

ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI
FAKULTA STROJNÍ
KATEDRA MATERIÁLU A STROJÍRENSKÉ METALURGIE

DISERTAČNÍ PRÁCE

k získání akademického titulu doktor v oboru
Materiálové inženýrství a strojírenská metalurgie

**Termomechanické zpracování vícefázových
vysokopevných ocelí**

Autor: **Ing. Danuše Langmajerová**
Školitel: Prof. Dr. Ing. Bohuslav Mašek
Školitel specialista: Dr. Ing. Hana Jirková

Akademický rok 2012/2013

PODĚKOVÁNÍ

Mé poděkování patří všem pracovníkům Katedry materiálu a strojírenské metalurgie, kolegům z Výzkumného centra tvářecích technologií FORTECH a zejména Dr. Ing. Haně Jirkové.

Dále bych ráda poděkovala Prof. Dr. Ing. Bohuslavu Maškovi za vedení mé disertační práce a v neposlední řadě i mé rodině.

Tato práce vznikla s podporou projektu Výzkumného Centra IM06032 Ministerstva školství, mládeže a tělovýchovy České republiky a dalších projektů GA ČR.

ANOTACE

Zvyšující se požadavky na materiálové vlastnosti, snižování hmotnosti dílů a snižování výrobních nákladů jsou velkým impulzem pro vývoj nových nízkolegovaných ocelí s vysokou pevností, které jsou ekonomicky výhodné pro jejich nízký obsah legujících prvků. Moderní nízkolegované vysokopevné oceli zpracovány nekonvenčním tepelným zpracováním nebo termomechanickým zpracováním mohou dosáhnout podstatně lepších mechanických vlastností při porovnání s konvenčním zpracováním.

Experimentální program této disertační práce se zabýval termomechanickým zpracováním nově navržené nízkolegované vysokopevné ocele 42SiCr s obsahem okolo 0,4% uhlíku a 2% křemíku. Cílem tohoto experimentu bylo navrhnout a odzkoušet nekonvenční tepelně-mechanické zpracování, tak aby bylo dosaženo kombinace vysoké pevnosti při současném zachování relativně vysoké tažnosti. Za tímto účelem byl navržen a optimalizován nový druh tepelného zpracování, Q&P proces (quenching and partitioning process). U tohoto zpracování je nutno zamezit vyloučení karbidů při martenzitické přeměně a současně stabilizovat dostatečné množství zbytkového austenitu. To je možné dosáhnout vhodnou legovací strategií materiálu a podmínkami tepelného zpracování.

Nejprve byl experiment zaměřen na materiálově-technologické modelování vysokopevné nízkolegované oceli 42SiCr s pomocí termomechanického simulátoru, na kterém byla provedena optimalizace Q&P procesu. Modelovým zpracováním byla získána mikrostruktura tvořená martenzitickou maticí, bainitem a jemně rozptýleným zbytkovým austenitem, která byla analyzována různými mikroskopickými technikami. Mez pevnosti dosahovala přes 2000 MPa s tažností přes 10%. V dalším kroku experimentu byly výsledky a poznatky z modelového zpracování přeneseny do reálného procesu nové technologie rotačního zpětného protlačování.

Vliv parametrů technologických procesů na vývoj struktury byl analyzován pomocí metalografie a mechanické vlastnosti byly měřeny tahovou zkouškou a zkouškou tvrdosti. Podíl zbytkového austenitu byl stanoven rentgenovou difrakční analýzou.

Klíčová slova: nekonvenční termomechanické zpracování, Q&P proces, nízkolegovaná ocel, zbytkový austenit, rotační zpětné protlačování

SUMMARY

The increasing demands on material properties, lowering the mass of components, and lowering production costs are all strong drivers for the development of low-alloyed steels with high strength, which are low cost owing to their low content of alloying elements. Modern advanced low-alloyed steels processed using unconventional methods of heat or thermomechanical treatment can achieve substantially better mechanical properties when compared to conventional treatments.

The experimental programme of this doctoral thesis was carried out to test several strategies of thermomechanical treatment of a newly designed low-alloyed high-strength steel 42SiCr with about 0.4% C and 2% Si. The aim of this experiment was to design and test an unconventional thermomechanical treatment procedure in order to achieve a combination of high strength whilst maintaining relatively high ductility. For this purpose, a new type of heat treatment, the Q&P process (quenching and partitioning process), was modified and optimized. In this process it is necessary to ensure elimination of carbides in the martensitic transformation, while stabilizing a sufficient amount of the retained austenite. This can be achieved through appropriate alloying strategies of the material and heat treatment conditions.

First of all the experiment focused on material-technological modelling of high strength low-alloyed 42SiCr steel using a thermomechanical simulator. Optimization of the Q&P process was carried out on the simulator. By modelling the treatment, a microstructure was obtained formed of a martensite matrix, bainite and finely diffused retained austenite, which was analysed using various microscopic methods. The tensile strength was higher than 2000 MPa with ductility above 10%. In the next step of the experiment, the results and findings from material-technological modelling were applied to the real process of the new rotary spin extrusion technology.

The influence of the technological process parameters on the structural development was analyzed using several microscopic methods and the resulting mechanical properties were measured by means of tensile testing and hardness testing. The volume fraction of the retained austenite was established by X-ray diffraction phase analysis.

Key words: unconventional thermomechanical treatment, Q&P process, low-alloyed steel, retained austenite, rotary spin extrusion

OBSAH

Úvod.....	9
1 Charakteristika vysokopevných nízkolegovaných ocelí	11
1.1 AHS oceli (Advance high strength)	13
1.1.1 Typy AHS oceli (Advance high strength)	14
2 Nové druhy tepelného zpracování	18
2.1 Dlouhodobého nízkoteplotního žhání na bainit	18
2.2 Interkritické zpracování s TRIP efektem	18
2.3 Zpracování Q&P procesem	19
3 Vliv legujících prvků	20
3.1 C - Uhlík.....	20
3.2 Si - Křemík.....	20
3.3 Mn - Mangan.....	20
3.4 Cr - Chrom	20
4 Quenching & Partitioning (Q&P) proces.....	21
4.1 Charakteristické děje během Q&P procesu.....	22
4.1.1 Austenitizace	22
4.1.1.1 Vliv deformace austenitu na jeho přeměnu a výslednou strukturu.....	23
4.1.1.2 Martenzitická přeměna	24
4.1.1.3 Rozpad uhlíku na teplotě přerozdělení	25
4.1.1.3.1 Zbytkový austenit	25
4.1.1.3.2 Termodynamika rozpadu uhlíku.....	26
4.2 Navržení nového tepelného zpracování	28
4.2.1 Rozpad přesyceného martenzitu na teplotě přerozdělení	29
4.3 Konkurenční reakce zabraňující stabilizaci zbytkového austenitu	31
4.3.1 Význam potlačení precipitace karbidů	31
4.4 Vývoj mikrostruktury během zpracování Q&P procesem	32
5 Termomechanické zpracování	36
5.1 Inkrementální postupy tváření.....	38
5.2 Rotační zpětné protlačování	39
6 Motivace a cíle práce	42
7 Experimentální část.....	43
7.1 Použité metody vyhodnocování	43
7.1.1 Metalografická analýza	43
7.1.2 Měření mechanických vlastností	44
7.1.3 Rentgenová difrakční kvantitativní fázová analýza	45
7.1.4 Neutronová difrakce metodou in-situ při tahovém zatížení	45
7.2 Experimentální materiál	46
7.3 Transformační diagramy ocelí 42SiCr	47
7.3.1 Zjišťování teplot fázových přeměn pomocí softwaru JmatPro	48
7.3.2 Porovnání dilatometrického měření se softwarem JMatPro.....	49
7.4 Modelové termomechanické zpracování (1. část experimentu).....	50
7.4.1 Optimalizace teploty austenitizace	50
7.4.2 Simulátor termomechanického zpracování (TMZ simulátor)	50
7.4.2.1 Návrh a výroba zkušebních vzorků pro TMZ simulátor	51
7.4.3 Modelové zpracování na TMZ simulátoru	53
7.4.4 Tepelné zpracování s integrovaným Q&P procesem	53

7.4.5	Termomechanické zpracování.....	55
7.4.5.1	Konveční zpracování	55
7.4.6	Termomechanické zpracování s využitím Q&P procesu	57
7.4.6.1	Optimalizace teploty přerozdělení.....	59
7.4.6.2	Zvyšování intenzity inkrementální deformace	66
7.4.6.3	Optimalizace doby prodlevy na teplotě izotermické výdrže	71
7.4.6.4	Optimalizace rychlosti ochlazování.....	73
7.4.6.5	Optimalizace doby výdrže na austenitizační teplotě	77
7.4.6.6	Optimalizace rychlosti ohřevu na austenitizační teplotu	79
7.4.7	Analýza chemického složení neznámých útvarů v materiálu.....	82
7.4.8	Stabilita zbytkového austenitu během deformace za studena	83
7.4.9	Závěr 1. části experimentu	86
7.5	Reálný proces termomechanického zpracování (2. část experimentu)	87
7.5.1	Rotační zpětné protlačování	87
7.5.1.1	1. Strategie TMZ zpracování – polotovary zakalené do vody.....	89
7.5.1.2	2. Strategie TMZ zpracování - polotovary zpracovány Q&P procesem	94
7.5.1.3	3. strategie TMZ zpracování – polotovary vychlazené na vzduchu	97
7.5.1.4	Přehled všech strategií TMZ zpracování použitých pro výrobu dutých polotovarů	97
7.5.1.5	Leptání na původní austenitické zrno	98
7.5.1.6	Mechanické vlastnosti dutých polotovarů	100
7.5.1.5.1.	Hodnocení tvrdosti	100
7.5.1.5.2.	Mini-tahové zkoušky	103
7.5.2	Závěr 2. Části experimentu	105
8	Diskuze výsledků	106
9	Závěr.....	110
	LITERATURA	111

SEZNAM POUŽITÝCH ZKRATEK A SYMBOLŮ

AHS	moderní vysokopevné oceli
HS	konvenční vysokopevné oceli
HSLA	pevné nízkolegované oceli
LS	nízkopevné oceli
UHS	ultrapevné vysokopevné oceli
BH oceli	bake-hardening oceli
CM oceli	uhlíkovo-manganové oceli
CP oceli	komplexní fázové oceli
DP oceli	dvoufázové oceli
MS oceli	martenzitické oceli
TRIP oceli	vícefázové oceli (Transformation-Induced Plasticity)
TWIP	TWIP oceli (Twinning-induced plasticity)
ARA diagram	diagram anizotermického rozpadu austenitu
DARA diagram	deformační diagram anizotermického rozpadu austenitu
A_{c1}	teplota začátku tvorby austenitu [°C]
A_{c3}	teplota konce přeměny feritu na austenit [°C]
A_{r3}	teplota počátku rozpadu austenitu na ferit [°C]
A_{r1}	teplota konce rozpadu austenitu [°C]
IRA diagram	diagram izotermického rozpadu austenitu
M_s	teplota martenzit start [°C]
M_f	teplota martenzit finish [°C]
CPE	omezená pararovnováha (constrained paraequilibrium)
CCE	omezená rovnováha uhlíku (constrained carbon equilibrium)
PT	teplota přerozdělení
QT	teplota kalení
Q&P proces	proces kalení a přerozdělení (quenching and partitioning)
AFM	mikroskop atomárních sil (Atomic Force Microscope)
EDX	energieově disperzní rentgenový analyzátor (Energy-Dispersive X-ray Analysis)
SEM	řádkovací elektronový mikroskop (Scanning electron microscope)
TEM	transmisní elektronový mikroskop (Transmission electron microscopy)
A	austenit
B	bainit
F	ferit
M	martenzit
P	perlit
ZA	zbytkový austenit
α	tuhý roztok uhlíku v železe α
γ	tuhý roztok uhlíku v železe γ
φ	logaritmická deformace [-]
ϑ	Braggův úhel [°]
2ϑ	Difrakční úhel [°]
d	mezirovinná vzdálenost [nm]
bcc	kubická prostorově centrovaná mřížka
A_{5mm}	tažnost určená na mini-tahových zkouškách s aktivní částí 5 mm [%]
HV	tvrdost dle Vickerse [-]

R_m	mez pevnosti v tahu [MPa]
R_e	mez kluzu v tahu [MPa]
$R_{p0,2}$	smluvní mez kluzu v tahu [MPa]
KCV	vrubová houževnatost [J/cm^2]
T	teplota [$^{\circ}C$]
TMZ	termomechanické zpracování
TMZ simulátor	termomechanický simulátor
NTMZ	nízkoteplotní termomechanické zpracování
VTMZ	vysokoteplotní termomechanické zpracování

Úvod

S ohledem na prohlubující se nedostatek surovin a energií společně s aktuální problematikou ochrany životního prostředí se úspora energie a snížení emisí, nákladů a spotřeby palivových hmot stávají jednou z nejdůležitějších otázek současnosti. Jedno z největších odvětví strojírenství, kterého se tato problematika úzce týká, je automobilový průmysl. Důsledkem toho se automobilový konstruktéři v oblasti materiálového výzkumu zaměřují především na zvýšení bezpečnosti posádky, úsporu materiálů a energie vynaložené při výrobě a zvýšení pevnosti a spolehlivosti součástí za současné redukce váhy konstrukce automobilu, což vede ke snižování spotřeby paliva a emisí.

Kombinace všech těchto požadavků vedla k vývoji ekonomicky úsporných vysokopevných nízkolegovaných ocelí, tzv. AHS (advance high strength steels) ocelí. U těchto ocelí je dosaženo dobrých mechanických vlastností především kombinací vysoké pevnosti při zachování tažnosti spolu s jejich nízkými pořizovacími náklady. Získání vysoké pevnosti u nízkolegovaných ocelí konvenčním způsobem zpracování jako je kalení a popouštění vede ke snížení hodnot tažnosti. Proto jsou vyvíjeny nové koncepty zpracování, zejména nekonvenční tepelné nebo termomechanické postupy, díky kterým lze získat u ocelí strukturu i vlastnosti značně odlišné a dosáhnout vysoké pevnosti i při zachování potřebné tažnosti a houževnatosti. Výsledné mechanické vlastnosti polotovarů jsou získány vhodnou kombinací mikrostrukturních složek.

V současné době jsou známé tři nekonvenční strategie zpracování vyvinuté pro nové typy ocelí, které vedou k dosažení právě těchto vlastností. Jedná se o interkritické zpracování s využitím TRIP efektu, dlouhodobé nízkoteplotní žhánání na bainit a Q&P proces (quenching and partitioning). Experimentální program této práce byl zaměřen na Q&P proces. Tímto zpracováním lze získat mikrostrukturu, která je tvořena martenzitickou maticí s jemně rozptýleným zbytkovým austenitem mezi martenzitickými jehlicemi. Tato nová metoda zpracování využívá pozitivního vlivu zbytkového austenitu na mechanické vlastnosti a umožňuje tak zvýšit součin pevnosti a tažnosti oceli.

V experimentu byl proveden a odzkoušen návrh konceptu termomechanického zpracování nízkolegovaných ocelí s označením 42SiCr a 42MnCr s obsahem uhlíku cca 0,4%, které jsou legovány pouze křemíkem, manganem a chromem. Celkově nízký obsah legujících prvků zaručuje ekonomickou výhodnost těchto ocelí.

Cílem experimentálního programu bylo získání vysoké pevnosti při současném zachování relativně vysoké tažnosti. Pro dosažení takových vlastností bylo kombinováno termomechanické zpracování s Q&P procesem. Nejprve bylo provedeno modelové zpracování na termomechanickém simulátoru z důvodu zajištění přesné kontroly průběhu teploty a deformace. Na termomechanickém simulátoru byla provedena optimalizace parametrů Q&P procesu a zjištěn jejich vliv na mikrostrukturu a mechanické vlastnosti. Nejprve byl zhodnocen výchozí stav materiálu, zjištěny mechanické vlastnosti a stanoveny teploty důležitých fázových přeměn. Dále byl experiment zaměřen na určení vhodné teploty austenitizace, rychlosti ochlazování, vhodné teploty přechlazení a teploty izotermické výdrže.

Po optimalizaci termomechanického zpracování na simulátoru v modelových podmínkách byly poznatky aplikovány v reálném procesu. Jako odzkoušení reálného procesu bylo vybráno rotační zpětné protlačování, kde je finálního tvaru polotovarů dosaženo inkrementálním tvářením. Při tomto zpracování byly propojeny reálné tvářecí technologie a nové postupy tepelného zpracování v jednom kroku. Proces je koncipován pro efektivní, flexibilní a bezodpadovou výrobu dutých polotovarů z tyčového polotovarů.

Vliv parametrů technologického procesu na vývoj struktury byl dokumentován pomocí konfokálního, řádkovacího a transmisního elektronového mikroskopu. Mechanické vlastnosti byly ověřeny měřeními tvrdosti dle Vickerse a dále tahovou a vrubovou zkouškou na mini-vzorcích. Podíl zbytkového austenitu byl určen rentgenovou difrakční fázovou analýzou a neutronovou difrakcí.

Tato práce vznikla za podpory projektu 1M06032 -Výzkumné centrum tvářecích technologií, MŠMT a projektu Grantové republiky ČR GA ČR 106/09/1968 - Development of New Grades of High-Strength Low-Alloyed Steels with Improved Elongation Values.

1 Charakteristika vysokopevných nízkolegovaných ocelí

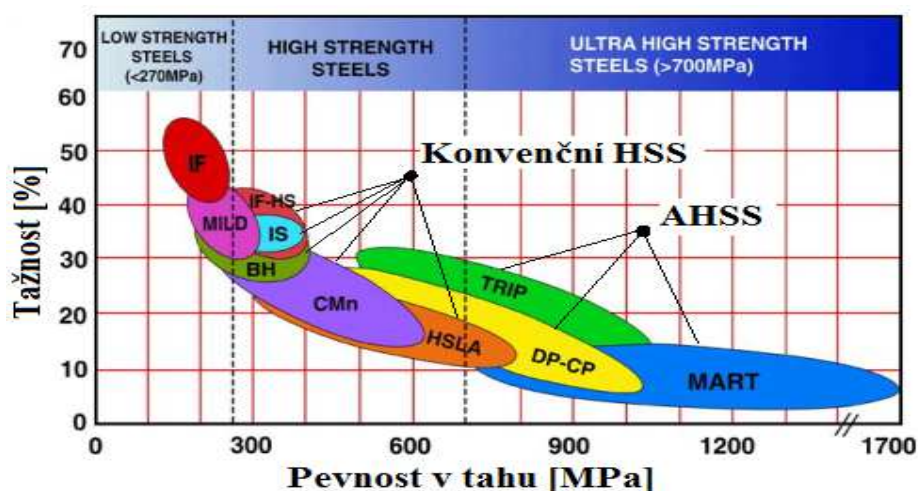
Velká pozornost ve světě je věnována rozvoji nových typů materiálů. Impulsy pro tento rozvoj dává především automobilový průmysl, kde bylo nutno vyvinout takové materiály, které by napomohly ke snížení spotřeby pohonných hmot, úspore materiálu a energie vynaložené při výrobě, zvýšení pevnosti a spolehlivosti součástí za současného snížení jejich celkové hmotnosti a současně ke zvýšení bezpečnosti automobilu. Toto zadání vedlo k rozvoji vysokopevných nízkolegovaných ocelí, které pro svůj nízký obsah legur zajišťovaly i ekonomickou nenáročnost, což vedlo k snížení ceny komponent. [1, 2, 3] Použití těchto nových typů ocelí vede ke zvýšení pasivní bezpečnosti vozidla a snížení provozních nákladů automobilu. Integrace těchto ocelí do karoserie automobilů je výhodná i pro výrobce, díky snížení výrobních nákladů snížením množství použitého materiálu při stejných nebo lepších pevnostních a bezpečnostních vlastnostech. [4, 5] Pokročilé vysokopevné oceli v současnosti tvoří 11% hmotnosti automobilu a dle odborníků jejich podíl do roku 2015 vzroste na čtyřnásobek. [6]

Celkový obsah legujících prvků u nízkolegovaných ocelí nepřekračuje více než 5 hmotnostních % neuhlíkových legujících prvků. Hlavním úkolem legujících prvků je u většiny nízkolegovaných ocelí zvýšení kalitelnosti za účelem optimalizace meze pevnosti a houževnatosti po tepelném zpracování. V některých případech slouží legující prvky k omezení nepříznivého působení prostředí, kterému mohou být vystaveny v daných provozních podmínkách. [7, 8]

V současné době není přesně stanoveno rozdělení nízkolegovaných ocelí. Nové typy ocelí mohou být rozděleny několika různými způsoby. Nejvíce se však používají následující tři metody klasifikace. Jedná se o rozdělení dle metalurgického hlediska, dle konstrukčních vlastností ocelí tzn. mez kluzu a pevnost a metoda klasifikace dle různých mechanických vlastností a parametrů tváření.

Podle metalurgie (Obr. 1) se nízkolegované oceli rozdělují na [2]:

- **nízkopevné oceli tzv. LS** (Low-Strength Steels) - IF oceli a Mild oceli
- **konvenční vysokopevné oceli tzv. HS** (High strength steel)
 - uhlíkovo-manganové oceli - CMn, bake hardening oceli - BH, IF oceli, pevné nízkolegované oceli tzv. HSLA (High Strength Low-Alloy Steels)
- **moderní vysokopevné oceli tzv. AHS** (Advance high strength steel)
 - dvoufázové oceli tzv. DP (Dual Phase), TRIP oceli (Transformation Induced Plasticity), komplexní fázové oceli tzv. CP (Complex Phase), martenzitické oceli



Obr. 1 Rozdělení ocelí z hlediska metalurgie pro nízkopevné, HS a AHS oceli [2]

Druhá metoda rozděluje nízkolegované oceli podle jejich pevnosti a to na oceli vysokopevné HS s mezí kluzu 210 ÷ 550 MPa a pevností v tahu 270 ÷ 770 MPa a oceli ultrapevné UHS s mezí kluzu nad 550 MPa a pevností v tahu nad 770 MPa. Tyto rozsahy naznačují změny v tvařitelnosti při přechodu z jedné kategorie do druhé. V tabulce níže (Tab. 1) jsou uvedené oceli, které jsou označeny dle mezinárodních zvyklostí. Údaje v tabulce jsou jen pro porovnání jednotlivých druhů ocelí a uvedené hodnoty se mohou v závislosti na výrobci lišit. [2, 9]

Třetí metoda třídění reprezentuje rozdělení dle různých mechanických vlastností nebo parametrů tváření, jako např. celkové zpevnění a tažnost materiálu. [2]

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

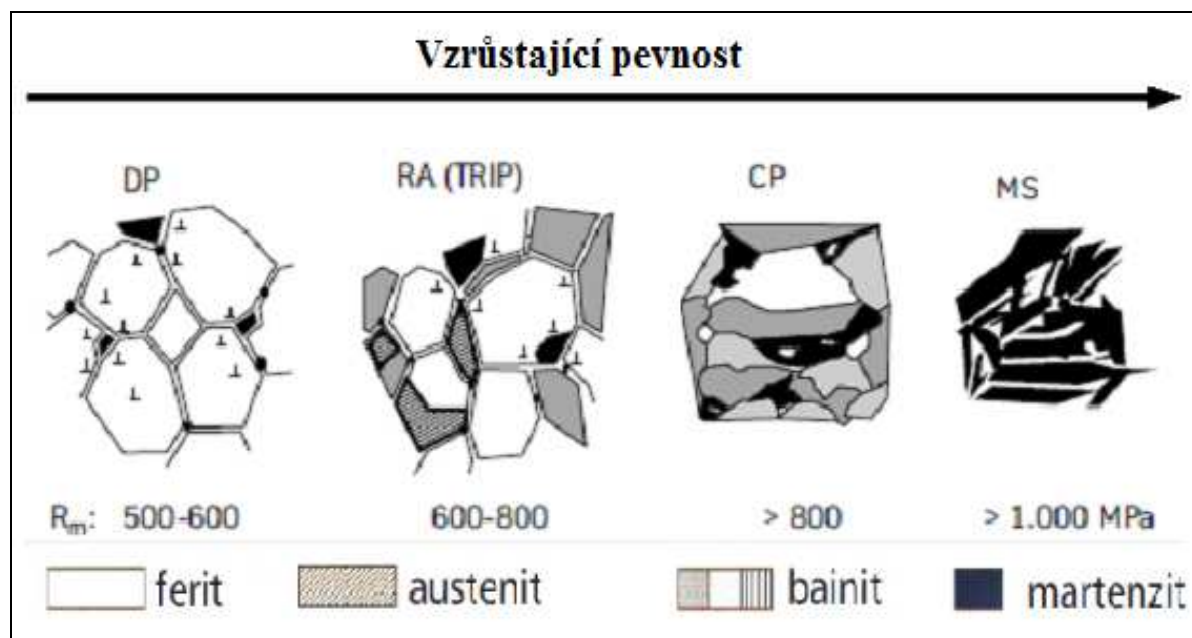
Tab. 1 Mechanické vlastnosti jednotlivých typů ocelí [2]

1.1 AHS oceli (Advance high strength)

Hlavní rozdíl mezi konvenčními HS a moderními AHS oceli je především v jejich mikrostruktuře. HS oceli jsou jednofázové feritické oceli a jsou zpevněné tuhým roztokem, precipitací nebo zjemněním zrna.

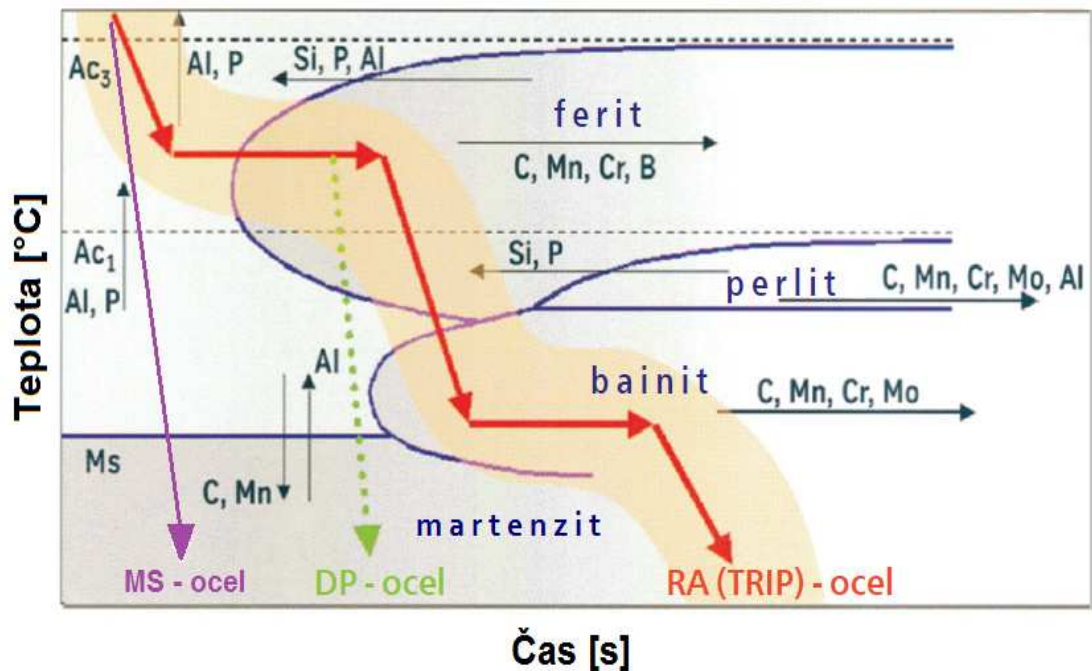
AHS oceli jsou vícefázové oceli, které obsahují minimálně dvě rozdílné strukturní složky, např. měkkou fázi, která tvoří matici a umožňuje dosáhnout nízké meze kluzu a dobré tvažitelnosti a tvrdou fázi pro získání vysoké meze pevnosti. [10] Mikrostruktura je tvořena martenzitem, bainitem nebo zbytkovým austenitem v takovém množství a poměru, které postačuje k získání výborných mechanických vlastností. [11]

AHS oceli mají výhodu v tom, že jejich pevnost je založená nejen na obsahu uhlíku, ale také na využití fyzikálních mechanismů a postupů zpevňování jako je zpevnění zjemněním zrna, dislokační a precipitační zpevnění, termomechanické zpracování, atd. [11, 12] Vlastnosti vícefázových ocelí jsou definovány zejména kombinací vlastností jednotlivých složek struktury (jako např. u kompozitních materiálů) (Obr. 2). [13]



Obr. 2 Schématické znázornění mikrostrukturních složek vybraných vícefázových ocelí [14]

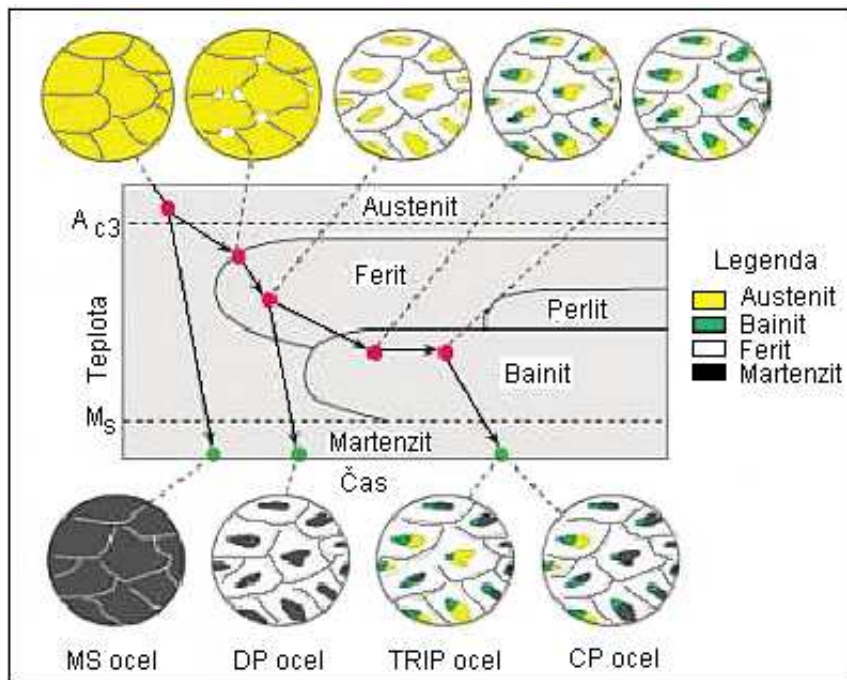
U vícefázových ocelí je nutno mít informace o objemu, velikosti, rozložení a morfologii jednotlivých fází. Dále je nutno znát vliv nejdůležitějších legujících prvků na transformační charakteristiky (Obr. 3). Si, P a Al urychlují tvorbu feritické fáze, a proto jsou důležité pro výrobu dvoufázových ocelí (DP) a TRIP ocelí. Prvky Cr, Mn a B hrají důležitou roli při výrobě ocelí s komplexní strukturou a martenzitických ocelí, protože brzdí tvorbu feritu. [13]



Obr. 3 Schematický ARA diagram pro vícefázové oceli a vliv jednotlivých legujících prvků [13]

1.1.1 Typy AHS oceli (Advance high strength)

U skupiny AHS ocelí je mikrostruktura změněna fázovou transformací, která proběhne při daném tepelném zpracování (Obr. 4).



Obr. 4 Vývoj mikrostruktury během ochlazování při výrobě AHSS [15]

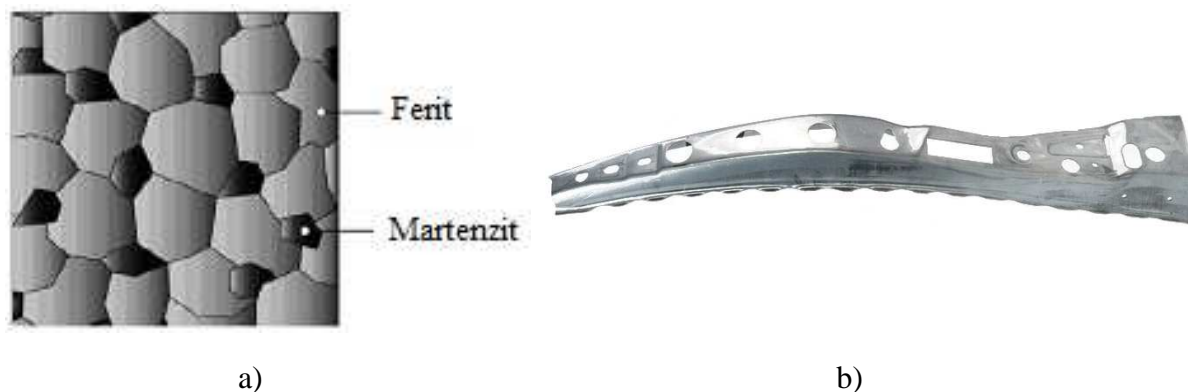
Do skupiny AHS ocelí jsou zahrnovány následující typy ocelí:

DP oceli (Dual Phase)

DP oceli jsou dvoufázové oceli se vyznačují malými ostrůvky martenzitu s objemovým podílem cca $5 \div 30\%$ rozptýlené ve feritické matici (Obr. 5). Tato kombinace zajišťuje materiálu především vysokou tvrdost, odolnost proti únavě a houževnatost při zachování dobré tvažitelnosti a svažitelnosti. [10]

DP oceli jsou vyráběny řízeným ochlazováním z austenitické fáze nebo z dvoufázové feritické a austenitické fáze, kdy se část austenitu přeměňuje na ferit a při náhlém zchlazení se zbytkový austenit přeměňuje na martenzit. U těchto ocelí se dosahuje meze pevnosti v tahu přibližně $470 \div 1200$ MPa. Mezi základní legující prvky v DP ocelí se řadí uhlík, který zvyšuje prokalitelnost oceli a mangan. Pro zvýšení prokalitelnosti se dále přidává chrom, molybden, vanad a nikl a to buď zvlášť anebo v kombinaci.

Dalšími vlastnostmi DP ocelí jsou dobrá tvažitelnost za studena, vysoký koeficient deformačního zpevnění a vysoká kapacita pohlcení nárazové energie. Proto jsou tyto oceli široce použitelné v automobilovém průmyslu. [1, 2]



Obr. 5 DP ocel a) struktura [2], b) B-sloupek z DP oceli [14]

TRIP oceli (Transformation-Induced Plasticity)

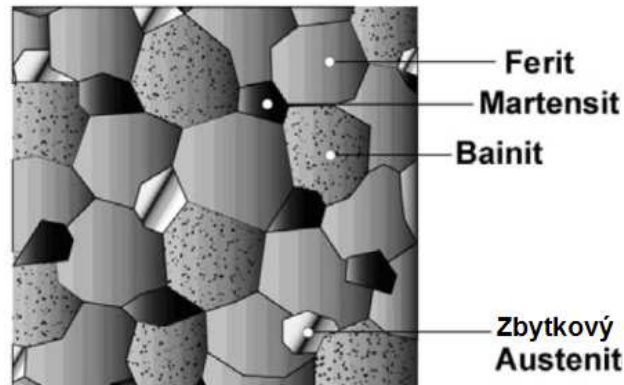
TRIP oceli jsou vícefázové oceli, které byly díky svým specifickým vlastnostem, jako je vysoká pevnost a dobrá tvažitelnost, vyvinuty právě pro automobilový průmysl. Tyto oceli jsou především vhodné pro absorbování vysoké energie rázu při deformaci (crash – test). Pro tyto vlastnosti se používají především do nárazníkových zón, resp. do výztuží aplikovaných v různých částech automobilu. [10]

Struktura TRIP ocelí je také založená na měkkém feritu podobně jako u DP ocelí, ale s tím rozdílem, že DP oceli obsahují kromě feritu jen jednu další fázi – martenzit, zatímco TRIP oceli mají strukturu složenou z kombinace feritu, martenzitu, bainitu a alespoň $5 \div 15\%$ metastabilního zbytkového austenitu. [12]

Množství zbytkového austenitu v materiálu ovlivňuje vyšší obsah křemíku, manganu a uhlíku. Křemík má ale nežádoucí vliv na požadovanou kvalitu povrchu oceli, proto je v některých případech nahrazován hliníkem. Křemík a hliník se používají pro potlačení tvorby karbidů v oblasti bainitu a zároveň urychlují změnu feritu na bainit. Mangan přispívá k stabilizaci austenitu, zvyšuje rozpustnost uhlíku v austenitu a rozšiřuje oblast chlazení, protože zpožďuje tvorbu perlitu. [16, 17] Nové TRIP oceli jsou v některých případech legovány i Cr, který zvyšuje jejich korozní odolnost a stálost proti povětrnostním vlivům.

Zpracováním ocelí s využitím efektu transformačně indukované plasticity (TRIP) lze dosáhnout výborné kombinace mechanických vlastností - vysoké pevnosti až 1200 MPa a mimořádné plasticity, při tažnostech až 35%.

Podstatou tohoto jevu je stabilizace podstatného množství zbytkového austenitu při termomechanickém zpracování až do nízkých teplot. Zbytkový austenit vlivem napěťově indukované transformace přechází na martenzit. Při výrobě této oceli se prolíná několik typů zpevňovacích mechanismů, jedná se o transformačně indukované zpevnění, precipitační zpevnění a zpevnění tuhého roztoku vlivem intersticiálních a substitučních prvků. [17, 18]



Obr. 6 TRIP ocel [2]

CP oceli (Complex Phase)

CP oceli mají velmi jemnozrnnou strukturu složenou z feritu a většího podílu tvrdých fází jako je martenzit a bainit. Výrazné zjemnění struktury je dosaženo potlačením rekrystalizace a precipitací mikrolegujících prvků titanu, niobu nebo vanadu. Jemné precipitáty jsou potom rovnoměrně distribuované v celé struktuře. [12, 19]

CP oceli dosahují meze pevnosti od 800 ÷ 1000 MPa, vyznačují se vysokým deformačním zpevněním a výbornou absorpcí energie. Ve srovnání s DP ocelí mají výrazně vyšší mez kluzu při zachování stejné meze pevnosti v tahu. [2] CP oceli se využívají na výrobu např. nárazníků, částí podvozků a na B – sloupky. [1]

MS oceli (Martensitic steel)

MS oceli jsou produktem rychlého zakalení z austenitické teploty. Mikrostruktura MS oceli je tvořena martenzitickou maticí s malým množstvím feritu nebo bainitu. V rámci skupiny vícefázových ocelí vykazují MS oceli nejvyšší hodnoty pevnosti v tahu až 1700 MPa. Martenzitické oceli jsou často vystavovány temperování pro zvýšení tvažitelnosti, a proto mohou poskytnout odpovídající tvárnost při zachování vysoké pevnosti. Pro zvýšení prokalitelnosti se do MS ocelí, mimo uhlíku, přidává rovněž mangan, křemík, bór, chrom, molybden, vanad a nikl a to buď zvlášť a nebo v kombinaci. [2]

Typickými aplikacemi těchto ocelí jsou konstrukce vyžadující vysokou pevnost a únavovou odolnost při relativně jednoduchých tvarech. [12]

TWIP oceli (Twinning-Induced Plasticity)

Mikrostruktura TWIP ocelí je při pokojové teplotě plně austenitická a to díky vysokému obsahu manganu (17 ÷ 24%). U tohoto typu oceli se uplatňuje princip deformace dvojčatěním. Oproti TRIP ocelím nedochází při zátěži k deformaci austenitu, ale ke změně jeho krystalografické orientaci v důsledku tvorby dvojčat. [19]

Feromanganové TWIP oceli kombinují extrémně vysokou pevnost s velmi vysokou tažností. Mez pevnosti v tahu je vyšší než 1000 MPa a celkové prodloužení dosahuje až 50%. [2]

TWIP oceli jsou atraktivní zejména díky vysoké schopnosti absorpce nárazové energie, která je více než dvojnásobná v porovnání s konvenčními vysokopevnými oceli. V případě nárazu automobilu se TWIP oceli deformují v postupných krocích. Každá oblast se nejprve deformuje, zpevní a pak předá zbytek deformační energie k deformaci okolním oblastem. Tím, že se energie rozloží po celém povrchu, je nárazová energie absorbována mnohem efektivněji, což dává posádce vozidla větší šance na přežití. [20]



Obr. 7 Ukázka vysoké deformace TWIP oceli při namáhání krutem [8]

2 Nové druhy tepelného zpracování

Konvenčním procesem kalení a popouštění byly dlouhou dobu úspěšně zpracovávány oceli s výslednou martenzitickou strukturou, které vykazovaly vysoké hodnoty pevnosti. V případě konvenčního zpracování u nízkolegovaných AHS ocelí, lze dosáhnout sice vysokých pevností, ale u většiny těchto ocelí dochází k výraznému poklesu tažnosti.

Z tohoto důvodu bylo nutné vyvinout nové druhy tepelného nebo termomechanického zpracování, díky kterým je možné dosáhnout u AHS ocelí lepších kombinací mechanických vlastností. V posledních letech jsou vyvíjeny tři nové strategie zpracování: dlouhodobé nízkoteplotní žhání na bainit, interkritické zpracování s TRIP efektem a proces kalení a přerozdělení (quenching and partitioning - Q&P).

První dva postupy využívají k získání dobrých mechanických vlastností kombinaci bainitického feritu a zbytkového austenitu. Třetím typem je Q&P zpracování, při kterém vzniká struktura sestávající z martenzitických desek a zbytkového austenitu fóliového typu. To zaručuje vyšší hodnoty pevnosti a tažnosti materiálu. U těchto zpracování je potlačeno vylučování karbidů a uhlík je využit pro chemickou stabilizaci zbytkového austenitu.

