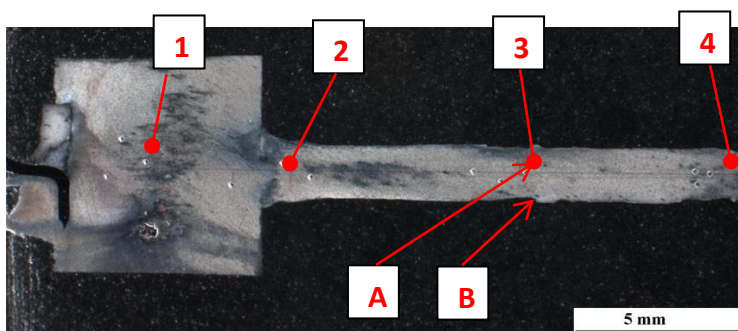
První režim pro mini-tixofoming oceli CPM S30V byl odzkoušen s teplotou ohřevu 1280°C. Při této teplotě kov částečně vytekl mimo požadovanou drážku a povrch produktu vykazoval drobné defekty (**Obr. 54**). Produkt byl podélně rozříznut a byl pozorován vývoj struktury v celém produktu. Pro základní analýzu byla zkoumána středová oblast produktu a to uprostřed (**Obr. 55 A**) a u kraje (**Obr. 55 B**).

Mikroskopický rozbor

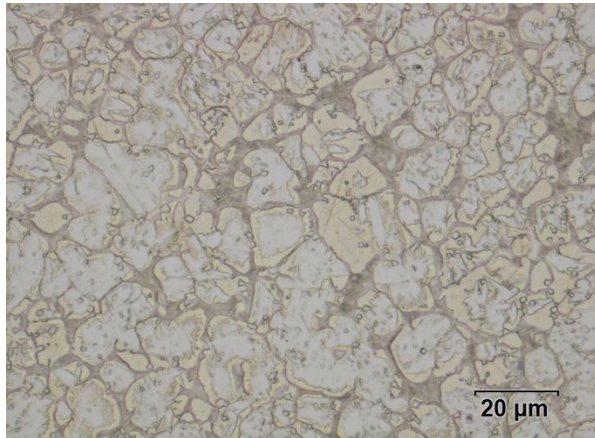
Struktura produktu ve středu byla tvořena globulárními austenitickými útvary s martenzitem uvnitř. Tyto útvary byly obklopeny karbidickým síťovím a ve struktuře byly zjištěny i globulární samostatně se vyskytující karbidy (**Obr. 56**). U kraje produktu byla struktura velmi podobná (**Obr. 57**), avšak struktura nebyla homogenní a v některých místech byly globulární útvary značně jemnější. Z tohoto důvodu bylo navrženo teplotu mini-tixofomingu snížit.



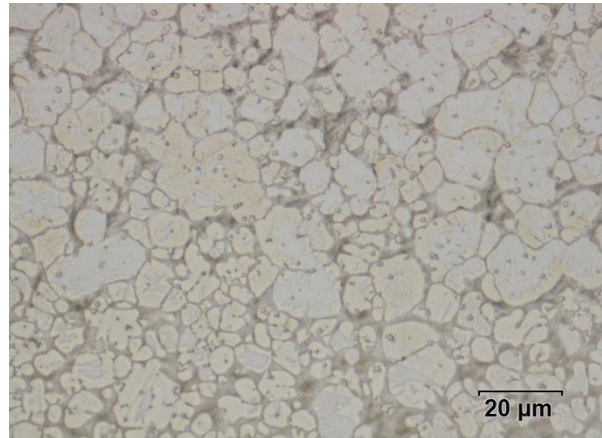
Obr. 54 CPM S30V, Detail produktu po mini-tixofomingu - 1280°C



Obr. 55 CPM S30V, Přehledové makro v podélné ose s vyznačenými analyzovanými místy - 1280°C



Obr. 56 CPM S30V, Struktura po mini-tixoforingu – pozice A - 1280°C



Obr. 57 CPM S30V, Struktura po mini-tixoforingu – pozice B - 1280°C

Produkt byl podroben mikroskopické analýze po celé své délce (viz příloha 3). Struktura byla tvořena austenitickými globulárními útvary, které ve většině případů obsahovaly martenzit a byly obklopeny karbidickým síťovím. V některých oblastech se vyskytovaly karbidy oddělené od tohoto síťoví. Značné nehomogenity však byly zaznamenány ve velikosti těchto útvarů. V místě přechodu ze vzorku do produktu byla struktura uprostřed tvořena velkými austenitickými útvary o velikosti kolem 20 μm , u kraje se však vyskytovaly útvary až o polovinu menší. Ve středové oblasti produktu se u kraje vyskytovalo taktéž větší množství jemnozrnějších útvarů v porovnání se středovou linií produktu. Na konci produktu se vyskytovaly austenitické útvary o velikosti kolem 15 μm . Rozdíly velikostí těchto útvarů byly způsobeny povahou zatečením kovu a následnou odlišnou rychlostí odvodu tepla.

Měření tvrdosti

V celém produktu byla na několika místech měřena tvrdost dle Vickerse (**Tab. 18 Obr. 55**). Hodnoty byly ve všech měřených místech velmi podobné a pohybovaly se okolo $\text{HV}_{10} = 465$.

Tab. 18 CPM S30V tvrdost HV 10, 1280°C

HV10	Pozice 1 (tělo vzorku)	Pozice 2 (přechod mezi vzorkem a produktem)	Pozice 3 (střed produktu)	Pozice 4 (konec produktu)
průměr	464	467	462	473

5.5.2.2 Teplota ohřevu 1270°C

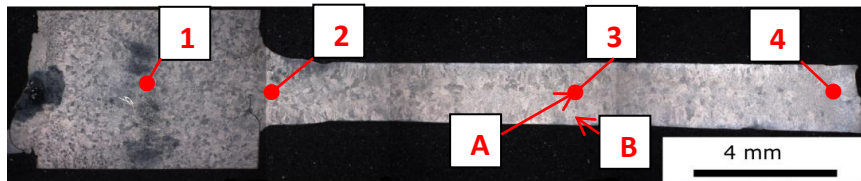
Na základě předchozího experimentu byla teplota mini-tixoforingu snížena o 10°C na 1270°C. Produkt při této teplotě kompletně vyplnil dutinu a povrch nevykazoval žádné defekty (**Obr. 58**). Celý produkt byl podélně rozříznut a struktura byla pozorována po celé délce. Základní mikroskopická analýza byla provedena ve středové oblasti produktu a to uprostřed (**Obr. 59 A**) a u kraje (**Obr. 59 B**).

Mikroskopický rozbor

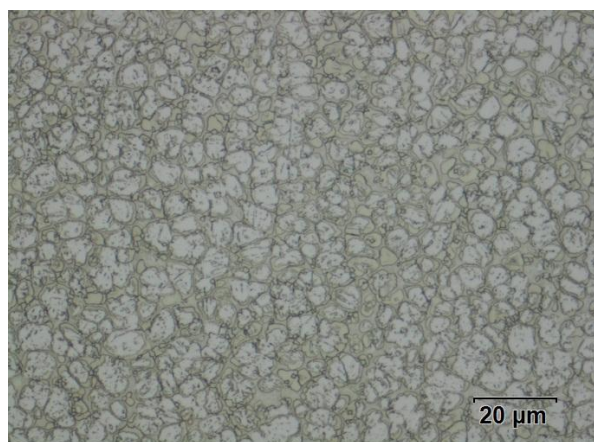
Struktura ve středu (**Obr. 60**) i na kraji (**Obr. 61**) produktu byla téměř totožná. V globulárních austenitických útvech byl uložen martenzit a tyto útvary byly obklopeny karbidickým síťovím, ve struktuře se taktéž vyskytovaly nerozpuštěné karbidy. Na základě dokonalého vyplnění dutiny a výsledné struktury byla teplota 1270°C vyhodnocena jako vhodný parametr pro mini-tixoforing oceli CPM S30V.



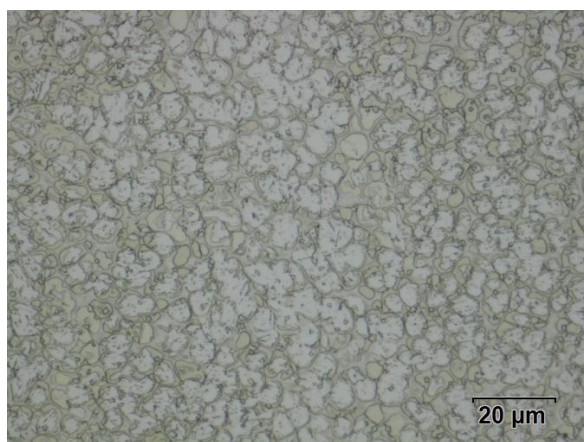
Obr. 58 CPM S30V, Detail produktu po mini-tixoforingu - 1270°C



Obr. 59 CPM S30V, Přehledové makro v podélné ose s vyznačenými analyzovanými místy - 1270°C



Obr. 60 CPM S30V, Struktura po mini-tixoforingu - pozice A - 1270°C



Obr. 61 CPM S30V, Struktura po mini-tixoforingu - pozice B - 1270°C

Struktura byla hodnocena po celé délce produktu (viz příloha 4). Ve všech místech byla tvořena globulárními austenitickými útvary obsahujícími martenzit, které byly obklopeny karbidickým síťovím, v některých místech se vyskytovaly nerozpuštěné karbidy. V závislosti na vzdálenosti od původního vzorku až nakonec produktu docházelo k postupnému zmenšování austenitických útvarů. V přechodu vzorek – produkt byla jejich velikost zhruba 10 µm, na konci produktu se jejich velikost pohybovala okolo 5 µm. Tyto rozdíly ve struktuře, zejména co se velikostí austenitických útvarů týče, vznikaly v závislosti na povaze zatečení polotekutého kovu, jeho styku s formou a následného odvedení tepla.

Měření tvrdosti

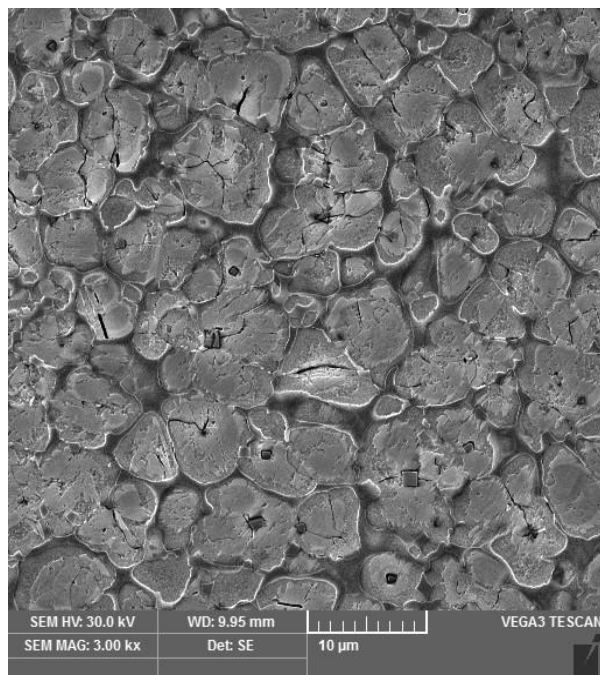
Na výsledném produktu byla měřena tvrdost dle Vickerse a to ve čtyřech místech. Hodnoty se pohybovaly těsně pod HV10 = 500 a nejvyšší hodnota byla dosažena na konci produktu (**Tab. 19 Obr. 59**). Hodnoty tvrdosti se nevýrazně lišily dle povahy zatečení kovu.

Tab. 19 CPM S30V tvrdost HV 10, 1270°C

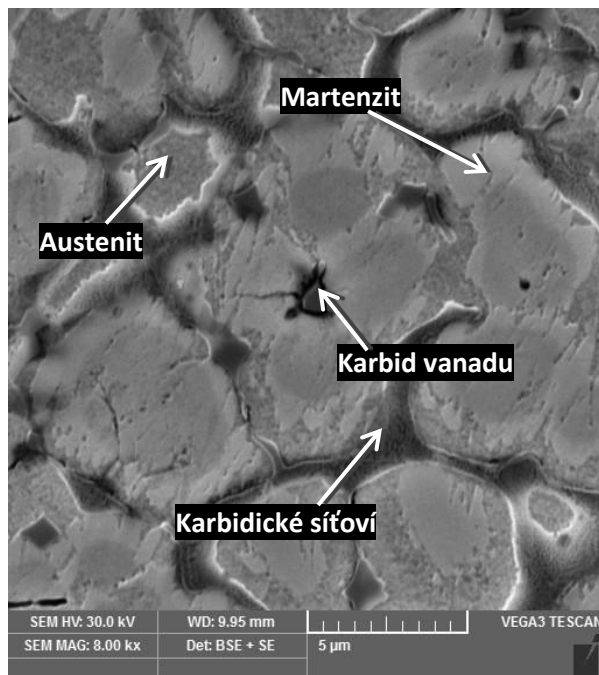
HV10	Pozice 1 (tělo vzorku)	Pozice 2 (přechod mezi vzorkem a produktem)	Pozice 3 (střed produktu)	Pozice 4 (konec produktu)
průměr	468	486	468	491

Skenovací elektronová mikroskopie

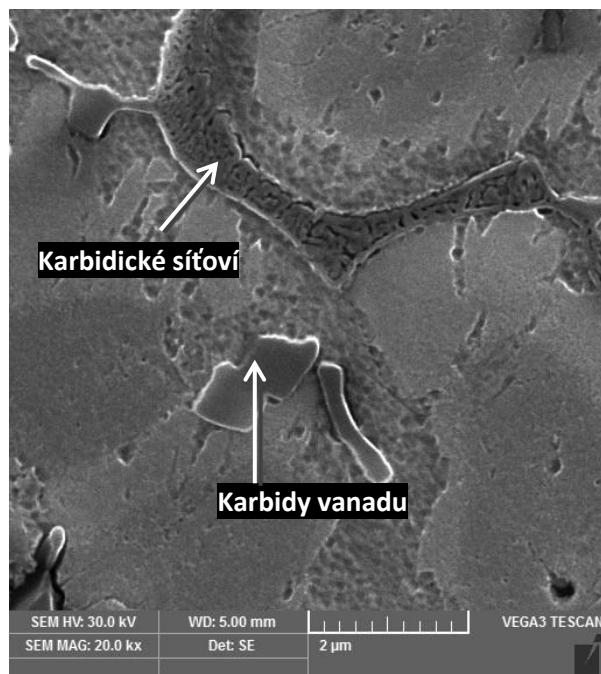
Struktura ve středu produktu byla tvořena globulárními austenitickými útvary obsahujícími martenzit, které byly obklopeny karbidickým síťovím, ve struktuře se vyskytovaly i nerozpuštěné karbidy (**Obr. 62, Obr. 63, Obr. 64**). Pomocí analýzy EDX byly tyto karbidy detekovány jako vanadové a karbidické síťoví jako převážně chromové.



Obr. 62 CPM S30V struktura po mini-tixoforgingu 1270°C, SEM



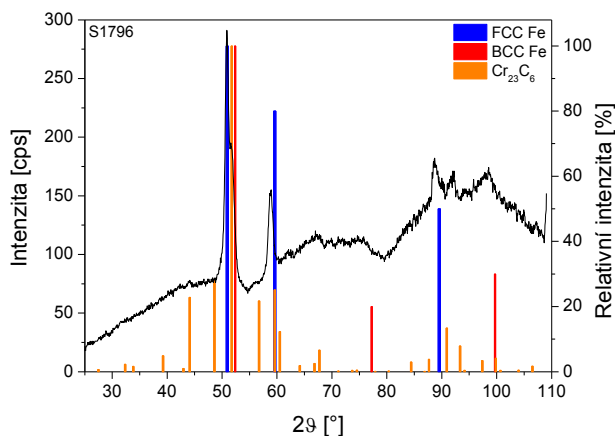
Obr. 63 CPM S30V struktura po mini-tixoforgingu 1270°C, SEM



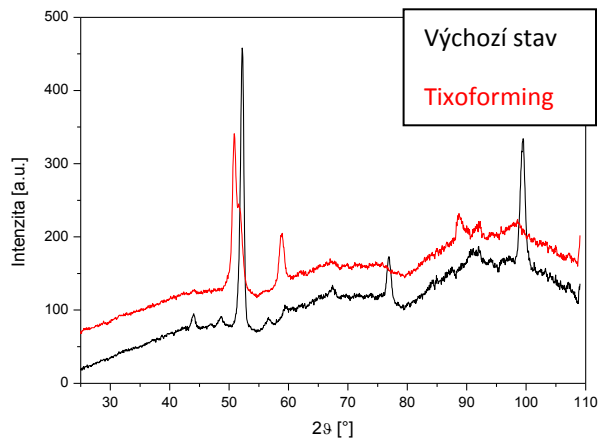
Obr. 64 CPM S30V struktura po mini-tixoforningu 1270°C, SEM

Rentgenová difrakce

Pro detekování jednotlivých fází oceli CPM S30V po mini-tixoforningu ve středu produktu byla provedena rentgenová difrakční fázová analýza. Struktura byla tvořena směsí austenitu 55%, fázi železa s kubickou prostorově centrovanou mřížkou 31,1% a karbidy Cr_{23}C_6 11,9% (Tab. 15 Obr. 65), které se nacházely ve formě karbidického sítě. V případě fáze železa s kubickou mřížkou se pravděpodobně jednalo o martenzit s nevýraznou tetragonality. Karbidy vanadu pomocí RTG analýzy nebyly detekovány kvůli jejich velmi nízkému podílu. Ve srovnání s výchozím stavem (Obr. 66) se feritická matrice přeměnila na austenit a martenzit, karbidická složka Cr_{23}C_6 zůstala zachována.



Obr. 65 CPM S30V difraktogram



Obr. 66 Porovnání difraktogramu výchozího stavu a stavu po mini-tixoforningu CPM S30V

5.5.2.3 Teplota ohřevu 1260°C

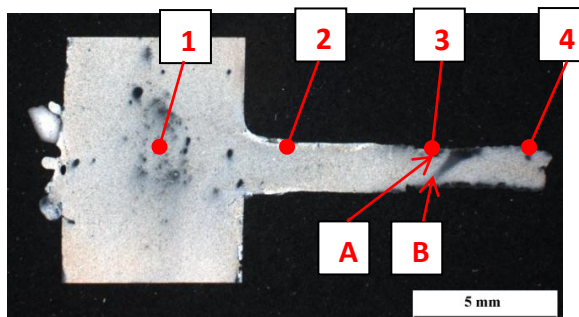
Pro úplnost experimentálního programu a ověření, zda byla teplota 1270°C optimální, byla teplota experimentu snížena o dalších 10°C na 1260°C. Produkt v tomto případě však nevyplnil dutinu formy požadovaným způsobem a na jeho povrchu se vyskytovaly defekty (**Obr. 67**). I přesto byl podélně rozříznut a byl sledován vývoj struktury. Základní analýza byla provedena světleným mikroskopem ve středové oblasti produktu uprostřed (**Obr. 68 A**) a na kraji (**Obr. 68 B**).

Mikroskopický rozbor

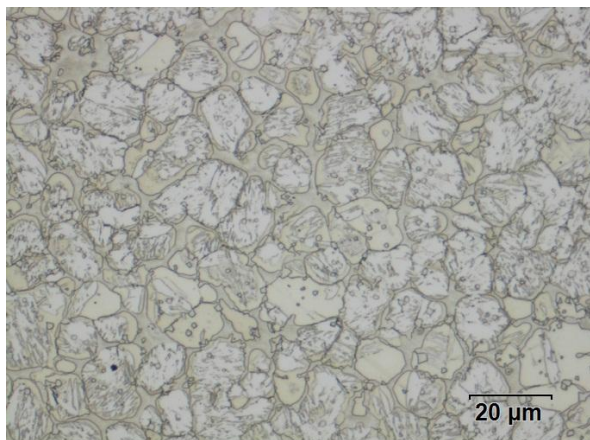
Struktura uprostřed produktu byla tvořena globulárními útvary austenitu vyplněnými martenzitem a obklopenými karbidickým síťovím, ve struktuře se též vyskytují karbidy, které se během ohřevu do semi-solid stavu nerozpustily (**Obr. 69**). Struktura u kraje středové části produktu byla pozorována jako jemnější a v některých oblastech se vyskytovaly částečně dendritické útvary (**Obr. 70**). Tato struktura byla vyhodnocena jako po tixoformingu nevyhovující a tak optimální teplota procesu pro tuto ocel zůstává 1270°C.



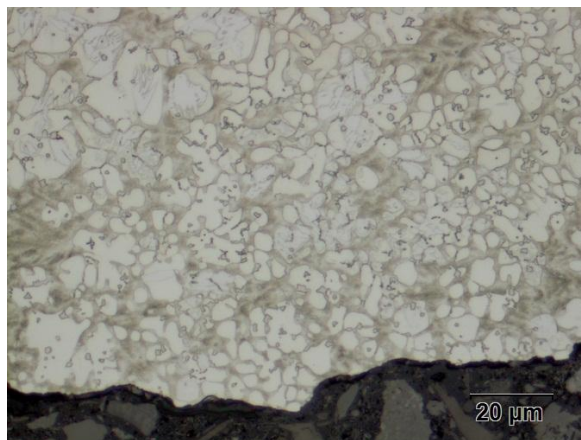
Obr. 67 CPM S30V, Detail produktu po mini-tixoformingu - 1260°C



Obr. 68 CPM S30V, Přehledové makro v podélné ose s vyznačenými analyzovanými místy - 1260°C



Obr. 69 CPM S30V, Struktura po mini-tixoformingu - pozice A - 1260°C



Obr. 70 CPM S30V, Struktura po mini-tixoformingu – pozice B - 1260°C

Struktura produktu byla analyzována po celé jeho délce (viz příloha 5). Ve všech místech ve střední linii produktu byla struktura homogenní tedy austenitické globulární útvary obsahující martenzit obklopené karbidickým síťovím a nerozpuštěné karbidy. Po okrajích se však v některých místech vyskytovala dendritická struktura a povrch produktu byl nekvalitní. Teplota procesu totiž byla již příliš nízká a nedošlo k požadovanému tixotropnímu chování.

Měření tvrdosti

V několika místech produktu byla měřena tvrdost dle Vickerse (**Obr. 68, Tab. 20**), hodnoty byly ve všech místech velmi podobné okolo 430 HV10.

Tab. 20 CPM S30V tvrdost HV 10, 1260°C

HV10	Pozice 1 (tělo vzorku)	Pozice 2 (přechod mezi vzorkem a produktem)	Pozice 3 (střed produktu)	Pozice 4 (konec produktu)
průměr	427	436	434	432

5.5.2.4 Diskuse výsledků oceli CPM S30V

Úkolem této části experimentu bylo zajistit optimální parametry technologie mini-tixoforníng oceli CPM S30V. Na základě předchozích experimentů na oceli CPM 15V byl určen čas ohřevu na teplotu tixoforníngu 56s a ihned poté byl polotovár tvářen silou 7kN. Jako variabilní parametr byla určena teplota ohřevu, jejíž výchozí teplota byla stanovena na základě výpočtů v softwaru JMatPro. Všechny výsledné produkty po mini-tixoforníngu byly podrobeny mikro a makro analýzám. Sledována byla úplnost vyplnění drážky a kvalita povrchu produktu. Pro mikro analýzu byl v podélném řezu pozorován vývoj struktury, měřena byla tvrdost.

První navržená teplota na základě výpočtů pro mini-tixoforníng oceli CPM S30V byla 1280°C. Produkt v tomto případě kompletně vyplnil dutinu drážky, avšak jeho povrch vykazoval drobné defekty (**Obr. 54**). Výsledná struktura byla tvořena austenitickými globulárními útvary obsahující martenzit, které byly obklopeny karbidickým síťovím. Tato struktura však nebyla po celém produktu homogenní a v některých oblastech byla více jemnozrná (**Obr. 56 Obr. 57**). Po délce produktu byla na několika místech měřena tvrdost, hodnoty dosahovaly zhruba 460 HV10 a ve všech místech byly srovnatelné. Oproti výchozímu stavu se jedná o nárůst zhruba 150 jednotek HV, což je ve srovnání s nárůstem tvrdosti u oceli CPM 15V po mini-tixoforníngu velmi nízká hodnota. Nárůst byl způsoben přeměnou feritické matrice na austenito-martenzitickou. Z důvodu nehomogenity struktury a špatné kvality povrchu produktu bylo navrženo teplotu procesu snížit.

Při dalším kroku experimentu byla teplota snížena na 1270°C. Produkt v tomto případě kompletně vyplnil dutinu a jeho povrch nevykazoval žádné defekty (**Obr. 58**). Podrobná analýza světelným a řádkovacím mikroskopem prokázala strukturu jako austenitické globulární útvary obsahující martenzit obklopené karbidickým síťovím. V některých místech se též vyskytovaly nerozpuštěné karbidy, které byly EDX analýzou detekovány jako vanadové. Taktéž EDX analýzou bylo karbidické síťoví detekováno jako převážně chromové. Pro konkrétní popsání fází a určení jejich podílu byla provedena rentgenová difrakční fázová analýza, která prokázala přítomnost austenitu (55%), martenzitu (31,1%) a karbidu Cr₂₃C₆ (11,9%). Pozorovaný vanadový karbid na skenovacím elektronovém mikroskopu nebyl detekován kvůli jeho velmi nízkému podílu. Na produktu byla měřena tvrdost dle Vickerse. Hodnota tvrdosti dosahovala cca. 480 HV10, což je oproti výchozímu stavu nárůst zhruba 170 HV jednotek. Nárůst hodnoty tvrdosti byl způsoben přeměnou feritické matrice na austenit a martenzit.

Další snížení teploty mini-tixoforníngu bylo o 10°C na teplotu 1260°C. Tato teplota však byla nízká a produkt nevyplnil dutinu, jak je požadováno (**Obr. 67**). Struktura se však od vyšších teplot zásadně nelišila, byla tvořena austenitickými globulárními útvary obklopenými austenitickým síťovím. Kvůli nedokonalému zatečení produktu však struktura nebyla podrobněji zkoumána. Naměřená tvrdost dle Vickerse se v různých místech produktu zásadně nelišila a pohybovala se okolo 430 HV10, což je oproti výchozímu stavu nárůst pouze 120 jednotek HV.

Ve druhé části experimentu byla optimalizována teplota mini-tixoformingu pro ocel CPM S30V (**Tab. 21**). Byl získán výsledný produkt požadované velikosti, kvality a bez defektů. Výsledná struktura byla tvořena globulárními austenitickými útvary, které byly obklopeny karbidickým síťovím, uvnitř útvarů se vyskytoval martenzit, v některých místech karbidy vanadu. Experiment mini-tixoformingu na této oceli v odborné literatuře dosud nebyl popsán.

Tab. 21 Optimální parametry mini-tixoformingu pro ocel CPM S30V

Doba ohřevu [s]	Teplota ohřevu [°C]	Tvářecí síla [kN]
56	1270	7

5.5.3 K190

Na základě výsledků zjištěných na ocelích CPM 15V a CPM S30V byl pro ocel K190 ohřev na teplotu mini-tixoformingu prováděn za 56s a vlastní deformace v oblasti semi-solid stavu byla realizována hned po dosažení teploty silou 7 kN bez prodlevy na teplotě. Na základě výpočtu v programu JMatPro (**Obr. 35**) a předchozích zkušeností s ocelí CPM 15V byla jako výchozí teplota zvolena 1260°C. U produktů byla v základní analýze pozorována struktura světelným mikroskopem ve vybraných místech a měřena tvrdost. Podrobněji byly analyzovány produkty, které kompletně vyplnily dutinu, jejich povrch ani struktura nevykazovaly žádné defekty. Jako nevyhovující byly označeny produkty s dendritickou strukturou, která na rozdíl od globulární struktury nevykazuje tixotropní chování materiálu.

5.5.3.1 Teplota ohřevu 1260°C

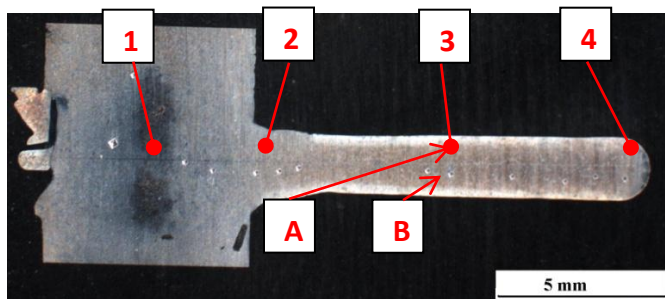
Jako první byl na oceli K190 odzkoušen režim s teplotou ohřevu 1260°C. Po mini-tixoformingu nebyl získán požadovaný produkt a z výsledků je patrné, že zvolená teplota ohřevu je příliš vysoká. Kov nezatekl přímo do drážky a kvůli vysokému podílu tekuté fáze vytekl i mimo určenou drážku (**Obr. 71**). Získaný produkt byl pozorován v podélném řezu. Základní vyhodnocení po stanovení vhodnosti teploty ohřevu bylo provedeno pouze ve středu produktu ve středové části (**Obr. 72 A**) a ve středu produktu u kraje (**Obr. 72 B**).

Mikroskopický rozbor

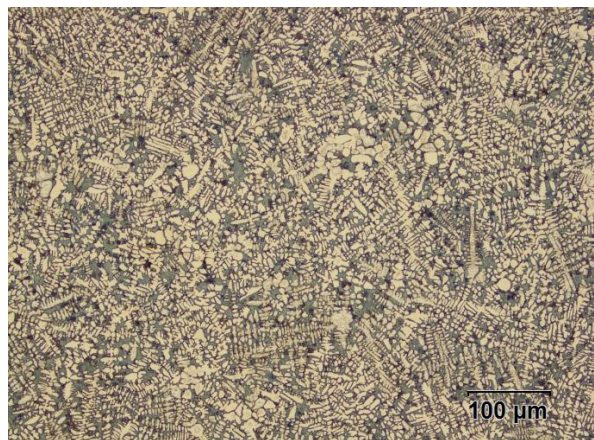
Struktura ve středové části (**Obr. 73**) byla převážně dendritická, pouze s velmi nízkým podílem globulárních částic. Na okraji produktu byla struktura čistě dendritická, v těsné blízkosti okraje byly dendrity velmi jemné (**Obr. 74**). Vznik této struktury byl pravděpodobně způsoben přítomností příliš vysoké frakce tekuté fáze a rychlým odvodem tepla v dutině formy. Z tohoto důvodu musela být teplota pro další experimenty snížena.



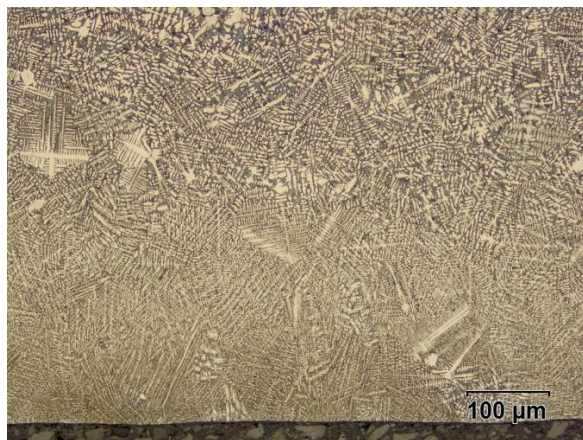
Obr. 71 K190, Detail produktu po mini-tixoformingu - 1260°C



Obr. 72 K190, Přehledové makro v podélné ose s vyznačenými analyzovanými místy - 1260°C



Obr. 73 K190, Struktura po mini-tixoformingu – pozice A - 1260°C – světelný mikroskop



Obr. 74 K190, Struktura po mini-tixoformingu – pozice B - 1260°C – světelný mikroskop

Při detailní analýze produktu po celé délce (viz příloha 6) byla jeho struktura plně dendritická. Po okrajích produktu byla struktura jemnější. Dendritická struktura vznikla kvůli příliš vysokému obsahu tekuté fáze, jejíž přítomnost byla způsobena příliš vysokou teplotou.

Měření tvrdosti

V těle vzorku a v těle produktu bylo provedeno měření tvrdosti (Obr. 72, Tab. 22). Hodnoty byly zhruba srovnatelné a pohybovaly se okolo hodnoty 560 HV 10. Nejvyšší hodnota tvrdosti byla změřena v těle produktu. Nejnižší hodnota byla zjištěna na konci produktu, což bylo s největší pravděpodobností způsobeno hrubozrnější strukturou v této oblasti.

Tab. 22 K190 tvrdost HV 10, 1260°C

HV 10	Pozice 1 (tělo vzorku)	Pozice 2 (přechod mezi vzorkem a produktem)	Pozice 3 (střed produktu)	Pozice 4 (konec produktu)
průměr	571	566	556	542

5.5.3.2 Teplota ohřevu 1255°C

Na základě výsledků z předchozího experimentu byla teplota ohřevu pro mini-tixoforming snížena o 5°C na teplotu 1255°C. Na získaném produktu bylo opět zřetelné, že teplota byla stále příliš vysoká. Natavený kov s velkým podílem tekuté fáze vytekl mimo drážku podél podélné osy vzorku a drážku ve formě zcela nevyplnil. Výsledný produkt dosahoval délky pouze 7 mm (Obr. 75). Analýza světelnou mikroskopií byla opět provedena v podélném řezu. Základní vyhodnocení po stanovení vhodnosti teploty ohřevu bylo provedeno pouze ve středu produktu ve středové části (Obr. 76 A) a ve středu produktu u kraje (Obr. 76 B).