2.1 Dlouhodobého nízkoteplotního žhání na bainit

Oceli zpracované procesem dlouhodobého nízkoteplotního žhání na bainit se vyznačují vysokými hodnotami meze pevnosti, kluzu, tvrdosti a hodnotami tažnosti. Tato kombinace mechanických vlastností je dosažena především vznikem velmi jemné struktury bezkarbidických bainitických laťek v matici zbytkového austenitu obohaceného uhlíkem. Tato výsledná struktura, ve které se vyskytují bainitické laťky o tloušťkách v řádech desítek nanometrů, je získána interkritickým žháním při nízkých teplotách cca $125 \div 300$ °C a to po dobu několika hodin až dnů, protože difuzní rychlost je při těchto teplotách velmi nízká. Tímto zpracováním se získává u ocelí meze kluzu nad 1500 MPa při mezích pevnosti mezi 1700 až 2200 MPa v závislosti na žhací teplotě. Oceli pro toto zpracování jsou legovány hlavně manganem a chromem pro zlepšení kalitelnosti, vanadem pro zjemnění austenitického zrna, křemíkem pro předcházení vzniku karbidu železa během formování horního bainitu a molybdenem, který předchází popouštěcímu zkřehnutí kvůli fosforu. [21, 22]

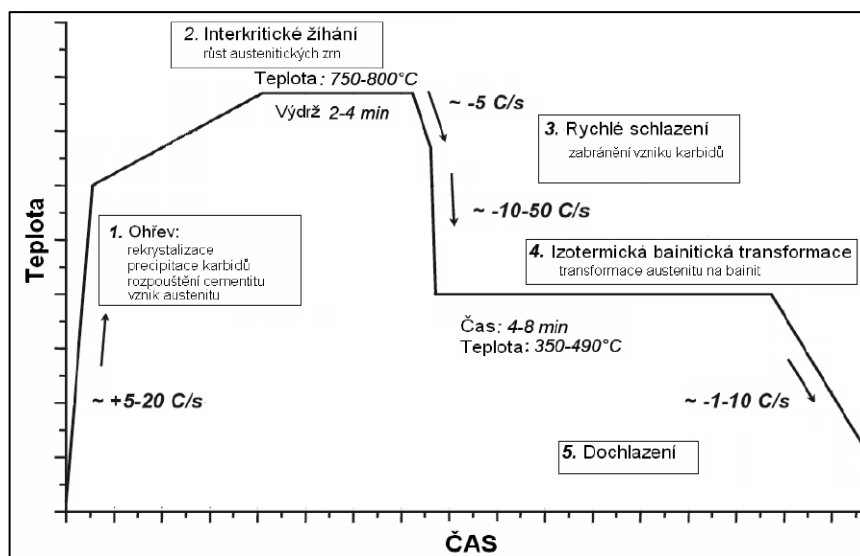
2.2 Interkritické zpracování s TRIP efektem

Zpracování ocelí interkritickým žháním se převážně využívá k obnově tvařitelnosti a k vývoji vhodné mikrostruktury pro následný TRIP efekt u TRIP ocelí, kde polotovary byly připraveny válcováním za studena. Podstatou TRIP efektu je stabilizace zbytkového austenitu při termomechanickém zpracování až do nízkých teplot a jeho následná přeměna na deformačně indukovaný martenzit v důsledku plastického přetvoření. [23, 24] Během zpracování poskytuje austenit s proeutektoidním feritem vysokou plasticitu materiálu. Po finální deformaci za studena vytváří martenzit spolu s bainitem směs základních struktur, díky kterému je dosahováno vyšších pevností materiálu. [23, 25]

Interkritické žhání (Obr. 8) se skládá z pěti kroků: rychlý ohřev, vlastní interkritické žhání mezi teplotou A_1 a A_3 , rychlé ochlazování, izotermická výdrž na teplotě bainitické transformace a dochlazení na pokojovou teplotu. Tepelné zpracování probíhající v oblasti mezi kritickými teplotami A_1 a A_3 vhodně přerozdělí podíly fází a stabilizuje austenit pro následný TRIP efekt. Ve stádiu ohřevu a výdrže na interkritické teplotě probíhají nejprve procesy rekrystalizace deformované struktury a austenitizace části perlitu. Současně

probíhající rozpouštěcí žíhání vede k nasycení austenitu uhlíkem. Následné ochlazování z teploty interkritického zpracování vyvolá vyloučení proeutektoidního feritu a další obohacování austenitu uhlíkem. Prodleva na teplotách bainitické přeměny vede ke zpevnění bainitickou transformací. [23] Důležitým faktorem zpracování je prodleva na teplotě bainitické přeměny, která ovlivňuje přerozdělení fází ve struktuře, stabilitu austenitu a tím i mechanické vlastnosti. Při ochlazování na pokojovou teplotu může dojít k vytvoření martenzitu. K tomu dochází většinou u ocelí legovaných hliníkem. [16]

O mechanických vlastnostech rozhodují čtyři klíčové parametry: objemový podíl fází, jejich velikost, rozložení a tvar. [25] Výsledná mikrostruktura je kombinace martenzitu, zbytkového austenitu, feritu a bainitu.



Obr. 8 Schématický cyklus interkritického žíhání za studena válcovaných TRIP ocelí [16]

2.3 Zpracování Q&P procesem

U třetího zpracování tzv. Quenching and partitioning, tedy procesu kalení a přerozdělení uhlíku, vzniká místo bainitického feritu martenzitická struktura, což vede ke zvýšení hodnot pevnosti oproti první dvěma případům. [26, 27] Tímto typem tepelného zpracování se zabývá tato práce. Jejím cílem bylo popsat vliv jednotlivých kroků tohoto zpracování na vývoj struktury. U ocelí zpracované Q&P procesem lze dosáhnout vysokých hodnot pevnosti až 2000 MPa při současné tažnosti okolo 10%.

3 Vliv legujících prvků

Při zpracování oceli zejména novým typem tepelného zpracování Q&P je vedle přesného dodržení parametrů procesu důležitá i volba legovací strategie. Především je nutno znát vliv nejdůležitějších legujících prvků na teploty jednotlivých fázových přeměn (Obr. 3). Vhodným legováním je nutno zabránit precipitaci karbidů při popouštění martenzitu, stabilizovat zbytkový austenit i při teplotě okolí a dostatečně zpevnit tuhý roztok tak, aby byla dosažena vysoká pevnost při zachování dostatečné tažnosti. [28, 29]

3.1 C - Uhlík

Hlavní legující prvek představuje uhlík. Uhlík výrazně ovlivňuje všechny transformace, finální mikrostrukturu, mechanické vlastnosti jako R_e , R_m , tažnost, kontrakci, vrubovou houževnatost, tvrdost, ale také technologické vlastnosti, jako např. svařitelnost nebo odolnost proti opotřebení.

Mezi další významné legující prvky, které značně přispívají k získání lepších mechanických vlastností u nových typů ocelí, patří křemík, mangan a chrom. Mangan a křemík hrají důležitou roli v řízení transformací, stabilizaci zbytkového austenitu a zároveň zvyšují pevnost materiálu zpevněním pevného roztoku.

3.2 Si - Křemík

Křemík je prvkem dezoxidačním (do obsahu 0,5%) i prvkem přísadovým a patří do skupiny silně feritotvorných prvků. Zhoršuje (zejména při obsahu vyšším než 1%) svařitelnost ocelí, podporuje růst zrna při vyšších teplotách a snižuje kritickou rychlost ochlazování. [28, 30] Křemík jako nerozpustný prvek v cementitu zabraňuje nebo přinejmenším zpomaluje precipitaci karbidů při rozpadu austenitu. Umožňuje difúzi uhlíku z martenzitu do zbytkového austenitu, čímž dochází ke stabilizaci zbytkového austenitu ve struktuře. [28, 31] Prokalitelnost zvyšuje méně než chrom a mangan. Při popouštění posouvá začátek rozpadu martenzitu k vyšším teplotám. [30]

3.3 Mn - Mangan

Mangan patří mezi austenitotvorné prvky a velmi ovlivňuje tepelné zpracování oceli především v řízení transformací. Mangan jako prvek stabilizující austenit zvyšuje rozpustnost uhlíku v austenitu a rozšiřuje oblast chlazení, protože zpožďuje tvorbu perlitu. Jeho difúzní rychlost je velmi nízká. Obsah manganu nesmí být příliš vysoký, protože snižuje aktivitu uhlíku v austenitu a napomáhá tvorbě karbidů. Se stoupajícím obsahem manganu se zpomaluje transformace austenitu v perlitické i bainitické oblasti. Křivky ARA diagramu se posouvají doprava, takže tím se zvyšuje prokalitelnost. Odolnost zakalených ocelí proti popouštění mangan nezvyšuje. Mangan zvyšuje v matici oceli s vyšším obsahem uhlíku množství zbytkového austenitu po kalení. [28, 30]

3.4 Cr - Chrom

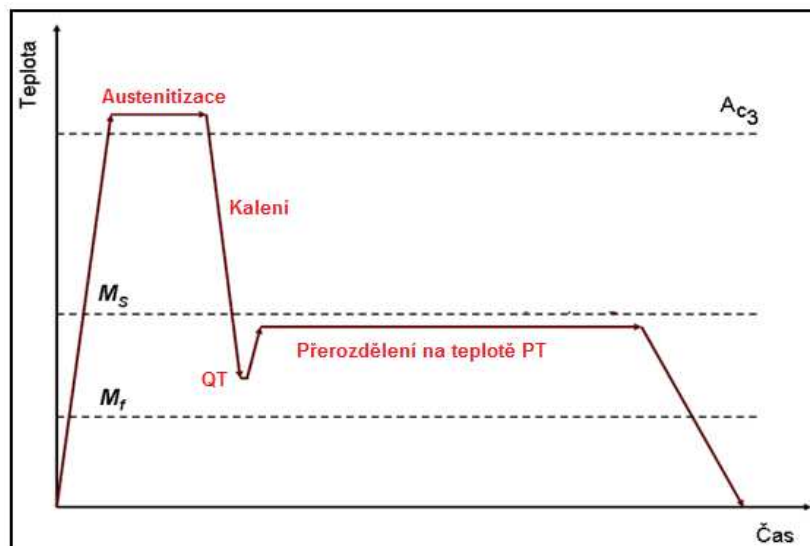
Chrom patří do skupiny feritotvorných prvků a tvoří karbidy, jež zvyšují odolnost proti opotřebení. Chrom zvyšuje stabilitu austenitu a zpomaluje perlitickou a bainitickou transformaci. V ternárních slitinách Fe-Cr-C se část chromu rozpustí v základní kovové matici a část tvoří s uhlíkem karbidy. Chrom zvyšuje pevnost a zlepšuje prokalitelnost nízkolegovaných ocelí. Pevnost stoupá pomaleji než při přísadě manganu nebo křemíku. Chrom je nejčastější přísadou konstrukčních nízkolegovaných ocelí na zušlechťování, protože je relativně laciný a ovlivňuje mnoho vlastností. [28, 30]

4 Quenching & Partitioning (Q&P) proces

Nový druh tepelného zpracování, který je v anglické literatuře označován jako Quenching & Partitioning nebo-li Q&P proces, byl poprvé popsán v roce 2003, kdy byl navržen pro nízko-legované martenzitické oceli. [32]

Principem Q&P procesu (Obr. 9) je rychlé zakalení materiálu z teploty ležící nad A_{c3} mezi teploty M_s a M_f tak, aby nedošlo k proběhnutí martenzitické přeměny v celém objemu materiálu. Po přerušeném kalení následuje popuštění těsně pod teplotu M_s na tzv. teplotě přerozdělení. Na této teplotě dochází k obohacení zbytkového austenitu uhlíkem, který difunduje z přesycené martenzitické fáze, ve které má uhlík velmi nízkou rozpustnost v tuhém stavu. [34] Tímto způsobem je zbytkový austenit ve struktuře stabilizován i po finálním dochlazení na pokojovou teplotu. Výsledná struktura oceli po zpracování Q&P procesem je tvořena směsí popuštěného kubického martenzitu a stabilizovaného zbytkového austenitu. [35] To vede k získání lepší kombinace pevnosti a tažnosti v porovnání s jinými AHS oceli jako jsou např. DP oceli, TRIP oceli, TWIP a CP oceli. [32] Důležitým faktorem u tohoto zpracování je potlačení precipitace karbidů z důvodu dostatečné stabilizace zbytkového austenitu. Tohoto potlačení je dosahováno vhodným legováním oceli.

Morfologie, množství a rozložení zbytkového austenitu v martenzitické struktuře má významný vliv na mechanické vlastnosti. Množství zbytkového austenitu je ovlivněno řadou parametrů, které spolu navzájem úzce souvisí. Jedná se zejména o nejnižší teplotu přechlazení při přerušeném kalení, dále pak o teplotu, při které dochází ke stabilizaci netransformovaného austenitu, a rovněž o dobu výdrže na této teplotě. Optimální parametry tohoto procesu jsou závislé na chemickém složení materiálu. [26, 36]



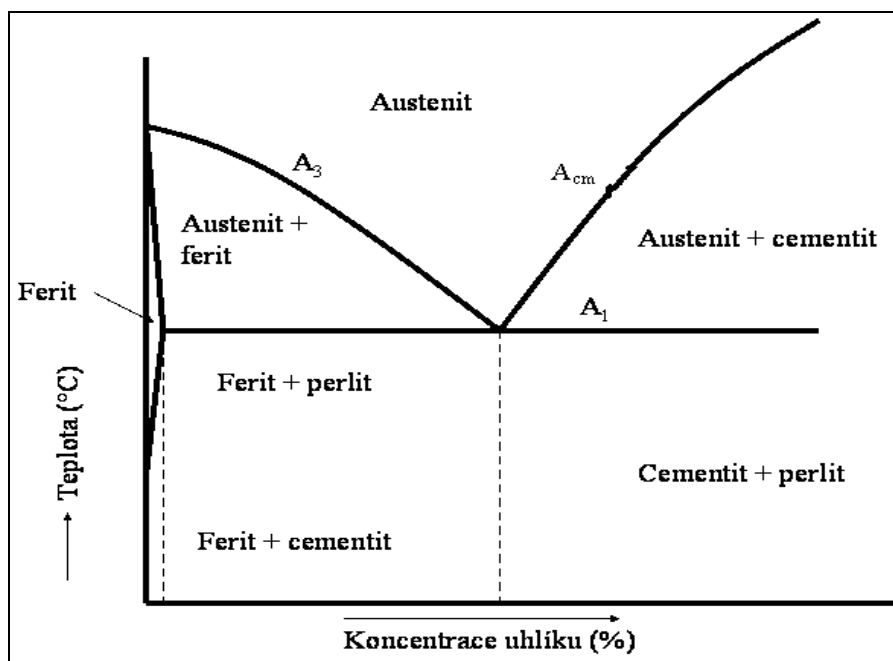
Obr. 9 Schematický diagram Q&P procesu, QT – teplota přechlazení, PT – teplota přerozdělení

4.1 Charakteristické děje během Q&P procesu

K úspěšnému navržení tepelného zpracování a dosažení požadované mikrostruktury a tím zajištění požadovaných mechanických nebo technologických vlastností materiálu, je nutno znát jevy probíhající v tuhé fázi při ohřevu a ochlazování. Během Q&P procesu probíhají v materiálu fázové přeměny především austenitizace, martenzitická přeměna a děje probíhající na teplotě přerozdělení.

4.1.1 Austenitizace

U oceli s alotropickou přeměnou v tuhém stavu dochází při ohřevu nad kritické teploty k fázové přeměně, tzv. austenitizaci. Austenitizace je proces přeměny feriticko-cementitické struktury za rovnovážných podmínek na strukturu austenitickou. Spočívá v ohřevu oceli nad kritické teploty A_{c1} , eventuálně v závislosti na chemickém složení oceli, nad teplotu A_{c3} nebo A_{cm} (Obr. 10). V průběhu austenitizace jsou z praktického hlediska důležité zejména dva pochody, a to tvorba a homogenizace austenitu a následný růst austenitického zrna. [37]



Obr. 10 Diagram Fe-Fe₃C [37]

Austenitizace začíná přeměnou perlitu na austenit a je následována postupnou přeměnou feritu (sekundárního cementitu) v austenit při zvyšování teploty nad A_{c1} . Z hlediska polymorfie dochází k přeměně krychlové prostorově středěné mřížky feritu na krychlovou plošně středěnou mřížku austenitu, počínající na fázovém rozhraní feritu a cementitu. Při přeměně perlitu na austenit zůstávají zbytky karbidů, které se postupně rozpouštějí. Lokální rozdíly koncentrací uhlíku a přísadových prvků v austenitu se vyrovnávají v průběhu času a při zvyšování teploty. Přeměna má difúzní charakter a probíhá tvorbou zárodků austenitu a jejich dalším růstem. [37, 39]

U eutektoidní oceli při ohřevu nad teplotu A_{c1} vznikají austenitická zrna na zárodcích z lamel perlitického feritu a cementitu, přičemž se cementit rozpouští ve vzniklém austenitu druhotně. Při malém překročení teploty A_{c1} nebo při krátkých časech výdrže vzniká nehomogenní austenit dokonce ještě s nerozpuštěnými lamelami cementitu. Pokud dojde k většímu překročení teploty A_{c1} nebo při dlouhých časech výdrže dostáváme homogenní austenit. [38]

U podeutektoidní oceli při ohřevu nad teplotu A_{c1} dochází nejprve k přeměně perlitu na nehomogenní austenit a poté dochází k přeměně feritu na austenit. I v tomto případě musí být značně překročena teplota A_{c3} nebo dostatečně dlouhá výdrž na teplotě z důvodu dosažení homogenního austenitu. [38]

U nadeutektoidní oceli je průběh přeměny podobný jako u podeutektoidní, pouze s tím rozdílem, že teplota A_{c3} je nahrazena teplotou A_{cm} a ferit sekundárním cementitem. Nadeutektoidní oceli se ohřívají pouze do oblasti nad teplotu A_1 , protože v případě ohřevu do oblasti austenitu by došlo k značnému zhrubnutí zrna. [38]

Cílem austenitizace je zpravidla dosáhnout homogenního jemnozrného austenitu, neboť jeho překrystalizací se získá opět struktura jemnozrná s příznivými mechanickými vlastnostmi. Velikost austenitického zrna dané oceli závisí na stavu výchozí struktury, podmínkách překrystalizace a na teplotě a době austenitizace. Při zvyšování teploty a prodlužování výdrže na teplotě dochází k růstu zrna. Při vysokých teplotách a dlouhých časech austenitizace vzniká homogenní strukturu, ale dochází ke zhrubnutí zrna. Naopak při nízkých teplotách a krátkých časech austenitizace vzniká struktura jemnozrná, ale heterogenní tj. s místní rozdílnou koncentrací uhlíku, který zapříčiní (např. po kalení) heterogenní rozložení mechanických vlastností např. tvrdosti. Jemnozrnnost může vést k nežádoucímu zhoršení některých vlastností (např. tvárnost, prokalitelnost), naproti tomu nadměrná hrubozrnnost vede vždy k výraznému zhoršení vlastností. Tvářením zatepla těsně před fázovou přeměnou lze účinně zjemnit austenitickou strukturu a tak zlepšit mechanické vlastnosti oceli. [40]

Austenit nad kritickými teplotami A_1 popř. A_3 nebo A_{cm} je stabilní. V případě jeho ochlazení pod kritické teploty se austenit dříve nebo později rozpadá na jiné struktury, a proto se nazývá nestabilní. Doba, kterou potřebuje nestabilní austenit pro svůj rozpad na jinou strukturu se nazývá inkubační doba. Inkubační doba je závislá na chemickém složení oceli a na teplotě podchlazení. V důsledku polymorfie se při ochlazování přeměňuje kubická plošně centrovaná modifikace železa v modifikaci kubickou prostorově centrovanou. Přeměna je doprovázena výraznou objemovou změnou, způsobenou větší hustotou uspořádání atomů v mřížce γ než v mřížce α . [41]

Přechlazený austenit prodělává kromě případných proeutektoidních přeměn jednu ze tří následujících základních transformací: perlitickou, bainitickou nebo martenzitickou. Podle chemického složení a teploty se mění i mechanismus přeměny. Vznikající struktury jsou produktem rozpadu austenitu, takže nemůže např. vzniknout martenzit z perlitu nebo bainitu při jejich ochlazování. [77] Při rychlostech ochlazování vyšších než je kritická rychlost kalení a při nižších teplotách, než je teplota bainitické přeměny, dochází ke vzniku martenzitu.

4.1.1.1 Vliv deformace austenitu na jeho přeměnu a výslednou strukturu

Pokud je austenit před svojí přeměnou nebo při přeměně deformován, pak to má značný vliv na průběh následných fázových přeměn a na výslednou strukturu po přeměně a její mechanické vlastnosti. Na velikost těchto změn má hlavní vliv stupeň deformace austenitu a teplota, při níž je austenit deformován, tedy jestli je deformován jako stabilní při teplotě nad A_1 nebo jako metastabilní při teplotě pod A_1 . [42] Tvářením zatepla těsně před přeměnou dochází k vytvoření jemnozrné struktury austenitu a zlepšení mechanických

vlastností produktů přeměny. Například tzv. kontrolovaným válcováním lze vyrobit jemnozrnné oceli s poměrně vysokými pevnostními vlastnostmi a dobrou houževnatostí. [76]

Jak již bylo prokázáno v řadě studií, přeměna plasticky deformovaného austenitu na ferit, perlit nebo martenzit probíhá rychleji než u austenitu bez předcházející deformace. [44] Toto zrychlení se projevuje především na počátku těchto přeměn, při nízkém podchlazení a zvětšuje se s rostoucí deformací [3].

Deformací austenitu dochází ke vzniku hustých dislokačních sítí, která brzdí postup fázového rozhraní a navzdory velkému počtu zárodků bývá podíl nové fáze menší než v případě transformace z nedeformovaného austenitu. [45, 43, 46] Deformací austenitu dochází také k precipitaci velmi jemných karbidů, což způsobuje zvýšení odporu proti plastické deformaci. [30]

Přeměnou deformovaného austenitu na martenzit dochází k tomu, že velké množství vzniklých mřížkových poruch iniciují tvorbu martenzitu a ten se pak začíná tvořit při vyšších teplotách než odpovídá obvyklé teplotě M_s . Martenzit navíc "dědí" z austenitické fáze dislokace, které přispívají k vyššímu deformačnímu zpevnění. [43]

4.1.2 Martenzitická přeměna

Při zpracování Q&P procesem je materiál po austenitizaci rychle zakalen na teplotu ležící těsně nad teplotou M_f , přičemž na této teplotě je kalení přerušeno. Nedochází tak k úplné přeměně austenitu na martenzit. Rychlým zchlazením jsou v materiálu bržděny difúzní pochody a materiál se nachází ve stavu nestabilním, tj. ve stavu neodpovídajícím rovnovážnému diagramu. Po přerušeném kalení následuje typický krok pro Q&P proces. Tímto krokem je izotermická výdrž provedená na teplotě ležící těsně pod M_s , která umožňuje difúzi uhlíku z přesyceného martenzitu do netransformovaného austenitu.

Při martenzitické transformaci je austenit ochlazen tak rychle, aby přes oblast teplot perlitické a bainitické transformace přešel beze změny a při nízkých teplotách pak transformoval na martenzit nebo-li silně přesycený tuhý roztok uhlíku v železe α . Teploty martenzitické přeměny jsou tak nízké, že je při nich prakticky nemožná difúze substitučních i intersticiálních atomů. Proto je chemické složení vznikajícího martenzitu totožné se složením původního austenitu a přesuny atomů při transformaci jsou možné jen na vzdálenost kratší než je meziatomová vzdálenost v mřížce. Jedná se tedy o bezdifúzní přeměnu. [47] Tímto mechanismem je martenzitická transformace podobná plastické deformaci a označuje se proto jako stříhová přeměna.

Teploty, při kterých martenzitická transformace začíná M_s (martenzit start) a končí M_f (martenzit finish) nezávisí na rychlosti ochlazování austenitu. Teplota M_s je funkcí stavu austenitu, především jeho chemického složení. Martenzitická transformace začíná ihned po dosažení teploty M_s a to bez inkubační doby. Přitom každé teplotě M_s odpovídá určité množství vzniklého martenzitu a setrvání na konstantní teplotě pod M_s nezvýší jeho obsah ve struktuře. K dalšímu zvýšení podílu martenzitu je potřeba snížit teplotu. Teplota M_f je definována jako teplota pod kterou již martenzitická transformace neprobíhá nebo je její rozsah zanedbatelně malý. I pod teplotou M_f však zůstává ve struktuře určitý podíl zbytkového austenitu. [47] Podstatou Q&P procesu je však teplotu M_f nepřekračovat z důvodu zachování většího podílu původního netransformovaného austenitu ve struktuře a pozdější jeho stabilizaci na teplotě ležící těsně pod M_s .

Martenzitická transformace se uskutečňuje vznikem zárodků na poruchách krystalické struktury austenitu a jejich růstem. Na rozdíl od ostatních přeměn, rychlost martenzitické přeměny je srovnatelná s rychlostí šíření zvuku v oceli. [47] Jakmile tedy některá částice martenzitu začne růst, vyroste do své konečné velikosti téměř okamžitě a růst krystalu martenzitu ustane, narazí-li jeho čelo na hranici zrna austenitu, na precipitát nebo jiný krystal

martenzitu (Obr. 11). Čím větší množství překážek ve struktuře, tím bude výsledná martenzitická struktura jemnější. [41]

Protože martenzit má stejný obsah uhlíku jako měl výchozí austenit, je při bezdifúzní přeměně zamezen jakýkoliv přesun uhlíku v prostoru tetragonální prostorově středěné buňce, která má oproti buňce kubické plošně centrované méně prostoru pro umístění atomu uhlíku. Všechny atomy uhlíku proto zůstávají na místech, na kterých byly předtím v austenitu, a vyvolávají silná vnitřní pnutí v materiálu. [41] Čím více je uhlíku ve "feritu", tím je tetragonalita martenzitu větší. Deformace mřížky znesnadňuje pohyb dislokací materiálem, a proto tvrdost martenzitu se zvyšujícím se obsahem uhlíku roste. [47] To se projevuje zvýšením tvrdosti a pevnosti, ale také zvýšením křehkosti struktury, které stoupají s obsahem uhlíku v oceli do té míry, že bez další tepelné úpravy by tato struktura nebyla v technické praxi téměř nikde použitelná. [41]



Obr. 11 Průběh martenzitické přeměny [48]

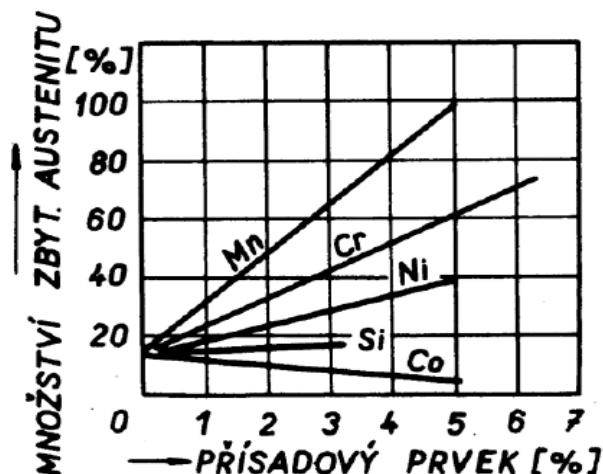
4.1.3 Rozpad uhlíku na teplotě přerozdělení

Důležitým typickým krokem Q&P procesu provedeným po austenitizaci a částečné martenzitické přeměně je izotermická výdrž na teplotě ležící mezi teplotami M_s a M_f tzv. teplotě přerozdělení (Obr. 9). Tato teplota podstatně ovlivňuje množství zbytkového austenitu v oceli.

4.1.3.1 Zbytkový austenit

Zbytkový austenit po zpracování Q&P procesem je netransformovaný austenit v metastabilním stavu, který v oceli zůstává po částečné martenzitické přeměně a izotermické výdrži na teplotě přerozdělení. Tato izotermická výdrž umožňuje redistribuci uhlíku z přesycené martenzitické fáze do netransformovaného austenitu a tím dochází k značné stabilizaci zbytkového austenitu a zachování v oceli i za nízkých teplot.

Vyšší obsah zbytkového austenitu a jeho morfologie příznivě ovlivňuje tvárnost oceli, houževnatost a zvláště vytváří-li např. obálky jehlic martenzitu. Na množství zbytkového austenitu má vliv stabilita austenitu a velikost austenitického zrna. Nezanedbatelný vliv má obsah uhlíku, který je nejdůležitější prvek přispívající k stabilizaci austenitu a také legující prvky (Obr. 12) jako např. Si, Cr a Mn (viz. kapitola 3) [75]



Obr. 12 Vliv přísadových prvků na podíl zbytkového austenitu (pro ocel s 1% uhlíku) [49]

4.1.3.2 Termodynamika rozpadu uhlíku

Ovlivnění mechanických vlastností zbytkovým austenitem obohaceným uhlíkem v bainitické nebo martenzitické struktuře je již delší dobu známý jev. Naproti tomu mechanismus difúze uhlíku z přesyceného martenzitu do netransformovanému austenitu, který je využíván právě u Q&P procesu, zatím nebyl příliš prozkoumán. U kalených ocelí je tento proces běžně pomíjen, z důvodu příliš nízké teploty. Při následném popouštění se uhlík z přesyceného martenzitu vylučuje mechanismem precipitace karbidů, jenž obvykle brání přesycení austenitu uhlíkem. Proto byl vyvinut model popisující uvedený mechanismus přerozdělení uhlíku ze zakaleného martenzitu do zbytkového austenitu s předpokladem, že ostatní konkurenční reakce např. přeměna na bainit nebo precipitace karbidů budou potlačeny. Na základě tohoto předpokladu bude možné předem určit tzv. "koncový bod" přerozdělování, který nastane v okamžik, kdy martenzitický ferit a austenit budou v metastabilní rovnováze. [53]

Pro lepší objasnění tohoto modelu je důležité definovat tzv. pararovnovážný stav. Jako pararovnováha je označovaná metastabilní rovnováha mezi austenitem a feritem za podmínek, kdy je umožněna difúze uhlíku na dlouhou vzdálenost, zatímco difúze pomalu se pohybujících substitučních prvků je obtížná. Tento koncept se běžně využívá pro popis transformací, tj. pro pohybující se fázové rozhraní, kdy se podíly feritu a austenitu mohou měnit tak, aby se zajistil stejný chemický potenciál všech složek (Fe, substitučních atomů, C) jak ve feritu, tak v austenitu. V tomto případě se předpokládá, že fázové rozhraní mezi martenzitem a RA je nepohyblivé. [54, 59]

Omezená pararovnováha neboli CPE („constrained paraequilibrium“) je označována metastabilní rovnováha mezi feritem a austenitem dosažená po ukončení difúze uhlíku v případě nepohyblivého, nebo omezeně pohyblivého rozhraní mezi dvěma fázemi. [54, 59] Omezená pararovnováha je popsána dvěma podmínkami:

- rovnost chemického potenciálu uhlíku v každé fázi
- zachování původního množství atomů železa a substitučních prvků v každé fázi.

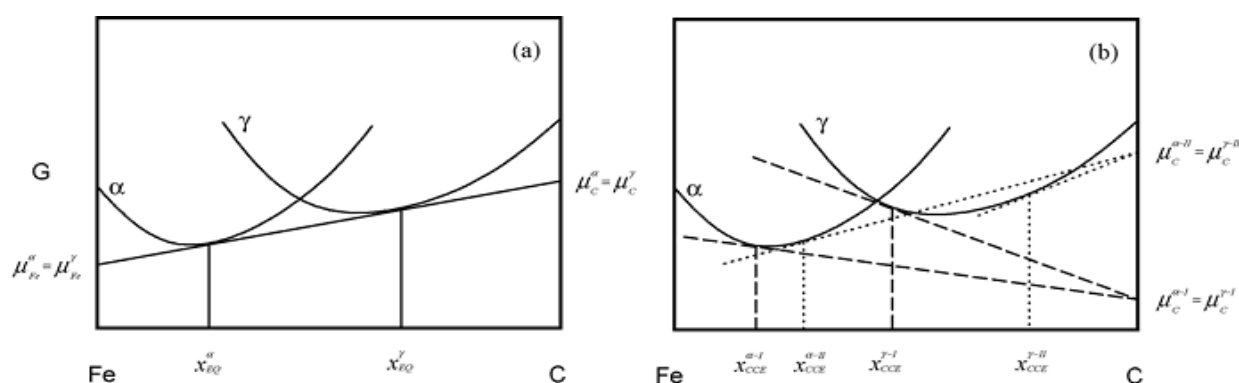
Především u první podmínky omezené pararovnováhy je difúze uhlíku ukončena, když dojde k vyrovnání chemického potenciálu uhlíku ve feritu a austenitu. Pokud bude zanedbán vliv legujících prvků na aktivitu uhlíku, lze tuto podmínku zapsat pro Fe-C binární systém následujícím způsobem [55, 56]:

$$x_C^\gamma = x_C^\alpha \cdot e^{-\frac{76,789 - 43,8T - (169,105 - 120,4T) x_C^\gamma}{RT}} \quad (1)$$

kde x_C^α – molární podíly uhlíku ve feritu
 x_C^γ – molární podíly uhlíku ve feritu a v austenitu
 R – plynová konstanta
 T – absolutní teplota

Potřebná termodynamika je začleněna v rovnici 1.

Metastabilní rovnováha mezi feritem a austenitem je dána Gibbsovou volnou energií, která je závislá na chemickém složení (Obr. 13a). Z termodynamické podmínky, že chemický potenciál uhlíku je stejný v obou fázích vyplývá pro omezenou rovnováhu pouze to, že tangenty ke křivkám volné energie feritu a austenitu se musí protínat v jednom bodě na ose uhlíku. Bod protnutí představuje stejný potenciál uhlíku ve feritu a v austenitu, ale chemický potenciál železa je v každé fázi různý. Tato podmínka může být splněna nekonečným počtem koncentrací fází a příklady dvou takových podmínek lze schématicky znázornit na vyobrazení Gibbsovy volné energie v závislosti na chemickém složení (Obr. 13b). Toto vyobrazení popisuje termodynamické podmínky CPE pro dva libovolné případy, kdy tečny feritu a austenitu ke křivkám Gibbsovy volné energie protínají osu uhlíku v jednom bodě. Bod protnutí představuje stejný potenciál uhlíku ve feritu a v austenitu, ale chemický potenciál železa je v každé fázi různý. Z toho vyplývá, že existuje nekonečný počet různých variant chemického složení feritu a austenitu, ale podmínka zachování rovnováhy hmoty určuje jednoznačně fázové složení. Pro CCE jsou podíly fází určeny rozsahem martenzitické reakce na teplotě kalení, tj. tím, jaký objem martenzitu vznikne, a ne pákovým pravidlem použitým na rovnovážné nebo para-rovnovážné spojovací čáře. [52, 53]



Obr. 13 Schématické vyobrazení Gibbsovy volné energie v závislosti na chemickém složení. [53]
 Diagram metastabilní rovnováhy mezi feritem a austenitem v binární soustavě při určité teplotě Fe-C: a) rovnovážný stav, b) dvě podmínky CPE rovnováhy (I a II).

Druhá podmínka vyžaduje, aby se během přerozdělování uhlíku neměnil v žádné fázi počet atomů železa a substitučních prvků. Matematicky lze tuto rovnováhu hmoty pro atomy železa zapsat rovnicí: [57, 60]

$$f_{CPE}^{\gamma} (1 - x_{CPE}^{\gamma}) = f_i^{\gamma} (1 - x_C^{alloy}) \quad (2)$$

kde x_C^{alloy} - celková koncentrace uhlíku v oceli (v atomových podílech, platícího ve slitinách Fe-C při respektování vztahu $1 - x_C = x_{FE}$),

f_i^{γ} - molární podíl zbytkového austenitu před počátkem přerozdělování

f_{CPE}^{α} - molární podíl zbytkového austenitu při omezené pararovnováze
 x_{CPE}^{γ} - koncentrace uhlíku při omezené pararovnováze, kdy je přerozdělení uhlíku dokončeno.

Omezená pararovnováha je dosažena, pokud jsou splněny výše zmíněné rovnice (1)-(2) i rovnice (3)-(4) popisující rovnováhu uhlíku:

$$f_{CPE}^{\alpha} x_{CPE}^{\alpha} + f_{CPE}^{\gamma} x_{CPE}^{\gamma} = x_C^{alloy} \quad (3)$$

Vztah mezi fázovým podílem feritu a austenitu lze vyjádřit:

$$f_{CPE}^{\alpha} + f_{CPE}^{\gamma} = 1 \quad (4)$$

Ukázkový výpočet CPE ukázal, že většina uhlíku v oceli přechází do austenitu, a díky tomu lze dosáhnout poměrně vysokého obohacení austenitu uhlíkem. [57] Ilustrována byla rovněž závislost metastabilní koncentrace CPE na obsahu uhlíku ve slitině, teplotě a fázovém podílu martenzitu a austenitu po zakalení. [60] I když detailní výpočty nejsou obtížné, bylo zjištěno, že lze složení austenitu při omezené rovnováze dobře aproximovat za předpokladu, že v podstatě všechny atomy uhlíku z martenzitu difundovaly do austenitu a následně použít odpovídající rovnici rovnováhy uhlíku založenou na množství zbytkového austenitu přítomném po kalení (2).

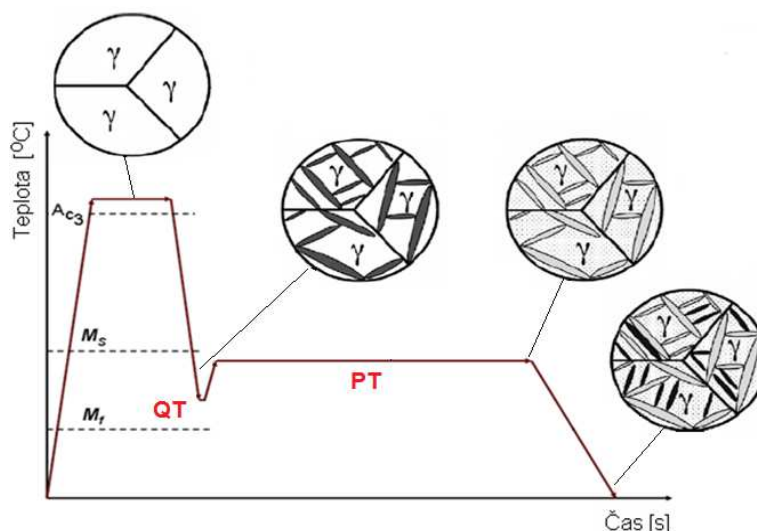
4.2 Navržení nového tepelného zpracování

Výsledky modelu s omezenou pararovnováhou (kapitola 4.1.3.2) mohou být využity pro navržení nového tepelného zpracování Q&P procesu. Nový proces spočívá v rychlém zakalení materiálu z austenitizační teploty nad A_{c3} na vybranou teplotu mezi M_s a M_f (Obr. 14). Zakalení probíhá tak rychle, aby neproběhla martenzitická přeměna v celém objemu materiálu. Výsledná struktura procesu je tvořena martenzitickou maticí se zbytkovým austenitem. Následným ohřevem materiálu na teplotu přerozdělení, která leží těsně pod teplotou M_s , dochází k difúzi přebytečného uhlíku z martenzitu do zbytkového austenitu. Difúzí uhlíku z přesyceného martenzitu k netransformovanému austenitu se zvyšuje stabilita zbytkového austenitu při následném ochlazení na pokojovou teplotu. [27, 53]

Proces předpokládá, že přesycení uhlíkem je odstraněno difúzí uhlíku do zbytkového austenitu a označuje se jako kalení s přerozdělením, nebo-li Q&P. Od konvenčního kalení a popouštění se toto zpracování liší především tím, že při nízkoteplotním popouštění

nedochází k rozpadu silně přesyceného tetragonálního martenzitu na kubický martenzit za současného vzniku karbidů železa. Nicméně dochází k tomu, že difundující uhlík z přesyceného martenzitu stabilizuje netransformovaný austenit, který zůstává stabilní i při ochlazení na pokojovou teplotu. Vznik karbidů je v tomto případě potlačen vhodnou legovací strategií a podmínkami tepelného zpracování. [26, 51, 52]

Při delších časech přerozdělení může z transformovaného nebo netransformovaného austenitu vznikat také bainit, který může být bezkarbidický díky vlivu legujících prvků.



Obr. 14 Diagram Q&P procesu s ukázkou vývoje mikrostruktury, QT – teplota přechlazení, PT – teplota přerozdělení

4.2.1 Rozpad přesyceného martenzitu na teplotě přerozdělení

Jednou z nejdůležitějších teplot tohoto zpracování je teplota přechlazení PT, při které dochází k stabilizaci zbytkového austenitu. Účinná stabilizace austenitu ve struktuře je důsledkem rovnováhy mezi tím, kolik austenitu vznikne při dané teplotě přechlazení a tím, kolik je k dispozici uhlíku, který by mohl difundovat do austenitu. Pokud zanedbáme konkurenční reakce např. precipitaci karbidů, je množství uhlíku dáno jeho koncentrací v oceli a také teplotou přechlazení, která stanoví podíl martenzitu, z něhož může další uhlík během procesu přerozdělování difundovat. Zde mohou nastat dva krajní případy. V prvním případě se jedná o zchlazení materiálu na vysokou teplotu přechlazení (těsně pod M_s), kde vzniká pouze malý podíl martenzitu. Z toho důvodu je velké množství netransformovaného austenitu při přerozdělování obohaceno pouze o malé množství přidaného uhlíku, což vede k velmi malému navýšení chemické stabilizace. Zatím co u druhého případu při velmi nízkých teplotách přechlazení (těsně nad M_f) vznikne velké množství martenzitu, ze kterého může difundovat velké množství uhlíku do patřičně malého množství austenitu. Chemická stabilita tohoto austenitu při pokojové teplotě tudíž bude zaručena, avšak jeho objemový podíl, vyplývající z nízké teploty přechlazení, zůstane nízký. Pokud je požadováno dosažení maximálního podílu austenitu, je nezbytné stanovit vhodnou teplotu přechlazení. Ta bude ležet mezi těmito extrémy a povede k dosažení právě optimálního množství martenzitu, které bude nezbytné k obohacení netransformovaného austenitu uhlíkem po úplném přerozdělení a sníží jeho teplotu M_s pod pokojovou teplotu [52, 58].

Proto byla navržena metoda pro stanovení optimální teploty přechlazení, která by zaručila maximální možný obsah zbytkového austenitu po zpracování Q&P procesem. Tato metoda předpokládá, že dojde k přerozdělení všech atomů uhlíku z martenzitu do austenitu a precipitace karbidů bude zcela potlačena. [53] Aplikací této metody bylo na plechu z TRIP

oceli s chemickým složením 0,19%C, 1,96%Al, 1,46%Mn, 0,02%Si po interkritickém žhání dosaženo 50% austenitu a 50% feritu před následným kalením (Obr. 15). Konečný podíl austenitu po přerozdělení a chlazení na pokojovou teplotu je dán závislostí mezi teplotou přechlazení a podílem fází (Obr. 15). Podíl martenzitu a austenitu je závislý na teplotě přechlazení spolu s podílem nového martenzitu, který vzniká při finálním dochlazení na pokojovou teplotu. [53]

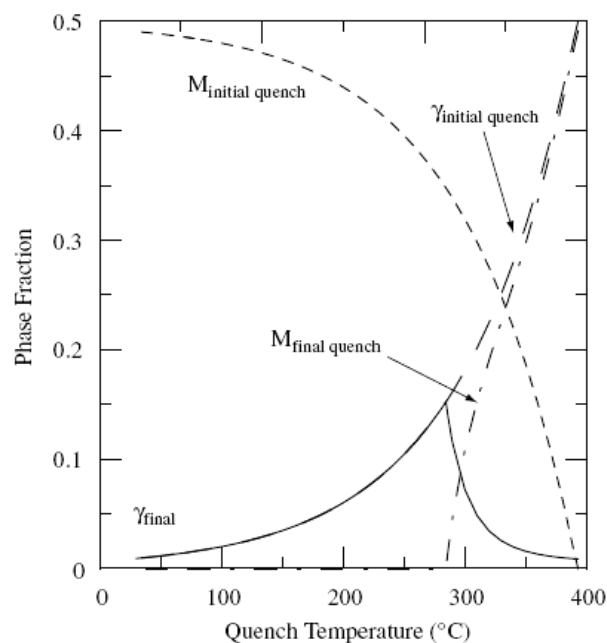
Model nejprve stanovuje podíly austenitu a martenzitu při teplotě přechlazení QT založené na přechlazení od M_s , podle Koistinen-Marburgerova vztahu [53]:

$$f_m = 1 - e^{a(M_s - QT)} \quad (5)$$

kde f_m – podíl austenitu, který transformuje na martenzit při kalení na teplotu QT
a – materiálová konstanta
 M_s – teplota martenzit start
QT – teplota přechlazení

Po zakalení a ukončení úplného přerozdělení mezi martenzitem a austenitem lze stanovit podíl obohaceného netransformovaného austenitu opět s použitím Koistinen a Marburgerova vztahu.