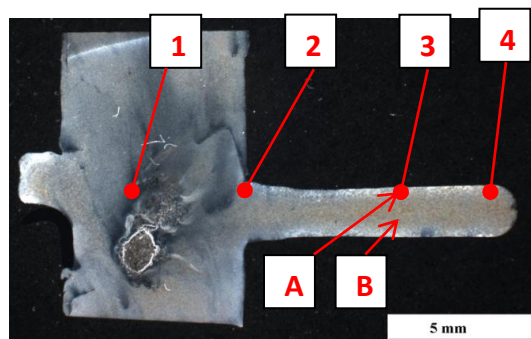
Mikroskopický rozbor

Struktura ve středu produktu (Obr. 77) byla zčásti tvořena austenitickými částicemi s martenzitem blízcími se globulárním tvaru, které byly obklopeny karbidickým síťovím. Ve struktuře byly stále patrné dendritické útvary. V případě okraje středové části (Obr. 78), tedy místa styku s formou, bylo ve struktuře zjištěno vysoké procento dendritických útvarů pouze s malým

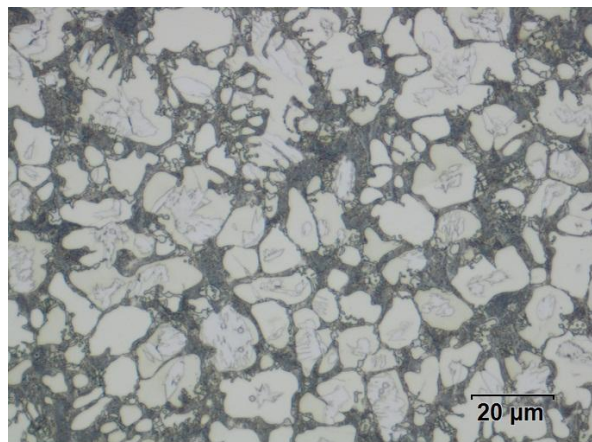
podílem polyedrických austenitických zrn. Aby bylo možné odstranit dendritický typ struktury, byla v dalším kroku experimentálního programu teplota ohřevu dále snížena.



Obr. 75 K190, Detail produktu po mini-tixoforgingu - 1255°C



Obr. 76 K190, Přehledové makro v podélné ose s vyznačenými analyzovanými místy - 1255°C



Obr. 77 K190, Struktura po mini-tixoforgingu – pozice A - 1255°C – světelný mikroskop



Obr. 78 K190, Struktura po mini-tixoforgingu - pozice B - 1255°C světelný mikroskop

Při pozorování struktury po celé délce produktu (viz příloha 7) byla struktura po středové linii produktu tvořena austenitickými útvary s uloženým martenzitem blízcími se globulárním tvaru, tyto útvary byly obklopeny karbidickým síťovím. Okraje produktu však byly tvořeny dendritickou strukturou, která vznikla rychlým odvodem tepla při styku kovu s formou.

Měření tvrdosti

Po délce celého produktu byla zjišťována tvrdost dle Vickerse (**Obr. 76**). Hodnoty tvrdosti se nijak zásadně nelišily (**Tab. 23**). Nejnižší hodnota tvrdosti HV10 = 547 byla naměřena na konci produktu, což bylo způsobeno nejspíše nedostatečnou hutností kovu v tomto místě, při nedokonalém zatčení.

Tab. 23 K190 tvrdost HV 10, 1255°C

HV10	Pozice 1 (tělo vzorku)	Pozice 2 (přechod mezi vzorkem a produktem)	Pozice 3 (střed produktu)	Pozice 4 (konec produktu)
průměr	574	580	556	547

5.5.3.3 Teplota ohřevu 1250°C

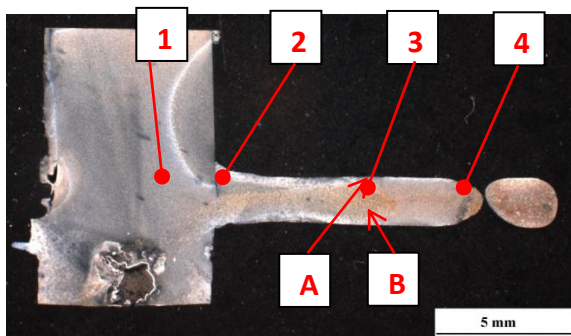
Proběhlo další snížení teploty ohřevu o 5°C na teplotu 1250°C. Vývoj struktury byl opět hodnocen v podélném řezu, i když i v tomto případě došlo k velkému vytečení kovu podél osy vzorku a výsledný produkt měl jak špatnou povrchovou kvalitu tak nedošlo k úplnému vyplnění drážky ve formě (Obr. 79). Základní vyhodnocení po stanovení vhodnosti teploty ohřevu bylo provedeno pouze ve středu produktu ve středové části (Obr. 80 A) a ve středu produktu u kraje (Obr. 80 B).

Mikroskopický rozbor

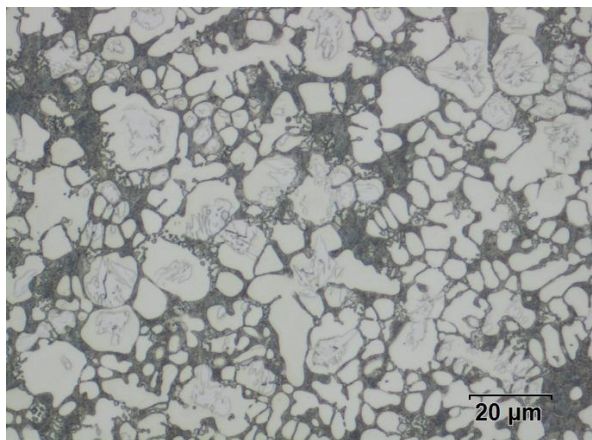
Snížení teploty o 5°C nevedlo k výrazné změně charakteru struktury, která byla opět ve středu produktu tvořena směsí globulárních a dendritických útvarů spolu s karbidickým síťovím (Obr. 81). V okrajové oblasti byla opět zjištěna výrazná dendritická oblast a částečným podílem globulárních částic (Obr. 82).



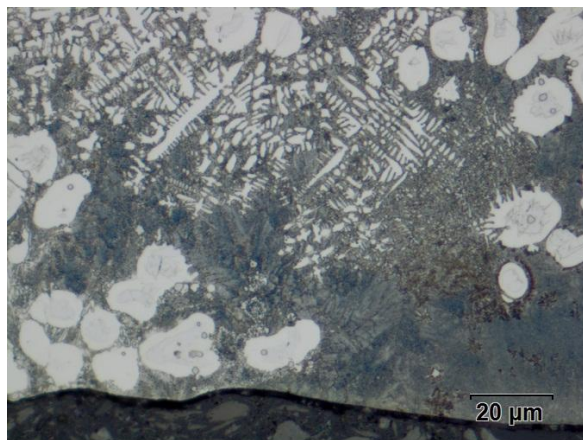
Obr. 79 K190, Detail produktu po mini-tixoforgingu - 1250°C



Obr. 80 K190, Přehledové makro v podélné ose s vyznačenými analyzovanými místy – 1250°C



Obr. 81 K190, Struktura po mini-tixoforgingu – pozice A - 1250°C, světelný mikroskop



Obr. 82 K190, Struktura po mini-tixoforgingu – pozice B - 1250°C, světelný mikroskop

Při analýze struktury celého produktu (viz příloha 8) byla struktura silně nehomogenní a bylo těžko možné vypořádat nějakou závislost. Na základě vysokého podílu dendritické struktury je zřejmé, že teplota experimentu byla stále příliš vysoká a nedošlo k požadovanému tixotropnímu chování nezbytného pro tixoforging.

Měření tvrdosti

Produkt byl podroben měření tvrdosti po celé své délce (**Obr. 80 Tab. 24**). Nejvyšší tvrdost byla opět naměřena v přechodu mezi vzorkem a produktem, nejnižší ve středu produktu HV 10 = 519, což bylo opět způsobeno podmínkami nedokonalého zatečení kovu.

Tab. 24 K190 tvrdost HV 10, 1250°C

HV 10	Pozice 1 (tělo vzorku)	Pozice 2 (přechod mezi vzorkem a produktem)	Pozice3 (střed produktu)	Pozice 4 (konec produktu)
průměr	564	575	519	550

5.5.3.4 Teplota ohřevu 1240°C

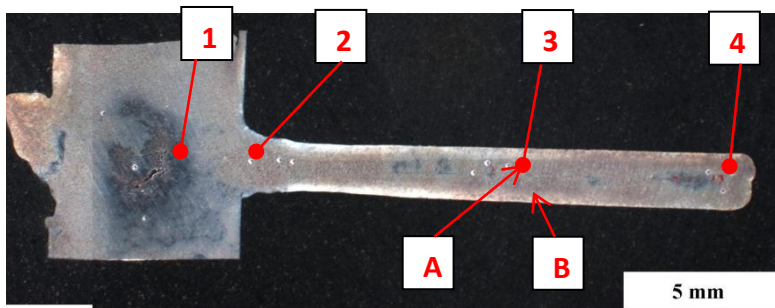
Na základě předchozích experimentů byla v dalším kroku teplota snížena o 10°C, tedy na 1240°C. Po mini-tixoformingu byl získán velmi kvalitní produkt. Kov zcela vyplnil podélnou drážku a produkt měl délku 16mm. Povrch produktu byl bez výrazných defektů (**Obr. 83**). Pro popsání vývoje struktury byl opět proveden podélný výbrus a pro základní vyhodnocení byla provedena mikroskopická analýza ve středové části produktu (**Obr. 84 A**) uprostřed a u kraje (**Obr. 84 B**).

Mikroskopický rozbor

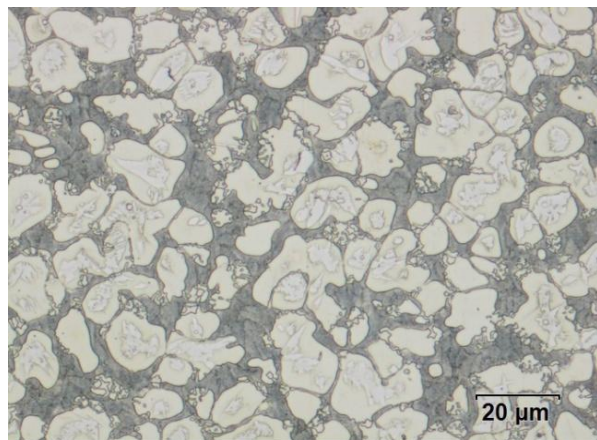
Ve středu produktu (**Obr. 85**) byla struktura tvořena austenitickými globulárními útvary obklopenými karbidickým síťovím. Bylo zjištěno, že uvnitř austenitu se vyskytuje ještě další fáze. Jedná se s největší pravděpodobností o martenzit. Po celém okraji produktu, tedy v místě styku s nástrojem, se však stále vyskytovala zhruba 1mm široká oblast, která byla tvořena jemnými dendrity (**Obr. 86**). I přes tuto oblast byla v tomto produktu získána struktura typická pro tixoforming a kvalita produktu byla vyhodnocena jako dostačující. Z tohoto důvodu byly na tomto produktu provedeny i další analýzy.



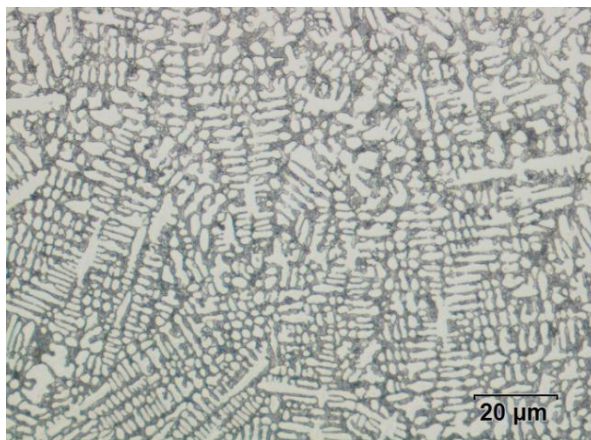
Obr. 83 K190, Detail produktu po mini-tixoformingu - 1240°C



Obr. 84 K190, Přehledové makro v podélné ose s vyznačenými analyzovanými místy - 1240°C



Obr. 85 K190, Struktura po mini-tixoforingu – pozice A - 1240°C, světelný mikroskop



Obr. 86 K190, Struktura po mini-tixoforingu – pozice B - 1240°C, světelný mikroskop

Struktura po celé délce produktu (viz příloha 9) ve středové linii byla homogenní, tvořena globulárními austenitickými útvary s uloženým martenzitem, tyto útvary byly obklopeny karbidickým síťovím. Po okraji celého produktu se však vyskytovala zhruba 1 mm tenká linie dendritické struktury. Tato oblast vznikla s největší pravděpodobností kvůli rychlému odvodu tepla při styku nataveného kovu s formou.

Měření tvrdosti

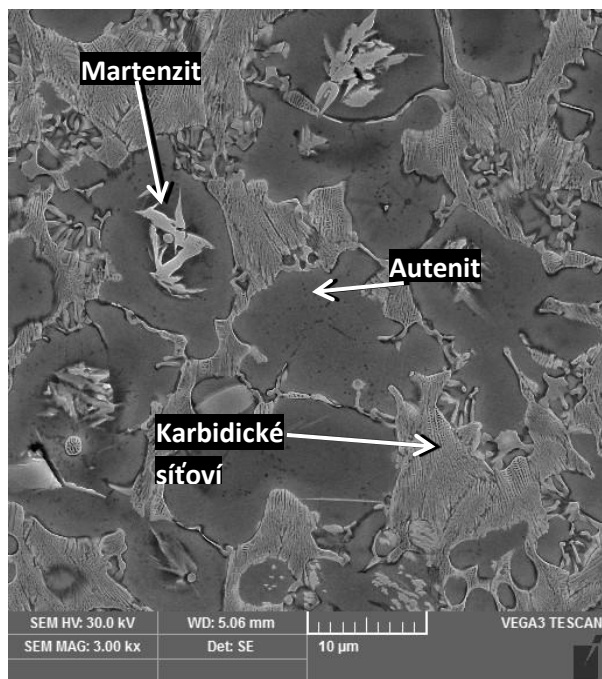
Na produktu byla měřena tvrdost dle Vickerse na několika místech po délce (Obr. 84, Tab. 25). Všechny naměřené hodnoty se pohybovaly v úzkém rozmezí. Nejnižší tvrdost byla opět naměřena ve středu produktu.

Tab. 25 K190 tvrdost HV 10, 1240°C

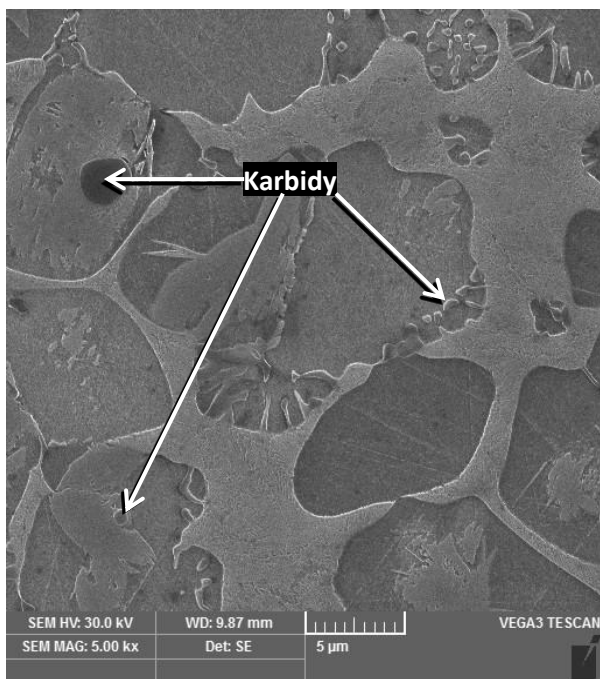
HV 10	Pozice 1 (tělo vzorku)	Pozice 2 (přechod mezi vzorkem a produktem)	Pozice 3 (střed produktu)	Pozice 4 (konec produktu)
Průměr	594	575	559	606

Skenovací elektronová mikroskopie

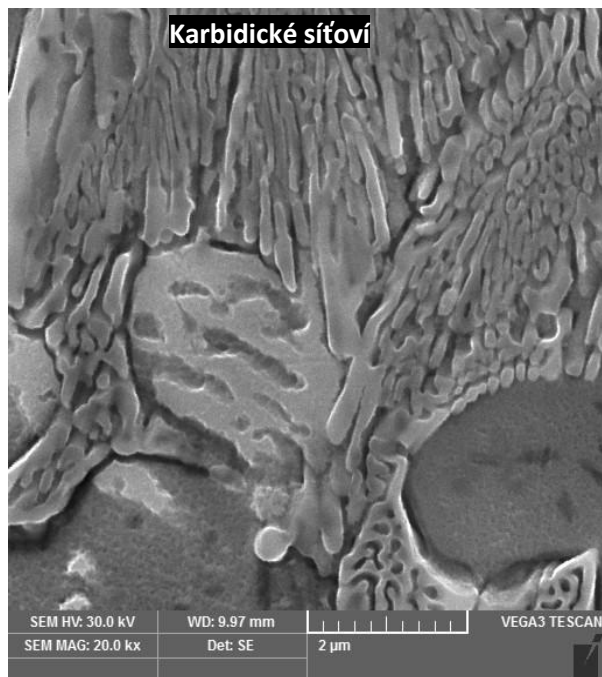
Analýza ve středu produktu ukázala, že v některých austenitických globulích byl přítomen martenzit (Obr. 87) Austenitické útvary byl obklopeny karbidickým síťovím. Při detailnějším pozorování bylo dále zjištěno, že v některých místech po okraji austenitických útvarů se vyskytovaly nerozpuštěné karbidické útvary odloučené od síťoví. Pozorovatelné karbidy byly převážně vanadové, které díky své vysoké teplotě tání zůstaly zachovány a nedošlo k jejich natavení a umístění do síťoví (Obr. 88). Karbidy byly identifikované pomocí EDX analýzy. Při velkém zvětšení bylo možné popsat i karbidické síťoví, které je tvořeno různě širokými jehlicemi pravděpodobně austenitu a karbidů (Obr. 89). Dále byla pomocí skenovacího elektronového mikroskopu identifikována linie dendritické struktury po okraji produktu. (Obr. 90). V těchto dendritických oblastech byla struktura tvořena austenitem a karbidy.



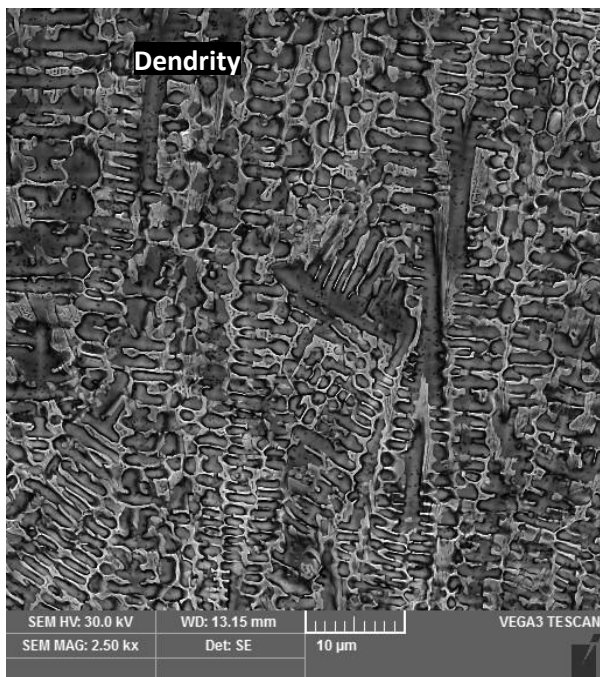
Obr. 87 K190 struktura po mini-tifoxformingu 1240°C, SEM



Obr. 88 K190 struktura po mini-tifoxformingu 1240°C, SEM



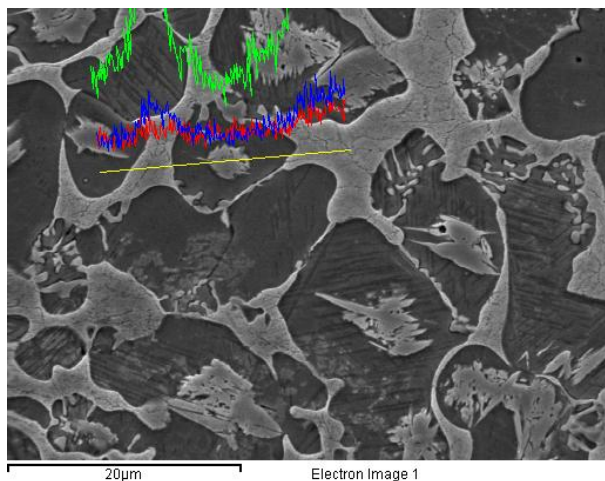
Obr. 89 K190 struktura po mini-tifoxformingu 1240°C, SEM



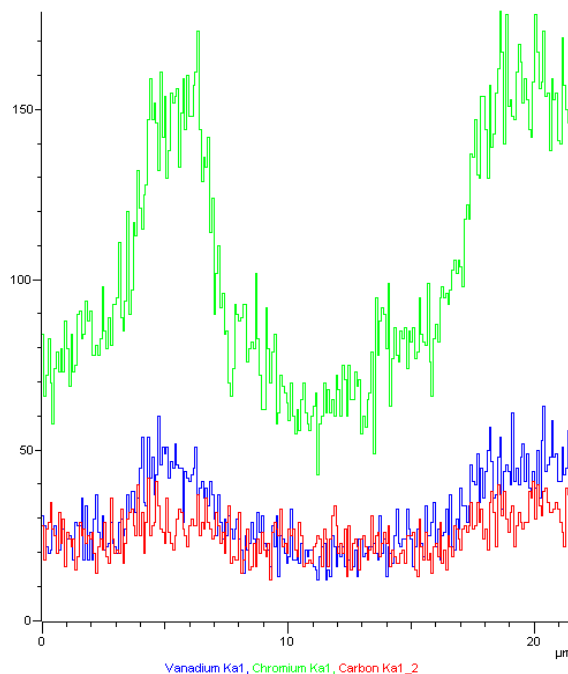
Obr. 90 K190 dendritická struktura po okrajích 1240°C, SEM

Pro přesný popis struktury a pochopení rozložení jednotlivých prvků byla provedena liniová analýza chemického složení (Obr. 91, Obr. 92). V karbidickém síťoví se vyskytoval zvýšený obsah zejména chromu, v nižším množství se zde objevoval i vanad. Karbidické síťoví bylo tedy

převážně chromové. V oblastech uvnitř karbidického síťoví, tedy v austenitu a martenzitu, se nacházelo nepatrné množství rouzpuštěného chromu a vanadu. Z této analýzy plyne, že chromové karbidy se převážně rozpustily do karbidického síťoví a vanadové karbidy zůstaly zachovány díky své vyšší teplotě tavení.



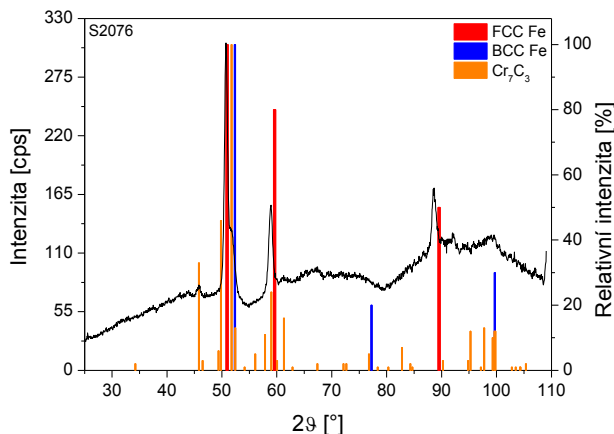
Obr. 91 K190 Liniová analýza EDX



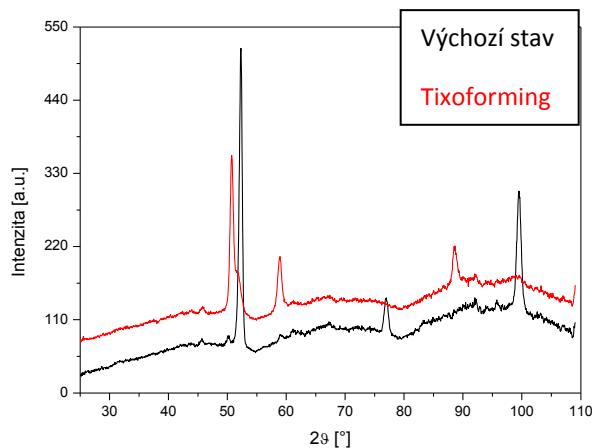
Obr. 92 K290, detail liniové analýzy chemického složení EDX

Rentgenová difrakce:

Dle rentgenové difrakce je struktura oceli K190 po mini-tixoformingu tvořena směsí austenitu 57,8%, fázi železa s kubickou prostorově centrovanou mřížkou, kdy se s největší pravděpodobností jednalo o martenzit - 33,6%, jehož tetragonalita byla tak malá, že nebyla touto metodou rozeznána. Dále byl detekován karbid chromu Cr_7C_3 s ortorombickou krystalovou mřížkou 8,6% (Tab. 15, Obr. 93). Při vyhodnocení difraktogramů výchozího stavu oceli K190 a po mini-tixoformingu byla zjištěna změna karbidické složky z Cr_7C_3 a Fe_2C na Cr_7C_3 . Dále došlo ke změně matrice z feritické na austenitickou s podílem martenzitu (Obr. 94). Přítomnost karbidu Cr_7C_3 byla předpokládána viz kapitola Vlastnosti ledeburitických ocelí a vznik karbidů.



Obr. 93 K190 difraktogram



Obr. 94 Porovnání difraktogramu výchozího stavu a stavu po mini-tixotomingu, K190

5.5.3.5 Teplota ohřevu 1230°C

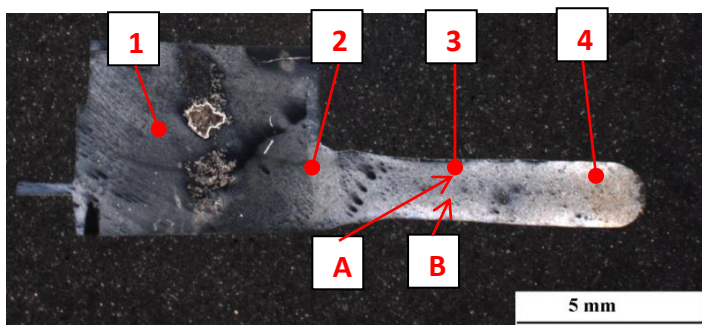
Struktura získána po ohřevu na teplotu 1240°C byla skoro téměř globulární bez přítomnosti dendritických oblastí. Tyto oblasti se vyskytovaly pouze v místě styku s nástrojem. Proto byl odzkoušen ještě režim s dalším snížení teploty o 10°C, čímž by mohlo být dosaženo eliminace této dendritické oblasti. Získaný produkt a výsledky ale ukázaly, že teplota ohřevu byla již příliš nízká. Nebyla dosažena optimální tekutost a kov nevyplnil celou drážku (Obr. 95). Produkt byl podélně rozříznut a pro základní analýzu byl zkoumán střed (Obr. 96 A) i kraj (Obr. 96 B) středové části produktu.

Mikroskopický rozbor

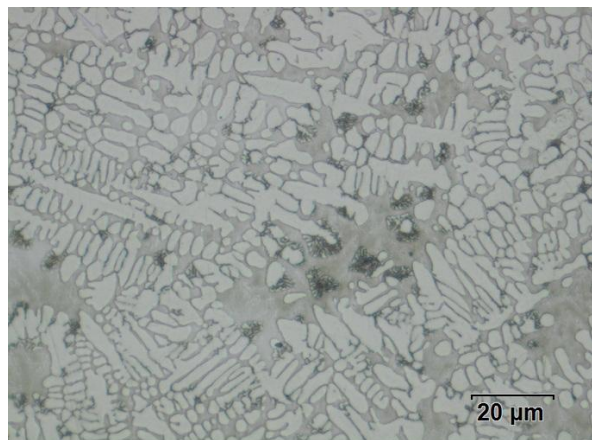
Struktura byla tvořena převážně dendrity, které se vyskytovaly jak ve středu (Obr. 97) tak na kraji produktu (Obr. 98).



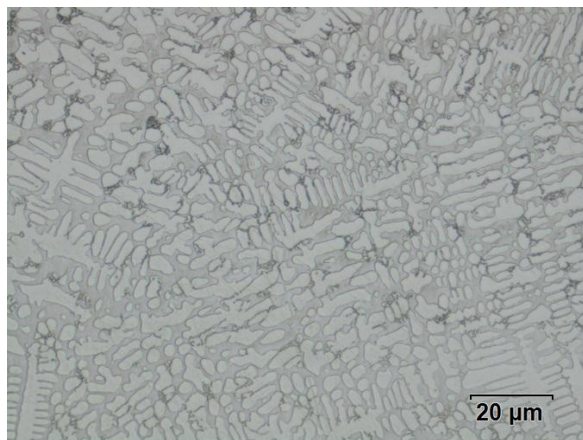
Obr. 95 K190, Detail produktu po mini-tixotomingu - 1230°C



Obr. 96 K190, Přehledové makro v podélné ose s vyznačenými analyzovanými místy - 1230°C



Obr. 97 K190, Struktura po mini-tixoforingu – pozice A - 1230°C, světelný mikroskop



Obr. 98 K190, Struktura po mini-tixoforingu - pozice B - 1230°C, světelný mikroskop

Strukturální analýza po celé délce produktu (viz příloha 10) ukazovala velmi nehomogenní strukturu, jejíž závislost nelze popsat. Ve velké části se vyskytovala dendritická struktura, tudíž nedošlo k požadovanému tixotropnímu chování materiálu, a to z důvodu nízké teploty ohřevu.

Měření tvrdosti

Po celé délce produktu byla měřena jeho tvrdost HV10 (Obr. 96, Tab. 26). Naměřená tvrdost vykazovala srovnatelné výsledky, avšak nejnižší hodnota tvrdosti byla dosažena ve středu produktu HV10 = 540, což bylo zřejmě způsobeno povahou zatečení kovu do drážky.

Tab. 26 K190 tvrdost HV 10, 1230°C

HV 10	Pozice 1 (tělo vzorku)	Pozice 2 (přechod mezi vzorkem a produktem)	Pozice 3 (střed produktu)	Pozice 4 (konec produktu)
průměr	560	566	540	548

5.5.3.6 Diskuse výsledků pro ocel K190

Při optimalizaci technologie mini-tixoforingu pro ocel K190 byla variována teplota ohřevu. Tvářecí síla i čas potřebný pro ohřev byl převzat z experimentů provedených na ocelích CPM15V a CPM S 30V. Na základě výpočtů v softwaru JMatPro a odzkoušení mini-tixoforingu na ocelích podobných vlastností byla jako výchozí teplota pro mini-tixoforing zvolena hodnota 1260°C. Produkt po mini-tixoforingu byl podroben makro i mikro analýzám. Z makro hlediska byl sledován tvar získaného produktu, kvalita povrchu a vyplnění drážky. Z mikro hlediska byl zjišťován vývoj struktury dle použité teploty ohřevu v podélném řezu a provedeno i měření tvrdosti. Při nejvyšší zkoušené teplotě mini-tixoforingu 1260°C nedošlo k úplnému vyplnění drážky a kov vytekl i v podélné ose zkušební vzorku (Obr. 71). Tento jev byl způsoben příliš velkým podílem tekuté fáze, tudíž vysokou teplotou. Struktura byla po celé délce produktu plně dendritická, kdy dendritická struktura byla považována za nevyhovující, jelikož neumožňuje tixotropní chování jako morfologie globulární (Obr. 73, Obr. 74). Produkt byl na 4 místech podroben měření tvrdosti (Obr. 72 Tab. 22), kdy se hodnoty HV10 výrazně nelišily a pohybovaly se okolo 560 HV10. Drobné odchylky byly způsobeny nehomogenní struktury. Nárůst tvrdosti oproti výchozímu stavu byl zde pozorován zhruba 320 jednotek HV.

Na základě neuspokojivých výsledků z předchozího experimentu byla teplota ohřevu pro mini-tixofforming oceli K190 snížena o 5°C na teplotu 1255°C. Ukázalo se, že takto malý pokles teploty nemá zásadní vliv na vlastnosti výsledného produktu. Kov opět nevyplnil celou drážku a opět vytekl ve směru podélné osy (**Obr. 75**). Struktura ve středu středové části produktu však již vykazovala náznaky globulárních útvarů austenitu s uloženým martenzitem (**Obr. 77**). Po okraji produktu byla však struktura stále plně dendritická (**Obr. 78**). Produkt byl podroben měření tvrdosti ve čtyřech místech, tyto hodnoty (okolo HV10 = 550) se zásadně nelišily a byly způsobeny zejména drobnými niancemi ve struktuře (**Tab. 23**). Nárůst tvrdosti ve srovnání s výchozím stavem byl o více než 300 jednotek HV.

Kvůli těmto výsledkům byla teplota ohřevu snížena o dalších 5°C na teplotu 1250°C. Kov opět nevyplnil drážku požadovaným způsobem a vytekl do meziprostoru mezi zkušebním vzorkem a formou, avšak méně ve srovnání s experimentem na teplotě 1255°C (**Obr. 79**). Struktura ve středu produktu již obsahovala vyšší podíl globulárních částic a dendritické uspořádání ustupovalo (**Obr. 81**). Po okraji produktu byla struktura stále převážně dendritická (**Obr. 82**). Po celé délce produktu byla měřena jeho tvrdost HV10 a tyto hodnoty se pohybovaly kolem hodnoty 550 (**Tab. 24**).