Výsledky modelu umožňují navrhnout optimální tepotu přechlazení, která poskytne maximální množství zbytkového austenitu. Optimální teplota odpovídá hodnotě, kdy vznikne tolik martenzitu, že zbývajících austenit bude mít po přerozdělení teplotu M_s na pokojové teplotě (Obr. 15 – špička na křivce). Tato metoda poskytuje návod pro vhodný návrh experimentálního zpracování a umožňuje předpovědět vliv změn procesních parametrů na strukturu. Tento jednoduchý model nepředpovídá kinetiku přerozdělení, avšak v budoucnu bude nutné kvůli vyvinutí sofistikovanějšího modelu lépe pochopit přerozdělení probíhající na větší vzdálenosti v mikrostruktuře a také kinetiku možné precipitace karbidů. [53]



Obr. 15 Předpokládané složení mikrostruktury pro experimentální ocel po Q&P zpracování. Plná čára zobrazuje výsledný podíl austenitu při pokojové teplotě. Ostatní přerušované čáry představují austenit a martenzit přítomné při teplotě počátku kalení a přírůstek martenzitu vzniklý během finálního kalení na pokojovou teplotu. [53]

4.3 Konkurenční reakce zabraňující stabilizaci zbytkového austenitu

K získání dostatečného podílu zbytkového austenitu ve struktuře je nutno potlačit tzv. konkurenční reakce. Tyto reakce buď snižují koncentraci uhlíku dostupného k přerozdělení do netransformovaného austenitu, nebo omezuje objem netransformovaného austenitu jeho rozpadem. Mezi první typ konkurenčních reakcí patří zachycení uhlíku v mřížkových vadách martenzitu tedy na dislokacích a precipitace karbidů v martenzitu nebo v austenitu. Druhým typem konkurenčních reakcí je bainitická nebo perlitická transformace austenitu.

Perlitická přeměna austenitu závisí na protnutí s nejnižší částí C-křivky (křivka perlitické přeměny) při relativně nízkých teplotách a tudíž lze předpokládat, že by k ní došlo pouze po velmi dlouhých časech, které pro průmyslové procesy nemají velký význam a s největší pravděpodobností by jí předcházela další možná přeměna. [52]

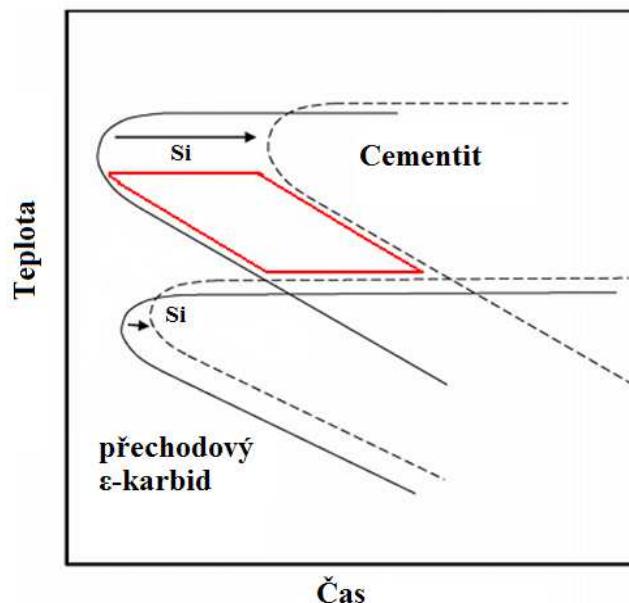
Podstatně větší roli může hrát přeměna austenitu na bainit. Jedná se hlavně o případ, kdy v materiálu zůstávají větší oblasti netransformovaného austenitu po počátečním zakalení. K této přeměně navíc může dojít v časech odpovídajících běžnému průmyslovému zpracování, přestože se jedná o časy kratší, než které jsou potřebné pro difúzi uhlíku z martenzitu. I když se předpokládá, že tato přeměna omezí stabilizaci austenitu dosaženou Q&P procesem, vznikající bainit by byl bezkrabidický a tvořen směsí bainitického feritu a zbytkového austenitu. [52, 71, 72, 73] Precipitace karbidů v austenitu je pomalejší ve srovnání s precipitací v martenzitickém feritu, tudíž třeba soustředit se na precipitaci karbidů v martenzitu. [52]

4.3.1 Význam potlačení precipitace karbidů

Nemožnost precipitace karbidů je základním prvkem v modelu omezené pararovnováhy, neboť pokud je možné dosáhnout stabilnějšího stavu rovnováhy mezi feritem a cementitem, nebude se uplatňovat metastabilní rovnováha mezi feritem a austenitem. Jakýkoliv vznik karbidů ovšem podstatně spotřebovává uhlík, který není dále dostupný k obohacení austenitu. Proto je nezbytné pochopit a řídit precipitační proces karbidů, který může nastat během izotermické fáze přerozdělení v Q&P procesu. [53]

Vznik cementitu může být omezen nebo potlačen křemíkem [21, 62] a podobný efekt vykazují i hliník a fosfor. [63, 74] Tyto prvky tudíž hrají kritickou roli pro uskutečnění Q&P procesu. V literatuře zabývající se popouštěním martenzitu je uvedeno, že křemík potlačuje vznik cementitu nebo zpožďuje přechod od prvních stádií popouštění, kdy vznikají ϵ -karbidy, k pozdějším stádiím popouštění, kde vzniká cementit. [64, 65, 66] Přítomnost jemných přechodových karbidů v martenzitu obvykle není považována za nepříznivou, zatímco cementit představuje větší problém. Proto byla zaměřena pozornost na porozumění procesu změn přechodových karbidů na cementit. [65, 66] U Q&P procesu ale i precipitace přechodových karbidů znamená nižší potenciál obohacení austenitu uhlíkem, a proto je nutné v případě tohoto typu zpracování lépe pochopit počátek precipitace těchto karbidů, včetně vlivů složení a zpracování. [33, 67, 69]

Precipitace karbidů může být dokumentována pomocí schématických C-křivek (Obr. 16), kde je zobrazen vliv křemíku na posun C-křivek v jednotlivých teplotních oblastech pro přechodový karbid a cementit. V diagramu je schématicky naznačeno zpomalení precipitace cementitu legováním, čímž vzniká teplotně-časový prostor pro tepelné zpracování přerozdělením. Nejnižší teplota přerozdělení, při které lze dosáhnout maximální stabilizace austenitu ve zkoumané oceli, je tudíž definována vznikem tranzitního ϵ -karbidu. V důsledku toho vliv precipitace přechodových karbidů při nižších teplotách přerozdělování výrazně omezuje maximální množství zbytkového austenitu dosažitelné Q&P zpracováním. [51, 54]



Obr. 16 Schématické znázornění vlivu křemíku na vznik cementitu a přechodových ϵ -karbidů, červenou barvou je vyznačena oblast teplotně – časového prostoru vzniklého posunem C – křivky cementitu [51]

Precipitace přechodových karbidů přímo ze zbytkového austenitu nebyla při popouštění martenzitu pozorována. Protože chemický potenciál uhlíku je mnohem vyšší v zakaleném martenzitu, než ve zbytkovém austenitu, lze předpokládat, že nukleace karbidů bude pravděpodobnější v bcc feritu než v austenitu. [67, 68] Vhodným místem pro nukleaci karbidů je také fázové rozhraní F/A. Před izotermickým přerozdělením dojde v Q&P procesu k velkému přesycení martenzitu uhlíkem. Toto přesycení může podpořit precipitaci přechodových karbidů výrazněji, než by tomu bylo při bainitické přeměně za stejné teploty. V této souvislosti je nutno poznamenat, že přesycení bainitického feritu uhlíkem během jeho vzniku zůstává předmětem diskusí. V každém případě platí, že míra, do které bude potlačen vznik karbidů, je kritickým faktorem ovlivňujícím mikrostrukturu dosažitelné Q&P procesem. Z toho vyplývá nutnost dalšího výzkumu pro stanovení vlivu legování a zpracování na precipitační chování karbidů a kinetiku těchto ocelí. [53]

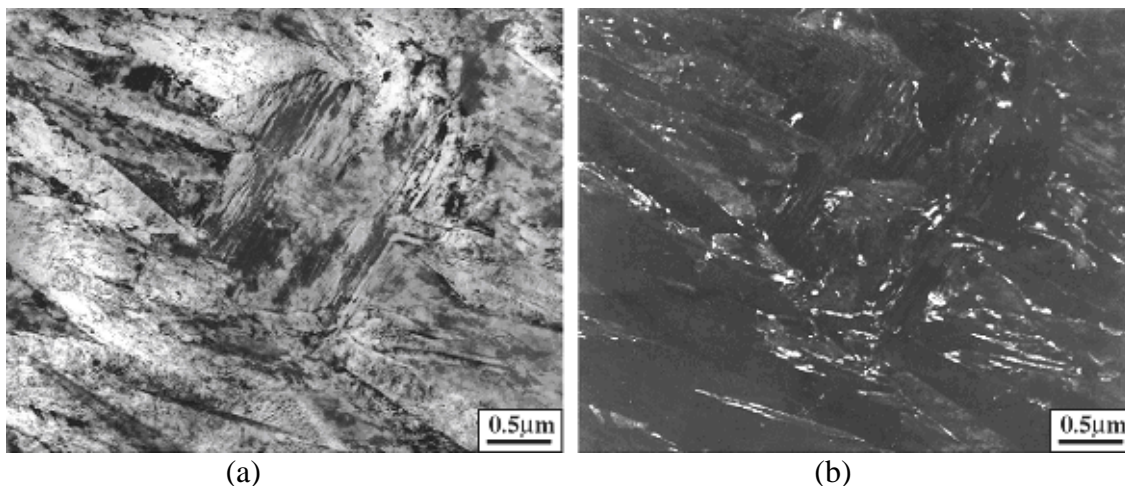
4.4 Vývoj mikrostruktury během zpracování Q&P procesem

Q&P proces byl již dříve zkoumán a uveden i v jiných studiích [52] na experimentálních a běžných ocelích, především na středně a nízko uhlíkových ocelích s vyšším obsahem Si a Al. Q&P zpracování u středně uhlíkových ocelí se skládá především z austenitizace na 900°C po dobu 300s následným kalením na teplotu $150^{\circ}\text{C} \div 210^{\circ}\text{C}$ a přerozdělením v teplotním intervalu $250^{\circ}\text{C} \div 500^{\circ}\text{C}$ po dobu $10 \div 3600\text{s}$. U nízkouhlíkových ocelí se teplota austenitizace pohybuje v rozsahu teplot $950^{\circ}\text{C} \div 820^{\circ}\text{C}$ po dobu 180s s následným zakalením na teploty mezi $260^{\circ}\text{C} \div 200^{\circ}\text{C}$ s výdrží $3 \div 10\text{s}$ a přerozdělení probíhá v teplotním intervalu $350^{\circ}\text{C} \div 450^{\circ}\text{C}$ po dobu $10 \div 1000\text{s}$. Pro austenitizaci a přerozdělení byla využívána solná lázeň a cín-bizmutová lázeň pro nižší teploty kalení. Finální dochlazení bylo do vody. [52]

U Q&P zpracování je obtížné zkoumat a popsat mikrostrukturu těsně před procesem přerozdělení, kdy se má jednat o uhlíkem přesycený tetragonální martenzit, protože existuje jen při teplotě přechlazení mezi teplotami M_s a M_f . Je však možné odvodit některé závěry z přerušovaného kalení na pokojovou teplotu. Z toho důvodu bylo v studii [52] na

experimentální oceli s chemickým složením 0.60%C, 0.95%Mn, 1.96%Si provedeno několik různých způsobů zpracování pro porovnání mikrostruktury.

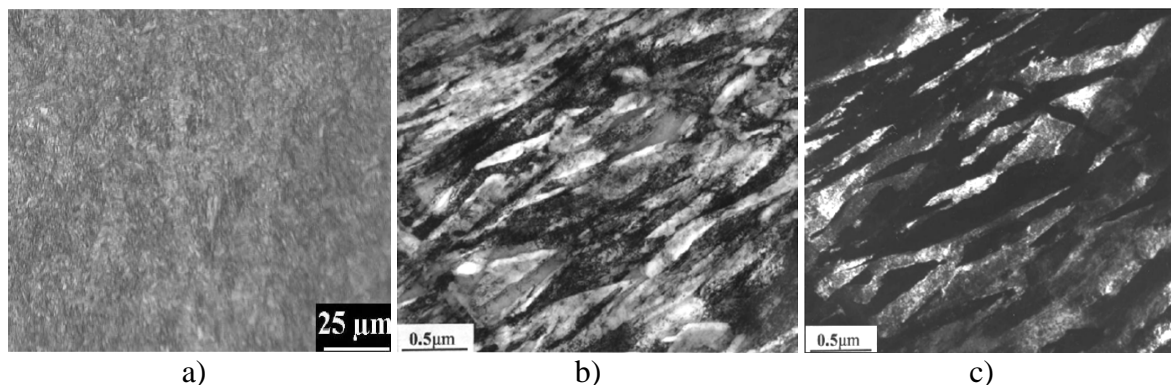
Nejprve byla experimentální ocel zakalena na teplotu 190°C s následnou výdrží po dobu 120s a dochlazením na pokojovou teplotu. Tímto zpracováním byla získána typická martenzitická struktura, ve které bylo stabilizováno mnohem vyšší množství zbytkového austenitu okolo 6% při porovnání s přímým kalením na pokojovou teplotu, kde byly naměřeny pouze cca 2%. Z tohoto důvodu lze předpokládat, že během zpracování došlo k difúzi určitého množství uhlíku (proces přerozdělování) z martenzitu do zbytkového austenitu během výdrže na kalící teplotě. Nicméně na snímku z transmisního elektronového mikroskopu (TEM) byla pozorována precipitace karbidů v kubickém martenzitu (Obr. 17), což potvrzuje vznik martenzitu při teplotě kalení. Z toho vyplývá, že karbidy mohou být v martenzitu přítomny již před ohřevem na teplotu přerozdělení uhlíku. Pokud se navíc jedná o přechodový ϵ -karbid, což je pravděpodobné, protože vznikl při nízké teplotě, pak se může znovu rozpustit při vyšších teplotách přerozdělování a tím představuje další zdroj uhlíku pro vznik rovnovážného cementitu nebo pro další obohacení netransformovaného austenitu. [51, 52]



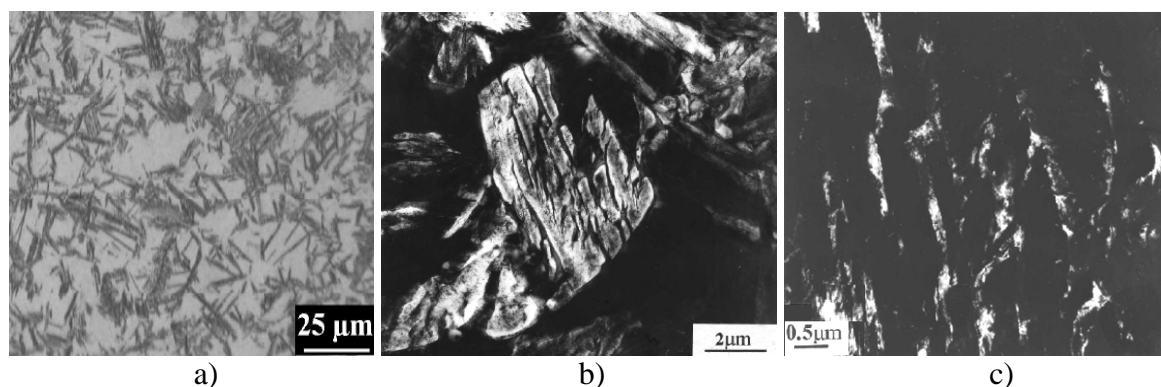
Obr. 17 Mikrostruktura oceli s chem. složením 0.60%C, 0.95%Mn, 1.96%Si, zakalení na 190°C s výdrží 120s a dochlazením na pokojovou teplotu. Martenzitická struktura se zbytkovým austenitem po Q&P procesu, a) TEM světlé pole, b) TEM tmavé pole, viditelné reflektující karbidy [61]

Proces přerozdělení při teplotách nad počáteční kalící teplotou a nad teplotou M_s spadá do teplotní oblasti bainitické přeměny. Proto byly porovnány mikrostrukturní rozdíly mezi ocelí po Q&P zpracování a ocelí po žíhání na bainit na stejné teplotě, jako je teplota přerozdělení Q&P oceli. Bylo provedeno porovnání snímků mikrostruktur získané světelnou a elektronovou mikroskopií po těchto různých způsobech zpracování na experimentální oceli (0.60%C, 0.95%Mn, 1.96%Si) pro teplotu 400°C. Struktury po různých tepelných zpracováních jsou na první pohled od sebe odlišné. Po zpracování Q&P procesem, při kterém materiál byl zachlazen na teplotu 190°C a poté ohřát na teplotu přerozdělení 400°C, byla ve struktuře dosažena martenzitická struktura (Obr. 18), tedy martenzitické laťky s velkou hustotou dislokací a s filmy zbytkového austenitu mezi laťkami. Zatímco u žíhané oceli, kde byl materiál zachlazen na teplotu 400°C s výdrží 190s, má materiál obecně hrubší bainitickou strukturu (Obr. 19). Austenitické filmy jsou v tomto případě propletené mezi deskami bainitického feritu, což je typické pro „bainit bez karbidů“, který lze očekávat v oceli s vysokým obsahem křemíku, který potlačuje vznik karbidů. [52, 71, 72, 73] Tímto porovnáním snímků mikrostruktur lze vyvodit, že Q&P zpracování vede k odlišné a obecně

jemnější mikrostruktura než při bainitickém žhání. Rovněž je zřejmé, že tyto dva typy mikrostruktur lze od sebe odlišit, což je důležité, neboť bainitická přeměna může být konkurenční reakcí, která může snížit maximální dosažitelný objem zbytkového austenitu. [52]

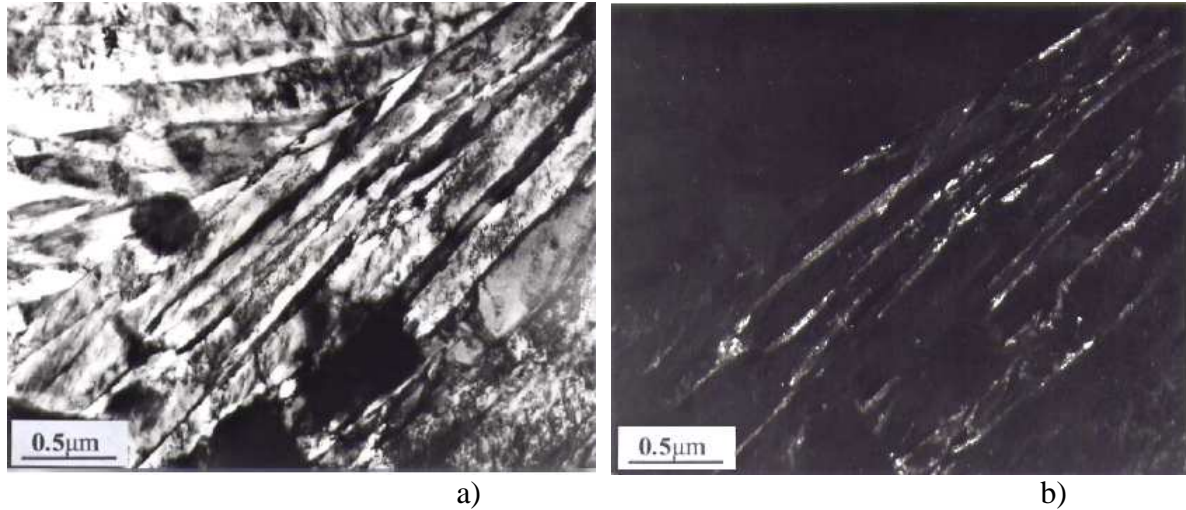


Obr. 18 Mikrostruktura oceli s chem. složením 0.60%C, 0.95%Mn, 1.96%Si, Q&P proces -zakalení na 190°C, teplota přerozdělení 400°C s výdrží 120s a dochlazením na pokojovou teplotu. Martenzitická struktura se zbytkovým austenitem po Q&P procesu, a) světelný mikroskop, b) TEM světlé pole, c) TEM tmavé pole [61]

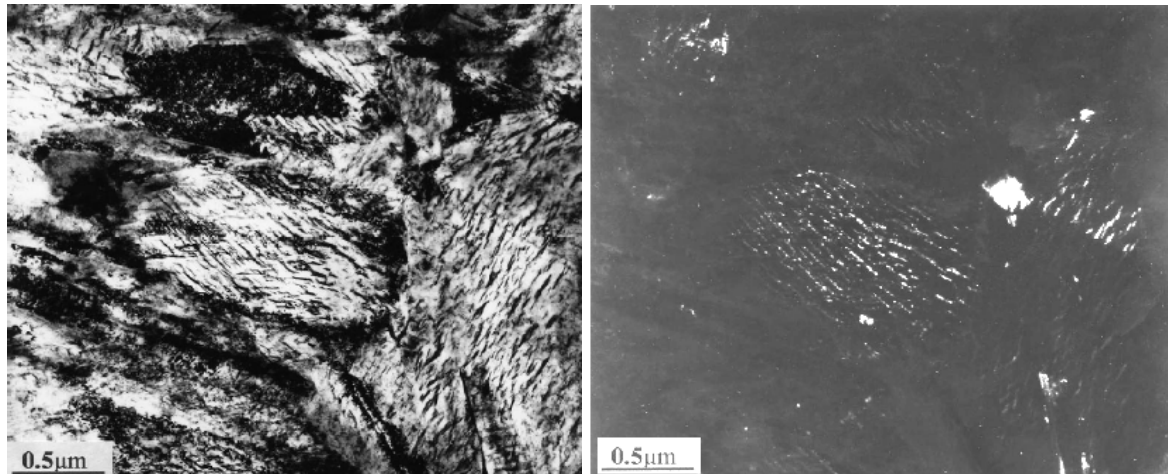


Obr. 19 Mikrostruktura oceli s chem. složením 0.60%C, 0.95%Mn, 1.96%Si, žhání na teplotě 400°C s výdrží 190s a dochlazením na pokojovou teplotu. Bainitická struktura se zbytkovým austenitem a) světelný mikroskop, b) TEM světlé pole, c) TEM tmavé pole [61]

V dalším kroku zkoumání v uvedené studii [52] byly porovnány mikrostruktury zpracované Q&P procesem. Experimentální ocel byla opět zchlazena na teplotu 190°C a ohřána na teplotu přerozdělení 250°C, kde proběhla 190s výdrž na této teplotě. Tím byla získána opět martenzitická matrice (Obr. 20), ale s tenčími filmy zbytkového austenitu mezi martenzitickými laťkami než v případě zpracování na vyšší teplotě přerozdělení 400°C (Obr. 18). Bylo zjištěno, že snížení podílu austenitu zachovaného při nižších přerozdělovacích teplotách je důsledkem precipitace karbidů v martenzitické fázi. [52] Při snížení teploty kalení na 150°C a ponechání teploty přerozdělení 250°C, byly v materiálu pozorovány precipitáty, které byly elektronovou difrakcí identifikovány jako přechodové ϵ -karbidy (Obr. 21). Z toho vyplývá, že legující prvky použité k omezení vzniku karbidů nedokázaly dostatečně efektivně potlačit vznik této fáze a umožnit difúzi všeho uhlíku z martenzitu. Dominantní karbid při vyšších teplotách přerozdělení byl cementit, jehož vznik se zdá být úspěšně potlačen legováním, protože bylo detekováno velmi málo cementitu při krátkých dobách výdrže na teplotě přerozdělení. Tím byl poskytnut dostatek času pro obohacení netransformovaného austenitu uhlíkem difundovaným z přilehlého martenzitu. [51, 52]



Obr. 20 Mikrostruktura oceli s chem. složením 0.60%C, 0.95%Mn, 1.96%Si, Q&P proces -zakalení na 190°C, teplota přerozdělení 250°C s výdrží 190s a dochlazením na pokojovou teplotu, a) TEM světlé pole, b) TEM tmavé pole, reflektující tenké fólie zbytkového austenitu [61]



Obr. 21 Mikrostruktura oceli s chem. složením 0.60%C, 0.95%Mn, 1.96%Si, Q&P proces -zakalení na 150°C, teplota přerozdělení 250°C s výdrží 120s a dochlazením na pokojovou teplotu, a) TEM světlé pole, b) TEM tmavé pole, reflektující ε-karbidy [61]

5 Termomechanické zpracování

Moderními postupy zpracování lze získat u ocelí strukturu i vlastnosti značně odlišné od konvenčního zpracování a dosáhnout kombinace vysoké pevnosti a potřebné houževnatosti. Proto je dáována přednost těm způsobům zpracování ocelí, kde dochází ke zjemnění struktury, které se dosahuje kombinovaným účinkem tváření a tepelného zpracování – termomechanické zpracování (TMZ).

Pojmem termomechanické zpracování (TMZ) se označují všechny procesy, které cíleně kombinují deformaci s fázovými přeměnami za účelem zvyšování pevnostních charakteristik při zachování vyhovující plasticity. Cílem TMZ může být buď ekonomicky výhodná náhrada konvenční kombinace technologií tváření a tepelného zpracování, anebo získání materiálu se speciálními vlastnostmi, které tvářením a tepelným zpracováním získat nelze. [82]

Nejčastěji pod pojem TMZ jsou řazeny postupy spojené s rychlým ochlazením austenitu. [50] Tvářením austenitu dochází k podstatnému zjemnění jeho zrna, tedy i produkty jeho následujících přeměn (martenzit, ferit, perlit) budou jemnější (viz. kapitola 4.1.1.1). Jemnozrnná struktura způsobuje jednak podstatné zvýšení plochy hranic zrn, které omezují dráhy skluzu dislokací a tím současně umožňuje efektivnější využití příspěvku deformačního zpevnění. [82]

U termomechanického zpracování se využívá vlivu deformace na průběh přeměny, dislokační struktury, na precipitaci karbidů apod. Termomechanické zpracování omezuje náchylnost ocelí ke vzniku kalících trhlin, předčasných a zbrzděných lomů. [37]

Dosažené mechanické vlastnosti po zpracování závisí na chemickém složení oceli, teplotě a stupni deformace a na době mezi ukončením deformace a zakalením. [76]

Výsledek tohoto zpracování je souhrnem několika působících faktorů [50]:

- zjemnění austenitického zrna a tím martenzitických desek,
- změna morfologie a substruktury (dislokace a vnitřní dvojčata) martenzitu,
- precipitace uhlíku v průběhu deformace nebo po martenzitické přeměně,
- omezení rázových účinků desek martenzitu na hranice zrn austenitu.

Deformace je možná v případech tepelně-mechanického zpracování vkládat v různých fázích tepelného zpracování. Z hlediska využití vlastností vysokopevnostních ocelí jsou uplatňovány ve výrobě dva způsoby: nízkoteplotní NTMZ a vysokoteplotní VTMZ (Obr. 22) [78].

Tváření v oblasti nízkoteplotní stability austenitu se nazývá NTMZ. Tímto postupem při deformaci až 95% dojde k transformaci jemného austenitu s vysokou dislokační hustotou na vysoce jemný martenzit, který je poté popuštěn. Zvýšení pevnosti je úměrné stupni plastické deformace a pohybuje se v rozmezí od 20 do 50% ve porovnání s běžným způsobem tepelného zpracování. [78]

Při vysokoteplotním tepelně mechanickém zpracování VTMZ je ocel tvářena nad teplotou A_{c3} nebo okolo teploty A_{c3} , tedy v oblasti stabilního nebo metastabilního austenitu, a tím dochází k podstatnému zjemnění jeho zrna. [78] Při tvářením za vysokých teplot se materiál nezpevňuje, tudíž stačí mnohem nižší tvářecí síly, než u tváření zastudena.

Pro volbu teploty tváření platí následující:

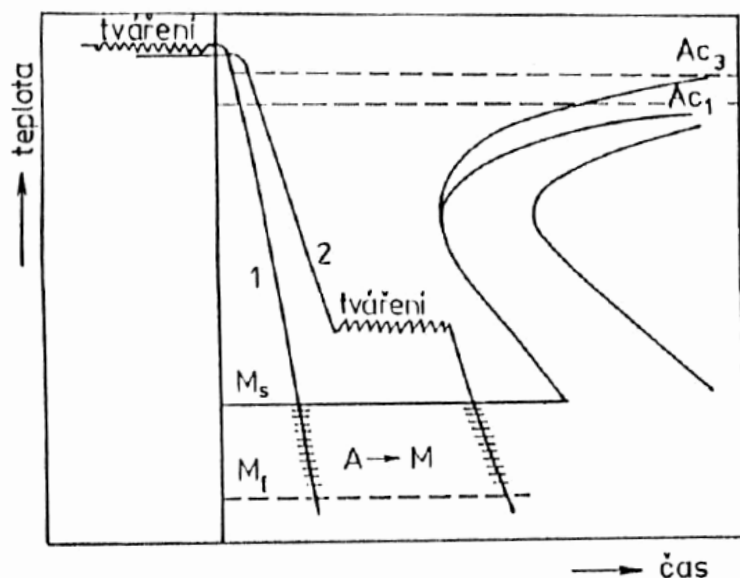
- čím vyšší teplota tváření, tím nižší jsou odpory proti deformaci,
- čím vyšší je teplota tváření, tím více hrubne zrna a klesá houževnatost,
- vysoké teploty způsobují nekvalitní povrch vlivem okujení,
- horní teploty tváření nesmí být překročeny.

Rozhodující pro vlastnosti tvářené oceli je konečná teplota, při které tváření skončilo. Je to přibližně 50°C nad A_{c3} nebo A_{c1} .

Aby nedošlo k plné rekrystalizaci plasticky deformovaného austenitu, musí bezprostředně po tváření následovat kalení. Produkt následující přeměny, např. martenzit ev. jiná fáze nebo směsná struktura bude z tohoto důvodu rovněž jemnější. Dalším důsledkem tváření nad teplotou rekrystalizace je zvýšená hustota dislokací v austenitu, které přecházejí do martenzitu, popř. modifikují i kinetiku a mechanismus jeho přeměny. Tímto se podílejí na vlastnostech oceli, především na zvýšení pevnostních hodnot. [79, 80] Také vlastní martenzitická přeměna přispívá ke zvýšení pevnostních vlastností oceli zejména dislokačním a intersticiálním zpevněním. Je důležité, aby následné zakalení bylo provedeno v čase kratším, než je čas pro rekrystalizaci plasticky deformovaného austenitu. [76]

VTMZ vede především k růstu pevnosti. Oceli takto zpracované dosahují pevnosti až 2500 MPa. Zároveň dochází ke zlepšení vrubové houževnatosti, k poklesu tranzitní teploty, rostou křehkolomové charakteristiky a odolnost proti únavovému porušení a proti korozi. [50]

Z hlediska praktického využití je VTMZ výhodnější oproti NTMZ, poněvadž nezvyšuje nároky na investice a dovoluje využívat současných zařízení ve výrobě. Použitím VTMZ je potlačena popouštěcí křehkost. I opakované tepelné zpracování VTMZ ocelí vede k dosažení vyšších mechanických vlastností. [81]



Obr. 22 Schéma průběhu termomechanického zpracování: 1-VTMZ, 2 – NTMZ [78]

Termomechanické zpracování lze úspěšně aplikovat pro oceli téměř všech typů, od nízkouhlíkových až po nadeutektoidní a od mírně legovaných po austenitické a vysokolegované oceli. [39]

V praxi nachází termomechanické zpracování využití zejména při výrobě vysokopevných plechů, výkovků nebo výlisků. Nejvhodnější je použití u pružinových ocelí se zvýšeným obsahem Si, který zpomaluje rekrystalizaci austenitu. U těchto ocelí lze vysokou pevnost nejlépe využít. [83]

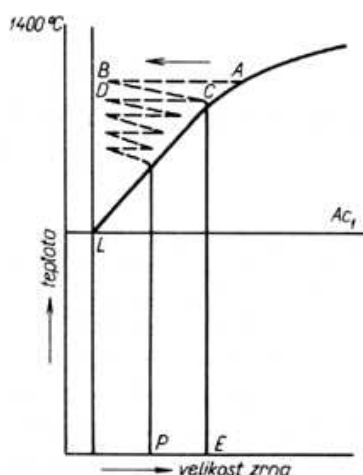
5.1 Inkrementální postupy tváření

Inkrementálními postupy tváření se finálního tvaru součásti docílí vyšším počtem menších deformačních kroků. Pro tyto postupy lze využít univerzálnější tvářecí nástroje než jak je tomu např. u zápustkového kování, kdy je nutné vyrobit složitější nástroj s konečným profilem výrobku. Postupy inkrementálního tváření lze aplikovat i u klasických technologií jako např. válcování.

U tvářecí technologie s použitím inkrementálních deformací dochází k intenzivní plastické deformaci se zpevňujícími a opevňujícími účinky. Během procesu tváření před dosažením hranice tvařitelnosti je materiál ponechán určitou dobu bez deformace na teplotě tváření. Důvodem je znovuoobnovení plastických vlastností materiálu. Poté lze opět pokračovat v procesu tváření. Tímto způsobem se dosahuje velkých deformací, které se např. vyskytují při kování nebo při redukci průřezů v procesech válcování. [8, 16]

Inkrementálními tvářecími postupy ve spojení s vhodně zvoleným tepelným zpracováním je dosahováno značného ovlivnění struktury a tím i mechanických vlastností tvářené součásti. Integrace inkrementální deformace do procesu vede především k zjemnění mikrostruktury a zároveň dochází ke zlepšení tažnosti, vrubové houževnatosti a pevnosti materiálu. Nejzásadnější vliv na velikost zrna a výsledné mechanické vlastnosti po deformačním režimu má chemické složení materiálu, deformace a vhodné tepelné zpracování. Důležité aspekty deformace jsou především její velikost, rychlost, teplotní interval, ve kterém probíhá a rozložení deformačního pole v součásti. [8, 16]

Při tváření kovů zatepla se zjemňuje zrno, ale současně probíhá rekrystalizace, při které dochází k jeho obnově a růstu (Obr. 23). Velikost zrna na počátku tváření je A, po prvním deformačním kroku se zmenší na velikost B. Vlivem tepla zrno opět začne růst z důvodu rekrystalizace na velikost C. Pokud by bylo tváření ukončeno, zůstala by velikost zrna E. Křivka A – L značí velikost zrn, která i při dlouhém setrvání na této teplotě již dál nerostou. Dalším deformačním krokem se zrna zmenší na velikost D. Zmenšování a opětový růst zrna se při každém deformačním kroku opakuje, až má zrno po skončení tváření velikost P. [79]

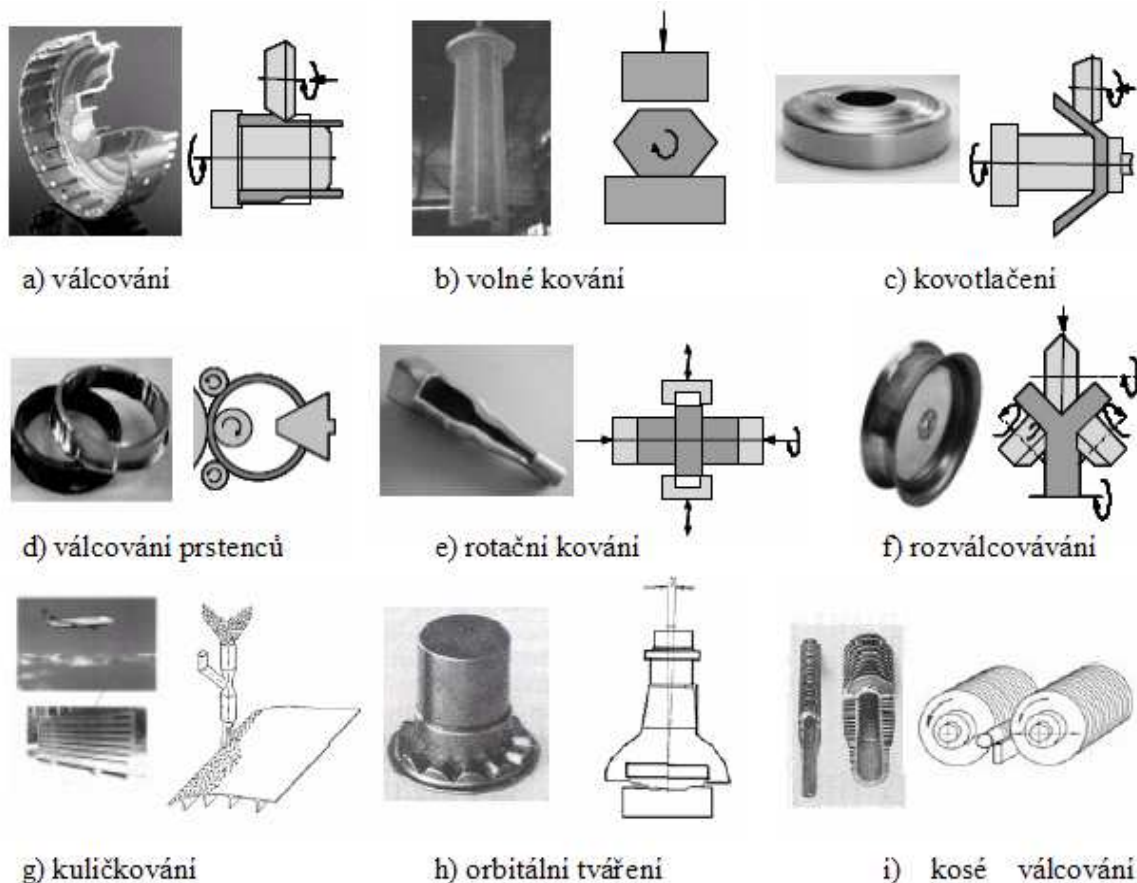


Obr. 23 Změna velikosti zrna při tváření kovů [79]

Výhodou postupů inkrementálního tváření je proveditelnost zatepla, polotepla i za studena. Díky velice malé tvářené oblasti jsou tvářecí síly řádově nižší, což umožňuje použít podstatně menších tvářecích strojů i při zpracování rozměrných součástí. Omezení použití nebo zjednodušení forem a zápusťek při malých sériích výroby vede k značnému snížení

nákladů a úspore času. Tímto zpracováním lze dosáhnout vysoké rozměrové přesnosti a kvality povrchu. [84]

Mezi moderní technologie využívající inkrementální deformace se řadí např. volné kování, válcování, válcování prstenců, kosé válcování, válcování šneků a závitů, kovotlačení, rotační kování, rotační zpětné protlačování atd. (Obr. 24). Inkrementální tváření mezi nástrojem a deformovaným materiálem může probíhat buď kontinuálním způsobem, jako je to např. u válcování prstenců nebo závitů, nebo přerušovaně jako např. u zápusťkového kování. [8, 85]



Obr. 24 Technologie využívající postupy inkrementálních deformací [84]

5.2 Rotační zpětné protlačování

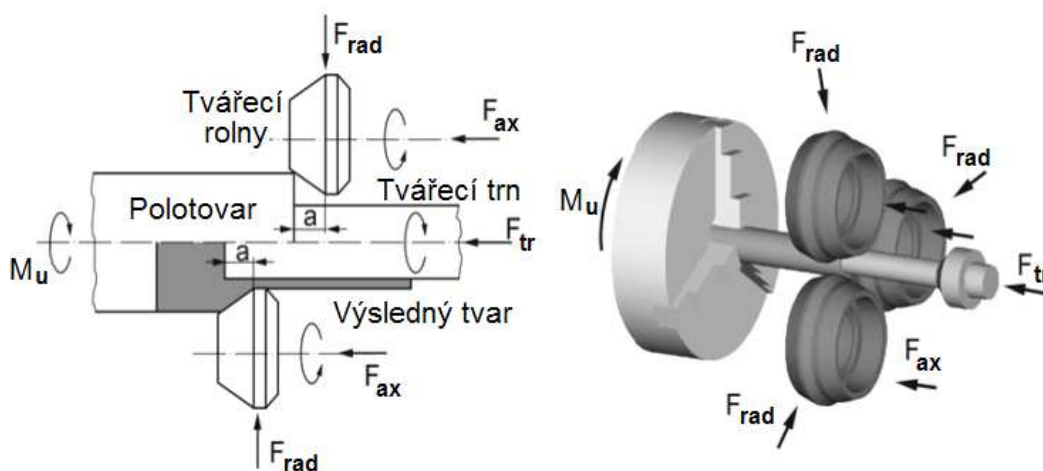
Experimentální část je zaměřena na optimalizaci termomechanického zpracování a jeho odzkoušení na skutečném procesu. Jako reálný proces bylo vybráno rotační zpětné protlačování, v anglické literatuře označováno jako „rotary spin extrusion“. Jedná se o nový druh termomechanického zpracování, který umožňuje za pomoci kombinace vhodné teploty tváření a inkrementální deformace dosáhnout efektivní, flexibilní a bezodpadovou výrobu dutých polotovarů z tyčového materiálu. Tato nekonvenční technologie umožňuje dosáhnout takových výsledků, které v porovnání s konvenčními metodami výroby jsou obtížně dosažitelné. Rotační zpětné protlačování lze provádět za studena, za tepla i polotepla. Při tomto druhu termomechanického zpracování dochází k velkým deformacím materiálu, což vede k vytvoření velmi jemnozrnné struktury, která vykazuje velmi vysoké pevnosti

materiálu. [8, 16] Touto technologií lze ušetřit až polovinu materiálu. [86] Rotační zpětné protlačování v experimentu bylo provedeno na zařízení BDM 2000 vyvinutého ve Fraunhoferově institutu v Chemnitz (Obr. 25).