Z předchozích experimentů vyplývá, že se snižující se teplotou ubývá dendriticky uspořádaná struktura a podporuje se vznik globulárních útvarů austenitu. Proto byla teplota mini-tixoformingu ještě snížena o 10°C na teplotu 1240°C. Došlo k úplnému vyplnění drážky a nedošlo k téměř žádnému vytečení kovu mimo požadovanou oblast. Povrch produktu byl bez výrazných defektů (**Obr. 84**). Struktura ve středu středové části byla zcela tvořena globulárními útvary austenitu, které byly ohraničeny karbidickým síťovím (**Obr. 85**). Po okraji produktu byla ale stále nalezena v tenké linii o tloušťce méně než 1mm plně dendritická struktura (**Obr. 86**). Ve čtyřech místech byla na produktu měřena jeho tvrdost HV 10. Hodnoty se pohybovaly kolem 590 HV10, ve srovnání s předchozími experimenty bylo dosaženo výrazně vyšších hodnot a oproti výchozímu stavu nárůst o zhruba 350 jednotek HV (**Tab. 25**). Vzhledem k požadovaným výsledkům ve středu produktu byl produkt podroben dalším analýzám. Skenovací elektronová analýza potvrdila, že uvnitř některých globulárních austenitických zrn se vyskytuje martenzit (**Obr. 88**). Rentgenovou difrakční fázovou analýzou bylo zjištěno, že struktura obsahuje 57,8 % austenitu 33,6 % martenzitu a 8,6 % karbidu Cr₇C₃ (**Tab. 15**).

Aby došlo k odstranění i poslední dendritické oblasti v místě styku s nástrojem bylo odzkoušeno poslední snížení teploty ohřevu na 1230°C. Ukázalo se, že v tomto případě byla již teplota příliš nízká, a podíl tekuté fáze nebyl dostatečný. Kvůli tomu byla tekutost kovu omezená a nedošlo k vyplnění celé drážky (**Obr. 95**). Pozorovaná struktura byla opět plně dendritická (**Obr. 97 Obr. 98**). Tvrdost HV10 měřená ve čtyřech místech dosahovala hodnoty okolo 550, což je hodnota nižší než v předchozím případě (**Tab. 26**).

V průběhu této části experimentu byla pro ocel K190 provedena optimalizace technologie mini-tixoformingu. Byl získán výsledný produkt o požadované kvalitě a bez makro a mikro defektů. Výsledná struktura byla tvořena austenitickými globulárními útvary, ve kterých se ve většině případů vyskytoval martenzit. Tyto útvary byly obklopeny karbidickým síťovím, dále se ve struktuře vyskytovaly karbidy vanadu. Podařilo se provést tixofforming na oceli, na které dle odborné literatury, podobný experiment nebyl dosud aplikován a pro tento proces nalézt optimální podmínky (**Tab. 27**).

Tab. 27 Optimální parametry mini-tixoformingu pro ocel K190

Doba ohřevu [s]	Teplota ohřevu [°C]	Tvářecí síla [kN]
56	1240	7

6. ZÁVĚR:

Diplomová práce byla zaměřena na využití tixoformingu pro oceli vyrobené práškovou metalurgií. V první části práce byla technologie tixoformingu podrobně popsána z teoretického hlediska. Diskutovány byly vlivy jednotlivých parametrů na průběh procesu, výhody a nevýhody technologie. Na základě literární rešerže byly zvoleny materiály pro experiment. Výběr proběhl ze skupiny ocelí vyrobených práškovou metalurgií, a to z důvodu možné variability jejich chemického složení a možnosti vysokého obsahu některých prvků. Důraz byl kladen na různý obsah uhlíku a karbidotvorných prvků, zejména pak vanadu. Karbidy vanadu mají díky své vysoké teplotě tavení potenciál zůstat v nenataveném stavu během tváření a umožnit tak vznik nekonvenční struktury po tixoformingu. Pro zvolené materiály byl proveden teoretický výpočet teplotního intervalu, jež popisuje výskyt materiálů v polotekutém stavu. Na základě tohoto výpočtu byly určeny výchozí parametry pro experiment a následně bylo odzkoušeno několik režimů, kde byla provedena optimalizace parametrů zpracování, zejména teploty ohřevu. Všechny produkty byly podrobeny podrobným analýzám.

U všech vybraných ocelí – CPM 15V, CPM S30V a K190 - se podařilo nalézt optimální parametry pro tixoforming. Oceli CPM S30V a K190 vykazovaly standartní strukturu po tixoformingu o vysoké tvrdosti. U oceli CPM 15V byla získána nekonvenční struktura, ve které se podařilo zachovat tvrdé karbidy vanadu v houževnaté austenitické matici a nedošlo k jejich rozpuštění do křehkého karbidického síťoví. Tato nová struktura přináší pro výsledný produkt potenciál vykazovat dobré mechanické a ořezvzdorné vlastnosti. Optimální parametry pro tixoforming oceli CPM 15V byl ohřev dlouhý 56s na teplotu 1270°C, kde po dosažení této teploty následovalo okamžité tváření silou 7kN. Na základě toho byl vyroben produkt, který kompletně vyplnil požadovanou dutinu, tedy dlouhý 20 mm. U oceli CPM S30V byly vyhodnoceny stejné optimální parametry experimentu: ohřev 56s, teplota ohřevu 1270°C a okamžité tváření silou 7kN. Produkt dosahoval délky 20 mm a struktura byla tvořena polyedrickými austenitickými útvary s uloženým martenzitem, které byly obklopeny karbidickým síťovím, ve struktuře se vyskytovaly i nerozpuštěné karbidy. Optimálními parametry tixoformingu pro ocel K190 byl ohřev po dobu 56s na teplotu 1240°C a následné tváření silou 7kN. Struktura výsledného produktu, který dosahoval délky 20 mm, byla tvořena polyedrickými útvary austenitu s uloženým martenzitem obklopenými karbidickým síťovím. Ve struktuře se dále vyskytovaly nerozpuštěné karbidy.

V experimentální části diplomové práce byly splněny oba dva vytyčené cíle. Podařilo se aplikovat tixoforming na tři nové materiály a nalézt optimální podmínky těchto procesů. U jedné oceli – CPM 15V - se navíc podařilo získat nekonvenční strukturu po tixoformingu, která má potenciál vykazovat velmi dobré mechanické a ořezvzdorné vlastnosti.

POUŽITÁ LITERATURA

- [1] CEZARD, Pierre, T. SOURMAIL a P. KAPRANOS. Thixoforming of Steel: A State of the Art from an Industrial Point of View. *Solid State Phenomena* [online]. 2008, 141-143, 1-2, s. 25-35 [cit. 2013-04-06]. ISSN 1662-9779. DOI: 10.4028/www.scientific.net/SSP.141-143.25. Dostupné z: <http://www.scientific.net/SSP.141-143.25>
- [2] BARTOVSKÁ, Lidmila a Marie ŠIŠKOVÁ. *Co je co v povrchové a koloidní chemii: Výkladový slovník*. 2005. Dostupné z: http://vydavatelstvi.vscht.cz/knihy/uid_es-001/ebook.help.htm [cit. 2013-04-06].
- [3] Datei:Thixotropie und Rheopexie.svg. In: *Wikipedia: the free encyclopedia* [online]. San Francisco (CA): Wikimedia Foundation, 2001- [cit. 2013-04-06]. Dostupné z: http://de.wikipedia.org/wiki/Datei:Thixotropie_und_Rheopexie.svg
- [4] Thixotropy. In: *Wikipedia: the free encyclopedia* [online]. San Francisco (CA): Wikimedia Foundation, 2001-2013 [cit. 2013-04-06]. Dostupné z: <http://en.wikipedia.org/wiki/Thixotropy>
- [5] SERVIS CENTRUM. *Tixotropie*. Brno, 2005. Dostupné z: http://www.sc-brno.cz/pomocne-prostredky---redidlove-systemy/tixotropie_1/
- [6] AIŠMAN, David. *Vyvinutí technologie tváření velmi malých těles v tixotropním stavu*. Plzeň, 2010/2011. Písemná zpráva ke státní doktorské zkoušce. Západočeská univerzita v Plzni. Vedoucí práce Bohuslav Mašek.
- [7] M. ROBELET, M., RASSILI, FISCHER, A., Steel Grades Adapted to the Thixoforming Process: Metallurgical Structures and Mechanical Properties, *Solid State Phenomena*. 116-117 (2006), 712-716.
- [8] KAPRANOS, P. Thixoforming A201 aluminium alloy: is there a future in aerospace applications?. *La Metallurgia Italiana: Memorie*. 2012, 7-8/2012, s. 25-29. Dostupné z: http://www.aimnet.it/allpdf/pdf_pubbli/lug12/KAPRANOS.pdf
- [9] CHAYONG, S., H.V. ATKINSON a P. KAPRANOS. Thixoforming 7075 aluminium alloys. *Materials Science and Engineering: A*[online]. 2005, roč. 390, 1-2, s. 3-12 [cit. 2013-04-06]. ISSN 09215093. DOI: 10.1016/j.msea.2004.05.004. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0921509304005428>
- [10] ČÍŽEK, Lubomír, Miroslav GREGER, Jiřina HUBÁČKOVÁ, Libor PAWLICA, Radim KOCICH, Ivo JUŘIČKA a Tomasz TAŃSKI. Influence of Aluminium Content on Behaviour of Magnesium Cast Alloys in Bentonite and Furan Sand. In: *METAL 2005* [online]. 2005 [cit. 2013-04-06]. Dostupné z: <http://konference.tanger.cz/data/metal2005/sbornik/papers/192.pdf>
- [11] YAN, Hong. Study on Thixotropic Plastic Forming of Wrought Magnesium Alloy. *Magnesium Alloys - Design, Processing and Properties*. 2001, č. 7, s. 299-406. ISSN 978-953-307-520-4. Dostupné z: http://cdn.intechopen.com/pdfs/12754/InTech-Study_on_thixotropic_plastic_forming_of_wrought_magnesium_alloy.pdf
- [12] Püttgen, W., Hallstedt, B., Bleck, W., Uggowitzer, P. J. *Acta Mater.* 2007, 55, 1033
- [13] Consulting services to the Metal Industry. *The Medison Group: Rheocasting* [online]. 2006 [cit. 2013-04-06]. Dostupné z: <http://www.themidsongroup.com/rheocasting.html>
- [14] Výroba odlitků ze slitin hliníku. In: *Kps: Tul* [online]. 2007 [cit. 2013-04-06]. Dostupné z: http://www.ksp.tul.cz/cz/ksm/obsah/vyuka/MV-cv_3.pdf

- [15] BASNER, Tim. Rheocasting of Semi-Solid A357 Aluminum. *SAE technical paper series* [online]. 2000, roč. 01, č. 0059, s. 5 [cit. 2013-04-06]. ISSN 0148-7191. Dostupné z: http://stealth316.com/misc/delphi_rheocasting.pdf
- [16] W.R.Loué, M.Suéry, *Mat.Sci. Eng. A203* (1995) pp.1-13
- [17] Creeden T.P., Corrente R.S., Tims M.L., Dax F.R., *Trans. of the 18th Int. Die casting Cong. And Expo., NADCA, 1995*, pp.501-506
- [18] DRÁBKOVÁ, Sylva. *Mechanika tekutin*. Ostrava: Vysoká škola báňská - Technická univerzita, 2007. ISSN 978-80-248-1508-4.
- [19] E. Becker, R. Bigot, L. Langlois, V. Favier, J.C. Pierret, P. Cezard, *Proc. of 11th ESAFORM Conf. on Material forming* (2008).
- [20] JIRKOVÁ, Hana, David AIŠMAN a Bohuslav MAŠEK. Unconventional structure of X210Cr12 steel obtained by thixoforming. *Journal of Alloys and Compounds* [online]. 2010, č. 504 [cit. 2013-04-06]. Dostupné z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S092583881000397X>
- [21] PETRUŽELKA, Jiří. Nekonenční metody tváření. In: *VYSOKÁ ŠKOLA BÁŇSKÁ-TECHNICKÁ UNIVERZITA OSTRAVA Fakulta strojní* [online]. Ostrava, 2002 [cit. 2013-04-06]. Dostupné z: <http://www.345.vsb.cz/jiripetruzelka/Texty/NEKONVENCNI.pdf>
- [22] Prášková metalurgie. In: *Stefanmichna: Progresivní technologie* [online]. 2003 [cit. 2013-01-09]. Dostupné z: http://www.stefanmichna.com/download/progresivni-technologie/praskova_metalurgie.pdf
- [23] Prášková metalurgie. In: *Ateam* [online]. 2003 [cit. 2013-04-06]. Dostupné z: http://www.ateam.ic.cz/praskova_metalurgie.pdf
- [24] Prášková metalurgie. In: *Wikipedia: the free encyclopedia* [online]. San Francisco (CA): Wikimedia Foundation, 2001-2013 [cit. 2013-04-06]. Dostupné z: http://cs.wikipedia.org/wiki/Pr%C3%A1kov%C5%A1kov%C3%A1_metalurgie
- [25] Data sheet: CPM 15V. *LatrobeSteel* [online]. 2010 [cit. 2013-04-07]. Dostupné z: http://www.latrobeSteel.com/assets/documents/datasheets/CPM_15V.pdf
- [26] TOOLING ALLOYS DATA SHEET CPM® 15 V. *Zapp* [online]. 2012 [cit. 2013-04-07]. Dostupné z: http://www.zapp.com/fileadmin/downloads/01-Produkte/Datenblaetter-Werkzeuglegierungen/CPM%2015V_E.pdf
- [27] CPM 15V Powder Metal Tool Steel. *Hudson Metals Corporation* [online]. 2012 [cit. 2013-04-07]. Dostupné z: <http://www.hudson-metals.com/pages/technical/cpm15V/cpm15V.html>
- [28] Data sheet: CPM 15V. *Crucible* [online]. 2010 [cit. 2013-04-07]. Dostupné z: <http://www.crucible.com/PDFs/DataSheets2010/Cds15Vv1%202010.pdf> www.hudson-metals.com/pages/technical/cpm15V/cpm15V.html
- [29] Data sheet: CPM S30V. *Crucible* [online]. 2010 [cit. 2013-04-07]. Dostupné z: <http://www.crucible.com/PDFs/DataSheets2010/dsS30Vv1%202010.pdf>

- [30] TOOLING ALLOYS DATA SHEET CPM® S 30 V. *Zapp* [online]. 2006 [cit. 2013-04-07]. Dostupné z: http://www.zapp.com/fileadmin/downloads/01-Produkte/Datenblaetter-Werkzeuglegierungen/CPM%20S30V_E.pdf
- [31] Bohler K190. *Bohler* [online]. 2004 [cit. 2013-04-07]. Dostupné z: <http://www.bohler.at/deutsch/files/downloads/K190DE.pdf>
- [32] BÍLEK, Pavel a Jana SOBOTOVÁ. Metodika hodnocení strukturních změn v ocelích při tepelném zpracování. In: *Konference studentské tvůrčí činnosti: CVUT* [online]. 2010 [cit. 2013-04-07]. Dostupné z: <http://stc.fs.cvut.cz/History/2010/Sbornik/papers/pdf/BilekPavel-336906.pdf>
- [33] MUŠATOVÁ, Veronika. Vliv tepelného zpracování Cr-V ledeburitické oceli. In: *Konference studentské tvůrčí činnosti: CVUT* [online]. 2011 [cit. 2013-04-07]. Dostupné z: <http://stc.fs.cvut.cz/History/2011/Sbornik/papers/pdf/1100027-1.pdf>
- [34] BEDOLLA-JACUINDE, A., B. HERNÁNDEZ a L. BÉJAR-GÓMEZ. SEM study on the M7C3 carbide nucleation during eutectic solidification of the high-chromium white irons. In: *Basic* [online]. Munich, 2005 [cit. 2013-04-07]. Dostupné z: <http://www.iim.umich.mx/profes/abedolla../publicaciones/Metallkunde.pdf>
- [35] JMatPro: Practical software for mechanical properties. In: *Sentesoftware: Surrey Technology Centre* [online]. 2012 [cit. 2013-04-07]. Dostupné z: <http://www.sentesoftware.co.uk/jmatpro.aspx>
- [36] Vanadium carbide. In: *Wikipedia: the free encyclopedia* [online]. San Francisco (CA): Wikimedia Foundation, 2001- [cit. 2013-05-18]. Dostupné z: http://en.wikipedia.org/wiki/Vanadium_carbide