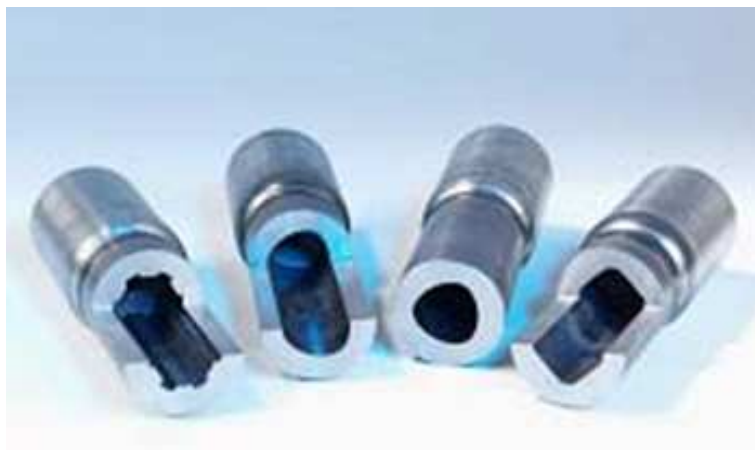
Obr. 25 Zařízení pro rotační zpětné protlačování BDM 2000, Fraunhofer institut v Chemnitz [86]

Princip rotačního zpětného protlačování (Obr. 26) spočívá v inkrementální deformaci materiálu, kdy vlastní tvářecí postup je založen na axiálním zatlačování razníku proti obráběnému kusu do středu polotovaru. Současně při zatlačování působí na materiál tři nepoháněné tvářecí rolny, které zabraňují toku materiálu v radiálním směru a z toho důvodu dochází k toku materiálu pouze ve směru axiálním, tedy materiál se pohybuje závitově proti směru tvářecího trnu a vzniká tak výsledný vnější tvar produktu. Zároveň s tvorbou vnějšího povrchu dochází k sousému vnikání razníku do středu polotovaru a vytváření vnitřního povrchu dutého tělesa. [16, 86]



Obr. 26 Schéma principu rotačního zpětného protlačování [8]

Rotační pohyb razníku a rolen nevzniká samostatným pohonem, ale je výsledkem tření mezi povrchem rolny a rotujícího polotovaru. Protože razník rotuje se stejnou úhlovou rychlostí jako právě se tvořící polotovaz, je možno díky speciálně tvarovaným razníkům vyrábět různé vnitřní profily, jako jsou například polygony, vnitřní ozubení nebo drážkové profily (Obr. 27). Výsledné produkty mohou najít uplatnění především ve vybraných segmentech automobilového průmyslu nebo i v dalších konstrukčních aplikacích. [8]



Obr. 27 Příklady dutých polotovarů vyrobené technologií rotačního zpětného protlačování [87]

6 Motivace a cíle práce

Jedním ze současných trendů v průmyslu je vývoj nových progresivních materiálů s ekonomicky přijatelnou legovací strategií. Pro jejich zpracování je však důležité vyvíjet vhodné, optimalizované technologie a postupy zpracování.

Hlavní motivací této disertační práce bylo navržení nového postupu termomechanického zpracování pro ekonomicky výhodnou, nízkolegovanou ocel 42SiCr s cílem dosáhnout co nejlepších mechanických vlastností, zejména vysoké pevnosti při zachování dobré tažnosti. K dosažení těchto cílů bylo využito spojení nekonvenčního tepelného zpracování Q&P procesu s integrovanou inkrementální deformací. Ta byla zvolena za účelem zjemnění původního austenitického zrna a tím následně i ke zjemnění vznikajících martenzitických útvarů finální struktury. Vhodně zvolené parametry deformace při termomechanickém zpracování mají příznivý dopad i na mechanické vlastnosti. Deformaci je proto nutno realizovat v takovém teplotním intervalu, aby nedošlo k tvorbě proeutektoidního feritu a po tváření ihned musí následovat Q&P proces.

Q&P proces je zpracování, ve kterém velmi záleží na dodržení jednotlivých parametrů procesu. Proto je důležité všechny kroky postupně optimalizovat tak, aby byla získána požadovaná martenzitická struktura s dostatečným podílem zbytkového austenitu. Optimalizace zpracování byla provedena materiálově-technologickým modelováním na termomechanickém simulátoru z důvodu zajištění přesné kontroly průběhu teploty a deformace. Mezi důležité parametry, které bylo nutno postupně optimalizovat, patří teplota austenitizace a délka izotermické výdrže na této teplotě. Zároveň bylo nutno nalézt vhodné rychlosti ohřevu na teplotu austenitizace i rychlosti ochlazování na teplotu přechlazení. Při tom bylo nutno stanovit i teplotu přechlazení mezi M_s a M_f a teplotu izotermické výdrže, tedy teplotu přerozdělení, na které dochází k difúznímu přerozdělení uhlíku mezi přesyceným martenzitem a zbytkovým austenitem. V neposlední řadě bylo nutno experimentálně ověřit vliv různé intenzity inkrementální deformace na zjemnění mikrostruktury a s tím související vliv na mechanické vlastnosti. Tyto optimalizace byly prováděny zejména s cílem dosáhnout co nejnižších výrobních nákladů a zajistit co nejvyšší ekologičnost finálního procesu. To znamená, dosáhnout co nejméně časově náročného a ekonomického zpracování při současném získání nejlepších mechanických vlastností.

Dalším důležitým bodem práce byl transfer poznatků získaných na materiálově-technologickém modelu, který byl proveden s pomocí termomechanického simulátoru do reálné technologie. Získané optimální hodnoty parametrů z modelu byly použity při rotačním zpětném protlačování s integrovaným Q&P procesem. Zásadním úkolem bylo propojení inkrementální tvářecí technologie a nového postupu tepelného zpracování do jednoho integrovaného technologického řetězce tak, aby byl nový proces koncipován pro efektivní, flexibilní a bezodpadovou výrobu dutých polotovarů z plného tyčového polotovaru a aby bylo dosaženo excelentních finálních mechanických vlastností.

Pro vyhodnocení a posouzení všech termomechanických režimů, jak modelovým zpracováním, tak i při zpracováním reálným procesem, byla provedena řada analýz:

- metalografické analýzy struktur – SEM, TEM, konfokální laserová mikroskopie, EDX, AFM;
- mechanické vlastnosti – mini-tahová zkouška, zkouška tvrdosti a vrubové houževnatosti;
- rentgenová difrakční fázová analýza – zjišťování podílu zbytkového austenitu ve struktuře;
- měření stability zbytkového austenitu ve struktuře při deformaci za studena pomocí neutronové difrakce metodou in-situ.

7 Experimentální část

Cíle disertační práce byly realizovány v experimentální části, kde byl zjišťován vliv podmínek termomechanického zpracování na mikrostrukturu nízkolegované oceli a na mechanické vlastnosti. Optimalizace celého technologického procesu při reálném zpracování je zpravidla velmi obtížná, zdlouhavá a nákladná. Z tohoto důvodu byl experimentální program rozdělen do dvou částí.

V první části experimentu bylo provedeno modelové zpracování na termomechanickém simulátoru z důvodu zajištění přesné kontroly průběhu teploty a deformace. Modelové zpracování bylo navrženo a optimalizováno tak, aby se co nejvíce přiblížilo podmínkám skutečného procesu výroby dutých polotovarů, což bylo cílem této disertační práce.

V druhé části experimentu byly výsledky a poznatky z modelového zpracování uplatněny při návrhu a experimentálním odzkoušení reálné technologie termomechanického zpracování. Protože nízkolegované vysokopevné oceli jsou v současné době používány především pro výrobu plechových komponent, byl v této disertační práci proveden experiment, který byl zaměřen na odzkoušení nových technologií umožňující výrobu objemových polotovarů právě z těchto ocelí. Pro experiment byla vybrána výroba dutých polotovarů metodou rotačního zpětného protlačování. Jedná se o moderní technologii využívající inkrementální deformace pro efektivní výrobu dutých polotovarů přímo z tyčového polotovaru bez odpadu materiálu. Při tomto zpracování byla propojena reálná tvářecí technologie s novými postupy tepelného zpracování do jednoho technologického řetězce.

7.1 Použité metody vyhodnocování

Pro vyhodnocení a porovnání všech termomechanických režimů, jak modelovým zpracováním, tak i zpracováním reálným procesem, byly provedeny metalografické rozborů získaných struktur, byly stanoveny mechanické vlastnosti zkouškou tahem, tvrdosti a vrubové houževnatosti. Rentgenovou difrakční fázovou analýzou byl zjištěn podíl zbytkového austenitu ve struktuře. Pomocí neutronové difrakce metodou in-situ byla ověřena stabilita zbytkového austenitu ve struktuře při deformaci zastudena.

7.1.1 Metalografická analýza

Struktury zkoumaného materiálu získané termomechanickým zpracováním byly velmi jemné a nebylo je možno vyhodnotit pouze světelným mikroskopem. Proto byly experimentální vzorky metalograficky hodnoceny i na konfokálním laserovém skenovacím mikroskopu Olympus Lext, který umožňuje pozorování v režimu světelného mikroskopu se zvětšením do 2400x nebo v konfokálním režimu se zvětšením do 14400x. Pro pozorování struktury tímto mikroskopem nejsou nutné žádné speciální přípravy, jako je tomu např. u elektronových řádkovacích mikroskopů (SEM). Leptání bylo provedeno Nitalem o různé koncentraci. Konfokální mikroskop umožňuje i 3D zobrazení povrchu, které bylo použito nejen pro popis jednotlivých strukturních složek, ale i pro analýzy lomových ploch.

Určení jednotlivých fází po termomechanickém zpracování je velmi složité. Proto pro lepší zobrazení jednotlivých fází byla použita i metoda barevného leptání v leptadle KLEMM. KLEMM je nasycený vodný roztok tiosíranu sodného, který způsobuje, že např. zbytkový austenit se jeví na snímku z optického mikroskopu jako bílý.

Pro detailnější pohled do velmi jemné mikrostruktury, zejména pro stanovení morfologie a umístění zbytkového austenitu ve struktuře materiálu, byl využit řádkovací

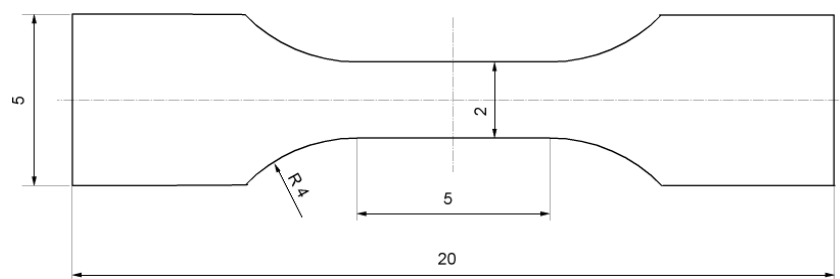
elektronový mikroskop Jeol JXM 840 a mikroskop Tescan Vega 3 SBH – Easy Probe. V Ústavu přístrojové techniky AV ČR Brno byly vzorky analyzovány pomocí řádkovacího elektronového mikroskopu Magellan 400 umožňující rozlišení až 0.8 nm. Ve firmě Comtes FHT a.s. byl materiál podroben analýze na řádkovacím mikroskopu doplněného o energiově disperzní rentgenový analyzátor (EDX) umožňující bodovou analýzu chemického složení materiálu.

Jako další metoda pro zjištění přítomnosti a rozložení zbytkového austenitu ve struktuře byla použita transmisní elektronová mikroskopie (TEM). Transmisní (prozařovací) elektronová mikroskopie (TEM) umožňuje zobrazit mikrostrukturu uvnitř materiálu v měřítku od několika mikronů až po atomové rozlišení, pomocí elektronové difrakce lze určit symetrii krystalové mřížky [93]. Vzorky byly zkoumané pomocí režimu ve světlém poli na uhlíkových replikách a režimem v tmavém poli prozařováním tenké fólie.

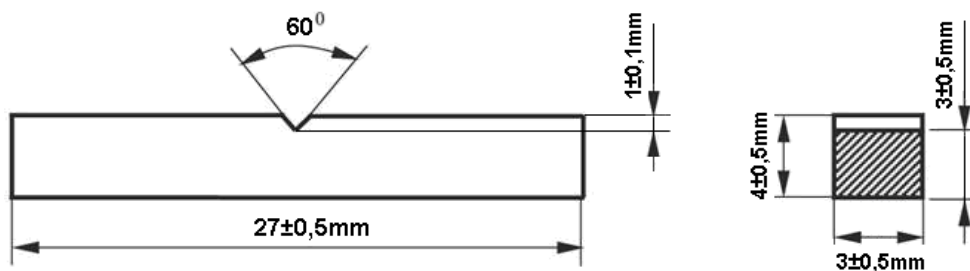
Jako doplňková speciální analýza byla zvolena i analýza na atomovém mikroskopu. Mikroskop AFM (Atomic Force Microscope) je mikroskopická technika, která se používá k trojrozměrnému zobrazování povrchů. Zařízení skenuje povrch materiálu pomocí hrotu zavěšeného na pružném výkyvném raménku. Hrot je přitahován elektrostatickými a van der Waalsovými silami. Výkyvy raménka nad povrchem jsou sledovány laserem a výsledkem je povrchová topografie vzorku v 3D. [94, 95] Vzorky byly analyzovány na mikroskopu NTEGRA PRIMA od firmy NT-MDT. Toto zařízení může disponovat s rozlišením až 0,4 μm a s vysokou rezonanční frekvencí až 5MHz.

7.1.2 Měření mechanických vlastností

Vlastnosti materiálu byly zjištěny pomocí mechanických zkoušek. Z důvodu limitovaného objemu materiálů, byly mechanické vlastnosti měřeny pomocí mini-tahové zkoušky s aktivní částí 5 mm (Obr. 28), mini-vrubové zkoušky (Obr. 29) a měřením tvrdosti dle Vickerse při zatížení HV10 a HV30.



Obr. 28 Zkušební vzorek pro zkoušku tahem



Obr. 29 Zkušební vzorek pro zkoušku rázem v ohybu

7.1.3 Rentgenová difrakční kvantitativní fázová analýza

Pro vyhodnocení množství podílu zbytkového austenitu ve struktuře byla provedena na vzorcích rentgenová difrakční fázová analýza.

Měření proběhlo na difraktometru AXS Bruker D8 Discover s plošným, pozičně citlivým detektorem HI-STAR a kobaltovou RTG lampou ($\lambda_{K\alpha} = 0,1790307$ nm). Přístroj byl dále vybaven polykapilárou, která fokusuje primární RTG svazek na kruhovou stopu o průměru 0,5 mm. Přístroj používá tzv. nesymetrickou geometrii, kdy úhel pod kterým dopadá primární RTG svazek na povrch vzorku je pevný a během měření se pohybuje pouze detektor ($\omega - 2\vartheta$). Při tomto typu uspořádání dochází k difrakci na krystalových rovinách, které v daném okamžiku splňují Braggův zákon. Plošný detektor HI-STAR je schopen registrovat difraktované záření v intervalu $\pm 15^\circ 2\vartheta$. Tento plošný detektor je zároveň schopen podat bez složitých analýz základní informace o velikosti krystalitů a přednostní orientaci zkoumané struktury. Hladké a spojitě difrakční linie v plošném difraktogramu vypovídají o jemnozrnné struktuře. Pokud jsou krystality o velikost větší než 10 mikronů, linie přestávají být spojitě a skládají se z jednotlivých bodů, které lze od sebe jasně odlišit. Pokud je materiál bez přednostní orientace, velikost intenzity je podél laterálního profilu stejná. Pokud se mění, struktura materiálu se orientuje přednostně do jednoho směru. Původně kruhová stopa difrakční linie, postupně degraduje v bod, což je případ monokrystalů [90].

Pro vyhodnocení množství zbytkového austenitu byla použita kvalitativní a kvantitativní fázová analýza. Kvalitativní analýza spočívá v porovnání polohy a intenzity naměřených difrakčních linií s polohami a intenzitami referenčních záznamů z databáze práškových difrakčních záznamů PDF2 (powder diffraction files). Kvantitativní analýza stanovuje množství strukturních fází ve zkoumaném materiálu. V této práci byla použita bezstandardová metoda, která pracuje s integrálními intenzitami difrakčních linií. Součet integrálních intenzit všech linií difraktogramu je brán jako 100%. Z kvalitativní analýzy je možno určit, jaká konkrétní linie odpovídá dané fázi. Na základě tohoto určení, se mohou sečíst integrální intenzity všech linií dané fáze a z toho pak určit objemový procentuální podíl této fáze ve vzorku.

7.1.4 Neutronová difrakce metodou in-situ při tahovém zatížení

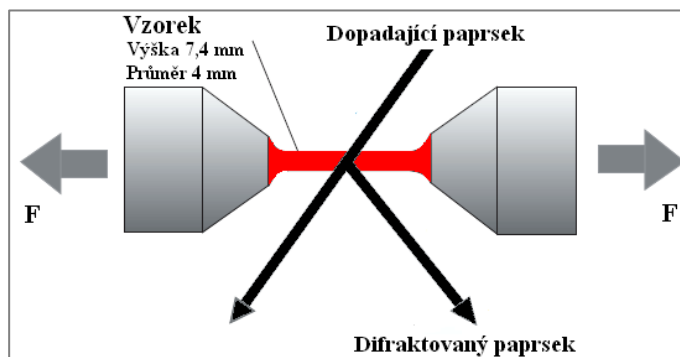
Velký vliv na mechanické vlastnosti získaných struktur má nejen podíl zbytkového austenitu ve struktuře, ale i jeho stabilita při následné deformaci zastudena. Proto byla využita experimentální metoda kombinující konvenční mechanické testy materiálů s neutronovou difrakcí s vysokým rozlišením při zkoumání deformačního chování experimentálního materiálu. [91]

Termomechanicky zpracovaný vzorek na simulátoru byl měřen na práškovém difraktometru HOKAN6, jež byl vybaven pro tyto účely trhacím zařízením. Díky konstrukci tohoto zařízení nebylo možno snímat spektrum až do vysokých uhlů 2ϑ . Rozsah měření a výpočtů byl omezen na interval $10 \div 110^\circ 2\vartheta$. Deformace vzorku byla monitorována extenzometrem MTS se základnou 3 mm. [92]

Zkoumaná část vzorku byla upravena na průměr 4 mm a výšku 7,4 mm (Obr. 30). Objem zkoumaného materiálu byl velmi malý a tak lze předpokládat malý poměr intenzit reflexí k pozadí. S ohledem na tuto skutečnost byly nastaveny i parametry měření jednotlivých spekter, aby bylo dosaženo kompromisu mezi kvalitou spekter a délkou celého experimentu. [92]

Výsledky přinesly mimořádně cenné informace o transformačním chování oceli, především informace o stabilitě zbytkového austenitu během zatěžování za studena.

Měření pomocí neutronové difrakce bylo provedeno na pracovišti Ústavu jaderné fyziky AV ČR v Řeži.



Obr. 30 Schéma měření in-situ neutronovým svazkem [96]

7.2 Experimentální materiál

Pro experimentální program byly navrženy dvě nízkolegované oceli s označením 42SiCr a 42MnCr. Jedná se o vysokopevné nízkolegované oceli se stejným obsahem uhlíku 0,4 %. Jako hlavní legující prvky byly vedle uhlíku zvoleny křemík, chrom a mangan (viz. kapitola 3). Rozdíl v legovací strategii u obou ocelí byl v podílu křemíku. Materiál 42SiCr obsahuje 2% křemíku, naproti tomu materiál 42MnCr obsahuje pouze 0,23% křemíku. Chemické složení nově navržených materiálů bylo kontrolováno pomocí spektrální analýzy (Tab. 2). Celkově nízký obsah legujících prvků zaručuje ekonomickou výhodnost této oceli.

Materiál 42SiCr byl využit v obou částech experimentu, jak pro modelové zpracování na simulátoru, tak poté pro odzkoušení reálné termomechanické technologie využívající rotační zpětné protlačování.

Pro ověření byl reálný proces protlačování odzkoušen i na oceli 42MnCr.

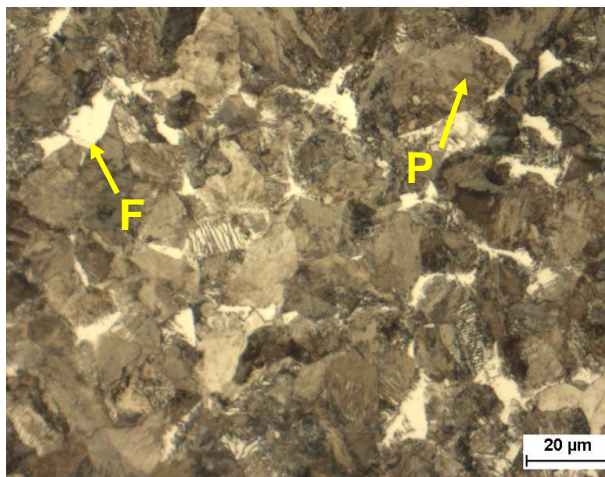
Materiál	C [hm.%]	Si [hm.%]	Mn [hm.%]	Cr [hm.%]	Mo [hm.%]	Al [hm.%]	Nb [hm.%]	B [hm.%]	Cu [hm.%]
42SiCr	0,42	2,04	0,58	1,34	0,02	0,005	0,04	0,0025	0,13
42MnCr	0,42	0,23	0,50	1,41	0,02	0,002	0,034	-	-

Tab. 2 Chemické složení experimentálního materiálu

Výchozí polotovár materiálu 42SiCr byl dodán jako válcovaný plech zatepla o tloušťce 18 mm, který byl volně vychlazen na vzduchu. Výchozí struktura materiálu byla tvořena feriticko-perlitickou strukturou (Obr. 31). Obrazovou analýzou byl zjištěn podíl feritu ve struktuře okolo 14%. Mechanické vlastnosti výchozího materiálu byly určeny mini-tahovou zkouškou a měřením tvrdosti. Naměřená hodnota meze pevnosti v tahu byla $R_m = 981$ MPa, tažnost okolo 32% a tvrdost 295 HV10 (Tab. 3).

Materiál 42SiCr výchozí stav	HV 10	R_m [MPa]	A_{5mm} [%]
	295	981	32

Tab. 3 Výchozí hodnoty mechanických vlastností oceli 42SiCr

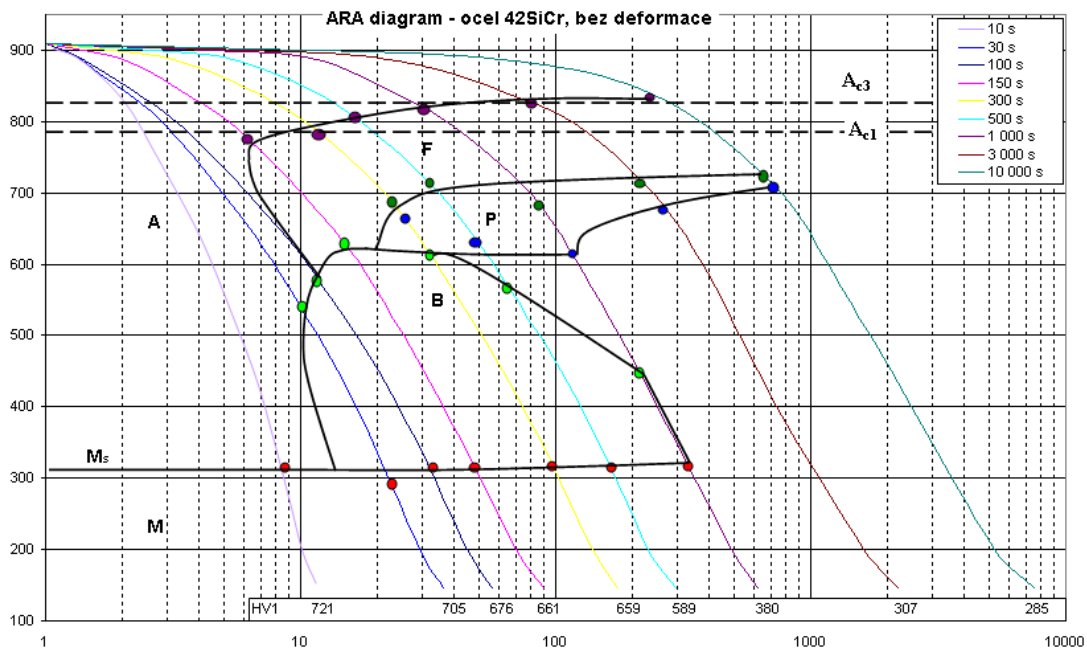


Obr. 31 Výchozí mikrostruktura materiálu 42SiCr, feriticko-perlitická struktura. Podíl feritu ve struktuře cca 14%.

7.3 Transformační diagramy ocelí 42SiCr

Aby bylo možno navrhnout tepelné nebo termomechanické zpracování oceli pro získání požadované struktury, je důležité znát teploty fázových přeměn tzv. transformační diagramy IRA (izotermický rozpad austenitu za konstantní teploty) a ARA (anizotermický rozpad austenitu za plynulého ochlazování), které jsou specifické pro konkrétní ocel.

Před započítím tohoto experimentu byl již v jiné studii z naměřených výsledků vycházejících z dilatometrické analýzy, metalografické analýzy a měření tvrdosti experimentálně sestaven transformační diagram ARA (Obr. 32) pro experimentální nízkolegovanou vysokopevnou ocel 42SiCr. Na základě dilatometrické analýzy byla změřena teplota $A_{r3} = 844^{\circ}\text{C}$ (teplota začátku přeměny austenitu na ferit), $A_{r1} = 706^{\circ}\text{C}$ (teplota konce přeměny austenitu na ferit). Při rychlosti ochlazování 89°C/s (10s) (Obr. 32) byla naměřena teplota začátku martenzitické přeměny $M_s = 305^{\circ}\text{C}$. [88]



Obr. 32 Experimentálně sestavený diagram anizotermického rozpadu austenitu pro ocel 42SiCr [88]

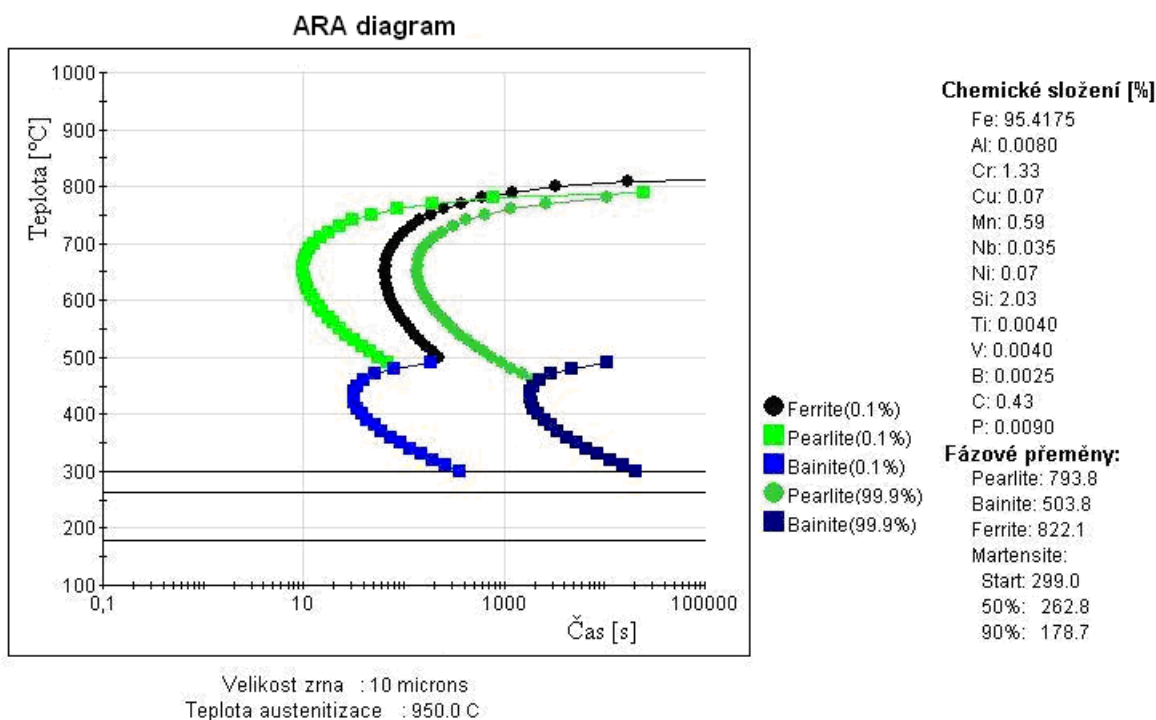
7.3.1 Zjišťování teplot fázových přeměn pomocí softwaru JmatPro

Pro doplnění informací o materiálu a sestavení IRA i ARA diagramu byl dále použit i software JMatPro. Jedná se o více platformový software, který slouží k výpočtu vlastností a chování vícesložkových slitin. Software funguje na základě zadání chemického složení zkoumaného materiálu. Volitelné parametry jsou teplota austenitizace, velikost zrna a nejnižší procento detekované fáze. [88, 89]

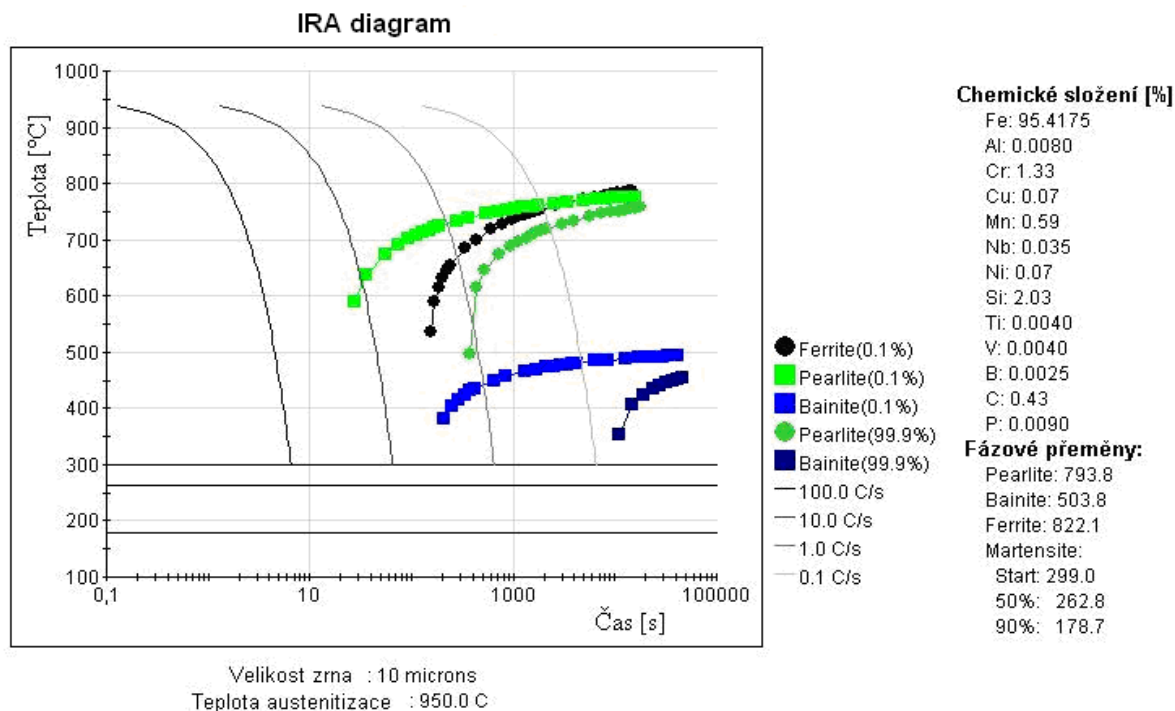
Pro výpočet byly zadány vstupní parametry: chemické složení oceli, teplota austenitizace 950°C, velikost zrna 10 μm a nejnižší procento detekované fáze 0,1%. Na základě těchto parametrů software vygeneroval diagram anizotermického rozpadu ARA (Obr. 33) a diagram izotermického rozpadu IRA (Obr. 34). [88]

Program JMatPro vypočetl následující teploty [88]:

- $A_{r3} = 822^{\circ}\text{C}$ - teplota počátku tvorby feritu
- $A_{r1} = 794^{\circ}\text{C}$ - teplota počátku vzniku perlitu
- $B_s = 504^{\circ}\text{C}$ - teplota počátku tvorby bainitu
- $M_s = 299^{\circ}\text{C}$ - teplota počátku vzniku martenzitu
- $M_f = 179^{\circ}\text{C}$ - teplota konce tvorby martenzitu.



Obr. 33 Vypočtený diagram anizotermického rozpadu austenitu pro materiál 42SiCr [88]



Obr. 34 Vypočtený diagram izotermického rozpadu austenitu pro materiál 42SiCr [88]

7.3.2 Porovnání dilatometrického měření se softwarem JMatPro

Porovnáním výsledků z dilatometrického měření se softwarem JMatPro (Tab. 4) bylo zjištěno, že naměřené a vypočtené teploty fázových přeměn se od sebe výrazně neliší.

Na základě dilatometrické analýzy byla změřena teplota $A_{r3}=844^{\circ}\text{C}$, což je o 22°C nižší teplota než při stanovení programem JMatPro. Velký rozdíl je u teploty vzniku perlitu A_{r1} , kde dilatometrickou analýzou byla naměřena o 88°C vyšší teplota. Teplota M_s stanovená softwarem je pouze o 6°C nižší než teplota M_s stanovená dilatometrickou analýzou.

Metoda	A_{r3} [$^{\circ}\text{C}$]	A_{r1} [$^{\circ}\text{C}$]	B_s [$^{\circ}\text{C}$]	M_s [$^{\circ}\text{C}$]	M_f [$^{\circ}\text{C}$]
Dilatometrická analýza	844	706	-	305	-
JMatPro	822	794	504	299	179

Tab. 4 Porovnání teplot fázových přeměn zjištěných experimentem a výpočtem

7.4 Modelové termomechanické zpracování (1. část experimentu)

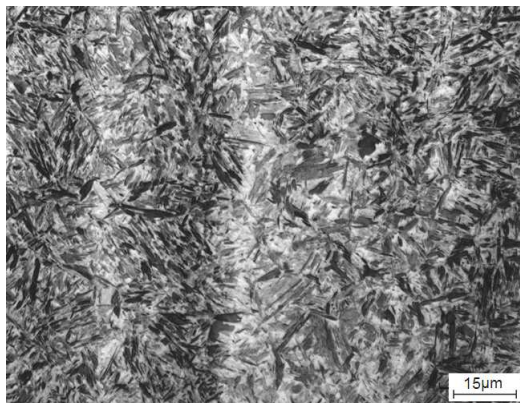
První část experimentu byla zaměřena na materiálově-technologické modelování tepelného zpracování s integrovaným Q&P procesem vysokopevné nízkolegované oceli a na postupnou optimalizaci a popis vlivu různých parametrů zpracování. Z tohoto důvodu byla v experimentu postupně řešena optimalizace jednotlivých parametrů zpracování. Materiálově-technologické modelování umožňuje na malých objemech materiálu optimalizovat příslušné parametry zpracování a tak urychlit a zjednodušit proces optimalizace.

Modelové zpracování bylo navrženo tak, aby co nejvíce odpovídalo reálné technologii výroby dutých polotovarů, kterou se tato disertační práce zabývá v druhé části experimentu.

7.4.1 Optimalizace teploty austenitizace

V prvních krocích optimalizace termomechanického zpracování pro ocel 42SiCr bylo nutné nejprve navrhnout austenitizační teplotu, která je důležitá zejména z hlediska získání homogenní jednofázové austenitické struktury. Teplota austenitizace musí být dostatečně vysoká, aby došlo k rozpuštění veškerého feritu a zároveň nesmí být moc vysoká, aby nedošlo ke zhrubnutí austenitického zrna, protože tím by následně došlo i ke vzniku hrubší martenzitické struktury s horšími mechanickými vlastnostmi.

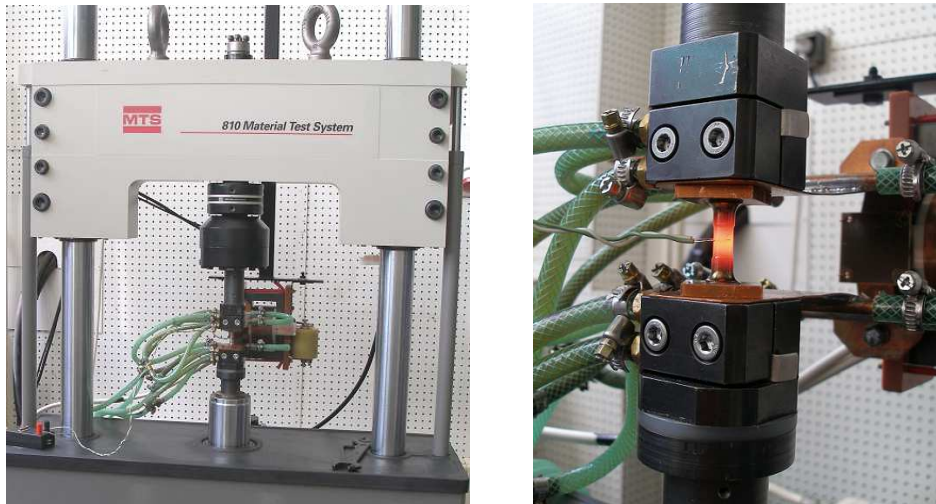
Na základě zjištění teploty $A_{r3} = 844^{\circ}\text{C}$ (viz. kapitola 7.3) z dilatometrického měření bylo navrženo a odzkoušeno celkem 6 různých teplot austenitizace: 885, 900, 915, 930, 940, 950°C . Vzorok byly ohřáty v peci na zvolené teploty austenitizace a po dobu 20 minut drženy na teplotě. Poté byly zchlazeny do vody. Při všech teplotách byla ve struktuře získána martenzitická struktura. Při zvyšování teploty austenitizace až na teplotu 950°C nebylo pozorováno výraznější zhrubnutí martenzitické struktury (Obr. 35). Ve struktuře nebyl v žádném případě zjištěn volný ferit. Na základě těchto zjištění byla pro další experimenty zvolena teplota austenitizace 900°C . Tato nižší teplota byla zvolena i s cílem dosáhnout co nejnižších energetických nákladů.



Obr. 35 Martenzitická struktura po teplotě austenitizace: 900°C , laserová konfokální mikroskopie

7.4.2 Simulátor termomechanického zpracování (TMZ simulátor)

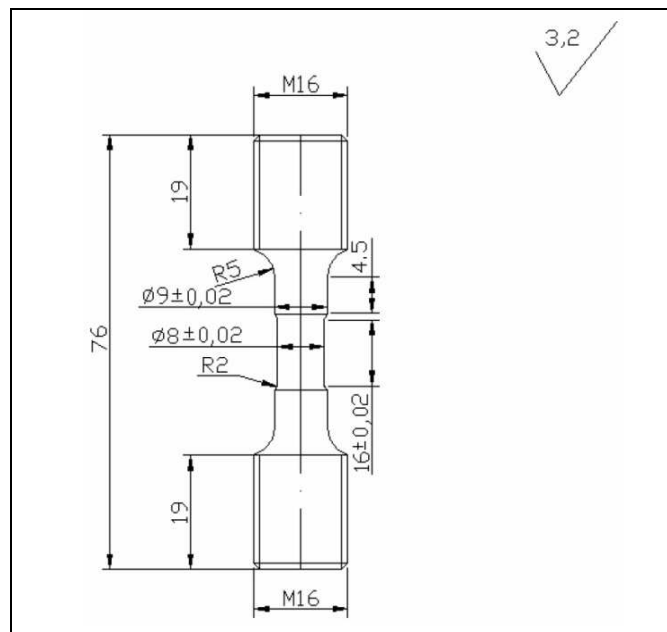
Pro usnadnění a zrychlení optimalizace termomechanického zpracování byl v dalších krocích experimentu využit termomechanický simulátor, který umožňuje realizovat velmi rychlé změny parametrů a přesně napodobit podmínky reálného procesu. Maximální rychlost deformačního členu je $3\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$. Díky vysokofrekvenčnímu ohřevu kombinujícího indukční a odporový způsob ohřevu je možné u ocelí dosáhnout teplotních gradientů přes $500^{\circ}\text{C}/\text{s}$ při ohřevu a $350^{\circ}\text{C}/\text{s}$ při ochlazování. Samozřejmostí je i přesné monitorování procesu. Vedle vlastní vysoce přesné sensoriky TMZ simulátoru jsou k dispozici i další externí monitorovací prostředky, které lze propojit s řídicím systémem. [91, 97, 98]



Obr. 36 Termomechanický simulátor na pracovišti FORTECH – ZČU v Plzni (2011)

7.4.2.1 Návrh a výroba zkušebních vzorků pro TMZ simulátor

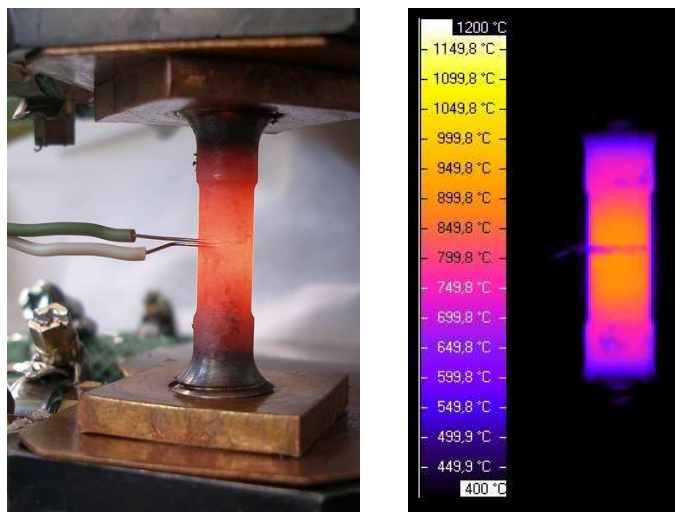
Zkušební těleso pro simulátor (Obr. 37) bylo navrženo tak, aby byl zajištěn dostatečný objem termomechanicky zpracovaného materiálu pro pozdější výrobu vzorků pro mechanické zkoušky.



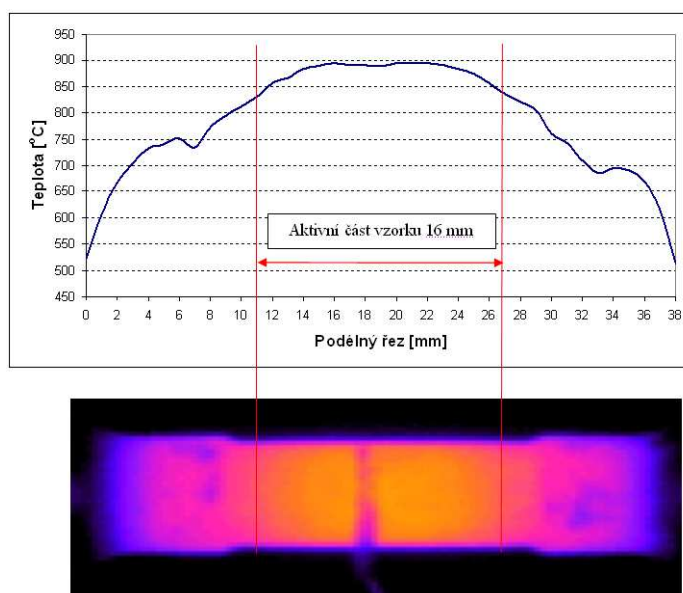
Obr. 37 Rozměry zkušebního tělesa

Pomocí termokamery bylo zkoumáno rozložení teplotního pole ve zkušebním vzorku. Termokamera patří k nejprogressivnějším metodám měření teplotních polí. Jedná se o metodu zjišťování teplotních polí na povrchu materiálů pomocí měření intenzity infračerveného záření. Termovizní systém zaznamená tuto energii bezkontaktním měřícím systémem a převede ji na elektrické signály pomocí citlivého infračerveného detektoru. Výstupem je dvourozměrný barevný nebo monochromatický obraz tepelného pole.

Termokamerou bylo změřeno teplotní pole vzorku po jeho ohřevu na vybranou teplotu 900°C (Obr. 38, Obr. 39). Bylo prokázáno, že teplota je rovnoměrně rozložena v aktivní části vzorku, což v tomto případě představuje 16 mm. Rozdíl teplot mezi středem a koncem aktivní části činí 60°C.



Obr. 38 Ohřev vzorku na 900°C, teplotní pole - snímek z termokamery



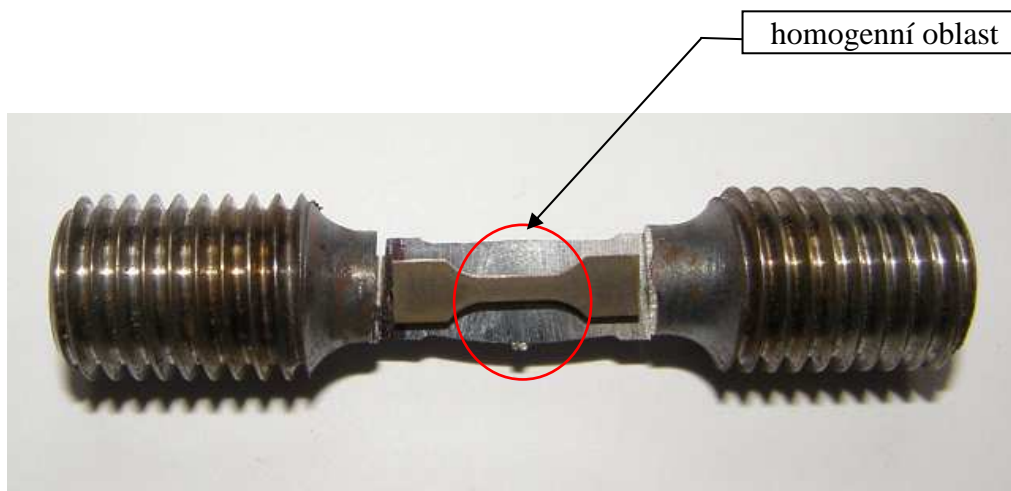
Obr. 39 Analýza teplotního pole v těle zkušební vzorku

Zkušební vzorky pro simulátor (Obr. 40) byly zhotoveny obráběním z válcovaných tabulí plechu. Před upnutím vzorku za jeho závitové hlavy do TMZ simulátoru byl na povrch do středu aktivní části vzorku přivařen termočlánek typu K (NiCr – Ni) s teplotním rozsahem -40°C až +1200°C, pomocí kterého byla teplota během procesu monitorována.



Obr. 40 Zkušební vzorek před a po deformaci

Takto navržené vzorky zaručovaly dostatečný objem materiálu pro výrobu vzorků pro mechanické zkoušky jako jsou mini-tahové a mini-vrubové zkoušky (Obr. 41).



Obr. 41 Odběr zkušební vzorku pro mini-tahovou zkoušku

7.4.3 Modelové zpracování na TMZ simulátoru

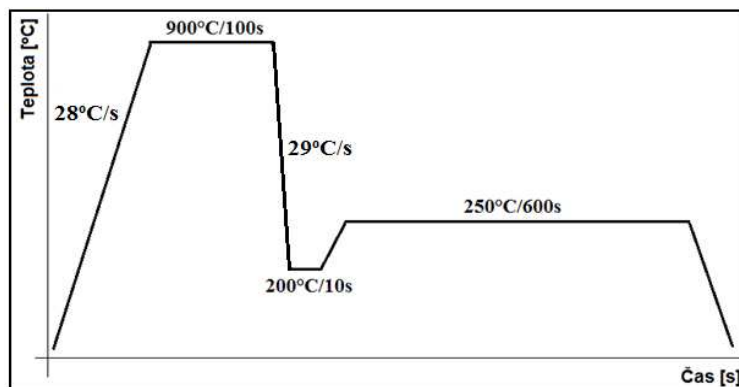
Na TMZ simulátoru bylo provedeno modelové zpracování experimentální oceli. Na základě předchozího odzkoušení různých austenitizačních teplot (viz. kapitola 7.4.1) byla pro všechny režimy v experimentu zvolena teplota ohřevu 900°C. Doba výdrž 100s byla navržena tak, aby proběhla úplná austenitizace v celém objemu vzorku a bylo zajištěno získání homogenního austenitu v celém průřezu vzorku.

Na TMZ simulátoru byly návazně odzkoušeny různé parametry tepelného a termomechanického zpracování s integrací nekonvenčního postupu Q&P procesu.

7.4.4 Tepelné zpracování s integrovaným Q&P procesem

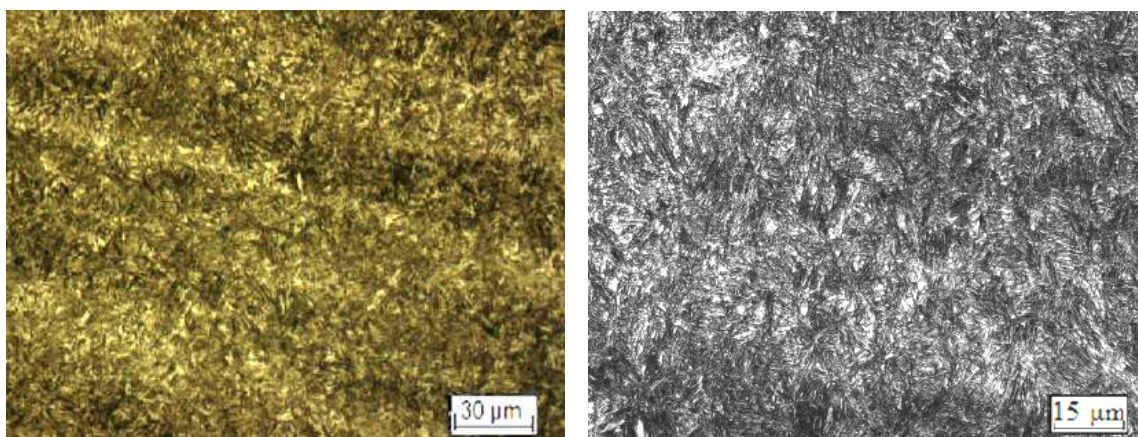
Jeden z prvních modelovaných režimů, který byl experimentálně odzkoušen, byla zjednodušená strategie bez deformace pouze s použitím Q&P procesu (Obr. 42). Tím byl zjištěn stav charakterizující možnosti Q&P procesu, aby mohly být následně porovnány režimy s deformací.

Tepelné zpracování bylo odzkoušeno pomocí TMZ simulátoru. Materiál byl ohřát rychlostí 28°C/s na teplotu 900°C, kde byla provedena výdrž 100s. Poté byl materiál rychle zchlazen rychlostí 29°C/s na teplotu 200°C, kde proběhla 10s výdrž. Tato teplota leží hluboko pod teplotou M_s , která byla zjištěna z dilatometrického měření $M_s=289^\circ\text{C}$ (viz. kapitola 7.3). Poté byl materiál ohřát těsně pod teplotu M_s , tedy na teplotu 250°C, kde byla provedena izotermická výdrž 600s. Na této teplotě tzv. teplotě přerozdělení došlo k redistribuci uhlíku z přesyceného martenzitu do netransformovaného austenitu. Tímto krokem dochází ke stabilizaci zbytkového austenitu ve struktuře. Posledním krokem zpracování bylo pomalé dochlazení materiálu na pokojovou teplotu.



Obr. 42 Tepelné zpracování s integrovaným Q&P procesem

Po zpracování Q&P procesem v materiálu vznikla jemná martenzitická struktura (Obr. 43). Výsledky z mini-tahové zkoušky (Tab. 5) vykazovaly velmi vysoké hodnoty meze pevnosti v tahu 1958 MPa s tažností 13%. Tvrdost této struktury dosahovala 575 HV10. Podíl zbytkového austenitu změřený rentgenovou difrakční analýzou byl 13%.



Obr. 43 Q&P proces - režim 900°C/100s–200°C/10s-250°C/600s, jemná martenzitická struktura s podílem zbytkového austenitu 13% a) světelná mikroskopie, b) laserová konfokální mikroskopie

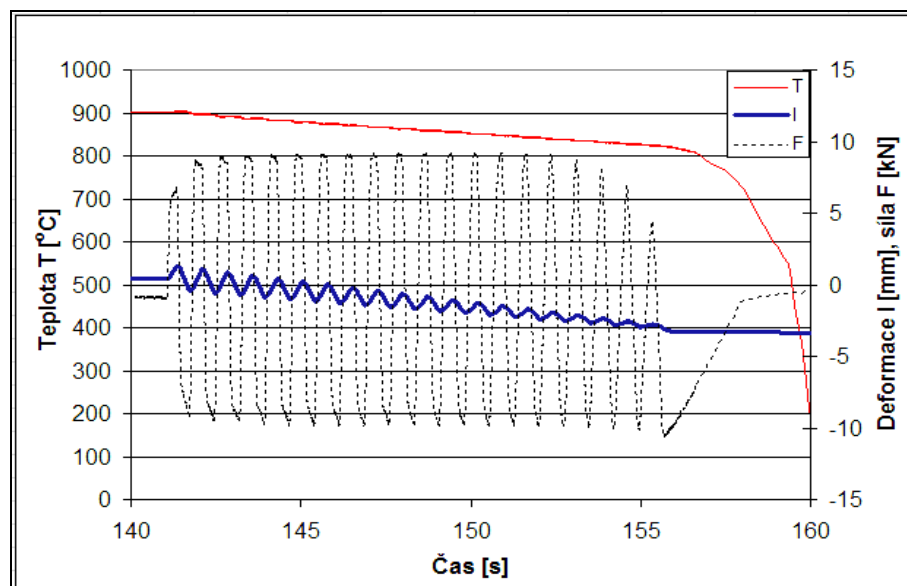
Režim zpracování	HV10	$R_{p0,2}$ [MPa]	R_m [MPa]	A_{5mm} [%]	$R_m \times A_{5mm}$ [-]	Podíl ZA [%]
900°C/100s–200°C/10s-250°C/600s	575	1047	1958	13	33286	13

Tab. 5 Mechanické vlastnosti po zpracování Q&P procesem

7.4.5 Termomechanické zpracování

V dalším kroku bylo odzkoušeno a optimalizováno termomechanické zpracování. Cílem bylo co nejvíce se přiblížit reálnému procesu, který využívá inkrementální deformace a zjistit tak vliv deformační energie na mechanické vlastnosti, mikrostrukturu, stabilizaci zbytkového austenitu a případnou nukleaci feritu.

Po austenitizační výdrž byla vložena inkrementální deformace, přičemž každý krok představoval kombinaci deformace tah-tlak. Deformace byla vložena v teplotním intervalu $900^{\circ}\text{C} \div 820^{\circ}\text{C}$ trvající 10s (Obr. 44). Jednalo se o stejný teplotní interval, jako u reálného procesu rotačního zpětného protlačování. Teplotní interval byl navržen tak, aby deformace byla ukončena stále ještě v jednofázové oblasti. Současně s tím bylo zjišťováno, zda vložena deformace nezpůsobí urychlení nukleace feritu jak na hranicích případně i uvnitř austenitických zrn. Navržená deformace byla složena z 20-ti inkrementálních deformačních kroků, skládajících se z kombinace tah-tlak s celkovou logaritmickou deformací $\varphi=5$.



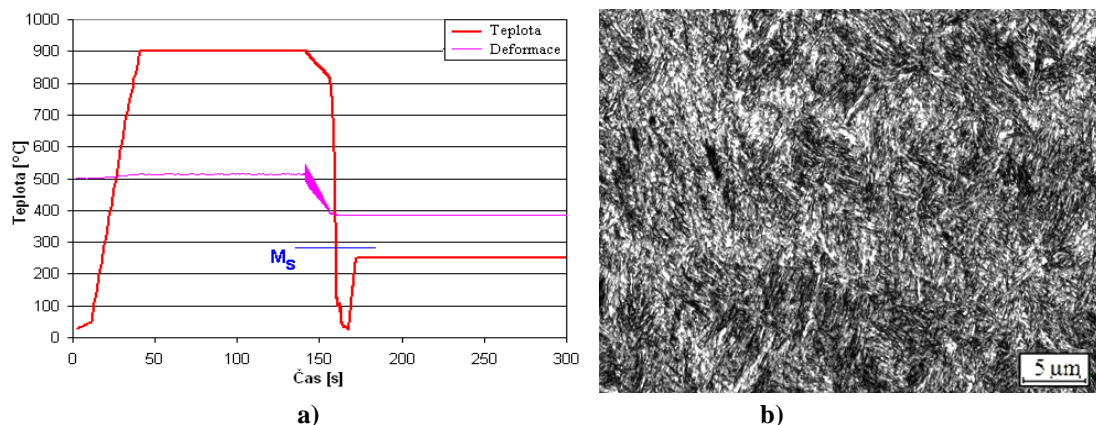
Obr. 44 Inkrementální deformace, 20-ti násobná deformace, $\varphi=5$

Po deformaci byly odzkoušeny různé strategie ochlazování a zjišťován jejich vliv na vývoj struktury, zejména na stabilizaci zbytkového austenitu, jehož morfologie a rozložení má podstatný vliv na mechanické vlastnosti, stejně jako morfologie martenzitu.

7.4.5.1 Konveční zpracování

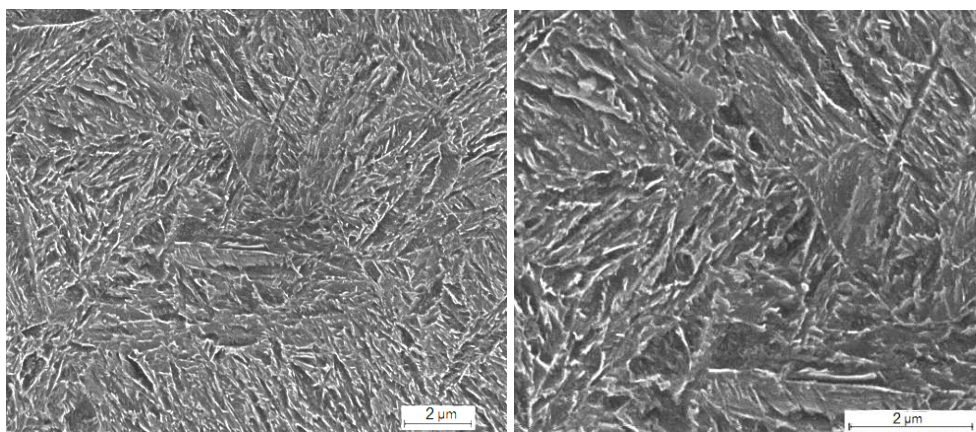
Nové tepelné zpracování Q&P proces vzniklo jako nekonvenční modifikace standardního tepelného zpracování kalením a popuštěním. Proto pro porovnání s výsledky Q&P procesu byl navržen režim, při kterém byl materiál 42SiCr zpracován klasickým kalením a popuštěním s použitím stejných parametrů jako u Q&P procesu. Aby byla zajištěna možnost porovnání, bylo i toto zpracování provedeno na simulátoru.

Materiál byl ohřát rychlostí $25^{\circ}\text{C}/\text{s}$ na teplotu 900°C , kde byla provedena prodleva 100s. 20-ti násobná deformace proběhla v intervalu teplot $900 \div 820^{\circ}\text{C}$. Poté byl materiál zakalen vodou rychlostí $270^{\circ}\text{C}/\text{s}$ na pokojovou teplotu. Po zakalení bylo provedeno popuštění materiálu na teplotě 250°C po dobu 600s (Obr. 45).



Obr. 45 Konvenční zpracování a) režim 900°C/100s - zakalení vodou na teplotu okolí – 250°C/600s s 20-ti násobnou deformací b) laserová konfokální mikroskopie

Konvenčním zpracováním byla získána popouštěná martenzitická struktura. Řádkovacím elektronovým mikroskopem byl zjištěn výskyt bainitických oblastí (Obr. 46). Tímto zpracováním byla získána velmi vysoká tvrdost 655 HV10 (Tab. 6). Rentgenovou difrakční analýzou (Obr. 47) bylo zjištěno, že ve struktuře bylo stabilizováno pouze cca 6 % zbytkového austenitu. Mechanické vlastnosti dosahovaly vysokých hodnot meze pevnosti v tahu $R_m = 2081$ MPa, ale nízkých hodnot tažnosti pouze 8%.

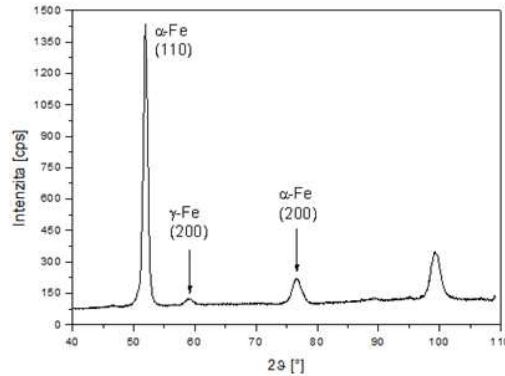


Obr. 46 Konvenční zpracování, režim 900°C/100s – chlazení vodou na teplotu okolí – 250°C/600s, řádkovací elektronový mikroskop

Tepelné zpracování	HV 10	$R_{p0,2}$ [MPa]	R_m [MPa]	A_{5mm} [%]	$R_m \times A_{5mm}$ [-]	Podíl ZA [%]
900°C/100s – chlazení vodou na teplotu okolí – 250°C/600s 20-ti násobná deformace	655	1924	2081	8	16648	6

Tab. 6 Konvenční tepelné zpracování

U režimu s konvenčním zpracováním je obsah austenitu velmi malý okolo 6%, což se v difraktogramu projevuje velmi slabými intenzitami linií γ -Fe, které je zde v množství nízké nad detekčním limitem metody (Obr. 47).



Obr. 47 Difraktogram pro režim 900°C/100s – chlazení vodou na teplotu okolí – 250°C/600s, podíl zbytkového austenitu γ -Fe 6%

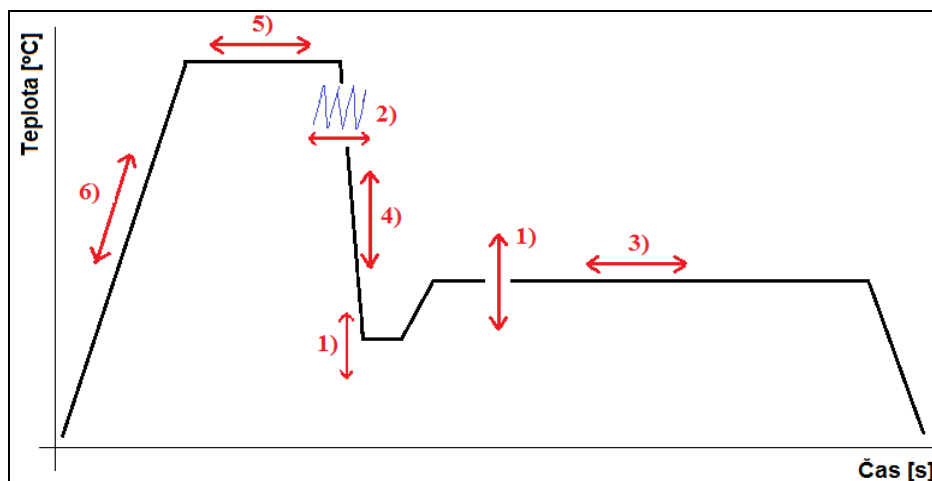
Konvenční zpracování spočívající v zakalení materiálu na pokojovou teplotu a následného popuštění struktury vedlo k dosažení velmi vysokých hodnot pevnosti. Naproti tomu bylo dosaženo velmi nízkých hodnot tažnosti a podílu zbytkového austenitu. S využitím Q&P procesu lze zlepšit tyto vlastnosti materiálu a při volbě vhodných parametrů zpracování zvýšit hodnoty tažnosti při zachování meze pevnosti.

7.4.6 Termomechanické zpracování s využitím Q&P procesu

V dalším kroku modelového zpracování na TMZ simulátoru bylo odzkoušeno termomechanické zpracování s využitím Q&P procesu. Pro získání výhodné struktury zaručující dobré mechanické vlastnosti je třeba optimalizovat celou řadu parametrů procesu zpracování.

Pomocí materiálově-technologického modelu byly provedeny následující optimalizace parametrů termomechanického zpracování (Obr. 48) s označením dle postupu prací v experimentu:

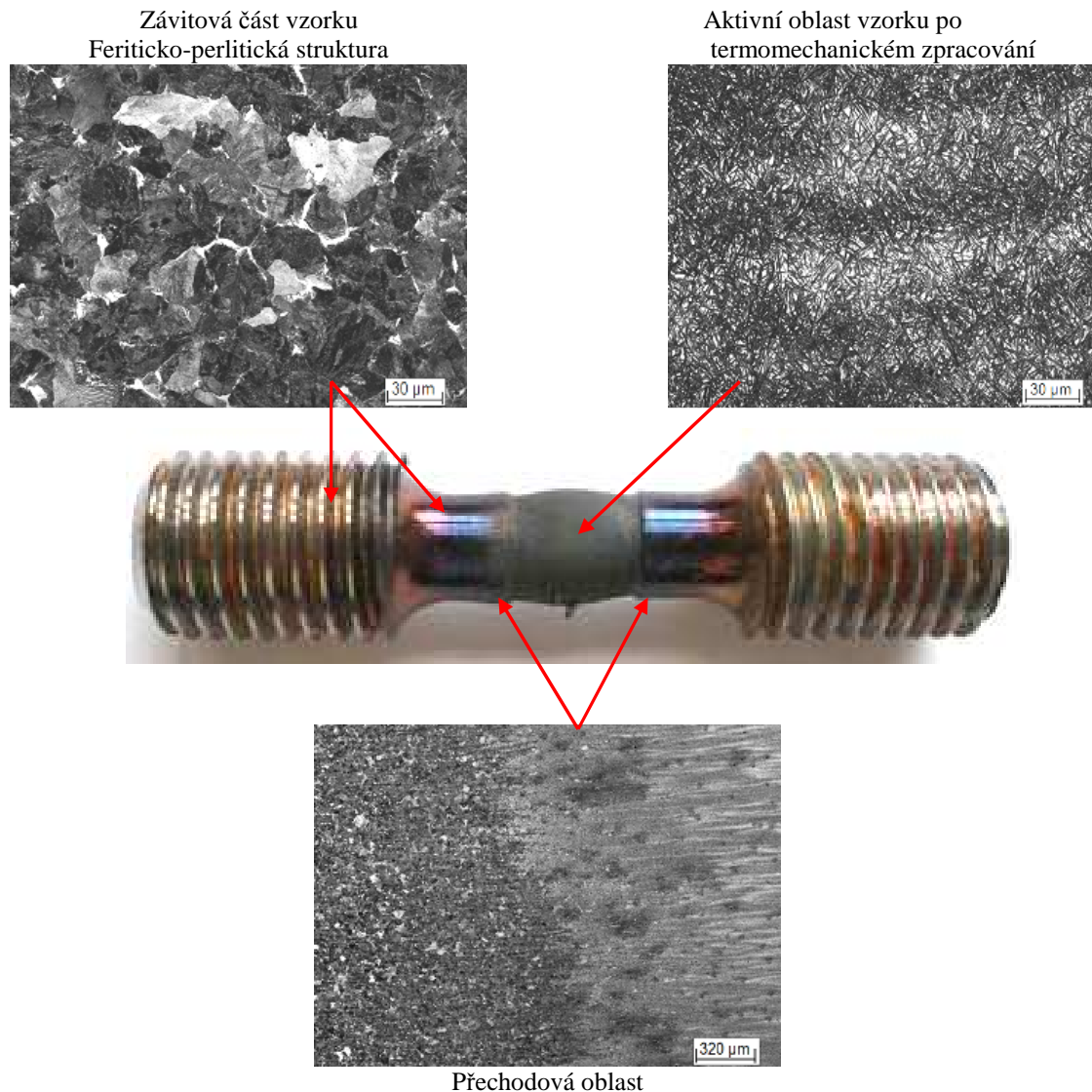
- 1) optimalizace teploty přerozdělení,
- 2) optimalizace velikosti vložené deformace,
- 3) optimalizace doby izotermické výdrže,
- 4) optimalizace rychlosti ochlazení na teplotu přechlazení,
- 5) optimalizace délky výdrže na austenitizační teplotě,
- 6) optimalizace rychlosti ohřevu na austenitizační teplotu



Obr. 48 Optimalizace parametrů navrženého termomechanického zpracování

Ze všech experimentálně zpracovaných vzorků na TMZ simulátoru byly vyrobeny podélné výbrusy, které byly po metalografické přípravě analyzovány světelným nebo laserovým konfokálním mikroskopem. Mikrostruktura vzorků nebyla od sebe příliš odlišná. Z tohoto důvodu bylo nutné provést i další analýzy, které jsou schopny detailnějšího pohledu do mikrostruktury a poskytnout tak lepší informace o výskytu jednotlivých fází ve vzorku. Protože výsledné struktury byly po termomechanickém zpracování velmi jemné, nebylo možné běžnou metalografickou analýzou zdokumentovat přítomnost zbytkového austenitu. Z tohoto důvodu byly vzorky analyzovány rentgenovou difrakční analýzou.

Na snímcích z konfokálního mikroskopu se ve vzorku nacházely vždy tři charakteristické oblasti (Obr. 49). V upínací závitové části vzorku se vyskytovala oblast feriticko-perlitické struktury, která nebyla teplotně ovlivněna díky intenzivnímu chlazení v upínacích čelistech simulátoru. Další oblast ve vzorku je tzv. přechodová oblast, kde dochází k přechodu mezi feriticko-perlitickou mikrostrukturou na strukturu získanou experimentálním termomechanickým zpracováním. Nejdůležitější oblast, která byla předmětem zkoumání, se nachází ve středové části tzv. aktivní oblasti vzorku. V této oblasti bylo provedeno experimentální termomechanické zpracování a pozdější odběr vzorků pro mechanické zkoušky a jiné analýzy.

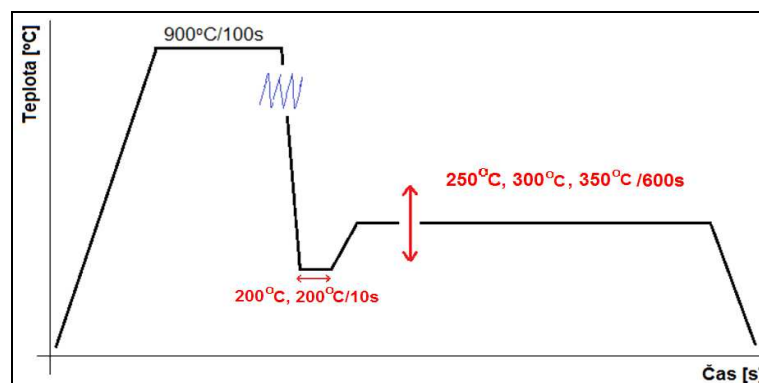


Obr. 49 Rozložení struktury u vzorku po termomechanickém zpracování TMZ simulátorem

7.4.6.1 Optimalizace teploty přerozdělení

V první řadě bylo důležité odzkoušet vhodnou teplotu izotermické výdrže na tzv. teplotě přerozdělení (Obr. 50), na které dochází k difúzi nebo-li přerozdělení uhlíku z přesycené martenzitické fáze a tím k stabilizaci zbytkového austenitu.

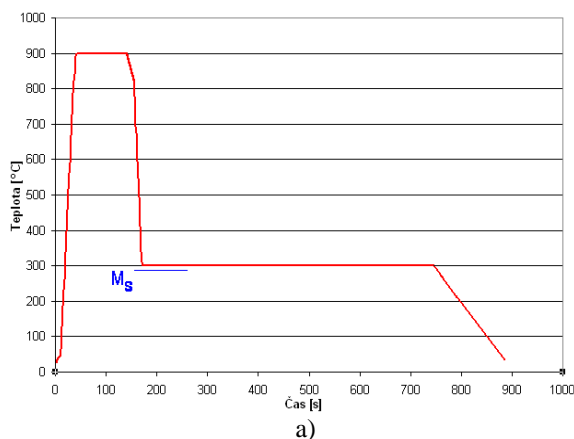
Ohřev materiálu na zvolenou teplotu 900°C (viz. kapitola 7.4.1) byl realizován rychlostí 26,5°C/s a ochlazení materiálu z teploty 900°C bylo rychlostí 25°C/s. Z dilatometrického měření (Obr. 32) při ochlazování materiálu rychlostí 29,6°C/s (30s) byly stanoveny teploty $M_s = 289^\circ\text{C}$ a $M_f = 156^\circ\text{C}$. Na základě tohoto zjištění, byl materiál v prvním optimalizačním kroku zachlazen na zvolené teploty 300°C a 250°C, kde proběhla izotermická výdrž 600s (Obr. 50). V dalším kroku optimalizace byl integrován typický krok pro Q&P proces, což znamenalo ochlazení materiálu mezi teploty M_s a M_f a následný ohřev těsně pod teplotu M_s . Bylo provedeno ochlazení na teplotu 200°C, kde byla nebo nebyla provedena prodleva 10s a poté ohřev na zkoušené teploty 250°C, 300°C, resp. 350°C, kde byla uskutečněna izotermická prodleva 600s (Obr. 50). Cílem bylo zjistit vliv polohy izotermické polohy na vývoj mikrostruktury a mechanických vlastností.



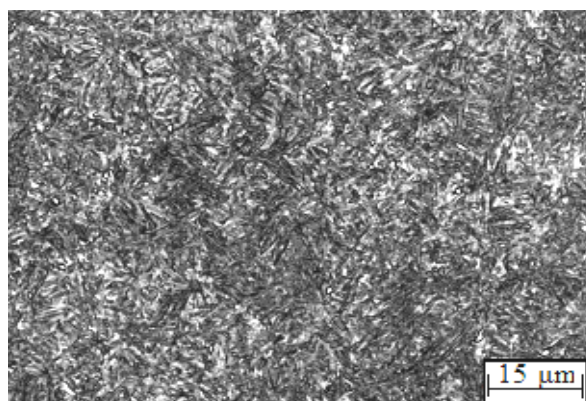
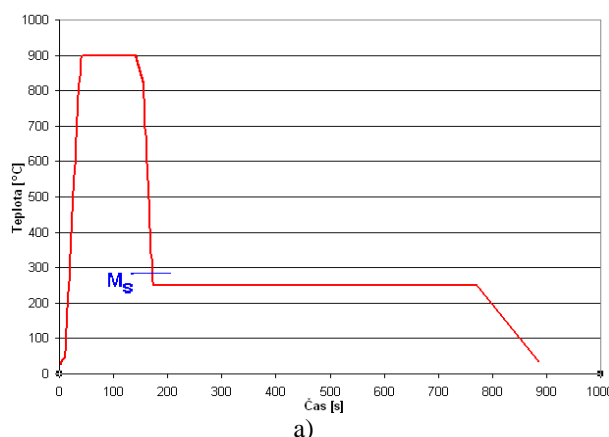
Obr. 50 Optimalizace teploty přechlazení mezi M_s a M_f

U první strategie ochlazování, která byla především porovnávací, byl materiál po ohřevu materiálu na 900°C a vložené 20-ti násobné deformace mezi teplotami 900°C – 820°C ochlazen na teplotu 300°C, což je teplota ležící těsně nad teplotou M_s . Na této teplotě byla uskutečněna izotermická výdrž 600s (Obr. 51, Tab. 7). Tímto zpracováním v materiálu vznikla martenziticko-bainitická struktura. Rentgenovou difrakční analýzou byl ve struktuře ve středové části aktivní oblasti vzorku zjištěn podíl zbytkového austenitu okolo 16%. Průměrné hodnoty tvrdosti HV10 i HV30 byly stanoveny na 580 HV. Byly získány hodnoty meze pevnosti v tahu $R_m = 1762$ MPa při tažnosti $A_{5mm} = 25\%$.

U následující strategie bylo ověřeno, zda pouhé snížení teploty izotermické výdrže pod teplotu martenzitické přeměny M_s na teplotu 250°C (teplota ležící 39°C pod teplotou M_s), bude mít vliv na vývoj mikrostruktury a mechanických vlastností. Zakalením materiálu pod teplotu M_s vznikla ve struktuře jemná martenzitická struktura. Izotermickou výdrží na teplotě přerozdělení 250°C došlo k difúzi uhlíku z vzniklého přesyceného martenzitu do netransformovaného austenitu. Což způsobilo, že i po martenzitické přeměně a ochlazení na teplotu okolí byl ve struktuře zachován vyšší podíl zbytkového austenitu okolo 14% (Obr. 52). Vznik martenzitu ve struktuře způsobil nárůst tvrdosti na 598 HV10 a významné zvýšení meze pevnosti v tahu na $R_m = 1954$ MPa. Současně s tím byla ale snížena hodnota tažnosti A_{5mm} na 10% (Tab. 7).



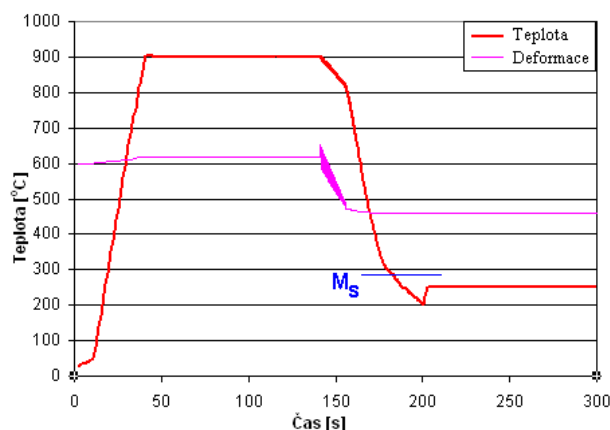
Obr. 51 Režim 900°C/100s–300°C/600s a) grafické zobrazení, b) laserová konfokální mikroskopie



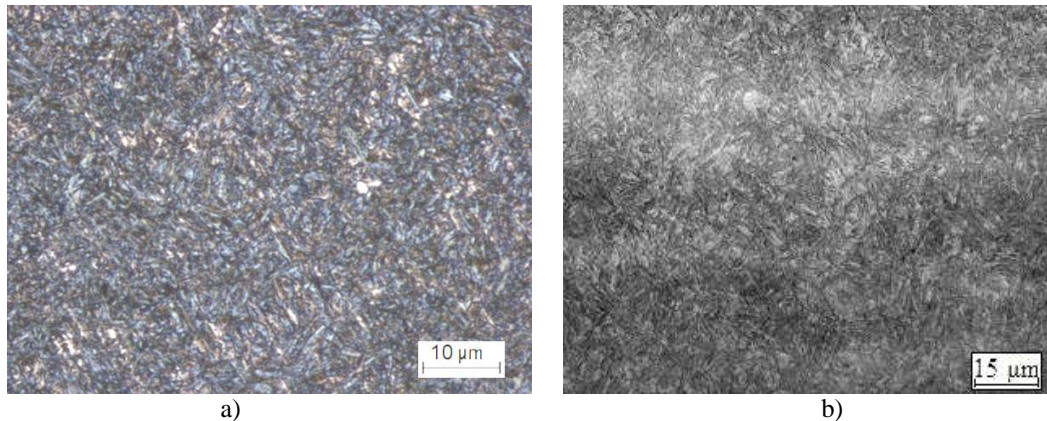
Obr. 52 Režim 900°C/100s–250°C/600s a) grafické zobrazení, b) laserová konfokální mikroskopie

V následujících krocích byl do zpracování integrován krok typický pro Q&P proces. Jednalo se o přechlazení mezi teploty M_s a M_f a následný ohřev těsně pod teplotu M_s . Současně s tím byl zkoušen vliv teploty přechlazení blížíící se těsně k teplotě M_f .

Nejprve byla odzkoušena teplota přechlazení 200°C, tedy 44°C nad teplotu M_f . Po zachlazení byl vzorek bezprostředně ohřát na teplotu izotermické výdrže 250°C, kde následovala výdrž 600s (Obr. 53). V jemné martenzitické struktuře (Obr. 54) bylo rentgenovou difrakční analýzou zjištěno, že podíl zbytkového austenitu ve struktuře byl cca 15%. Toto přechlazení s následným ohřevem způsobilo snížení tvrdosti na 546 HV10, což je o 60 HV méně než v případě bez přechlazení při stejné teplotě izotermické výdrže. Mez pevnosti v tahu dosahovala 1933 MPa s tažností $A_{5mm} = 14\%$ a vrubová houževnatost KCV = 14,4 J/cm² (Tab. 7).



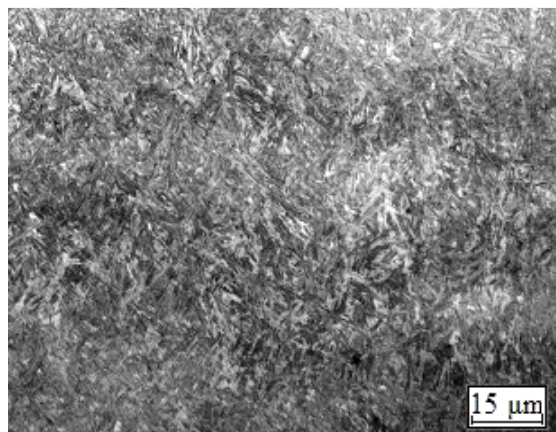
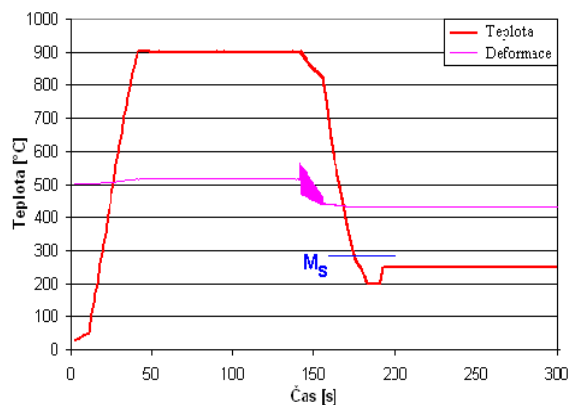
Obr. 53 Režim 900°C/100s–200°C–350°C/600s



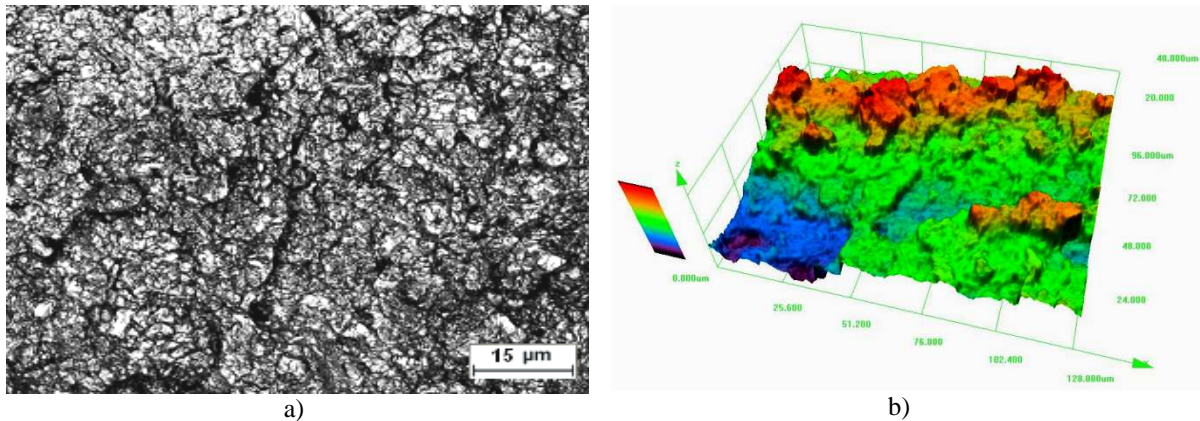
Obr. 54 Režim 900°C/100s–200°C–350°C/600s a) optická mikroskopie - barevné leptání v leptadle Klemm, b) laserová konfokální mikroskopie

V dalším kroku bylo nutno zjistit, zda případná výdrž na teplotě přechlazení před izotermickou výdrží způsobí další zvýšení podílu zbytkového austenitu (Obr. 55) a tím eventuelní zlepšení mechanických vlastností. Proto byla provedena na teplotě přechlazení 200°C výdrž 10s, po které následoval ohřev na teplotu 250°C s izotermickou výdrží 600s. V porovnání s předchozím režimem bez prodlevy na teplotě 200°C byl zjištěn mírný nárůst podílu zbytkového austenitu až na 16,5%. Hodnota vrubové houževnatosti a tvrdost struktury zůstala nezměněna, ale hodnota meze pevnosti v tahu se zvýšila cca o 80 MPa tedy na 2012 MPa při současném mírném nárůstu tažnosti na 16% (Tab. 7).

U tohoto režimu s integrovaným Q&P procesem byly lomové plochy analyzovány laserovým konfokálním mikroskopem (Obr. 56), díky kterému byl zdokumentován i reliéf lomové plochy v 3D profilu (Obr. 56b). Plocha lomu vykazovala charakter smíšeného lomu.