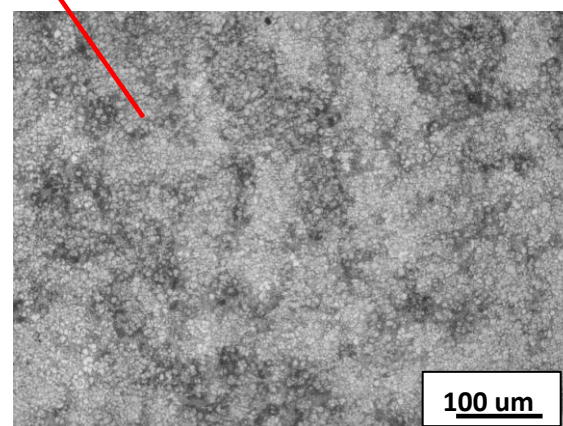
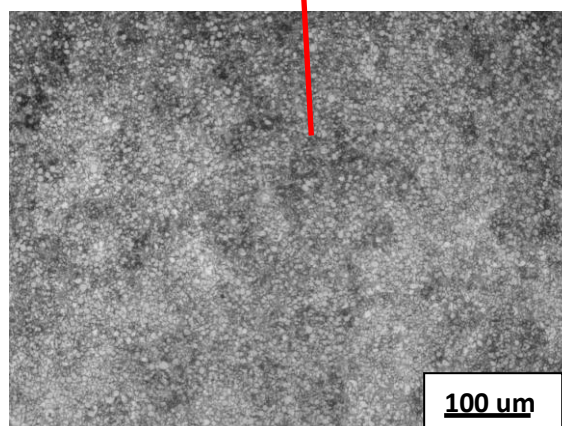
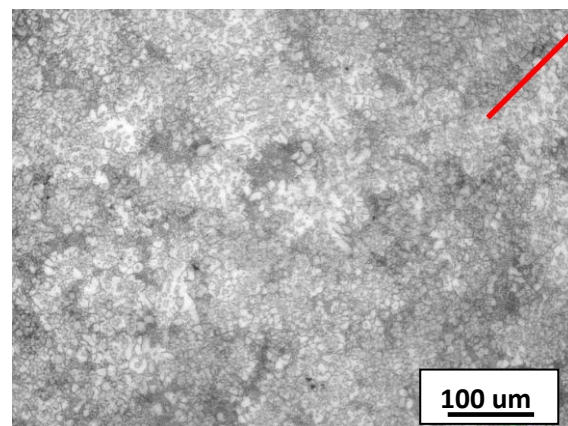
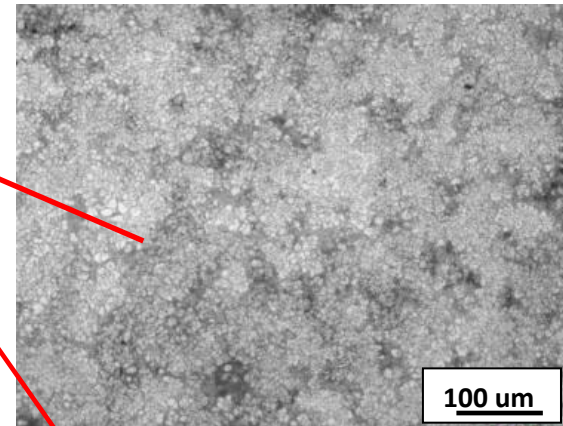
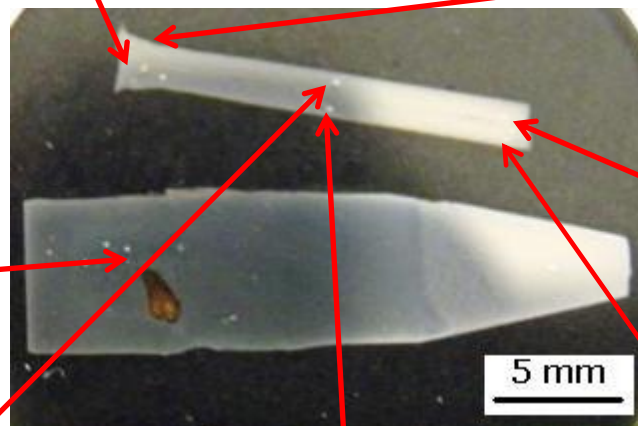
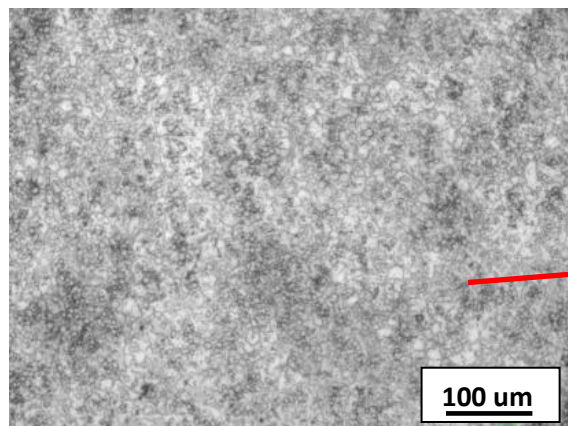
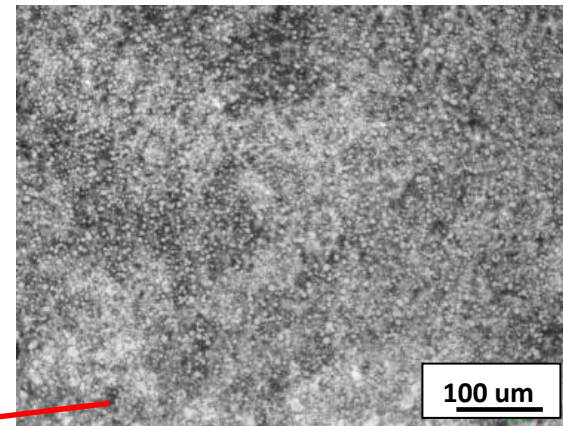
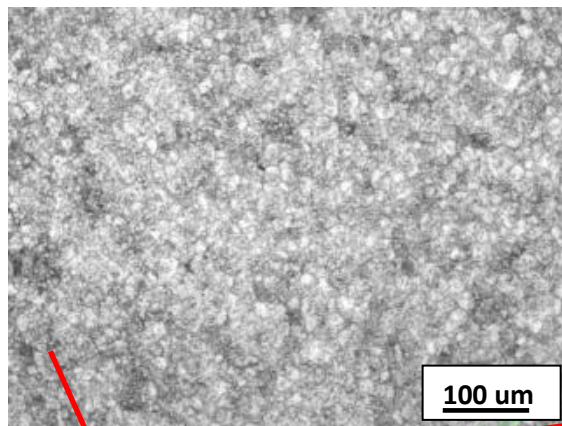
Přílohy

Obsah

1.	CPM 15V – 1270°C	1
2.	CPM 15V – 1265°C	2
3.	CMP S30V – 1280°C.....	3
4.	CPM S30V – 1270°C.....	4
5.	CMP S30V- 1260°C	5
6.	K190 – 1260°C.....	6
7.	K190 – 1255°C.....	7
8.	K190 – 1250 °C.....	8
9.	K190 – 1240°C.....	9
10.	K190 – 1230°C	10

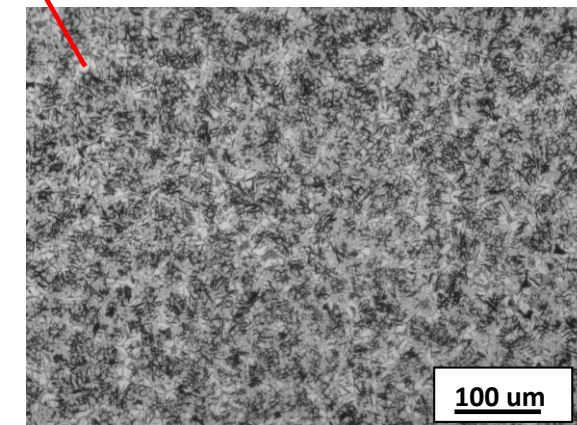
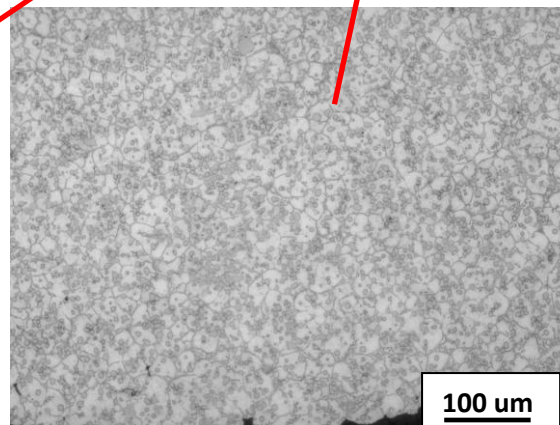
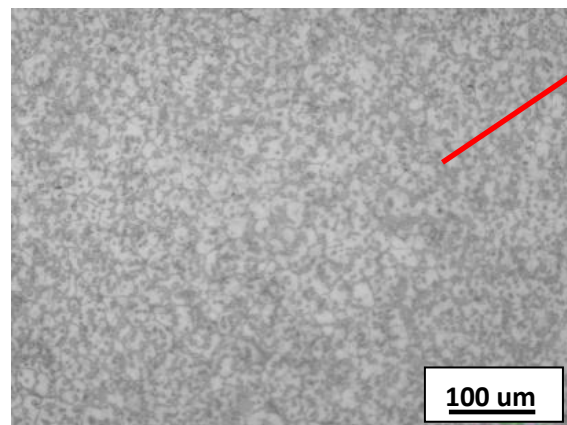
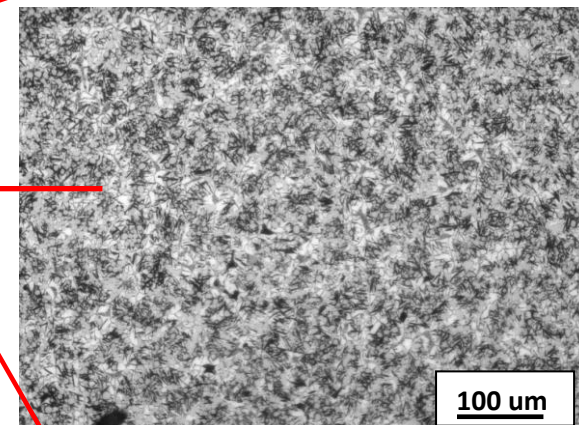
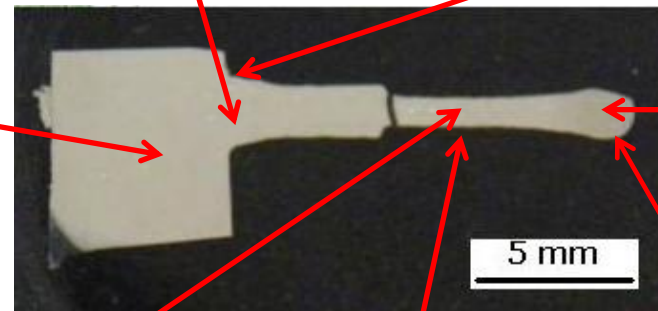
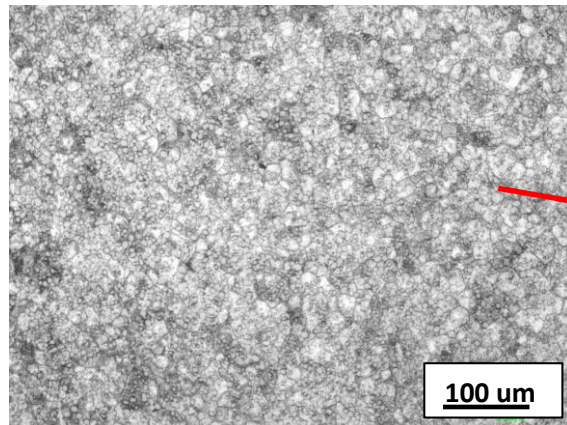
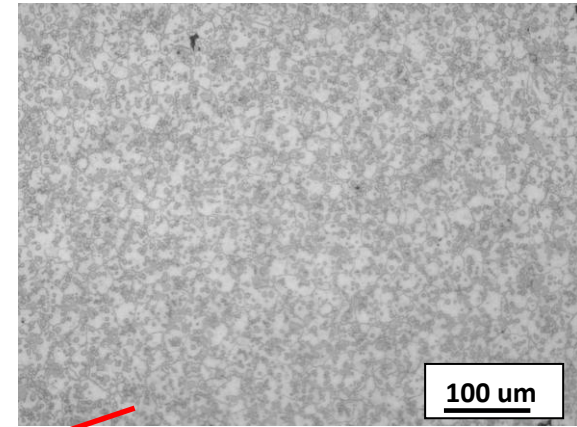
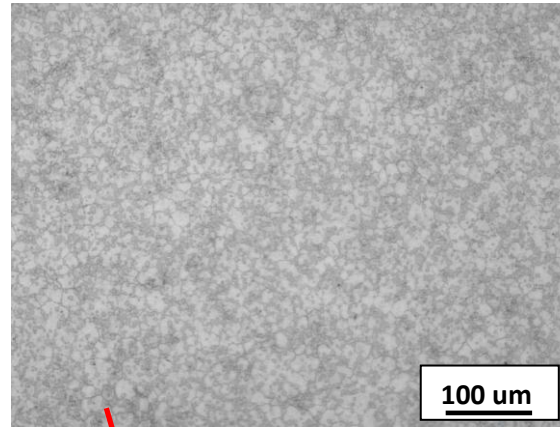
1. CPM 15V – 1270°C

- produkt kompletně vyplnit dutinu
- homogenní struktura po celém produktu
- karbidy uložené v matrici



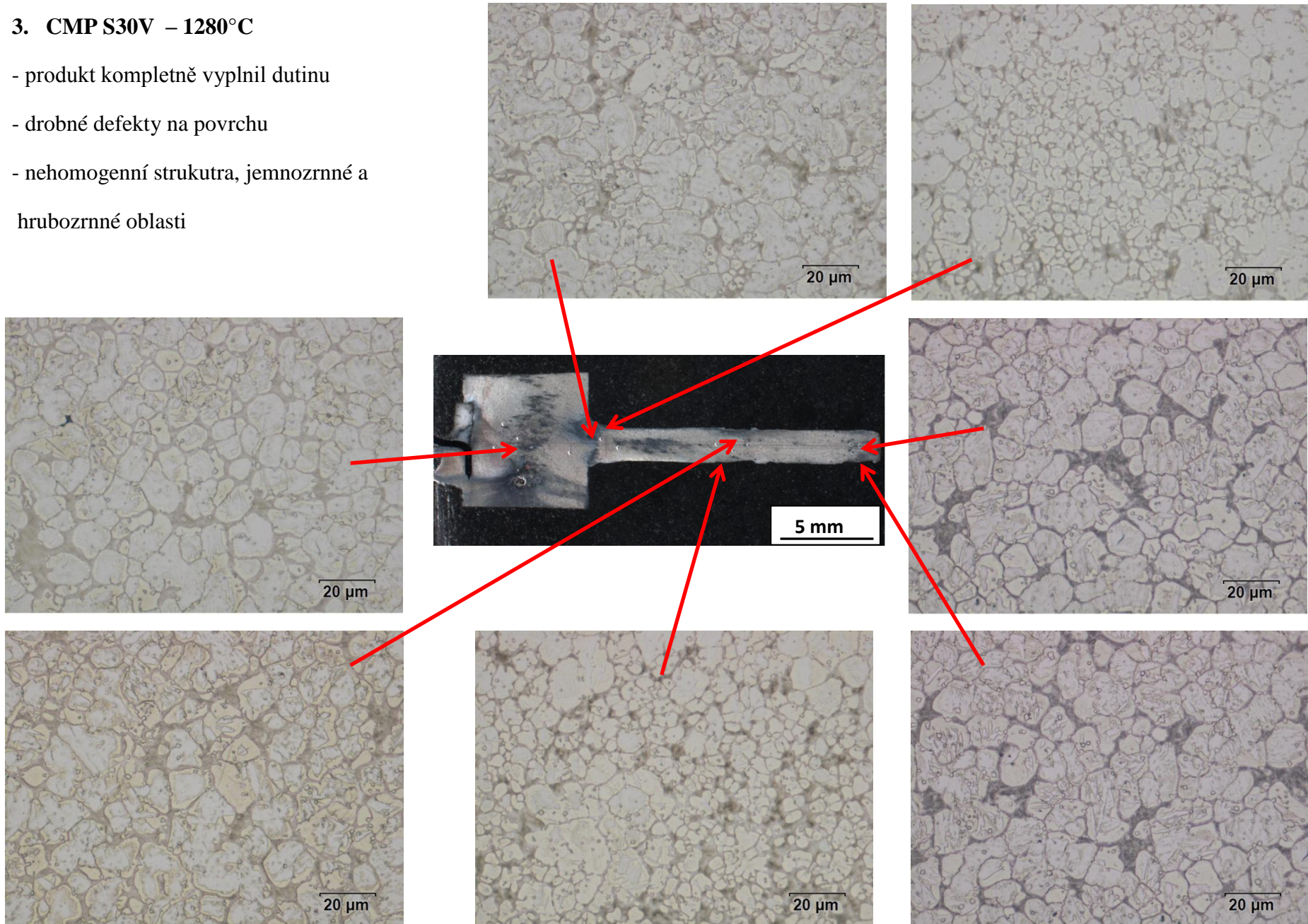
2. CPM 15V – 1265°C

- produkt nevyplnil celou dutinu, defekty
- na konci produktu martenzitická struktura s disperzními karbidy
- produkt (krom konce) homogení struktura disperzní karbidy v matrici