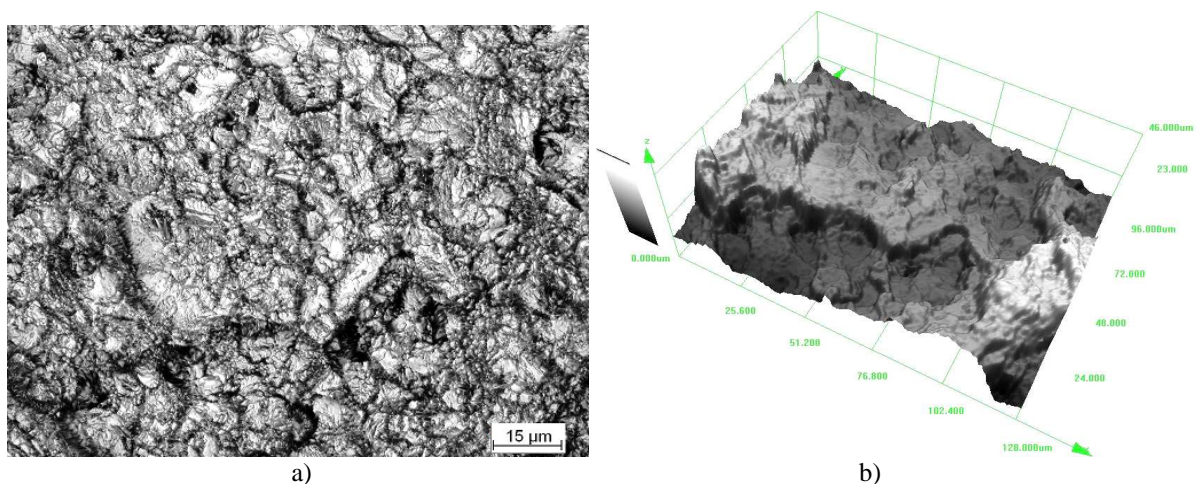


Obr. 55 Režim 900°C/100s–200°C/10s -350°C/600s a) grafické zobrazení, b) laserová konfokální mikroskopie



Obr. 56 Režim 900°C/100s–200°C/10s - 250°C/600s s integrovaným Q&P procesem - laserová konfokální mikroskopie a) lomová plocha, b) 3D profil lomové plochy

V další fázi analýzy vlivu výše teploty přerozdělení bylo odzkoušeno zpracování, které kombinuje přechlazení na teplotě 200°C s 10s výdrží a ohřev nad teplotu M_s , tedy na 300°C resp. 350°C. Tato teplota způsobila vyšší stupeň popouštění struktury a snížila hodnoty tvrdosti a pevnosti. Bylo zjištěno, že zvýšení teploty prodlevy způsobilo snížení meze pevnosti na 1790 MPa u teploty 300°C resp. na 1698 MPa u teploty 350°C se současným nárůstem hodnoty tažnosti na 20 ÷ 23%. S tím souvisí i nárůst hodnot vrubové houževnatosti na cca 40 KCV = 40 J/cm². Reliéf lomové plochy po provedení zkoušky vrubové houževnatosti byl zdokumentován konfokálním laserovým mikroskopem pomocí 3D profilu (Obr. 57). Podíl zbytkového austenitu byl naměřen v rozmezí 14 ÷ 17%.

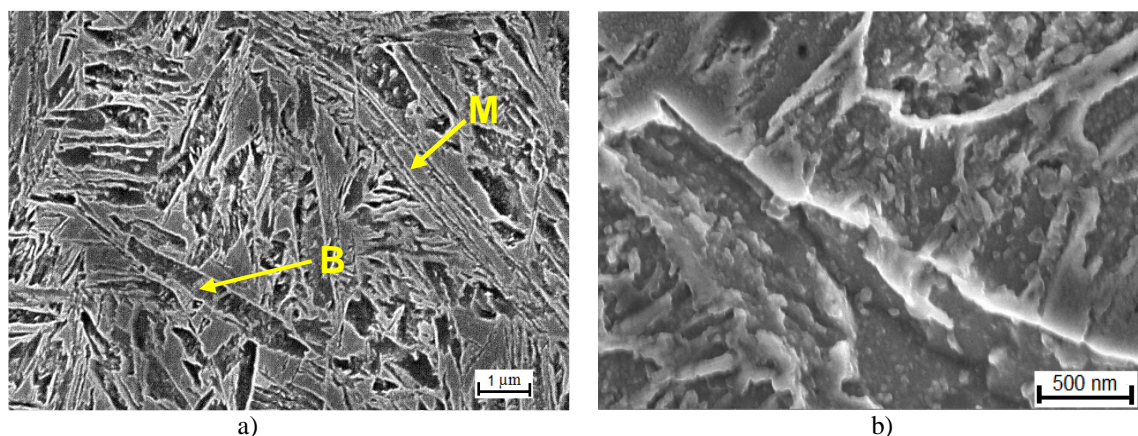


Obr. 57 Režim 900°C/100s–200°C/10s - 350°C/600s s integrovaným Q&P procesem - laserová konfokální mikroskopie a) lomová plocha, b) 3D profil lomové plochy

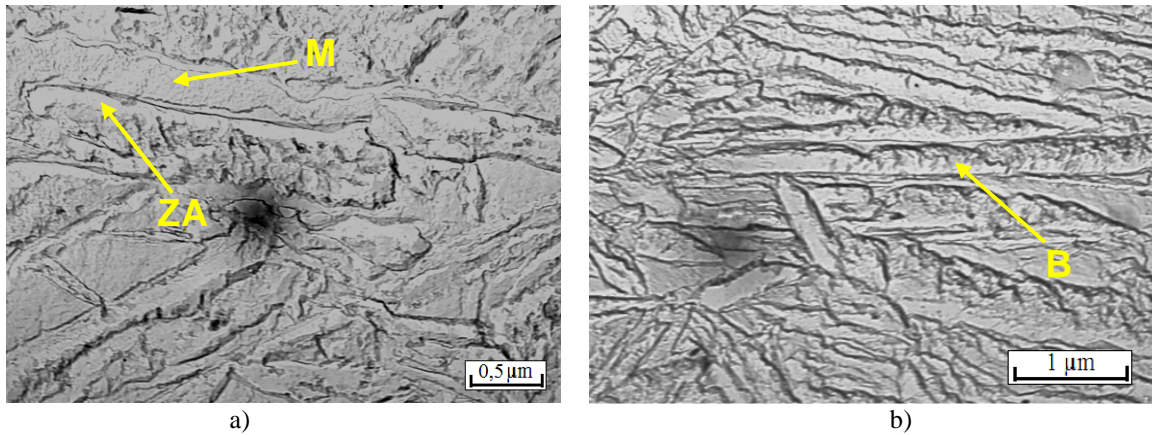
Režim termomechanického zpracování	Teplota a prodleva izotermické výdrže	HV10	$R_{p0,2}$ [MPa]	R_m [MPa]	A_{5mm} [%]	$R_m \times A_{5mm}$ [-]	KCV [J·cm ⁻²]	Podíl ZA v aktivní oblasti [%]
900°C/100s	300°C/600s	580	1454	1762	25	52860	-	16
900°C/100s	250°C/600s	598	1651	1954	10	19540	-	14
Integrace Q&P procesu								
900°C/100s–200°C	250°C/600s	580	1649	1933	14	27062	14	15
900°C/100s–200°C/10s	250°C/600s	590	1554	2012	16	32192	14	16,5
900°C/100s–200°C/10s	300°C/600s	508	1549	1790	20	36200	40	14
900°C/100s–200°C/10s	350°C/600s	501	1625	1698	23	39054	36	17

Tab. 7 Termomechanická zpracování oceli 42SiCr a jejich výsledky

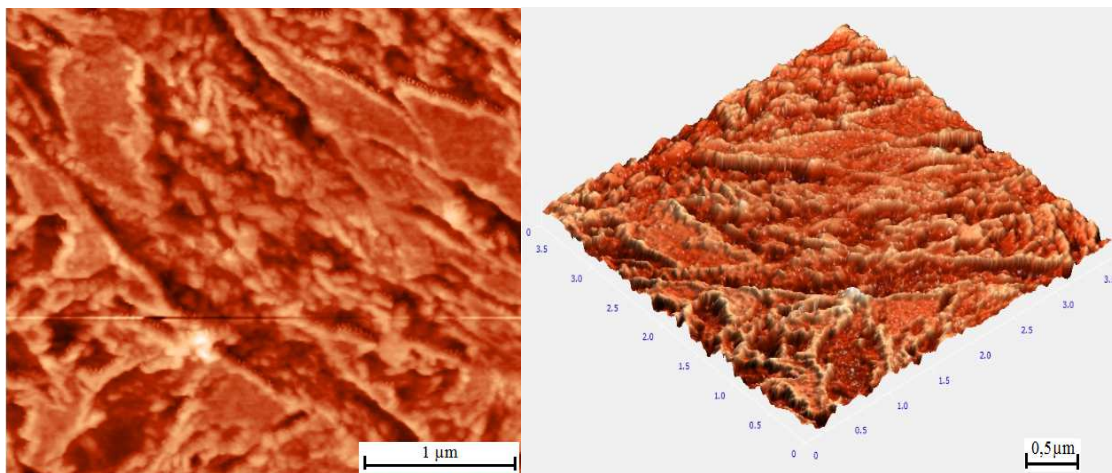
Protože metalografická analýza pomocí konfokálního mikroskopu u režimu s integrovaným Q&P procesem nepodávala dostačující informace o vzniklé ultrajemné mikrostručtuře, bylo nutné využít pro detailnější analýzu řádkovací elektronový mikroskop. Hlavním úkolem bylo analyzovat jednotlivé složky mikrostručtuury. Pomocí řádkovacího elektronového mikroskopu byla detekována ve stručtuře přítomnost martenzitu. Dále byly objeveny jehlice s jemnými karbidy vyprecipitovanými uvnitř, z čehož vyplývá přítomnost dolního bainitu ve stručtuře (Obr. 58a). Při detailnějším pohledu do mikrostručtuury pomocí řádkovacího mikroskopu Magellan byly pozorovány světle reflektující plochy po hranicích martenzitických jehlic (Obr. 58b). I na základě informací zjištěných z literatury [99] bylo předpokládáno, že se jedná o zbytkový austenit ve formě fólií, který se nachází podél martenzitických jehlic. Pro potvrzení této hypotézy byla provedena analýza na transmisním elektronovém mikroskopu ve světlém poli. Cílem bylo zejména popsat morfologii a rozložení zbytkového austenitu. Metodou extrakčních uhlíkových replik bylo zjištěno, že zbytkový austenit se nachází ve formě tenkého filmu podél martenzitických jehlic (Obr. 59a). Tak jako v případě analýzy z řádkovacího elektronového mikroskopu (Obr. 58a), tato metoda rovněž potvrdila přítomnost dolního bainitu v mikrostručtuře (Obr. 59b). Pomocí AFM mikroskopu byla zobrazena topografie povrchu pomocí 2D a 3D zobrazení (Obr. 60, Obr. 61). Na snímcích byly pozorovány hranice martenzitických jehlic.



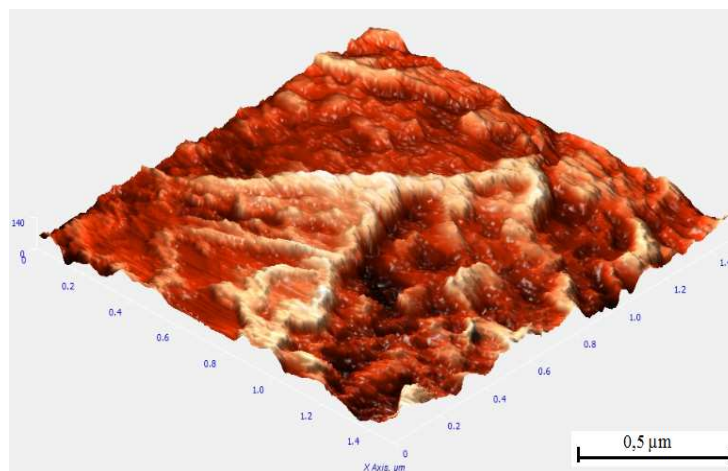
Obr. 58 Režim 900°C/100s–200°C/10s–250°C/600s s integrovaným Q&P procesem a) SEM, b) SEM Magellan



Obr. 59 Režim 900°C/100s–200°C/10s–250°C/600s s integrovaným Q&P procesem, TEM repliky



Obr. 60 Analýza pomocí AFM mikroskopu – topografie povrchu ve 2D a 3D zobrazení, režim 900°C/100s–200°C/10s – 250°C/600s

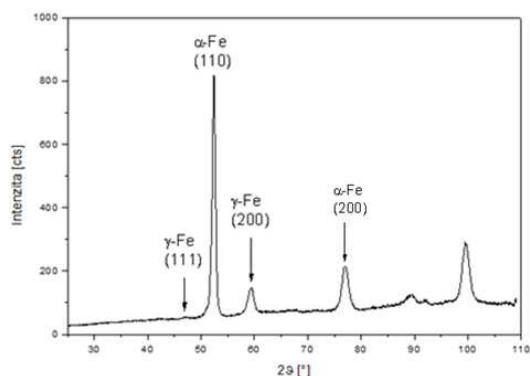


Obr. 61 Analýza pomocí AFM mikroskopu – topografie povrchu ve 3D zobrazení, režim 900°C/100s–200°C/10s – 250°C/600s

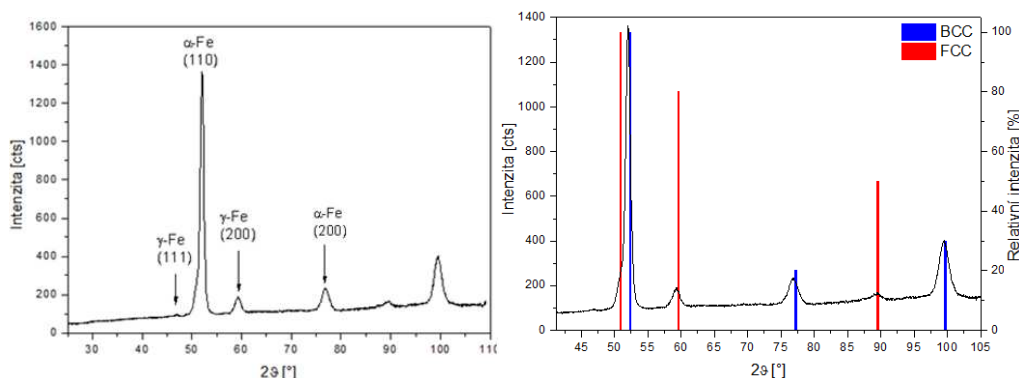
Rentgenovou difrakční analýzou byl u vzorků zjišťován podíl zbytkového austenitu (Obr. 62, Obr. 63, Obr. 64). Měření se provádělo v aktivní části vzorku (Obr. 49). Z naměřených výsledků u všech režimů byly u 2D difraktogramů pozorovány hladké spojitě linie prakticky bez přednostní orientace, což ukazuje na velmi jemnozrnnou strukturu materiálu (Obr. 64). Přesnost měření je i přes poměrně malou plochu ozařovanou RTG zářením (dána použitím polykapiláry) zajištěna jemnozrnností materiálu. V ozařovaném objemu materiálu se tak nachází velké množství krystalitů generujících difraktované záření.

U režimu 900°C/100s-250°C/600s (Obr. 63b) je zobrazen difrakční záznam s referenčními difraktogramy identifikovaných fází. Z tohoto zobrazení je zřejmé, že fáze α -Fe je téměř bez přednostní orientace. Poměr intenzit naměřených linií je prakticky stejný jako poměr difrakčních linií referenčního práškového materiálu. Tento práškový materiál se vyznačuje právě tím, že je bez přednostní orientace. Z toho vyplývá, že jsou pozorovány stejné poměry (výška) intenzit linií měřeného a referenčního materiálu a také stejné poměry (posuny poloh difrakčních linií) zbytkových napětí.

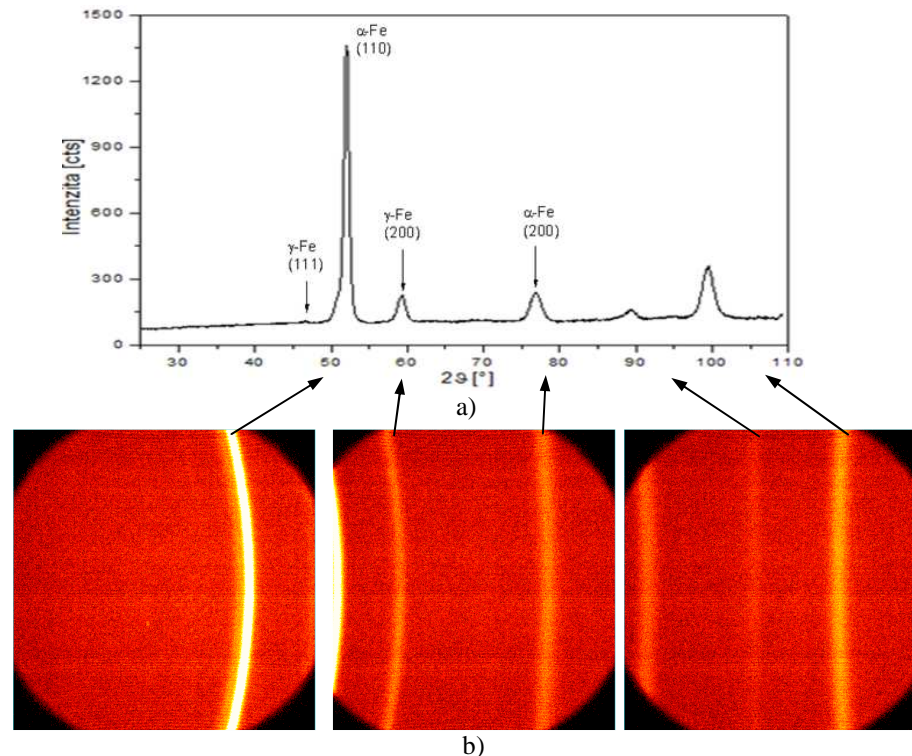
Přítomnost fáze γ -Fe u zkoumaných režimů dokládají identifikované linie této fáze. Na všech difraktogramech lze pozorovat difrakční linie γ -Fe zřetelně vystupující z pozadí záznamu.



Obr. 62 Difraktogram pro režim 900°C/100s-300°C/600s, podíl zbytkového austenitu γ -Fe 16%



Obr. 63 Difraktogram pro režim 900°C/100s-250°C/600s a referenční difraktogramy α -Fe a γ -Fe, podíl zbytkového austenitu γ -Fe 14%

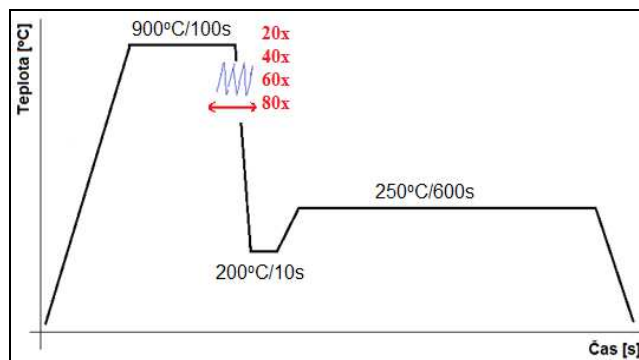


Obr. 64 Režim 900°C/100s–200°C/10s–250°C/600s, podíl zbytkového austenitu γ -Fe 16,5%
a) difraktogram -radiální profil, b) 2D difraktogram

Po provedení této části experimentálního programu, která se týkala optimalizace teploty izotermické výdrže, bylo zjištěno, že integrace Q&P procesu do termomechanického zpracování má významný vliv na mechanické vlastnosti. Především u zpracování, které přesně dodržuje parametry Q&P procesu, tedy ochlazení hluboko pod teplotu M_s a následný ohřev na teplotu těsně pod M_s , bylo dosaženo vysokých hodnot meze pevnosti v tahu okolo 2050 MPa. Díky tomuto zpracování zůstává ve struktuře i po martenzitické přeměně dostatečné množství zbytkového austenitu okolo 16%, který přispívá k udržení dostatečné tažnosti materiálu. Z tohoto důvodu pro další kroky optimalizace termomechanického zpracování byl použit režim 900°C/100s – 200°C/10s – 250°C/600s.

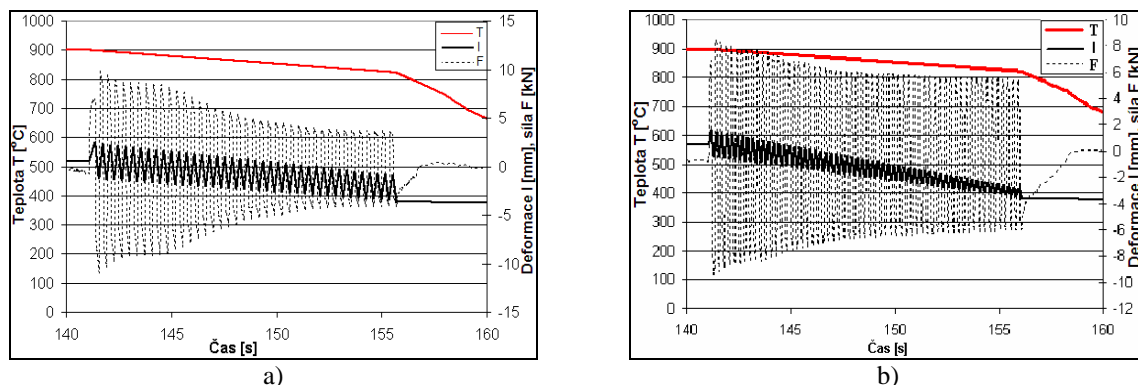
7.4.6.2 Zvyšování intenzity inkrementální deformace

V dalším kroku optimalizace termomechanického zpracování bylo nutno vyšetřit a popsat vliv deformace na mechanické vlastnosti a to především její intenzitu, velikost a teplotní interval, ve kterém deformace byla provedena (Obr. 65). Při vhodné volbě parametrů deformace dojde ke zjemnění původního austenitického zrna a následně i ke zjemnění výsledné martenzitické struktury, což bude mít příznivý vliv na mechanické vlastnosti materiálu. Stabilizace zbytkového austenitu je ovlivněna velikostí deformace zatepla (v interkritické oblasti teplot). Touto deformací bude možno stabilizovat i větší množství austenitu ve struktuře, který se bude v jemnějších útvarech rychleji chemicky stabilizovat. Proto interkriticky deformovaný zbytkový austenit transformuje pomaleji než nedeformovaný. [100, 101] Naproti tomu v některých pracích bylo prokázáno, že při použití maximálních deformací v interkritické oblasti teplot dochází k poklesu zbytkového austenitu ve struktuře. [102]



Obr. 65 Optimalizace intenzity deformace v teplotním intervalu 900°C÷ 820°C

Deformační proces byl navržen tak, aby deformace probíhala pouze v jednofázové oblasti. Z programu JMatPro byla vypočtena teplota počátku tvorby feritu $A_{R3} = 822$ °C. Na základě tohoto výpočtu byl navržen teplotní interval deformačního procesu 900°C až 820°C a trval 10s. Inkrementální deformace byla složena z 20-ti (logaritmická deformace $\varphi=5$) (Obr. 44), 40-ti (logaritmická deformace $\varphi=10,4$) (Obr. 66a), 60-ti (logaritmická deformace $\varphi=13,4$) (Obr. 66b) a 80-ti inkrementálních deformačních kroků tah-tlak (logaritmická deformace $\varphi= 18$). Poté byl vzorek zpracován tepelným režimem, u kterého bylo dosaženo při optimalizaci teploty přechlazení (viz. kapitola 7.4.6.1) nejlepších mechanických vlastností. Materiál byl tedy zachlazen na teplotu 200°C, kde proběhla krátká 10s prodleva a poté byl ohřát na teplotu 250°C s výdrží 600s.



Obr. 66 Inkrementální deformační proces a) 40 deformačních kroků, $\varphi=10,4$, b) 60 deformačních kroků, $\varphi=13,4$

U všech režimů byl proveden metalografický rozbor pomocí konfokálního mikroskopu. I v tomto případě pořízené metalografické snímky ultrajemné mikrostruktury nedostačovaly pro analýzu materiálu. Z tohoto důvodu byla mikrostruktura analyzována pomocí transmisního elektronového mikroskopu a řádkovacího elektronového mikroskopu. U 40-ti násobné deformace bylo provedeno barevné leptání leptadlem Klemm (Obr. 67). Výsledkem byly pouze jemné martenzitické jehlice.

Po odzkoušení všech režimů s odlišnou intenzitou deformace bylo zjištěno, že zvyšováním počtu inkrementálních deformačních kroků došlo ke zjemnění mikrostruktury. Při detailnějším pohledu řádkovacím mikroskopem lze pozorovat u 20-ti násobné deformace (Obr. 70a) hrubší a větší jehlice martenzitu než při 60-ti násobné deformaci (Obr. 69, Obr. 70b). Zjemněním mikrostruktury se hodnoty meze pevnosti v tahu výrazně neodlišují (Tab. 8). U všech režimů byla získána mez pevnosti v rozmezí hodnot 1923 až 2012 MPa. Houževnatost materiálu u 20-ti, 40-ti a 60-ti násobné deformaci byla naměřena okolo 16%,

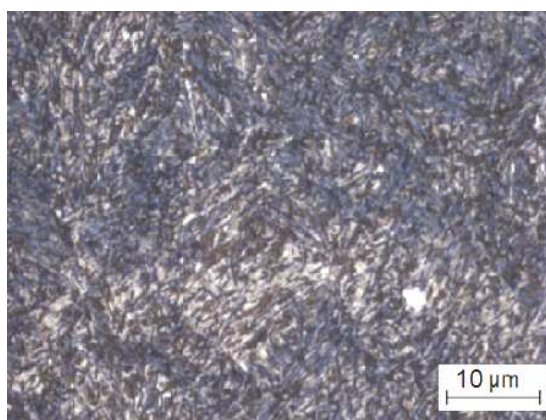
pouze u 80-ti násobné deformace došlo k rapidnímu snížení na 9%. Větším počtem deformačních kroků nedošlo k snížení podílu zbytkového austenitu, který byl naměřen v rozmezí 15 ÷ 16,5%. Hodnota tvrdosti byla při 20-ti násobné deformaci 598 HV10. Zvýšením intenzity deformace došlo k zjemnění struktury a tím ke zvýšení tvrdosti o cca 30 HV10, tedy na hodnotu okolo 630 HV10.

Transmisním mikroskopem metodou extrakčních uhlíkových replik bylo zjištěno, že zbytkový austenit se nachází jak ve formě tenkého filmu podél martenzitických jehlic u režimu s 20-ti násobnou deformací (Obr. 68a). Na transmisním i řádkovacím mikroskopu byl ve struktuře objeven i občasný výskyt dolního bainitu (Obr. 69b).

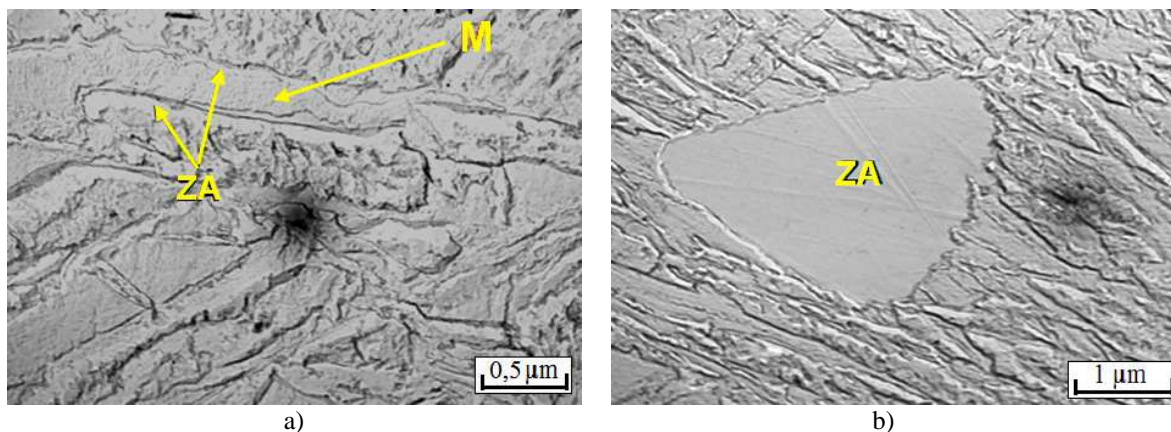
Inkrementální deformace způsobila zjemnění původního austenitického zrna, a tím i zjemnění vznikajícího martenzitu. Zvýšení její intenzity nezpůsobilo tvorbu feritu ani perlitu ve struktuře.

Tepelné zpracování	Počet deformačních kroků	HV10 [-]	R _{p0,2} [MPa]	R _m [MPa]	A _{5mm} [%]	R _m × A _{5mm} [-]	ZA [%]
900°C/100s – 200°C/10s 250°C/600s	20x	598	1554	2012	16	32192	16,5
	40x	630	1546	1923	16	30768	15
	60x	628	1490	1940	15	29100	16
	80x	635	1905	2005	9	16040	16

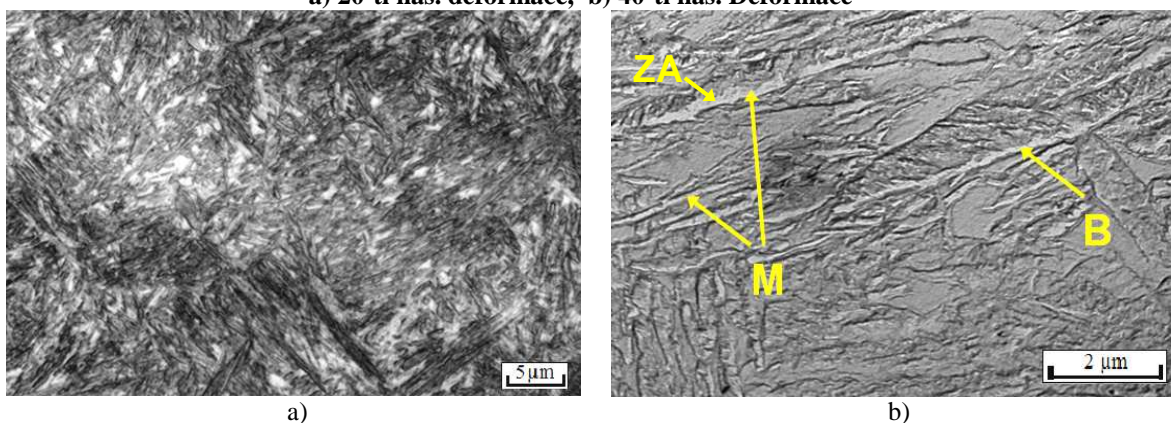
Tab. 8 Vliv zvyšování intenzity inkrementální deformace na mechanické vlastnosti



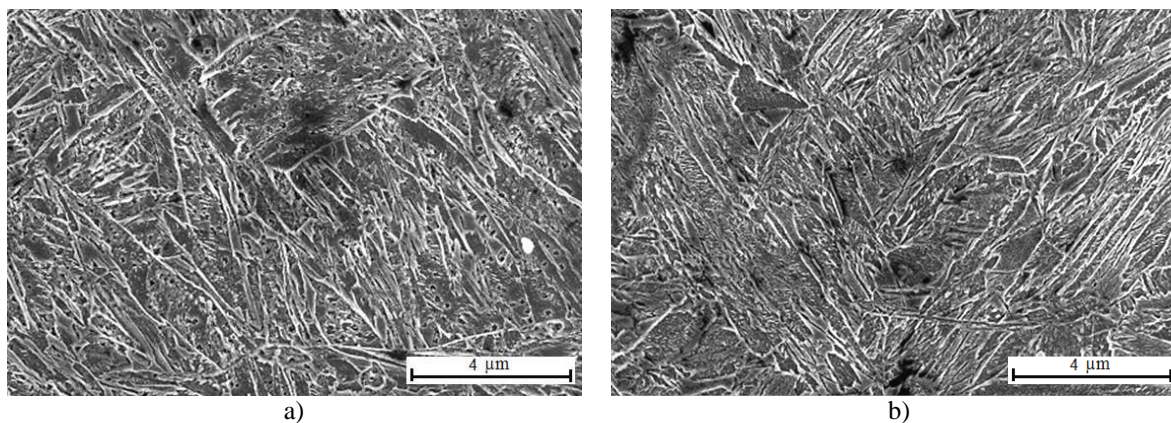
Obr. 67 Režim 900°C/100s–200°C/10s–250°C/600s, 40-ti nás. deformace, barevné leptání Klemm



Obr. 68 Režim 900°C/100s–200°C/10s–250°C/600s - transmisní elektronový mikroskop
a) 20-ti nás. deformace, b) 40-ti nás. Deformace

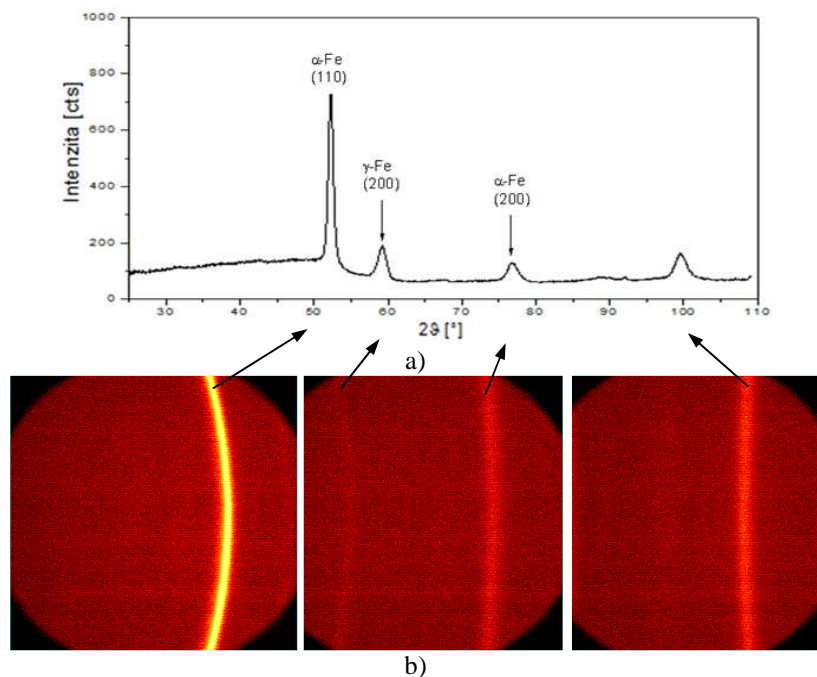


Obr. 69 Režim 900°C/100s–200°C/10s–250°C/600s, 60-ti násobná deformace
a) laserový konfokální mikroskop, b) transmisní elektronový mikroskop

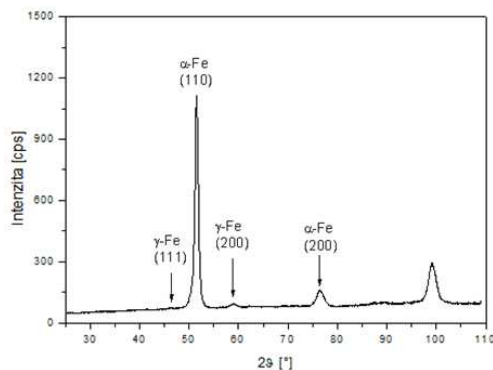


Obr. 70 Porovnání mikrostruktur: a) 900°C/100s–200°C/10s–250°C/600s, 20-ti násobná deformace
b) 900°C/100s–200°C/10s–250°C/600s, 60-ti násobná deformace

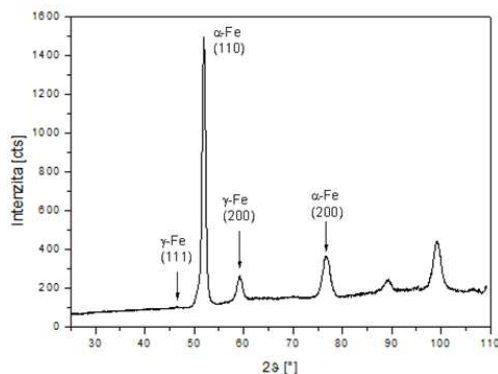
Podíl zbytkového austenitu ve struktuře byl opět zjišťován pomocí rentgenové difrakční analýzy. U všech režimů s 20-ti (Obr. 64), 40-ti (Obr. 71), 60-ti (Obr. 72) a 80-ti násobnými deformacemi (Obr. 73) byl naměřen podíl zbytkového austenitu v rozmezí 15 ÷ 16,5 %. Na 2D difraktogramech hladké spojité linie ukázaly, že struktura je polykrystalická a jemnozrná.



Obr. 71 Režim 900°C/100s–200°C/10s–250°C/600s, 40-ti nás. deformace, podíl zbytkového austenitu γ -Fe 16%
a) difraktogram - radiální profil, b) 2D difraktogram



Obr. 72 Difraktogram pro režim 900°C/100s–200°C/10s–250°C/600s, 60-ti nás. deformace - podíl zbytkového austenitu γ -Fe 15%



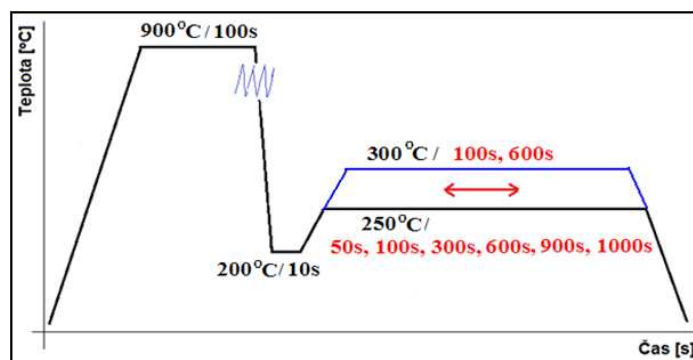
Obr. 73 Difraktogram pro režim 900°C/100s–200°C/10s–250°C/600s, 80-ti násobná deformace - podíl zbytkového austenitu γ -Fe 16%

Tímto experimentem bylo zjištěno, že i při zvyšování intenzity deformace v materiálu nedochází k výrazným změnám mechanických vlastností. U všech odzkoušených intenzit deformací bylo získáno vysokých hodnot meze pevnosti v tahu a to u 20-ti, 40-ti a 60-ti

násobné deformace v rozmezí 1923 až 2012 MPa při udržení relativně vysoké tažnosti 15 ÷ 16%. V případě zpracování 80-ti násobnou deformací byly sice získány velmi vysoké hodnoty meze pevnosti okolo 2000 MPa, ale došlo k výraznému poklesu tažnosti na 9%. Při této maximální deformaci bylo ve struktuře zastabilizováno okolo 16% zbytkového austenitu.

7.4.6.3 Optimalizace doby prodlevy na teplotě izotermické výdrže

Cílem této práce nebylo pouze navržení takového termomechanického zpracování, které by zaručovalo dobré mechanické vlastnosti materiálu, ale také navržení zpracování, které by zajistilo co nejnižší energetické náklady a co nejvyšší ekologičnost procesu. Čím kratší doba termomechanického zpracování, tím jsou nižší náklady např. na ohřevy v peci. Z tohoto důvodu byla provedena optimalizace izotermické výdrže na teplotě přerozdělení (Obr. 74). Pro optimalizaci byl vybrán režim 900°C/100s–200°C/10s a poté výdrž na teplotě přerozdělení 250°C. Na této teplotě byla odzkoušena doba výdrže 50s, 100s, 300s, 600s, 900s a 1000s. Čím delší časová prodleva na teplotě přerozdělení, tím výraznější je difúze uhlíku do netransformovaného austenitu. Avšak při překročení určité časové výdrže, dochází k přesycení austenitu uhlíkem, což může vést k nežádoucí reakci jako je precipitace karbidů. Dalším krokem optimalizace bylo odzkoušení různých dob výdrže 100s a 600s na teplotě nad teplotou M_s a to při 300°C.



Obr. 74 Optimalizace izotermické výdrže

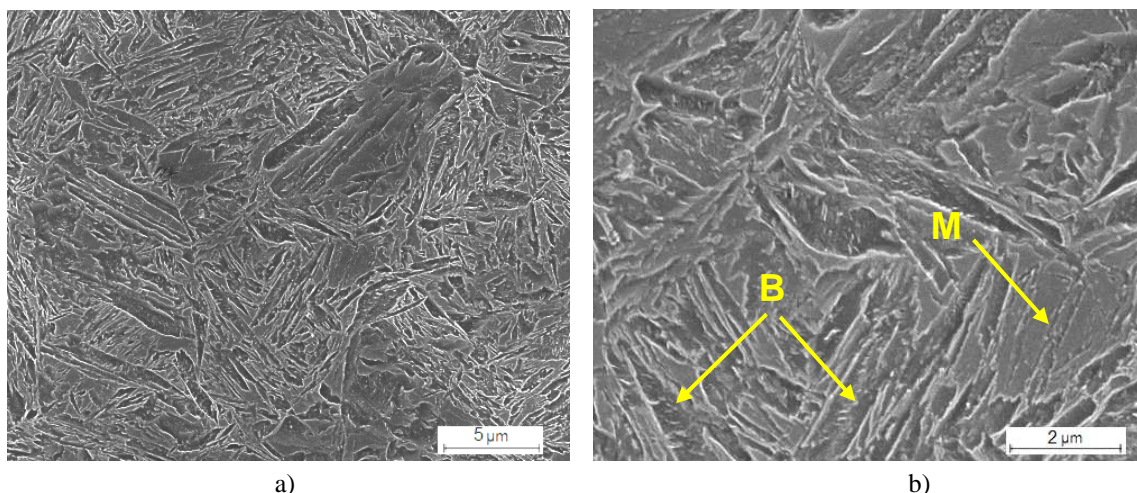
Při odzkoušení nejkratší výdrže 50s na teplotě přerozdělení byla získána velmi vysoká tvrdost 627 HV10 a velmi vysoká hodnota meze pevnosti v tahu 2180 MPa. Došlo však k snížení tažnosti materiálu na 12%. Krátká doba výdrže znamenala kratší dobu difuze uhlíku do netransformovaného austenitu a jeho stabilizaci. Proto bylo zastabilizováno pouze 12% podílu zbytkového austenitu (Tab. 9).

Zvýšením doby izotermické výdrže na 100s nepatrně poklesla tvrdost o 10HV a také mez pevnosti v tahu o cca 170 MPa při zachování stejné hodnoty tažnosti 12%. Dalším prodloužením výdrže na teplotě 250°C na 300s bylo ve struktuře zastabilizováno poněkud více zbytkového austenitu 13%. Tvrdost byla zachována, ale došlo k dalšímu snížení hodnot meze pevnosti v tahu o zhruba dalších 100 MPa, což zapříčinilo i zvýšení tažnosti na 15% (Tab. 9).