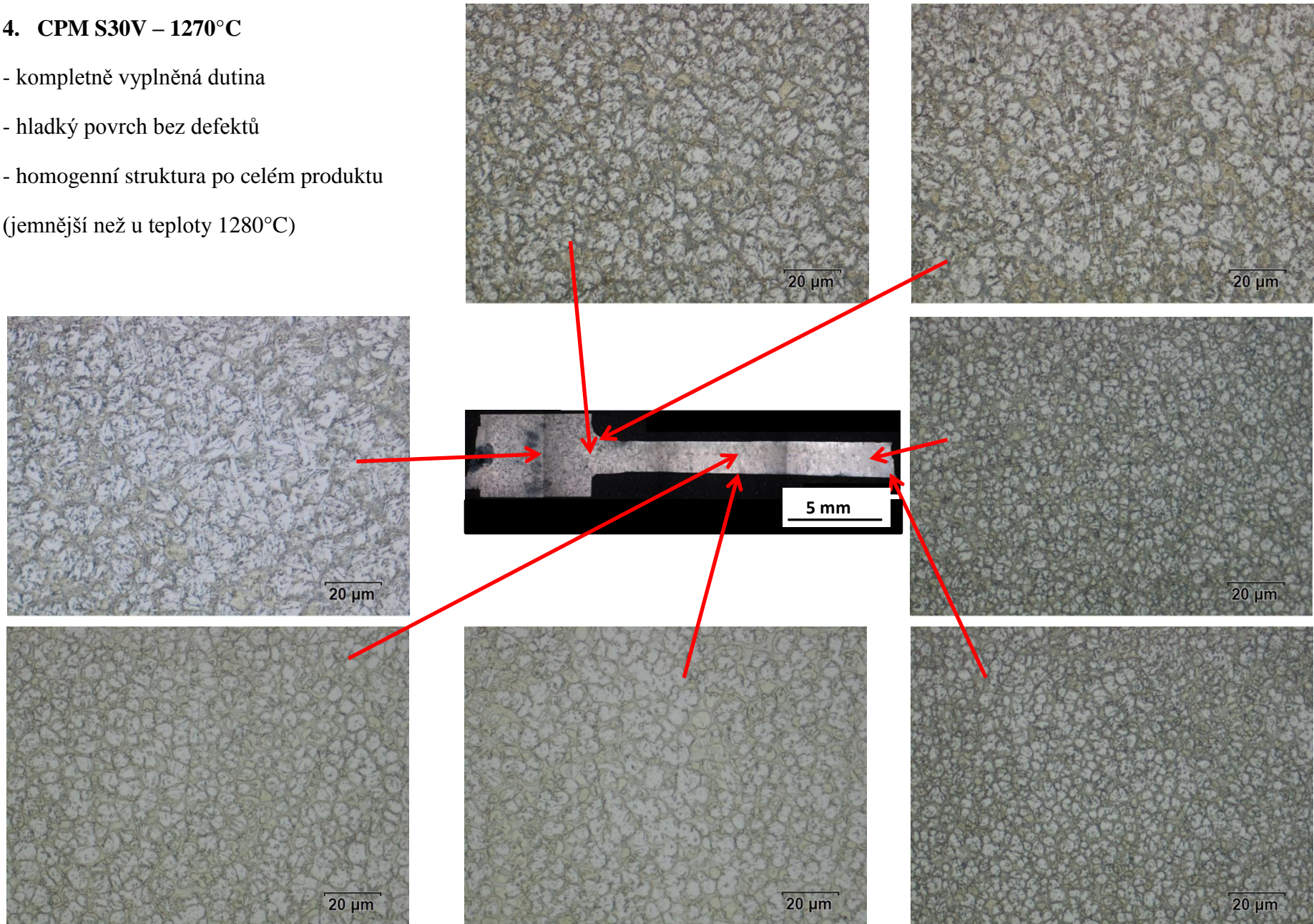
3. CMP S30V – 1280°C

- produkt kompletně vyplnil dutinu
- drobné defekty na povrchu
- nehomogenní strukutra, jemnozrnné a hrubozrnné oblasti



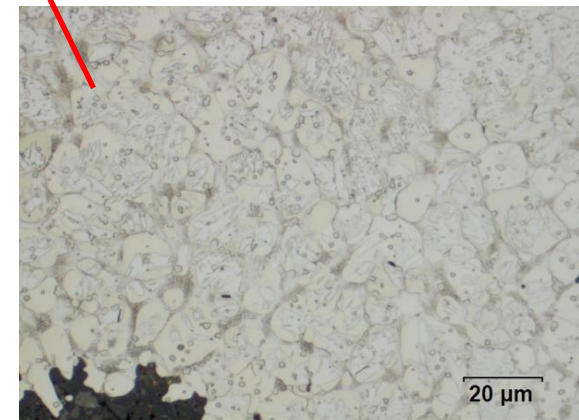
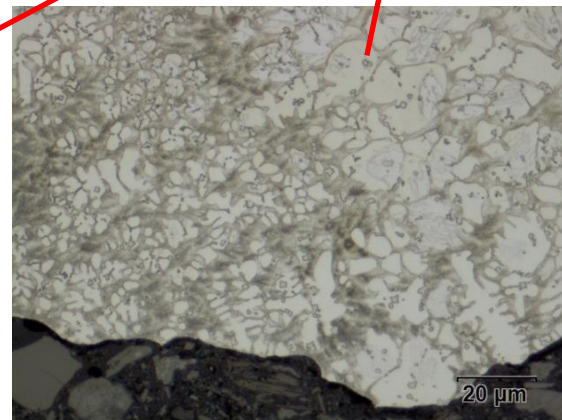
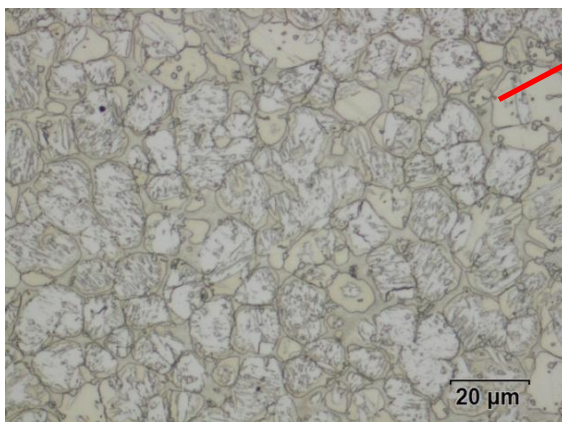
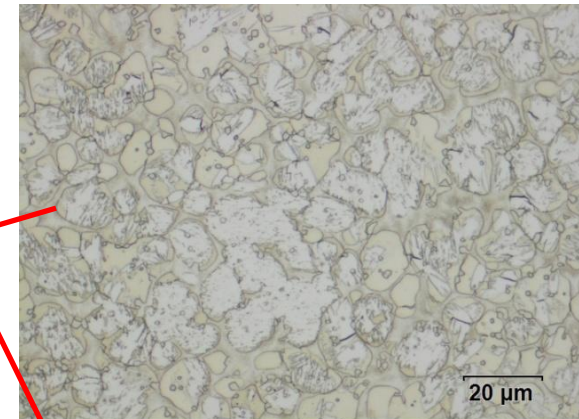
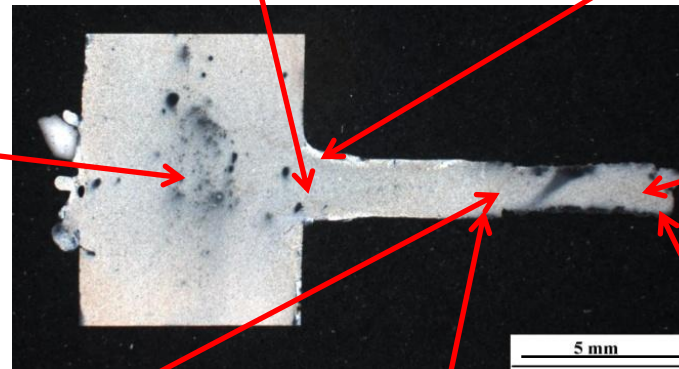
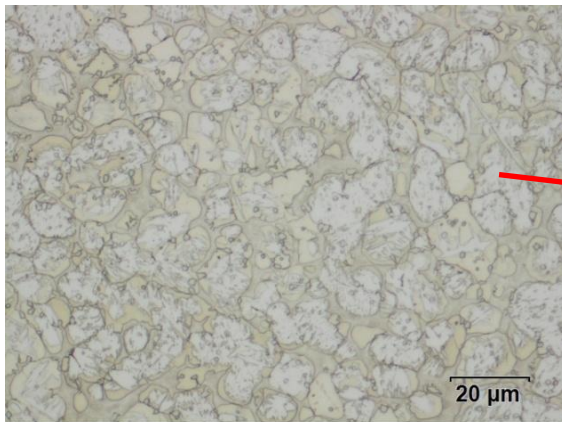
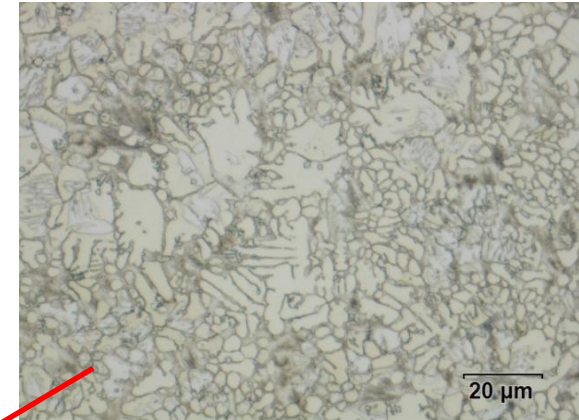
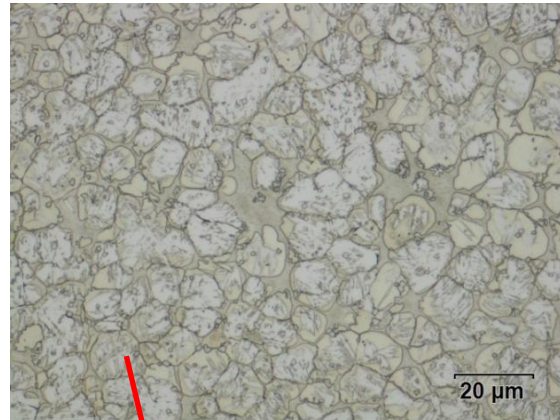
4. CPM S30V – 1270°C

- kompletně vyplněná dutina
 - hladký povrch bez defektů
 - homogenní struktura po celém produktu
- (jemnější než u teploty 1280°C)



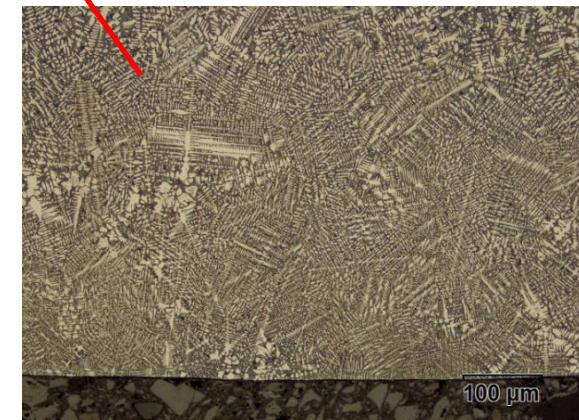
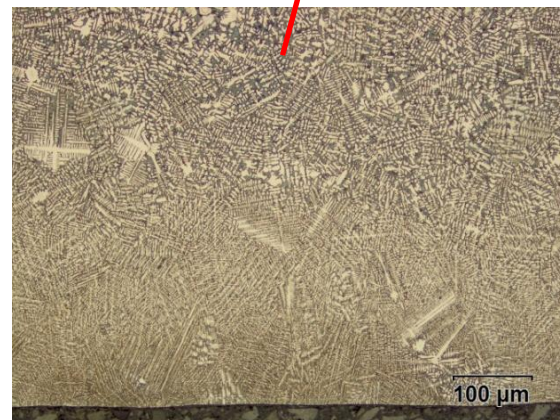
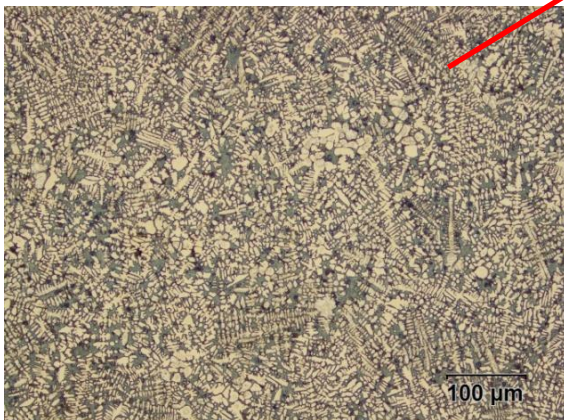
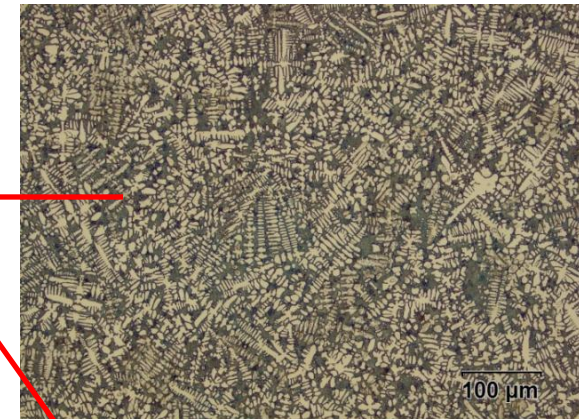
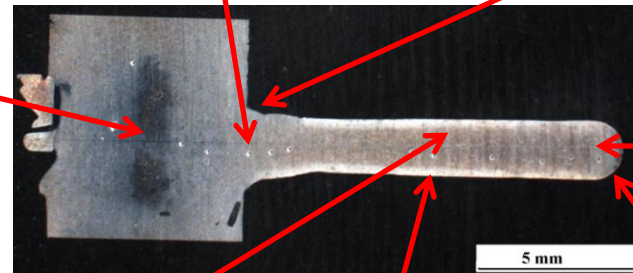
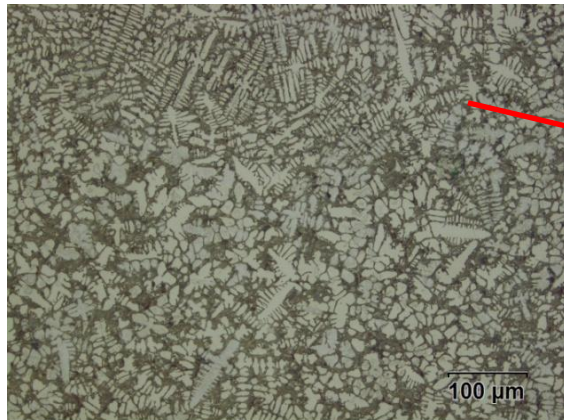
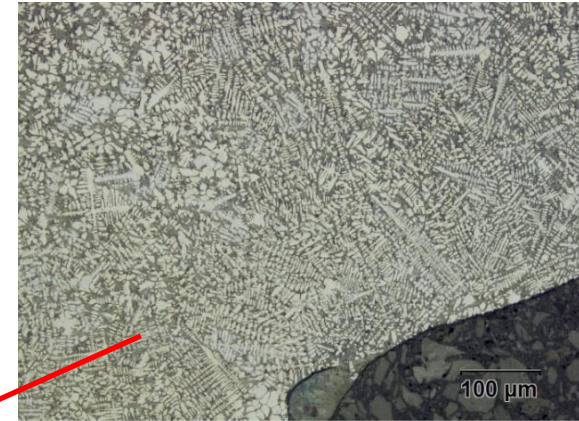
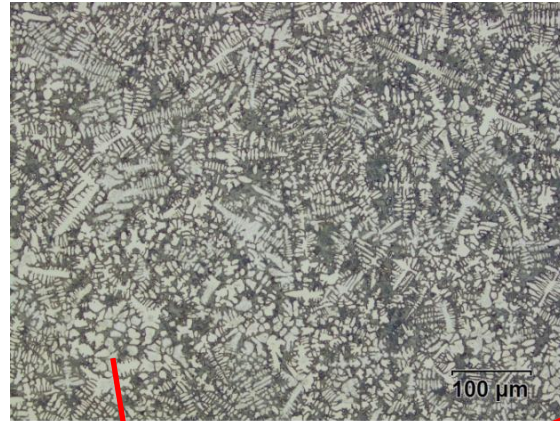
5. CMP S30V- 1260°C

- nedokonale vyplněná dutina
- defekty na povrchu
- nehomogenní struktura, v některých místech v okrajových oblastech dendritická



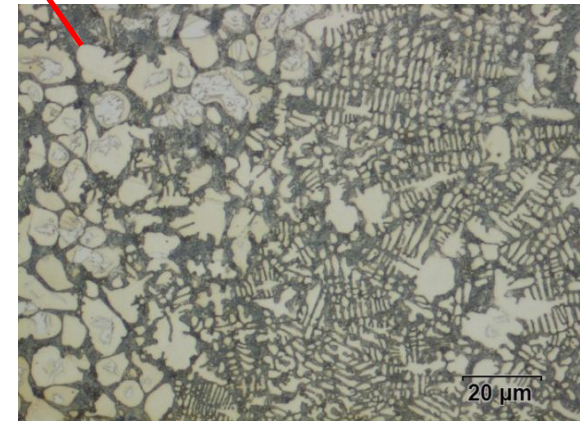
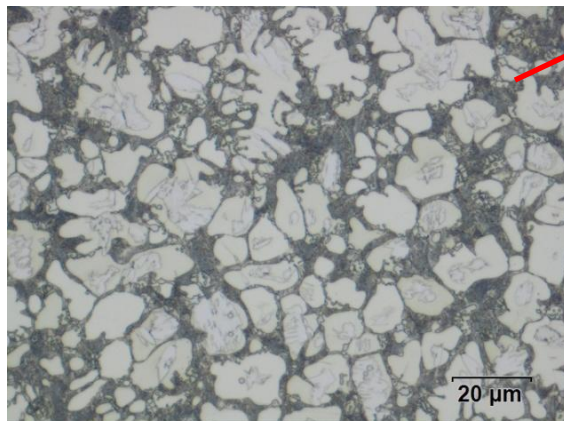
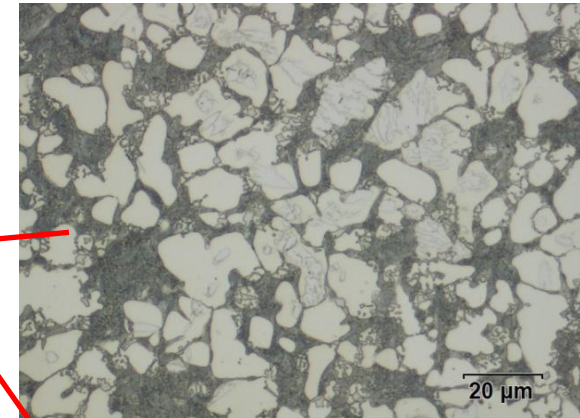
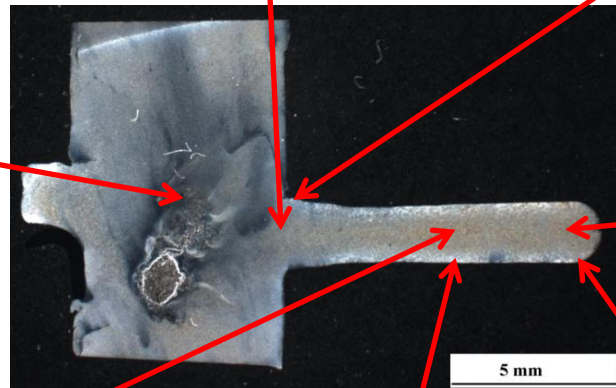
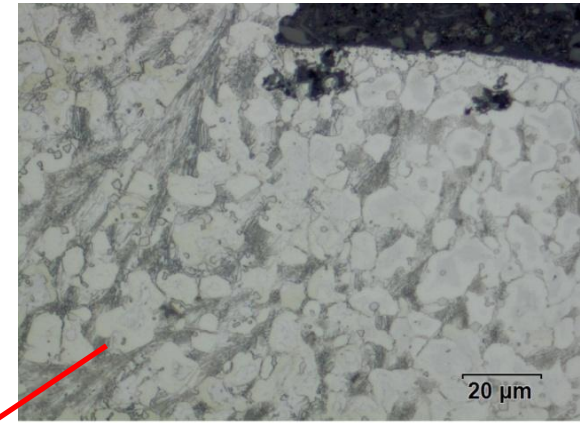
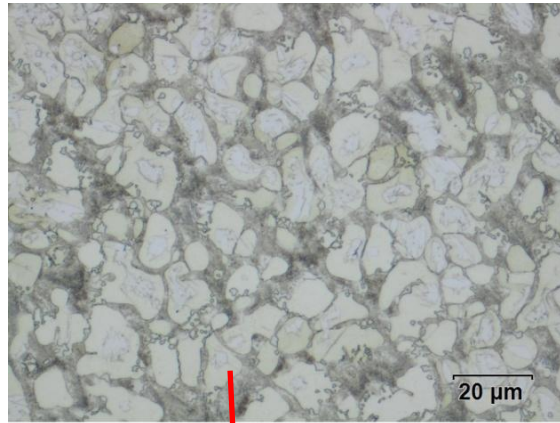
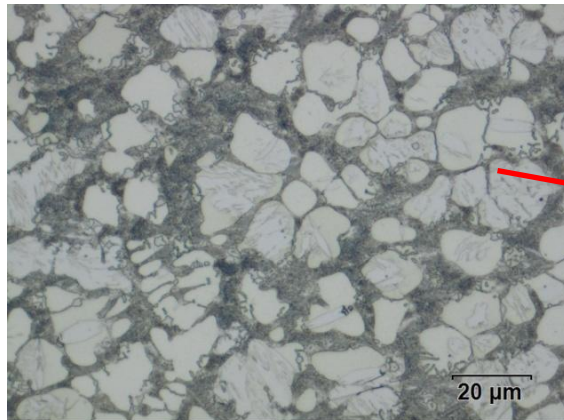
6. K190 – 1260°C

- zcela vyplněná dutina
- povrch bez defektů
- dendritická struktura v celém produktu



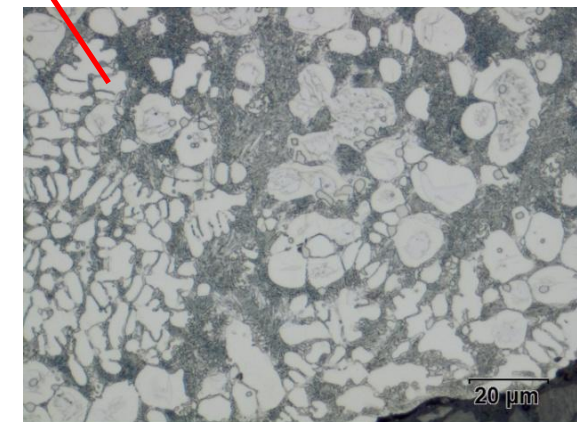
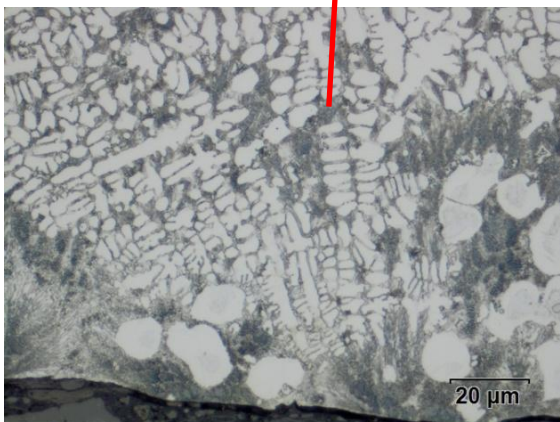
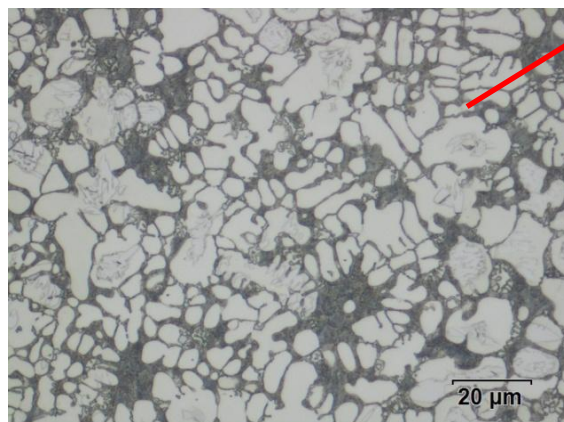
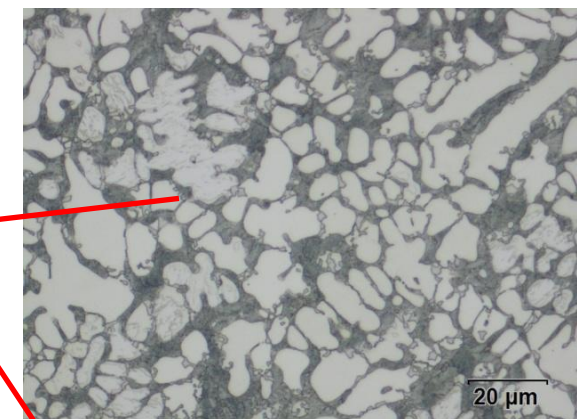
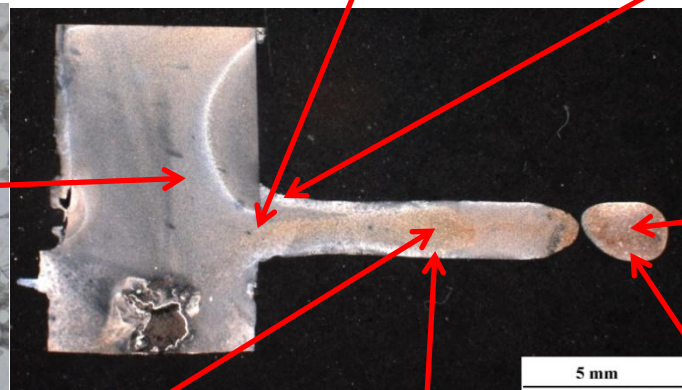
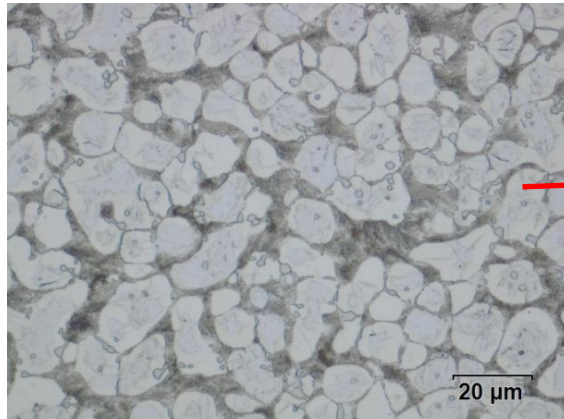
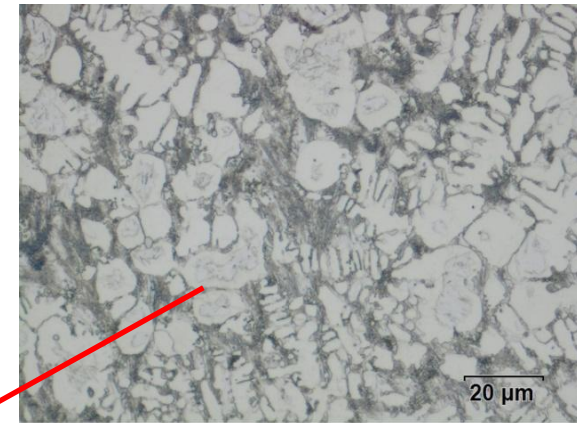
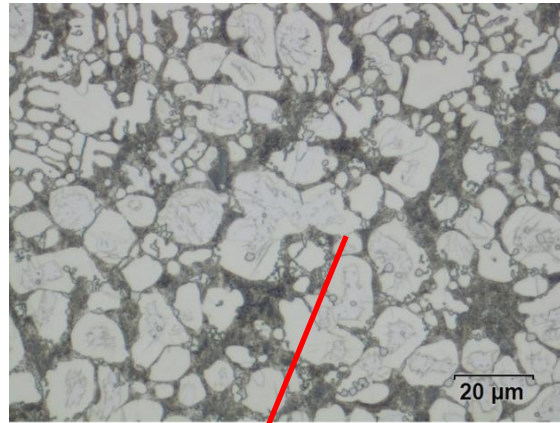
7. K190 – 1255°C

- nedokonale vyplněná drážka
- nehomogenní struktura
- dendritická struktura zejména po okrajích produktu



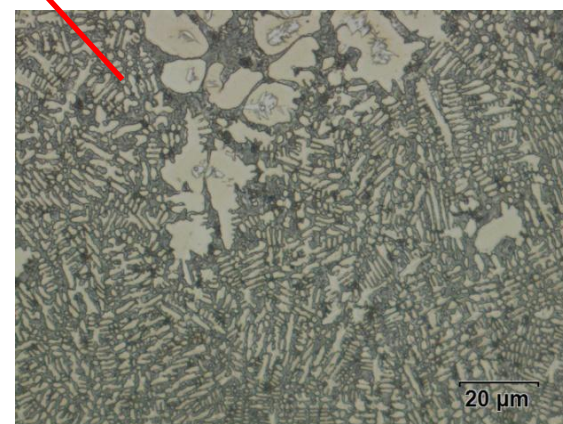
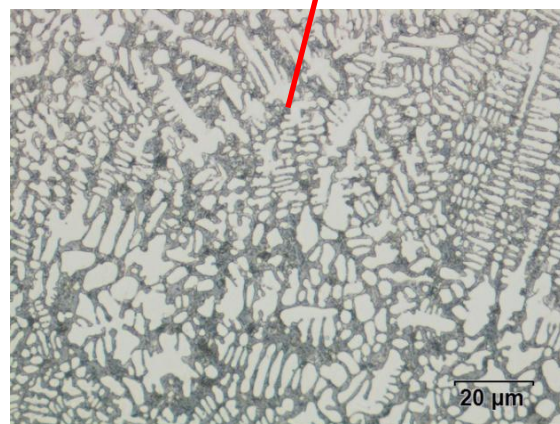
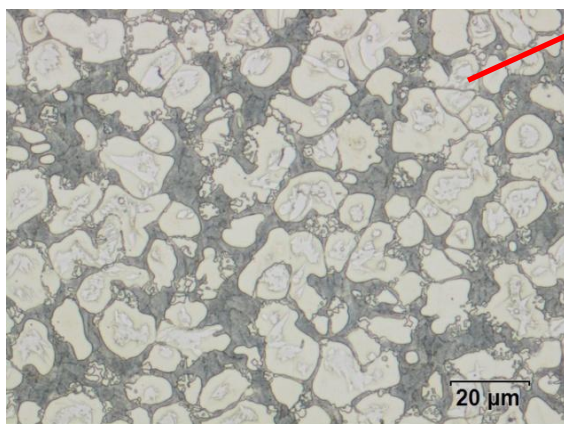
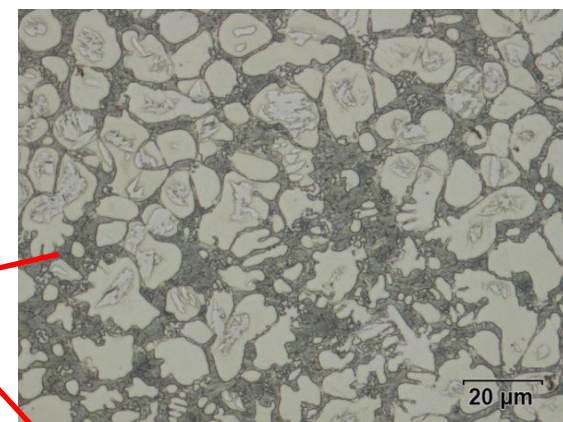
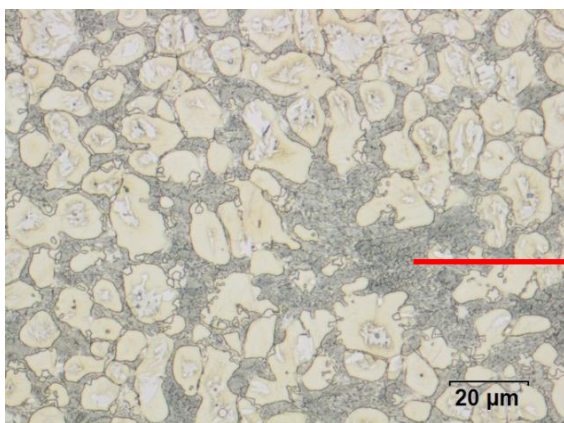
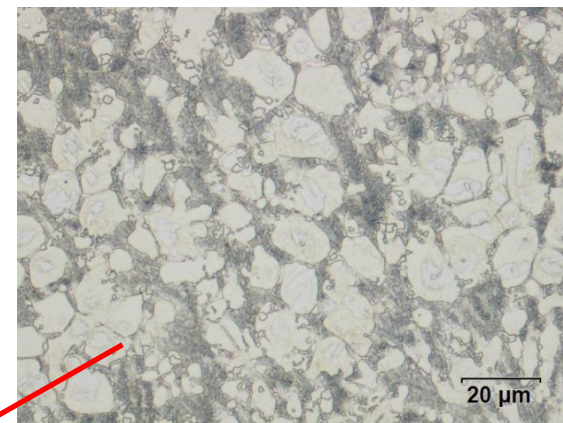
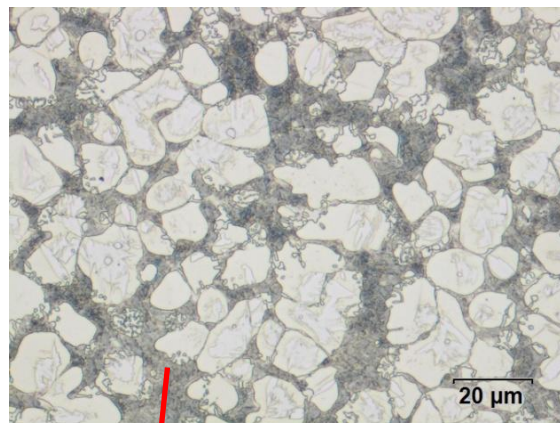
8. K190 – 1250 °C

- nedokonale vylněná dutina
- nehomogenní strukutra
- dendritická struktura zejména po okrajích produktu



9. K190 – 1240°C

- kompletně vyplněná dutina
- povrch bez defektů
- ve středu produktu homogenní struktura,
po okraji tenká dendritická linie



10. K190 – 1230°C

- neúplně vyplněná dutina
- nehomogenní struktura
- částečně dendritická struktura