Po odzkoušení režimu s časem prodlevy 600s na teplotě 250°C byla získána martenzitická struktura s 16,5% zbytkového austenitu. Byla dosažena vysoká hodnota meze pevnosti 2012 MPa při tažnosti 16% (Tab. 9).

Prodloužením izotermické výdrže na 900s respektive 1000s bylo ověřeno, zda dochází k další stabilizaci zbytkového austenitu nebo už k jeho přesycení, což by znamenalo tvorbu karbidů ve struktuře. Při prodlevě 900s poklesla mez pevnosti v tahu oproti zpracování s prodlevou 600s o cca 100 MPa, ale došlo k mírnému zvýšení tažnosti na 18%. Při nárůstu

doby výdrže na 1000s byl ve struktuře zastabilizován vyšší podíl zbytkového austenitu 18%. Delší prodleva na teplotě popuštění způsobila také vyšší stupeň popuštění martenzitu (Obr. 75a) a tudíž precipitaci karbidů ve struktuře (Obr. 75b). Takto vzniklá struktura ovlivnila i mechanické vlastnosti materiálu. Došlo k poklesu meze pevnosti na 1849 MPa a zvýšení tažnosti na 20% (Tab. 9).



Obr. 75 Režim 900°C/100s–200°C/10s–250°C/1000s, 20-ti násobná deformace

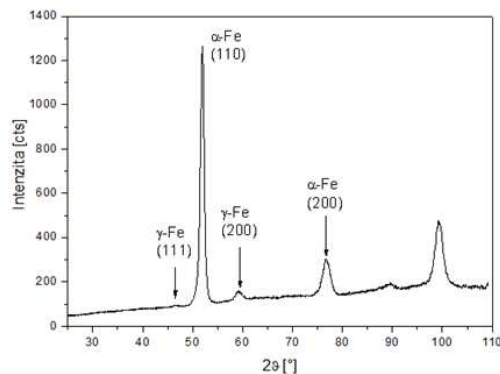
V dalším kroku byly odzkoušeny různé doby výdrže 100s a 600s na teplotě přerozdělení 300°C. Při délce výdrže 100s vznikla jemná martenzitická struktura a byla získána vysoká hodnota meze pevnosti okolo 1929 MPa s tažností 14%. Při prodloužení výdrže na 600s došlo k vyššímu stupni popuštění materiálu a hodnoty meze pevnosti klesly o cca 140 MPa, naproti tomu se zvýšila tažnost na 20%. Podíl zbytkového austenitu byl okolo 14%.

Režim termomech. zpracování	Teplota přerozdělení [°C]	Doba výdrže [s]	HV10 [-]	R _{p0,2} [MPa]	R _m [MPa]	A _{5mm} [%]	R _m × A _{5mm} [-]	KCV [J·cm ⁻²]	ZA [%]
900°C/100s – 200°C/10s 20-ti nás. deformace	250	50	627	1870	2180	12	26160	15	9
		100	617	1469	2011	12	24132	24	-
		300	623	1611	1917	15	29100	26	13
		600	598	1554	2012	16	32192	14	16,5
		900	592	1479	1918	18	34524	-	-
		1000	597	1476	1849	20	36980	-	18
	300	100	-	1429	1929	14	27006	36	-
		600	-	1549	1790	20	35800	40	14

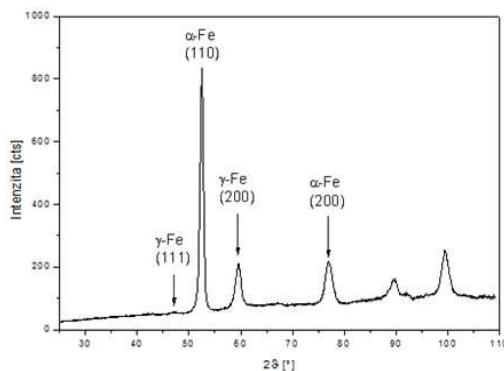
Tab. 9 Vliv doby izotermické výdrže na teplotě přerozdělení

Rentgenovou difrakční analýzou byl opět měřen podíl zbytkového austenitu. Při porovnání režimu 900°C/100s–200°C/10s–250°C/50s s režimem 900°C/100s–200°C/10s–250°C/1000s, byla pozorována velká rozdílnost intenzit difrakčních linií γ-Fe. U režimu s 50s

výdrží jsou difrakční linie γ -Fe nevýrazné (Obr. 76), což koreluje s vypočtenou hodnotou podílu zbytkového austenitu cca 9%. Naproti tomu u režimu s 1000s výdrží jsou difrakční linie γ -Fe mnohem výraznější a dobře identifikovatelné (Obr. 77). Vypočtená hodnota podílu zbytkového austenitu činila 18%.



Obr. 76 Difraktogram pro režim 900°C/100s–200°C/10s-250°C/50s, 20-ti nás. deformace - podíl zbytkového austenitu γ -Fe 9%



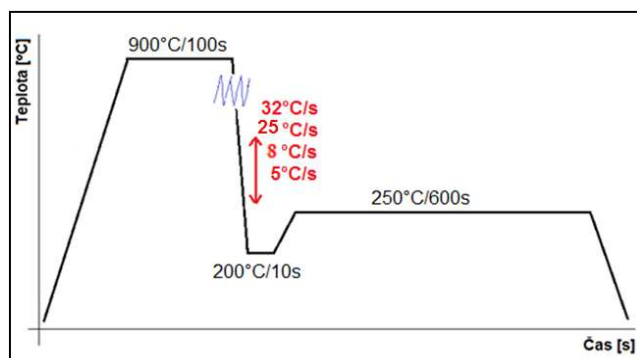
Obr. 77 Difraktogram pro režim 900°C/100s–200°C/10s-250°C/1000s, 20-ti nás. deformace - podíl zbytkového austenitu γ -Fe 18%

Délka izotermické výdrže má značný vliv na stabilizaci zbytkového austenitu z důvodu probíhající difúze uhlíku na této teplotě z přesyceného martenzitu do zbytkového austenitu a stupeň popuštění martenzitu. Optimalizací tohoto kroku bylo zjištěno, že zkrácením izotermické výdrže došlo k nárůstu pevnosti materiálu, ale k poklesu tažnosti. S prodloužením izotermické výdrže došlo k vyššímu stupni popuštění struktury a precipitaci karbidů, které vedlo ke snížení hodnot tvrdosti a pevnosti na straně jedné, ale k výraznému nárůstu tažnosti na straně druhé. Delší prodleva také způsobila stabilizaci většího množství zbytkového austenitu. Těmito optimalizacemi bylo ověřeno, že režim s 600s prodlevou na teplotě přerozdělení dosahoval nejlepší kombinaci pevnosti a tažnosti.

7.4.6.4 Optimalizace rychlosti ochlazování

V další fázi optimalizace byl zjišťován vliv rychlosti ochlazování z 900°C na teplotu 250°C na vývoj struktury, zejména na tvorbu feritu, perlitu, případně bainitu. Rychlost ochlazování představuje jeden z klíčových parametrů celého Q&P zpracování, protože je nutné zabránit tvorbě ostatních strukturních složek, zejména těch, které jsou bohaté na uhlík, jakou je perlit, bainit, případně karbidy.

Při optimalizaci byla použita 20-ti násobná inkrementální deformace a byly odzkoušeny různé rychlosti ochlazování 32 °C/s, 25 °C/s, 8 °C/s a 5 °C/s (Obr. 78).



Obr. 78 Optimalizace rychlosti ochlazování z 900 °C na teplotu 250 °C

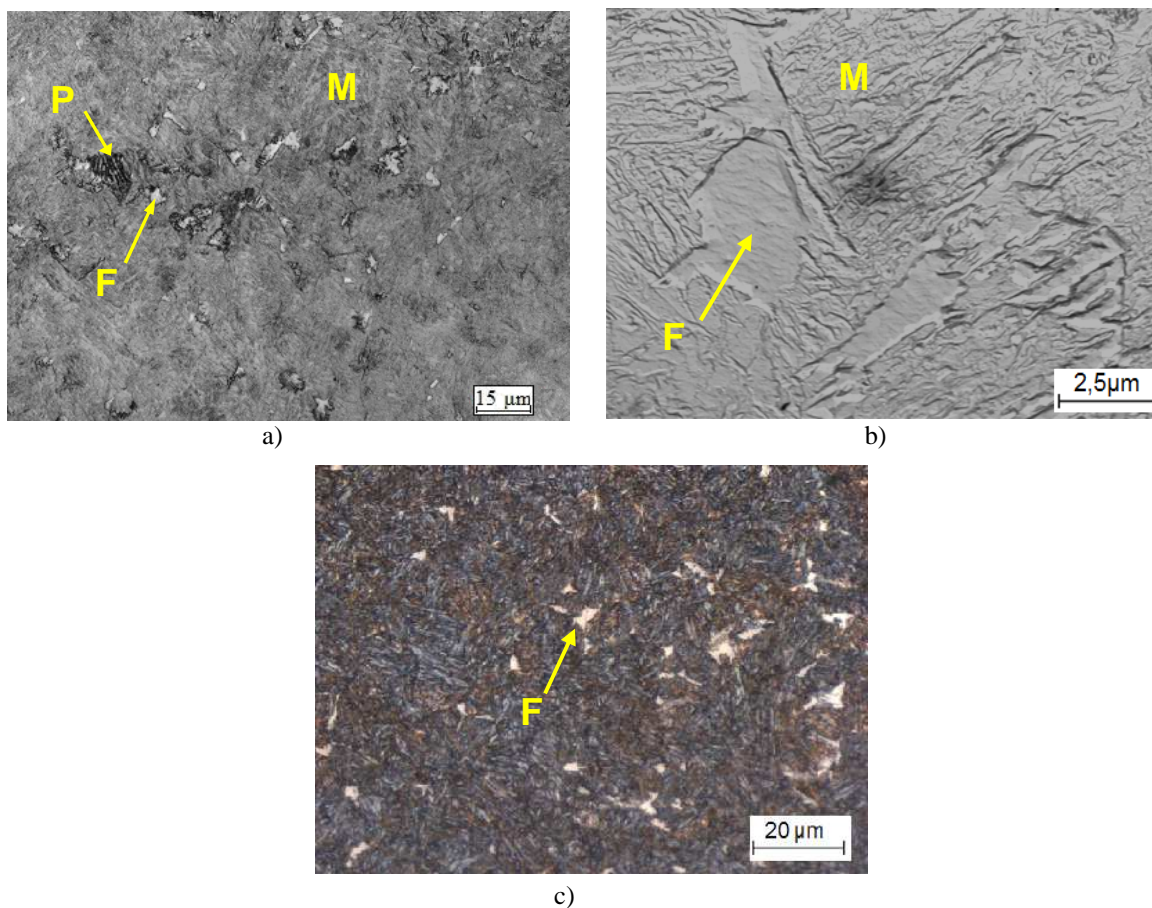
Při nejvyšší rychlosti ochlazování 32°C/s z teploty 900°C na 200°C byla dosažena tvrdost 606 HV10, mez pevnosti v tahu 1839 MPa s tažností 14% a zbytkovým austenitem 14% (Tab. 10). Při snížení rychlosti ochlazování na 25°C/s došlo mírnému k snížení tvrdosti na 598 HV10, ale k nárůstu hodnot meze pevnosti o cca 170 MPa při zvýšení tažnosti na 16% a podílu zbytkového austenitu na 16,5% (Obr. 55b). Tímto zpracováním byla dosažena jemná martenzitická struktura se zbytkovým austenitem a malým podílem dolního bainitu (Obr. 58, Obr. 59).

Další zpomalení ochlazování na rychlost 8°C/s vedlo ke snížení podílu zbytkového austenitu na 12%. Ve struktuře byl pozorován větší výskyt feritu s nízkým výskytem perlitu, což ukazují snímky z konfokálního, transmisního mikroskopu (Obr. 79a,b) a z optického mikroskopu při pozorování vzorku připraveného metodou barevného leptání v leptadle Klemm (Obr. 79c). Ve struktuře nebyl pozorován výskyt karbidů.

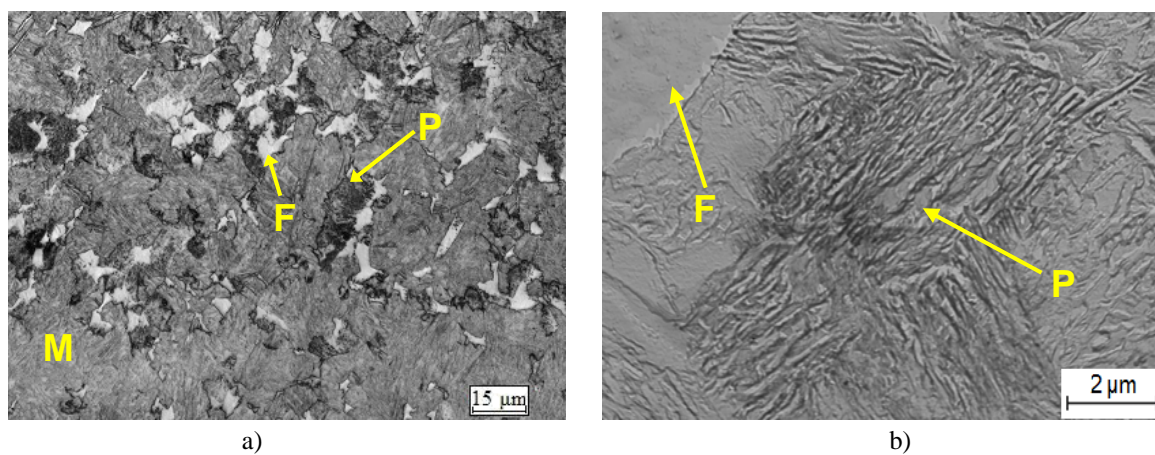
Při odzkoušení nejpomalejší rychlosti ochlazování 5°C/s byl zjištěn výrazný nárůst podílu perlitu ve struktuře a došlo i ke snížení podílu zbytkového austenitu na 10% (Obr. 80). Výskyt karbidů nebyl pozorován. Reliéf povrchu mikrostruktury v 3D profilu laserovým konfokálním mikroskopem odhalil propadlá místa feritu a vyvýšená místa rozdrobeného perlitu umístěné v martenzitické matici (Obr. 80). Změna struktury vedla ke snížení hodnot tvrdosti z 598 HV10 (25°C/s) na 509 HV10 (8°C/s) resp. 515 HV10 (5°C/s) i ke změně mechanických vlastností. Při porovnání rychlostí ochlazování 25 °C/s a 5 °C/s byl zjištěn pokles pevnosti až o 400 MPa, snížení tažnosti o 9% a snížení podílu zbytkového austenitu o 6,5% (Tab. 10).

Tepelné zpracování	Rychlost ochlazování [°C/s]	HV10 [-]	R _{p0,2} [MPa]	R _m [MPa]	A _{5mm} [%]	R _m x A _{5mm} [-]	ZA [%]
900°C/100s – 200°C/10s 250°C/600s	32	606	1422	1839	14	25746	14
	25	598	1554	2012	16	32192	16,5
20-ti násob. deformace	8	509	1464	1879	12	22548	12
	5	515	1221	1662	8	13296	10

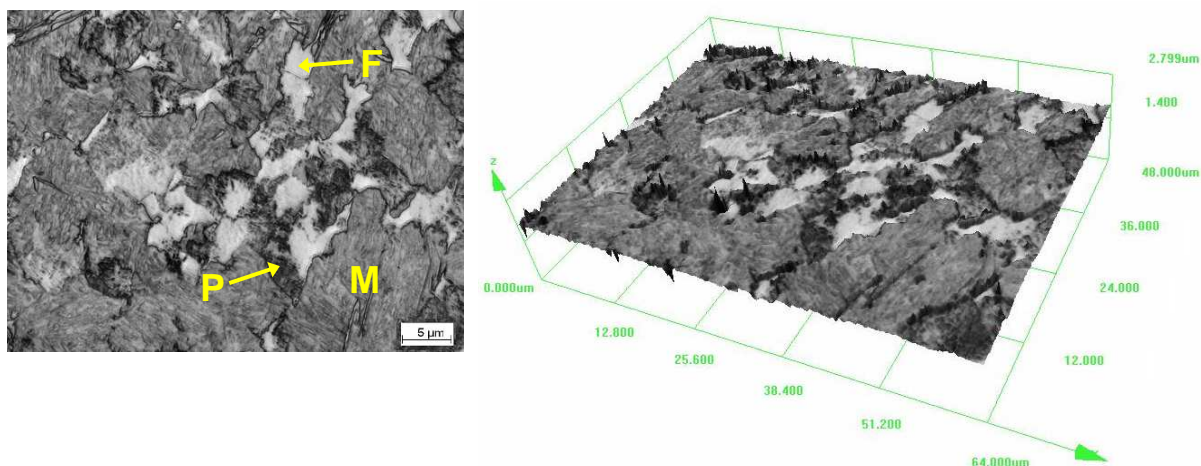
Tab. 10 Vliv rychlosti ochlazování z 900°C na teplotu 200°C



Obr. 79 Režim 900°C/100s–200°C/10s250°C/600s, 20-ti nás. deformace, rychlost ochlazování 8°C/s
a) laserový konfokální mikroskop, b) TEM, c) barevné leptání Klemm

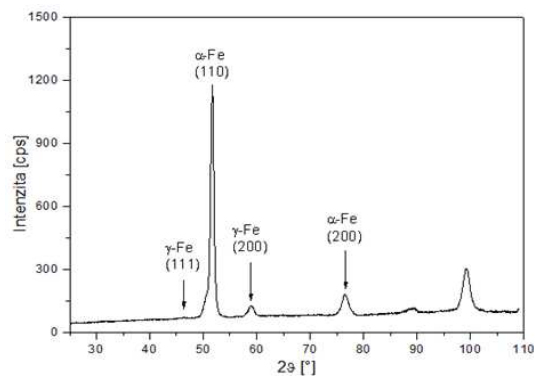


Obr. 80 Režim 900°C/100s–200°C/10s250°C/600s, 20-ti nás. deformace, rychlost ochlazování 5°C/s
a) laserový konfokální mikroskop, b) TEM

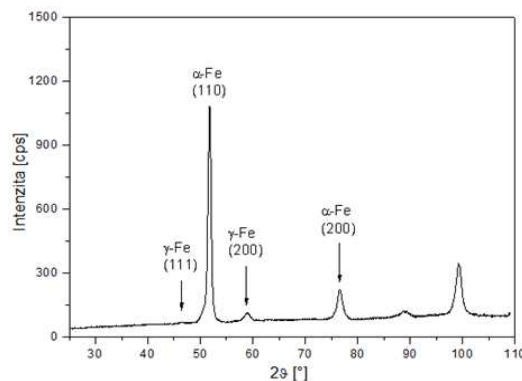


Obr. 81 Režim 900°C/100s–200°C/10s250°C/600s, 20-ti nás. deformace, rychlost ochlazování 5°C/s, laserová mikroskopie a 3D zobrazení povrchu

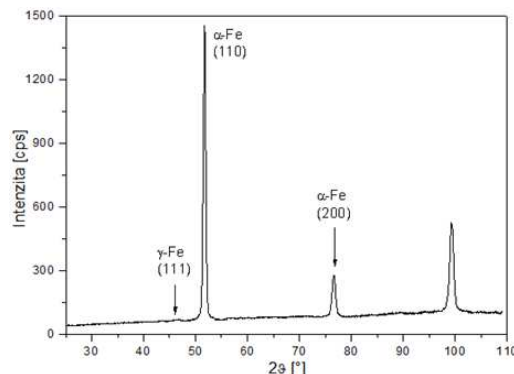
RTG analýzou z naměřených výsledků je patrné, že struktura materiálu je velmi jemnozrná, bez výraznější přednostní orientace. U režimů 900°C/100s–200°C/10s–250°C/600s s rychlostí ochlazování 8°C/s (Obr. 82) a 5°C/s (Obr. 83) bylo pozorováno, že rozložení zbytkového austenitu není homogenní, protože v některých polohách byl ve struktuře identifikován pouze ferit (Obr. 84). Toto zjištění dokazuje i metalografie těchto režimů, kde v jemné martenzitické matici se vyskytují feritické nebo perlitické oblasti.



Obr. 82 Difraktogram pro režim 900°C/100s–200°C/10s250°C/600s, 20-ti nás. deformace, rychlost ochlazování 8°C/s - podíl zbytkového austenitu γ-Fe 12%



Obr. 83 Difraktogram pro režim 900°C/100s–200°C/10s250°C/600s, 20-ti nás. deformace, rychlost ochlazování 5°C/s - podíl zbytkového austenitu γ-Fe 10%

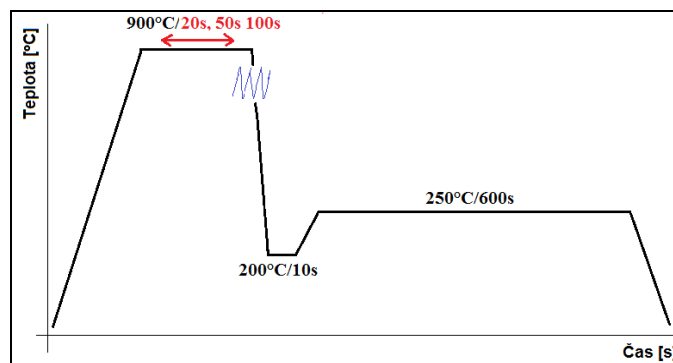


Obr. 84 Difraktogram pro režim 900°C/100s–200°C/10s250°C/600s, 20-ti nás. deformace, rychlost ochlazování 5°C/s - podíl zbytkového austenitu γ -Fe 0%, identifikován pouze podíl feritu α -Fe

Tato optimalizace ukázala, že režimy s pomalejším ochlazováním jako 8°C/s a 5°C/s už nejsou vhodné pro zpracování Q&P procesem, protože pomalým ochlazováním dochází ke vzniku feriticko-perlitické struktury, která má nepříznivý vliv na vývoj mechanických vlastností. Nepříznivý účinek je způsoben především vznikem perlitu, což je fáze, která pro svoji tvorbu spotřebovává uhlík, který pak chybí ke stabilizaci dostatečného množství zbytkového austenitu ve struktuře.

7.4.6.5 Optimalizace doby výdrže na austenitizační teplotě

Dalším velmi důležitým parametrem je doba prodlevy na teplotě austenitizace. Pro správné provedení Q&P procesu je důležité provést rychlé zakalení z oblasti homogenního austenitu. Prodleva musí být volena tak, aby došlo k vytvoření homogenního austenitu, ale současně nedošlo ke zhrubnutí austenitického zrna. Dále zbytečně dlouhá doba austenitizace zvyšuje energetické náklady na výrobu, a tím prodražuje celé tepelné zpracování.



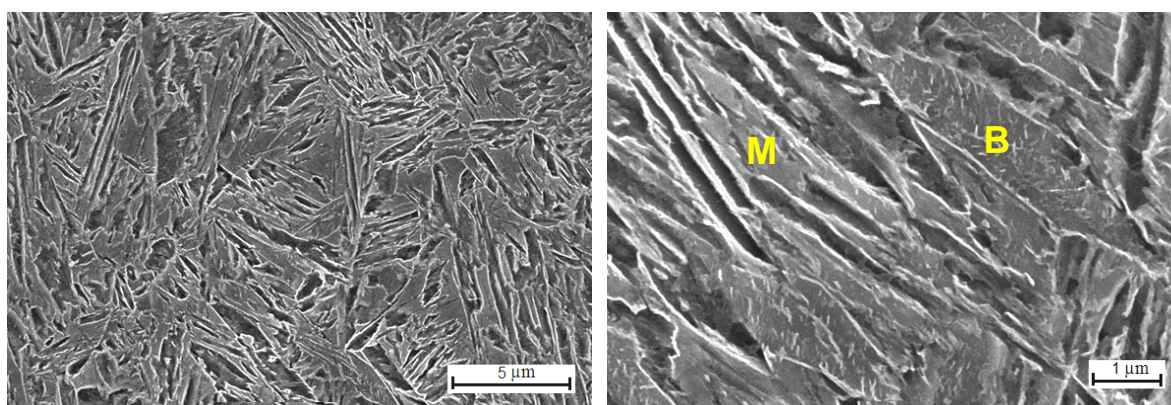
Obr. 85 Optimalizace doby výdrže na austenitizační teplotě

U režimu 900°C/100s-200°C/10s-250°C/600s s 20-ti násobnou deformací a rychlostí ochlazení 25°C/s byly odzkoušeny délky austenitizační výdrže: 20s, 50s a 100s.

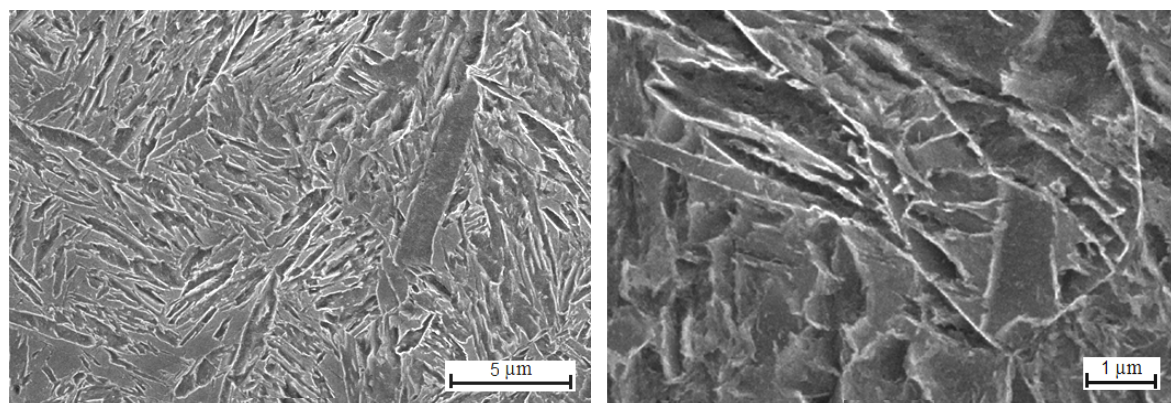
Ve všech režimech byla pozorována jemná martenzitická matrice s bainitem a zbytkovým austenitem (Obr. 86, Obr. 87). U režimů s kratší dobou výdrže 20s a 50s bylo dosaženo přibližně stejných hodnot mechanických vlastností (Tab. 11). Tvrdost byla naměřena okolo 560 HV10, mez pevnosti v tahu při 20s 1991 MPa a při 50s 1937 MPa. Podíl zbytkového austenitu ve struktuře v obou případech bylo získáno cca 13 ÷ 14%. Při prodloužení austenitizační výdrže na 100s došlo k nárůstu hodnoty tvrdosti na 598 HV10 a meze pevnosti na 2012 MPa s tažností 16%. Ve struktuře bylo zastabilizováno 16,5% zbytkového austenitu.

Austenitizační výdrž na teplotě 900°C	Tepelné zpracování	HV10 [-]	R _{p0,2} [MPa]	R _m [MPa]	A _{5mm} [%]	R _m x A _{5mm} [-]	ZA [%]
20s	Ochlazení na 200°C/10s-250°C/600s 20-ti násob. deformace	567	1581	1991	12	23892	13
50s		563	1536	1937	15	29055	14
100s		598	1554	2012	16	32192	16,5

Tab. 11 Vliv různé doby výdrže na austenitizační teplotě

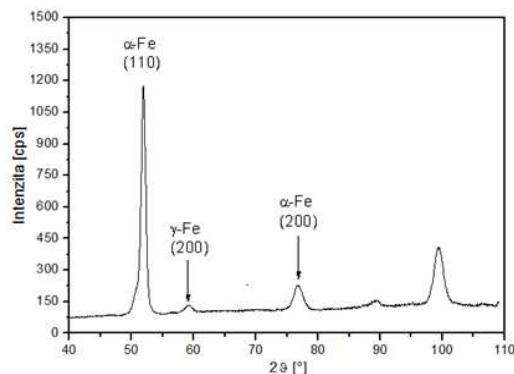


Obr. 86 Režim 900°C/100s–200°C/10s-250°C/600s, 20-ti nás. deformace, austenitizační doba výdrže 20s, řádkovací elektronový mikroskop

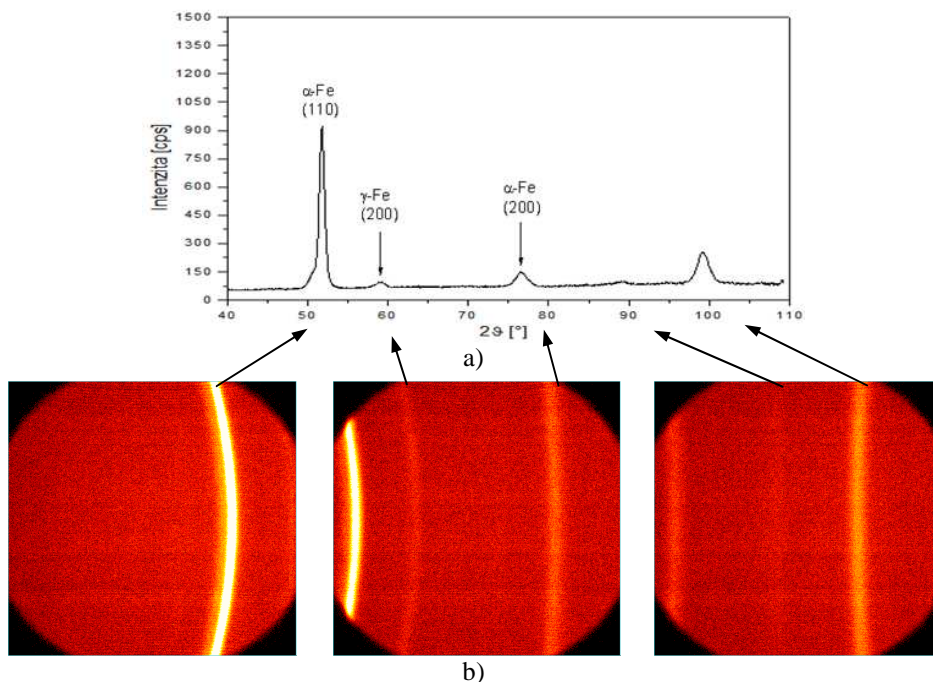


Obr. 87 Režim 900°C/100s–200°C/10s-250°C/600s, 20-ti nás. deformace, austenitizační doba výdrže 50s, řádkovací elektronový mikroskop

Z naměřených výsledků z RTG analýzy (Obr. 88, Obr. 89) je patrné, že struktura materiálu je velmi jemnozrná, prakticky bez přednostní orientace, což ukazují hladké spojité linie na 2D difraktogramu (Obr. 89b).



Obr. 88 Difraktogram pro režim 900°C/100s–200°C/10s-250°C/600s, 20-ti nás. deformace a austenitizační doba výdrže 20s – podíl zbytkového austenitu γ-Fe 13%



Obr. 89 Režim 900°C/100s–200°C/10s250°C/600s, 20-ti nás. deformace a austenitizační doba výdrže 50s – podíl zbytkového austenitu γ-Fe 14% a) difraktogram - radiální profil, b) 2D difraktogram

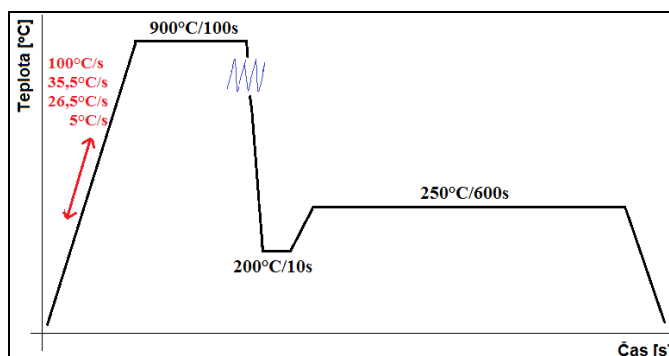
Odzkoušením různých dob výdrže na teplotě austenitizace nebylo v martenzitické struktuře s bainitem a zbytkovým austenitem pozorováno výrazných strukturních změn. Různá doba výdrže na teplotě austenitizace neměla velký vliv ani na mechanické vlastnosti materiálu. Při nejdelší odzkoušené austenitizační výdrži 100s bylo dosaženo ve vzorku nejlepších hodnot mechanických vlastností. Avšak vzhledem k přání navrhnout co nejekonomičtější proces zpracování, lze uvažovat o kratší austenitizační době 50s.

7.4.6.6 Optimalizace rychlosti ohřevu na austenitizační teplotu

V posledním fázi optimalizace byl odzkoušen vliv rychlosti ohřevu na vývoj struktury. Pro optimalizaci bylo opět vycházeno z režimu 900°C/100s-200°C/10s-250°C/600s s 20-ti násobnou deformací a rychlostí ochlazení 25°C/s, kde bylo odzkoušeno 5 různých rychlostí ohřevů z pokojové teploty na 900°C: 100°C/s, 35,5°C/s, 26,5°C/s a 5°C/s (Obr. 90).

Rozsah rychlostí ohřevu byl navržen tak, aby pokrýval široké spektrum možných způsobů ohřevu od indukčního až po pomalé ohřevy v peci. Nejrychlejší ohřev 100°C/s byl navržen jako simulace indukčního ohřevu, při kterém lze dosáhnout nejvyšších rychlostí

ohřevů. Při této rychlosti ohřevu bylo dosaženo velmi vysoké tvrdosti 602 HV10, kde mez pevnosti v tahu činila 1933 MPa a tažnost 16%. Aplikací tohoto režimu byla získána jemná martenzitická struktura se zbytkovým austenitem a patrným výskytem dolního bainitu (Obr. 91).

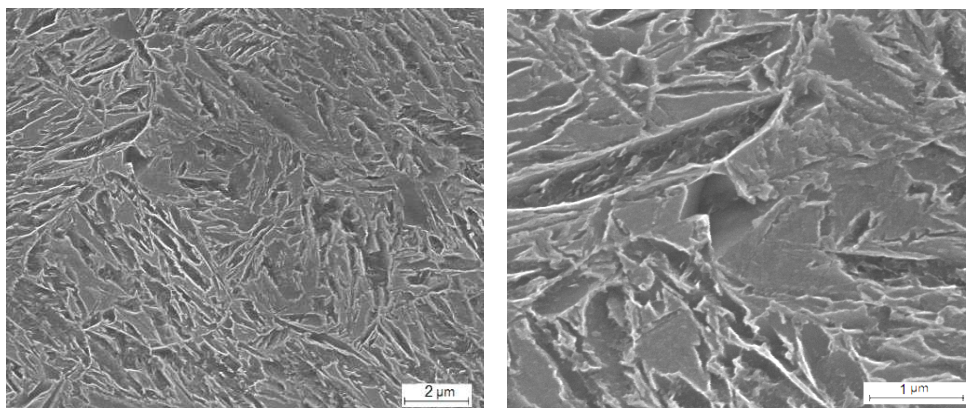


Obr. 90 Optimalizace rychlosti ohřevu na austenitizační teplotu

Při poklesu rychlosti ohřevu na 35,5°C/s se snížila tvrdost zhruba o 60 HV10 a zvýšila mez pevnosti v tahu na 1983 MPa při tažnosti 15% (Tab. 12).

Další snížení rychlosti ohřevu na 26,5°C/s vedlo jak k nárůstu tvrdosti na 598 HV10, tak k nárůstu meze pevnosti v tahu na 2012 MPa při tažnosti 16%.

Nejpomalejší ohřev 5 °C/s byl simulací pomalého ohřevu v peci. U získaných struktur došlo k poklesu tvrdosti na hodnotu 556 HV10 a také poklesu meze pevnosti na 1894 MPa s vyšší hodnotou tažností 22%. U všech navržených režimů byl získán podíl zbytkového austenitu okolo 14 ÷ 17% (Tab. 12).

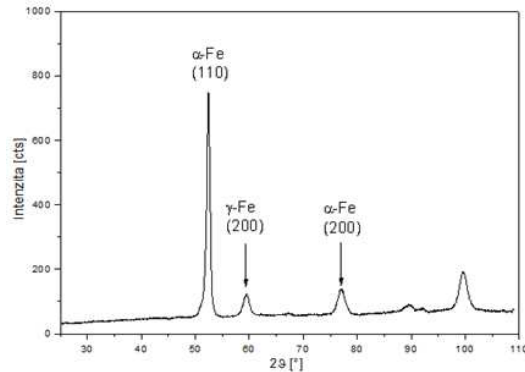


Obr. 91 Režim 900°C/100s–200°C/10s-250°C/600s, 20-ti nás. deformace, rychlost ohřevu 100°C/s, řádkovací elektronový mikroskop

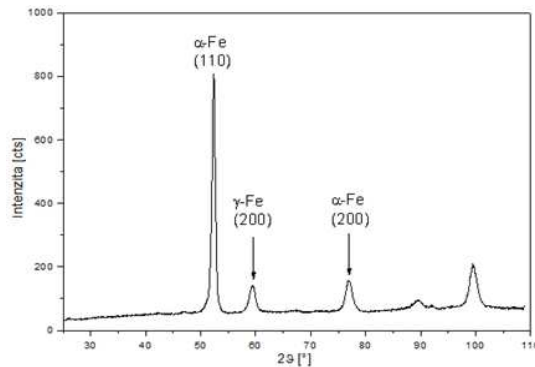
Tepelné zpracování	Rychlost ochlazování [°C/s]	HV10 [-]	R _{p0,2} [MPa]	R _m [MPa]	A _{5mm} [%]	R _m x A _{5mm} [-]	ZA [%]
900°C/100s – 200°C/10s 250°C/600s	100	602	1688	1933	16	30928	17
	35,5	542	1499	1983	15	29745	14
20-ti násob. deformace	26,5	590	1554	2012	16	32192	16,5
	5	556	897	1894	22	41668	18

Tab. 12 Vliv různé rychlosti ohřevu na austenitizační teplotu

RTG analýzou bylo zjištěno, že struktura je jemnozrnná, protože na 2D difraktogramech byly pozorovány hladké spojité linie (Obr. 64). U režimů s rychlostí ohřevu 100°C/s a 5°C/s bylo naměřeno $17 \div 18\%$ podílu zbytkového austenitu, což dokazují výrazné difrakční linie $\gamma\text{-Fe}$ v difrakčním záznamu (Obr. 92, Obr. 93).



Obr. 92 Difraktogram pro režim $900^{\circ}\text{C}/100\text{s}-200^{\circ}\text{C}/10\text{s}-250^{\circ}\text{C}/600\text{s}$, 20-ti nás. deformace, rychlost ohřevu 100°C/s – podíl zbytkového austenitu $\gamma\text{-Fe}$ 17%

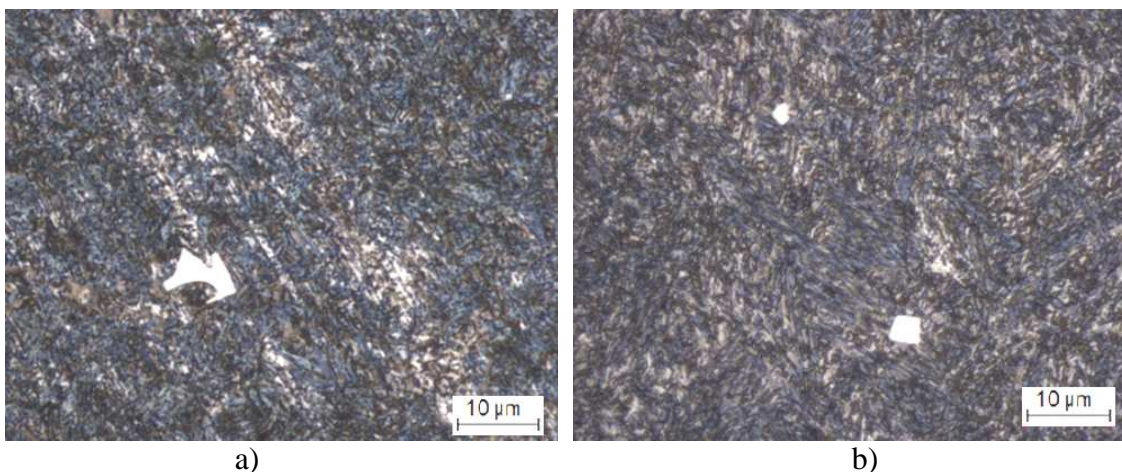


Obr. 93 Difraktogram pro režim $900^{\circ}\text{C}/100\text{s}-200^{\circ}\text{C}/10\text{s}-250^{\circ}\text{C}/600\text{s}$, 20-ti nás. deformace, rychlost ohřevu 5°C/s – podíl zbytkového austenitu $\gamma\text{-Fe}$ 18%

Po provedení těchto experimentů bylo zjištěno, že rychlost ohřevu na zvolenou teplotu austenitizace 900°C nemá výrazný vliv na vývoj struktury. Mechanické vlastnosti byly změnou rychlostí ohřevu pouze mírně ovlivněny. Mez pevnosti v tahu se pohybovala u všech režimů v rozmezí 1900 MPa až 2010 MPa a tažnost $15 \div 22\%$. Nedošlo ani k výrazné změně v podílu zbytkového austenitu v materiálu. Pro ohřev materiálu na teplotu austenitizace může být tedy využito různých zařízení.

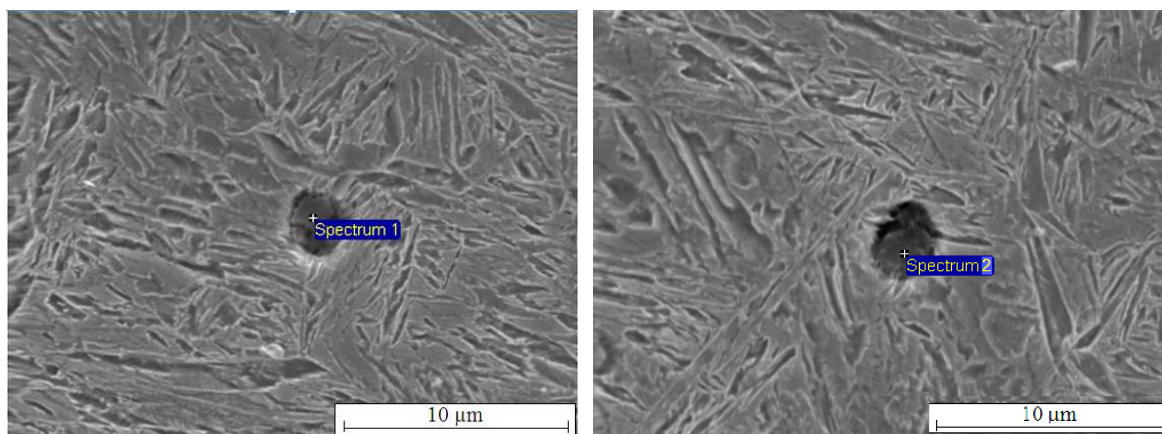
7.4.7 Analýza chemického složení neznámých útvarů v materiálu

Různými metalografickými analýzami byly v materiálu objeveny zřídka se vyskytující útvary neznámého složení, které byly nejvíce viditelné při metodě barevného leptání (Obr. 94). Byly objeveny, jak ve struktuře základního materiálu feriticko-perlitické struktury, tak v aktivní oblasti vzorku s martenzitickou strukturou, zbytkovým austenitem a bainitem. Velikost nalezených částic se pohybovala v rozmezí 1÷8 μm . Chemické složení těchto neznámých útvarů byly lokálně analyzovány pomocí řádkovacího elektronového mikroskopu s energiově-disperzním analyzátozem EDX.



Obr. 94 Optická mikroskopie – barevné leptání a) režim 900°C/100s–200°C–250°C/600s, 20-ti nás. deformace, b) 900°C/100 –200°C/10s–250°C/600s, 40-ti nás. deformace

EDX analýzou útvarů byl naměřen vysoký obsah bóru a dusíku (Obr. 95, Tab. 13). Na základě tohoto měření lze konstatovat, že se ve struktuře vyloučily částice nitridu bóru. Pro svůj malý a nepravidelný výskyt v materiálu tyto částice nemají vliv na mechanické vlastnosti.



Obr. 95 Režim 900°C/100s–200°C/10s–250°C/600s, řádkovací elektronový mikroskop s energiově-disperzním analyzátozem EDX, lokální měření chemického složení

Měřené spektrum	B	N	Si	Cr	Fe
Spektrum 1	34,36	27,52	0,38	0,86	36,89
Spektrum 2	35,00	29,09	0,22	0,72	34,96

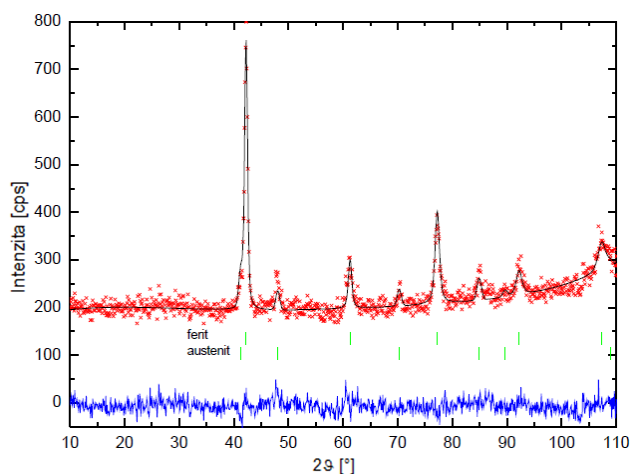
Tab. 13 Naměřené chemické složení neznámého útvaru na EDX analyzátozu

7.4.8 Stabilita zbytkového austenitu během deformace za studena

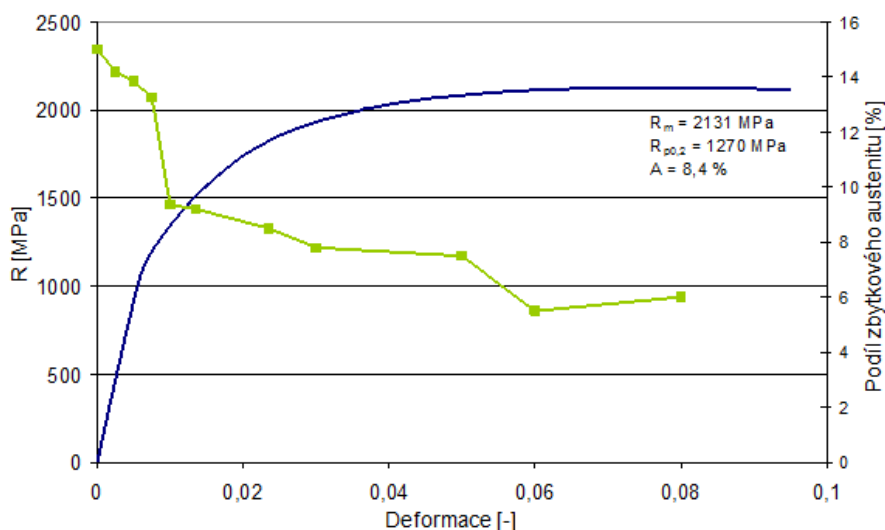
Důležitým parametrem popisujícím chování těchto ocelí je stabilita zbytkového austenitu při deformačním namáhání za studena.

Režimem, kterým bylo dosaženo nejlepších mechanických vlastností a byl získán i nejvyšší podíl zbytkového austenitu, byly zpracovány i další vzorky. Jednalo se o režim s teplotou přechlazení 200°C s výdrží 10s a ohřevem na teplotu izotermické výdrže 250°C/600s. Měření pomocí neutronové difrakce bylo provedeno in-situ během tahového zatížení při pokojové teplotě. Vzorek byl měřen na práškovém difraktometru HOKAN6, jež byl vybaven pro tyto účely trhacím zařízením, na kterém byly naměřeny hodnoty meze pevnosti v tahu 2131 MPa a tažnost cca 8%.

Neutronovou difrakcí bylo naměřeno ve zkoumaném vzorku 15% podílu zbytkového austenitu ve struktuře (Obr. 96). Diference podílu zbytkového austenitu výchozího stavu zjištěná neutronovou a rentgenovou difrakcí činila pouze 1,5%. V průběhu experimentu došlo vlivem deformace ke snížení množství podílu zbytkového austenitu na konečných cca 6% (Obr. 97). Pokles množství austenitu je pozvolný od meze kluzu až k hodnotě celkové deformace 0,75%. Poté následuje prudký pokles na cca 9% austenitu. Od hodnoty celkové deformace 1% se objem austenitické fáze mírně snižuje až na množství austenitu okolo 8% (celková deformace 5%). A následně pak u velkých deformací (nad 5%) dochází k dalšímu poklesu množství austenitu na konečných 6%, kdy došlo k destrukci vzorku.



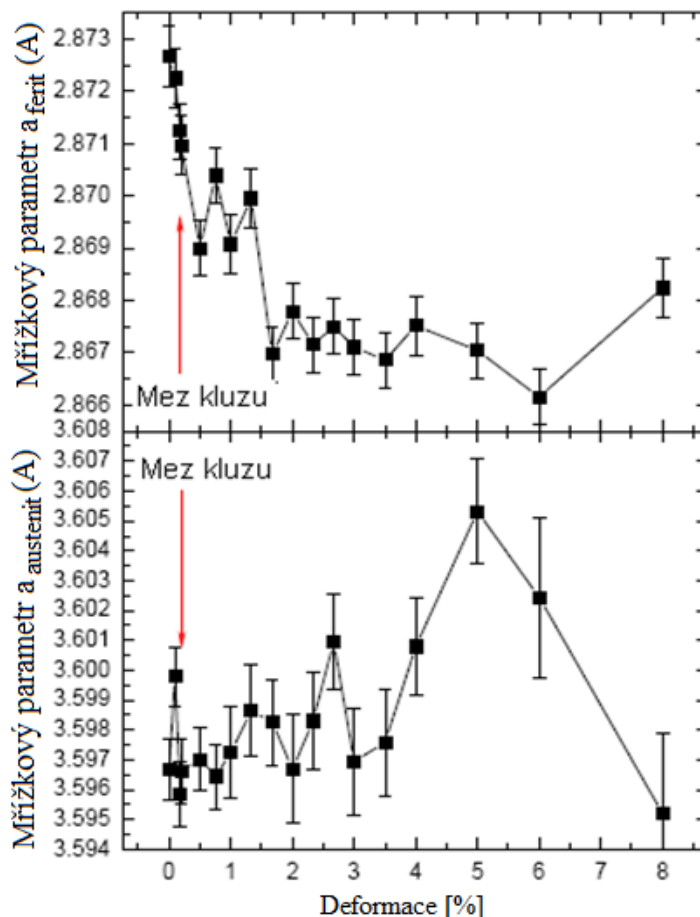
Obr. 96 Neutronová difrakce – režim 900°C/100s–200°C/10s250°C/600s, 20-ti nás. deformace - vypočtené spektrum pro vzorek bez napětí



Obr. 97 Graf závislosti napětí a podílu zbytkového austenitu na deformaci

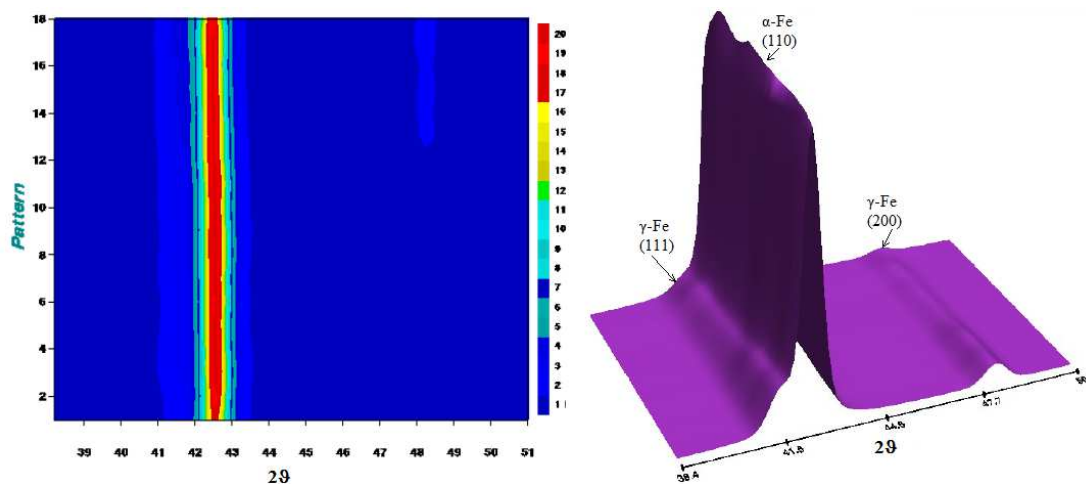
Se zvyšující se deformací dochází ke kontrakci mřížových parametrů feritické fáze. Tato kontrakce, která je pozvolná v elastické oblasti, do celkové deformace 0,2%, kdy dochází k rychlému poklesu mřížových parametrů. Poté si mřížové parametry u feritické fáze udržují celkem konstantní hodnotu až do celkové deformace 1,33%, kdy dochází k opětovnému prudkému poklesu. Poté až do roztržení vzorku jsou mřížové parametry vesměs konstantní. U austenitické fáze je závislost mřížových parametrů na deformaci v zásadě konstantní až do celkové deformace okolo 4%. Poté následuje razantní vzestup a následný pokles mřížových parametrů. Toto se děje zhruba v oblasti deformace, kdy dochází k druhému poklesu množství austenitické fáze (Obr. 97), a tedy může opět souviset spíše limity výpočtů.

Z analýzy mřížkových parametrů (Obr. 98) byl zjištěn kompresní vliv deformace na mřížku feritické fáze a žádný popřípadě mírně expanzní vliv na austenitickou fázi, který je výrazný až při druhém poklesu množství austenitu při deformaci okolo 5%. Se snižujícím se množstvím austenitické fáze a tedy snižující se intenzitou příslušných reflexí dochází ke zvýšení intenzit feritické fáze. Při porovnání všech spekter vedle sebe je možné tak pozorovat posun reflexí k vyšším úhlům (menší d) pro feritickou fázi a k menším úhlům (větší d) pro austenitickou fázi.



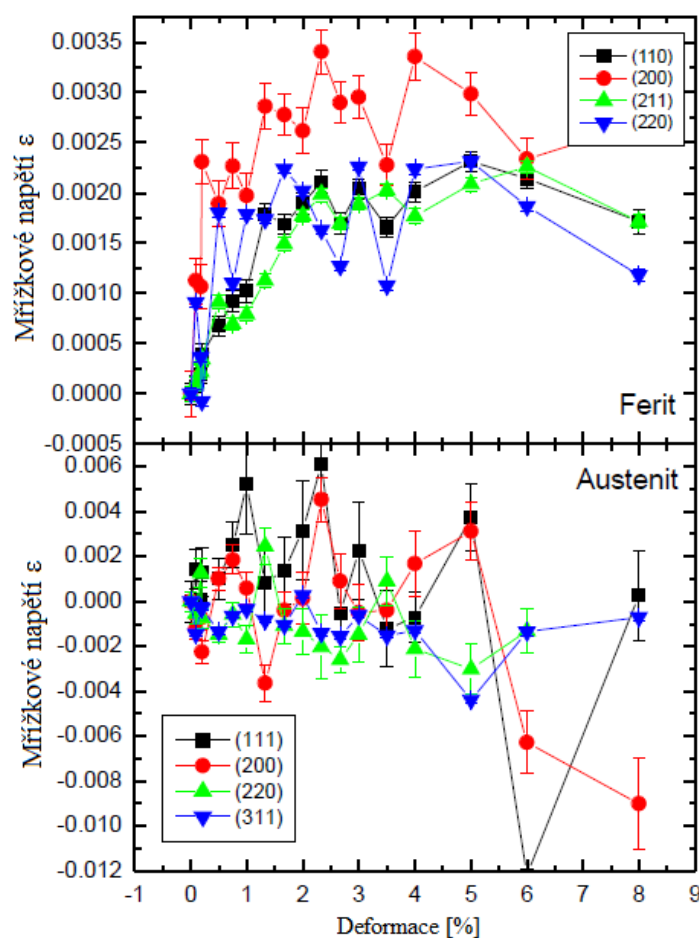
Obr. 98 Závislost mřížkových parametrů jednotlivých fází na deformaci

V difraktogramu (Obr. 99) jsou graficky znázorněny vybrané úseky vypočtených spekter všech měření ukazující vliv deformace na intenzitu a posun jednotlivých reflexí. Největší intenzita reflexe je pozorována u 111 α -Fe. Na úpatí této reflexe je reflexe 111 γ -Fe, která je pozorována dále i v reflexi 200 γ -Fe.



Obr. 99 Neutronová difrakce – režim 900°C/100s–200°C/10s250°C/600s, 20-ti nás. deformace - vypočtené spektrum pro vzorek po deformaci

Analýza mřížkového napětí v závislosti na deformaci (Obr. 100) ukazuje tlakové napětí všech feritických reflexí a mírně tahové napětí austenitické mříže. Dále je z této analýzy patrný rozdílný průběh napětí v závislosti na deformaci pro feritické reflexe 110, 211 a 200, kdy reflexe 200 je deformovaná snadněji a rychleji než reflexe 110 a 211. Tento rozdíl dobře koreluje s vývojem mřížkových parametrů a množstvím austenitické fáze, kde jsou patrné dvě výrazné změny. První změna je při dosažení meze kluzu a druhá v případě, kdy mřížkové napětí feritických reflexí 110, 211 a 200 zastaví svůj vzestup.



Obr. 100 Vývoj mřížkových napětí jednotlivých reflexí v závislosti na deformaci pro obě fáze

7.4.9 Závěr 1. části experimentu

V první části experimentu bylo provedeno modelové zpracování nízkoalokované oceli 42SiCr na termomechanickém simulátoru. Cílem bylo provést simulaci tepelného a termomechanického zpracování s aplikací nekonvenčního druhu tepelného zpracování Q&P procesu.

Na TMZ simulátoru bylo v první řadě odzkoušeno tepelné zpracování bez vložené deformace simulující nekonvenční Q&P proces. Tímto zpracováním byla získána velmi vysoká mez pevnosti v tahu okolo 1960 MPa s dobrou tažností 17%. V jemné martenzitické struktuře bylo difrakční analýzou zjištěno okolo 13% podílu zbytkového austenitu.

V dalším kroku experimentu bylo odzkoušeno, zda vložená inkrementální deformace v teplotním intervalu $900^{\circ}\text{C} \div 820^{\circ}\text{C}$ bude mít vliv na mikrostrukturu a mechanické vlastnosti materiálu.

Pro porovnání výsledků bylo nejprve provedeno konvenční zpracování spočívající v zakalení materiálu na pokojovou teplotu a následného popuštění struktury. Tímto zpracováním bylo dosaženo velmi vysokých hodnot pevnosti meze v tahu $R_m = 2081 \text{ MPa}$, které jsou srovnatelné s hodnotami získanými po zpracování Q&P procesem. Naproti tomu v případě srovnání výsledných tažností materiálu, po konvenčním zpracování byla dosažena poloviční hodnota tažnosti okolo 8 % než v případě zpracování Q&P procesem. Což souvisí i s naměřeným podílem zbytkového austenitu cca 6 %, kterého bylo v Q&P zpracovaných vzorcích naměřeno cca třikrát více. Tímto zpracováním byla získána popouštěná martenzitická struktura s bainitickými oblastmi.

S využitím Q&P procesu a při volbě vhodných podmínek zpracování bylo dosaženo dobré kombinace pevnosti a tažnosti materiálu. Pomocí simulátoru byly provedeny následující optimalizace: optimalizace teploty přerozdělení, optimalizace velikosti vložené deformace, optimalizace doby izotermické výdrže, optimalizace rychlosti ochlazení na teplotu přechlazení, optimalizace délky výdrže na austenitizační teplotě a optimalizace rychlosti ohřevu na austenitizační teplotu.

Bylo zjištěno, že nejvýrazněji ovlivňuje vývoj struktury a mechanické vlastnosti zejména rychlost ochlazení, teplota a doba přerozdělení. Nejlepší mechanické vlastnosti byly získány u režimu $900^{\circ}\text{C}/100\text{s} - 200^{\circ}\text{C}/10\text{s} - 250^{\circ}\text{C}/600\text{s}$ s 20-ti násobnou deformací v teplotním intervalu $900 \div 820^{\circ}\text{C}$. Tímto režimem byla získána velmi vysoká pevnost v tahu okolo 2000 MPa při relativně vysoké tažnosti 17%. Rentgenovou a neutronovou difrakční analýzou bylo na tomto vzorku naměřeno $15 \div 16,5\%$ podílu zbytkového austenitu. U režimů byla především získána jemná martenzitická matrice a ve většině případů byl pozorován bainit. Zbytkový austenit se vyskytoval ve formě fólií podél martenzitických jehlic. Na základě těchto zjištění mohl být navržen reálný proces termomechanického zpracování, který byl experimentálně prošetřen v druhé části experimentu.

V této části experimentu bylo rovněž ověřeno, že inkrementální deformace neměla výrazný vliv na pevnostní vlastnosti materiálu a mikrostrukturu. Inkrementální deformace podpořila stabilizaci zbytkového austenitu ve struktuře. To dokládají výsledky z režimu zpracování Q&P procesem bez deformace, kde bylo naměřeno pouze 13% podílu zbytkového austenitu.

7.5 Reálný proces termomechanického zpracování (2. část experimentu)

V druhé části experimentu byly výsledky optimalizací provedených na materiálově-technologickém modelu využity pro návrh a odzkoušení reálného procesu výroby dutých polotovarů rotačním zpětným protlačováním.

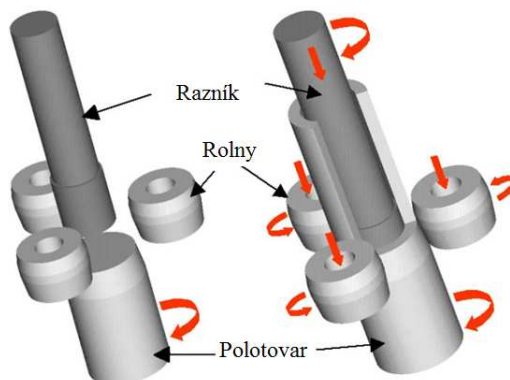
Reálný proces protlačování byl odzkoušen na experimentálním materiálu 42SiCr (Tab. 2), na kterém probíhaly předchozí optimalizace. Pro ověření opakovatelnosti zpracování a mechanických vlastností, byl reálný proces vyzkoušen i na nízkolegované oceli 42MnCr (Tab. 2).

Cílem této části experimentu bylo ověřit především chování materiálu během inkrementálního tváření, vliv deformace během rotačního protlačování na vývoj struktury a tím i na výsledné mechanické vlastnosti. Zásadním cílem pak bylo odzkoušení možnosti využití nového postupu tepelného zpracování zařazeného po tvářecím procesu. Byl zjišťován vliv různých parametrů tepelného zpracování na vznik požadované martenzitické struktury s dostatečným podílem zbytkového austenitu.

7.5.1 Rotační zpětné protlačování

Termomechanické zpracování bylo aplikováno v reálném procesu rotačního zpětného protlačování. Tento proces je určen pro bezodpadovou výrobu dutých produktů z plného tyčového polotovaru.

Vlastní postup tváření (Obr. 101, Obr. 102) spočívá v zatlačování razníku v axiálním směru proti tvářenému kusu při současném spolupůsobení třech unášených tvářecích roln. Rolny zabraňují materiálu ve volném toku v radiálním směru a usměrňují ho po šroubovici do směru proti pohybu razníku. Proto se tvářený materiál pohybuje proti směru tvářecího trnu a vzniká tak duté těleso.



Obr. 101 Schéma rotačního zpětného protlačování pro výrobu dutých polotovarů [87]



Obr. 102 Modelové provedení stroje pro rotační zpětné protlačování

Protlačování experimentálního materiálu bylo provedeno po ohřátí tyčového polotovaru o délce 245 mm a průměru 58 mm v peci na inicializační teplotu procesu 900°C po dobu výdrže 2 h 45 min. Tato teplota byla zvolena na základě dilatometrického měření materiálu 42SiCr (kapitola 7.3), kde byla zjištěna teplota $A_{r3} = 844^\circ\text{C}$ (kapitola 7.4.1). Teplota ohřevu byla zvolena pro dosažení technologické bezpečnosti vyšší. Zejména proto, aby nedošlo během manipulace a protlačování v polotovaru k poklesu teploty pod A_{c3} . Po ohřevu byl tyčový polotovar přesunut a upnut do čelistí stroje. Současně se zatlačováním razníku se pohybovaly rolny v axiálním směru rychlostí posuvu 0,85 mm/ot. při otáčkách 185 min⁻¹. Všechny duté polotovary (Obr. 103) v experimentu byly zpracovány na vnější průměr 52 mm. Razník byl kruhového průřezu o průměru 33 mm. Experimentální polotovary byly protlačeny do hloubky cca 60 mm od okraje při šířce stěny cca 9 mm.

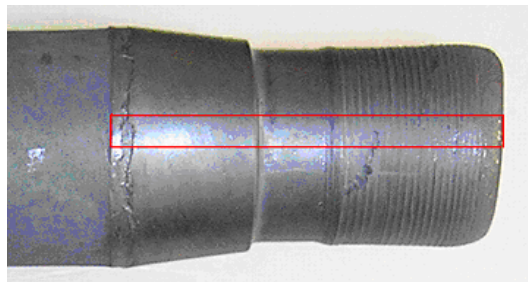
Samotný proces tváření trval pro všechny strategie a materiály v rozmezí 19 ÷ 22s. Poté byl dutý polotovar ihned ochlazen třemi různými strategiemi, které sloužily k odzkoušení různých parametrů ochlazování:

1. přímé zakalení do vody;
2. integrace Q&P procesu do termomechanického zpracování - zachlazení do vody mezi teploty M_s a M_f a následná výdrž v peci při teplotě 250°C. Při této teplotě dochází ke stabilizaci austenitu. Z přesyceného martenzitu difunduje uhlík do netransformovaného austenitu, a tím zvyšuje jeho stabilitu. Austenit tak zůstává ve struktuře i při následném ochlazení na teplotu okolí;
3. vychlazení na vzduchu.

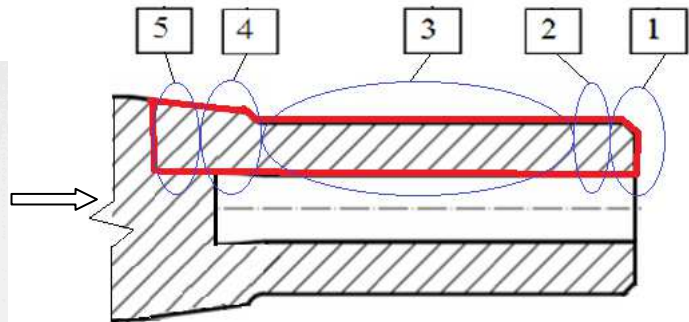


Obr. 103 Detail dutého polotovaru po protlačování při teplotě 900 ÷ 800°C, dutá část vpravo, původní polotovar ve střední části, nosič vzorku vlevo

Celkem bylo zpracováno 9 demonstrátorů u obou materiálových variant (Obr. 104), které byly označeny písmeny **A, B, C, D, E, F, G, H, I** (Tab. 14). Získané struktury byly metalograficky analyzovány na odebraném segmentu (Obr. 105) pomocí světelného, konfokálního a řádkovacího elektronového mikroskopu. Vývoj struktury byl analyzován od místa vniku razníku (oblast 1) do materiálu až k oblasti již netvářeného původního materiálu (Oblast 5), tedy cca 70 mm od okraje protlačovaného polotovaru. Během ochlazování bylo nutno v první a druhé strategii ochlazování potlačit tvorbu feritu a perlitu.



Obr. 104 Protlačený dutý polotovár s vyznačením místa pro odběr vzorku



Obr. 105 Schéma odběru vzorků po rozřezu dutého polotovaru, označení analyzovaných míst

Pro metalografické pozorování byl každý odebraný vzorek z dutého polotovaru rozdělen do 5 oblastí (Obr. 105):

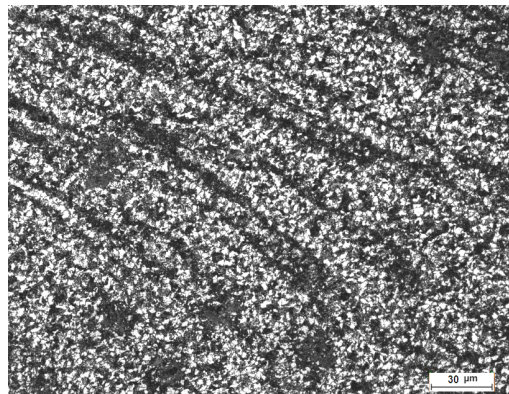
1. oblast: počátek tváření, kdy vniká trn do plného materiálu;
2. oblast: přechodová oblast mezi počáteční oblastí polotovaru a ustálenou oblastí;
3. oblast: ustálený stav tečení materiálu, kde je předpokládán výskyt zbytkového austenitu;
4. oblast: přechodová oblast mezi ustálenou oblastí a základním materiálem. Tato oblast je dále ovlivněna teplem, které vychází z netvářeného základního materiálu;
5. oblast: základní materiál, který byl ovlivněn tepelně a i tokem tvářeného materiálu.

7.5.1.1 1. Strategie TMZ zpracování – polotovary zakalené do vody

Podstatou první strategie bylo zakalení materiálu do vody bezprostředně po protlačení dutého polotovaru. Tímto tepelným zpracováním byly zhotoveny první čtyři duté polotovary označené A, B, C, D.

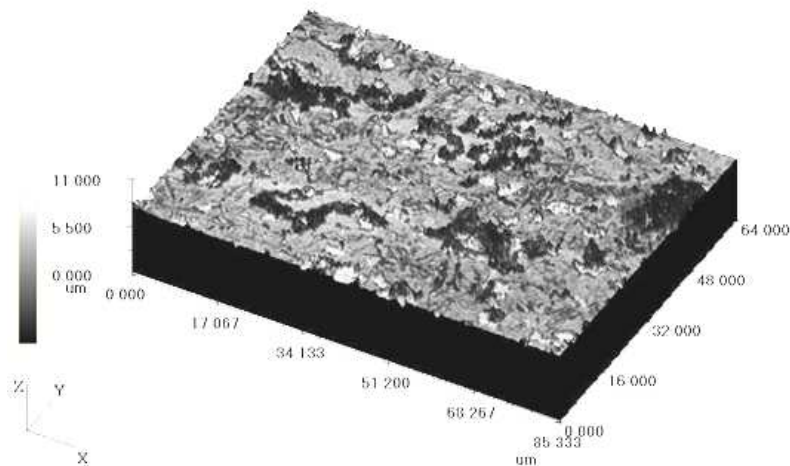
Nejprve byly protlačeny duté polotovary po jednom kusu z materiálu 42MnCr (polotovary A) a 42SiCr (polotovary B) podle stejného programu. U obou materiálových variant byla provedena metalografická analýza všech oblastí protlačeného dutého polotovaru. Výsledné struktury obou dutých polotovaru jsou velmi podobné.

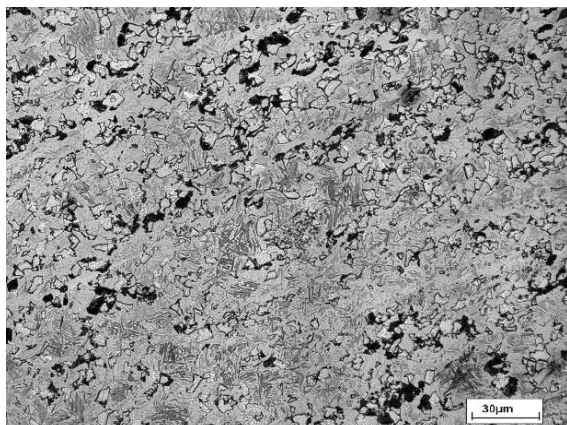
V počáteční zóně od okraje polotovaru A a B dochází k prvotnímu kontaktu roln s materiálem. Během procesu tváření polotovaru dochází v této oblasti k prvnímu ochlazení materiálu samovolně na vzduchu. Po provedení metalografických analýz byla v 1. oblasti cca 6 mm od kraje duté části polotovaru pozorována feriticko-perlitická struktura. Z toho vyplývá, že feriticko-perlitická přeměna byla uskutečněna ještě před samotným zakalením polotovaru do vody. V této oblasti, kde dochází k počátečním velkým deformacím materiálu působením razníku a roln, byl pozorován silný tok materiálu (Obr. 106).



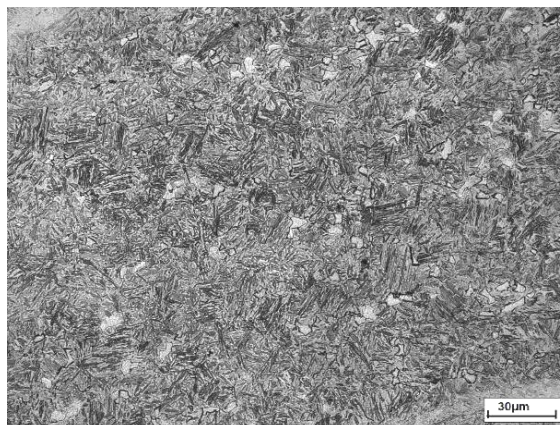
Obr. 106 Polotovary A - materiál 42MnCr - tok tvářeného materiálu v 1. oblasti, feriticko-perlitická struktura

Feriticko-perlitická struktura vyskytující se v počáteční zóně tvářeného polotovaru se plynule změnila na deformovanou strukturu ve směru protlačování. Feritická zrna byla silně deformována a perlitické útvary rozdrobené. Postupem do středu polotovaru přibývaly martenziticke ostrůvky (Obr. 108), které postupně přešly v oblasti 3 v martenziticou matici, ve které se vyskytovala vyřádkovaná feriticko-perlitická pásma a jemně rozptýlený ferit o velikosti zrna přibližně 5 μm (Obr. 110). Tato oblast byla i zdokumentována pomocí 3D zobrazení laserovým konfokálním mikroskopem (Obr. 107). Řádkovitost feriticko-perlitické struktury a množství rozptýleného feritu postupně ubývá směrem k základnímu materiálu do oblasti 5 (Obr. 110, Obr. 111). V oblasti 5 oproti polotovaru B (Obr. 112) se u polotovaru A ve struktuře již neobjevuje perlit.

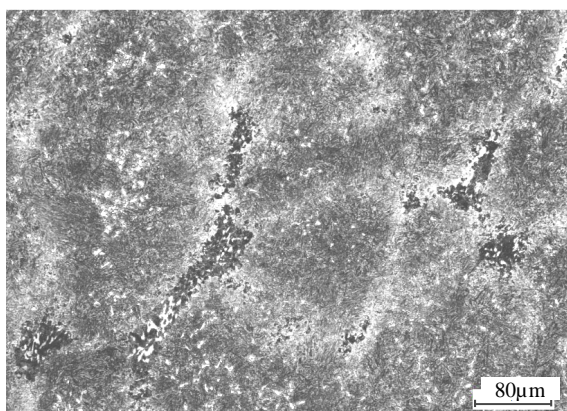




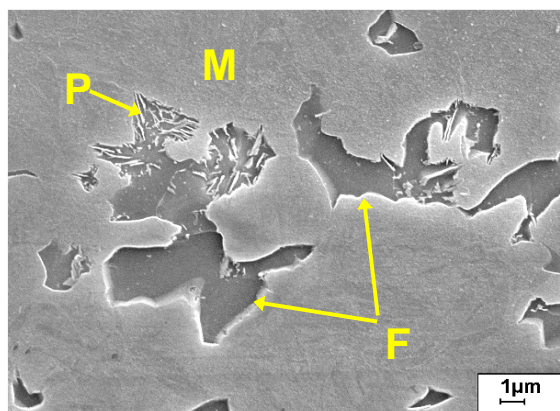
Obr. 110 Polotovar A - materiál 42MnCr, oblast 4 - martenzit s vyřádkovanou feriticko-perlitickou strukturou a rozptýlený ferit



Obr. 111 Polotovar A - materiál 42MnCr, oblast 5, martenzitická matrice s jemně rozptýleným feritem



Obr. 112 Polotovar B - materiál 42SiCr, oblast 5- martenzitická struktura, perlitické oblasti a jemně rozptýlený ferit, laserová konfokální mikroskopie

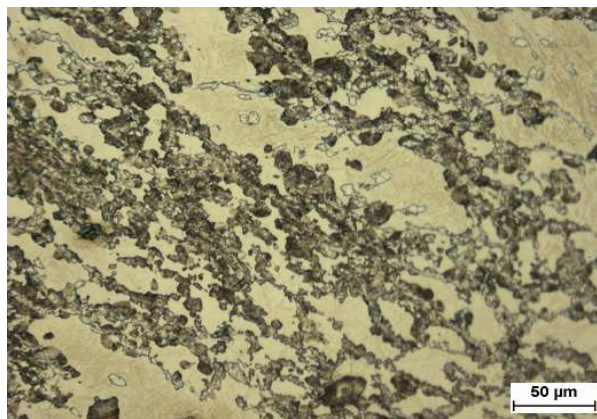


Obr. 113 Polotovar A - materiál 42MnCr, oblast 4, martenzitická matrice s feritem a perlitem, řádkovací elektronový mikroskop

Při zpracování prvních dvou polotovarů A a B bylo zjištěno, že čas od upnutí polotovaru do stroje po začátek tváření je příliš dlouhý. Tento čas způsobuje, že se v materiálu i v ustálené oblasti vyskytují nežádoucí fáze, jako je ferit a zejména perlit. Z tohoto důvodu byla vzdálenost rolen od čela polotovaru zmenšena a tím zkrácen časový interval chladnutí před vlastním tvářecím procesem a to na dobu 110s. Tento interval zahrnuje odebrání materiálu z pece, upnutí tyčového polotovaru do stroje a prvního kontaktu rolen s polotovarem. Tímto zkrácením intervalu se snížilo riziko rozpadu austenitu ještě před vlastním tvářením. Tento postup byl opět odzkoušen při výrobě dvou polotovarů z materiálu 42MnCr (polotovar C) a 42SiCr (polotovar D), jejichž výsledné mikrostruktury byly podobného charakteru.

U materiálu 42MnCr (polotovar C) se v počáteční oblasti vyskytuje feriticko-perlitická struktura. Směrem k oblasti 2 značně ubývá perlitu (Obr. 114). V oblasti 2 se nachází pouze martenzitická struktura s feritem (Obr. 115), který se v dalších oblastech již nevyskytuje (Obr. 116). V oblasti 5 byly pozorovány bainitické jehlice v martenzitické matrici (Obr. 117).

V oblasti 3 byla provedena RTG analýza. Z naměřených výsledků bylo zjištěno, že struktura materiálu je velmi jemnozrná (hladké spojitě linie), prakticky bez přednostní orientace. U tohoto polotovaru byl naměřen podíl zbytkového austenitu pouze 2,3%, což je na hranici detekčního limitu této metody.



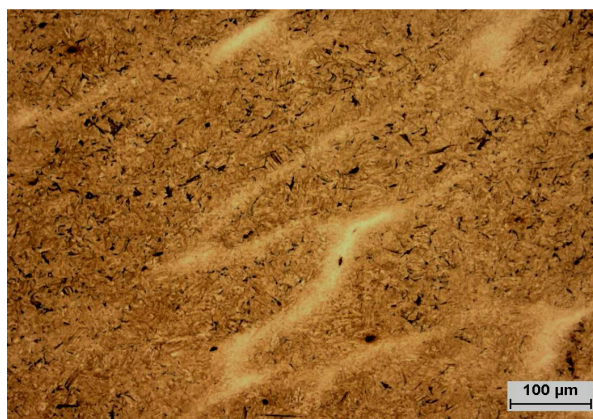
Obr. 114 Polotovar C - materiál 42MnCr, oblast přechodu mezi 1. a 2. oblastí - feriticko perlitická struktura přechází v martenzitickou matici, světelný mikroskop



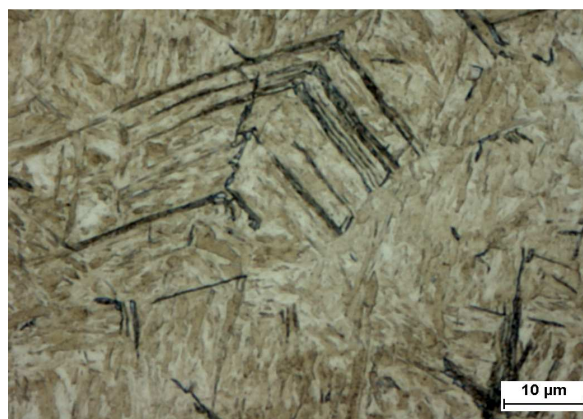
Obr. 115 Polotovar C - materiál 42MnCr, oblast 2 - martenzitická struktura s rozptýleným feritem, světelný mikroskop



Obr. 116 Polotovar C - materiál 42MnCr, oblast 3 - martenzitická struktura, světelný mikroskop



a)

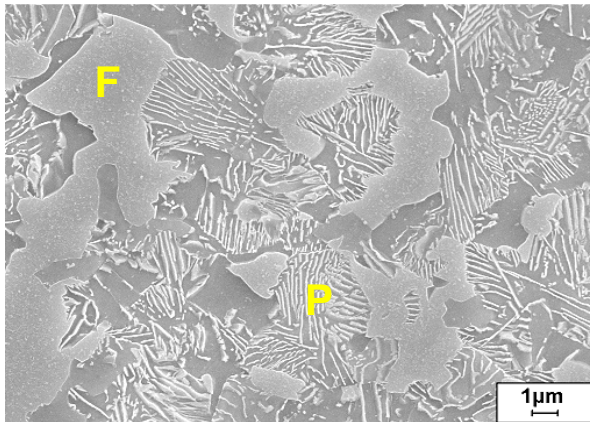


b)

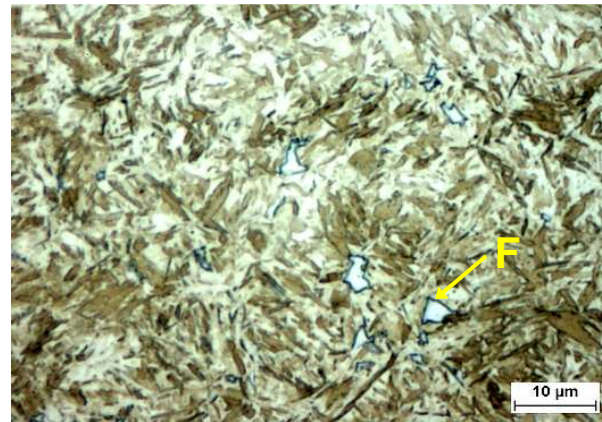
Obr. 117 Polotovar C - materiál 42MnCr, oblast 5 a) martenzitická struktura s bainitickými jehlicemi, b) detailní pohled - bainitické jehlice, světelný mikroskop

U polotovaru D z materiálu 42SiCr byla v oblasti 1 opět pozorována feriticko-perlitická struktura, což dokazují i snímky z řádkovacího mikroskopu (Obr. 118). Postupem struktury k oblasti 2 feriticko-perlitické oblasti zanikají. V oblasti 3 (Obr. 119, Obr. 120) se nachází martenzitická struktura s jemně rozptýleným feritem o velikosti až 4 μm , jehož

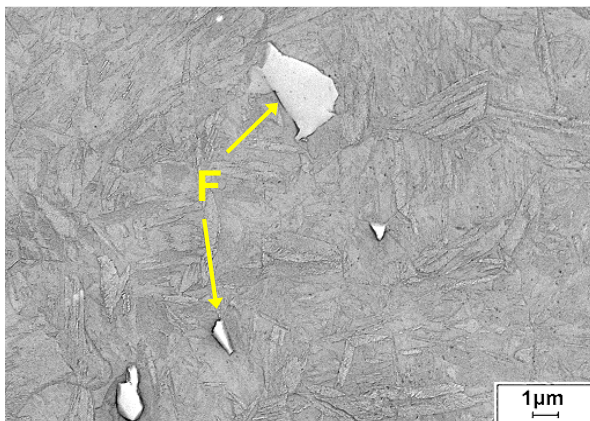
výskyt směrem k dalším oblastem postupně ubývá. V této oblasti bylo na třech různých místech provedeno RTG měření pro zjištění podílu zbytkového austenitu. Bylo naměřeno 5,5% podílu zbytkového austenitu (Obr. 122).



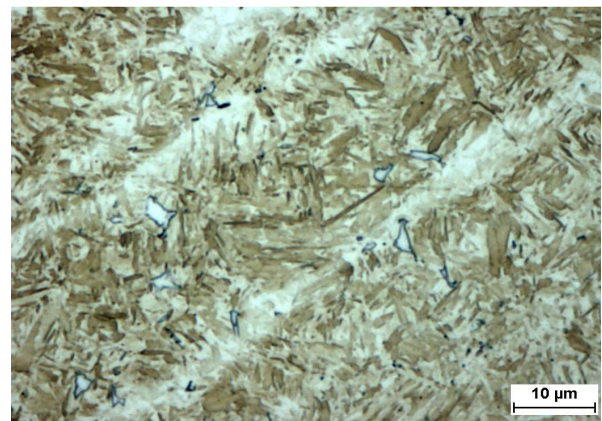
Obr. 118 Polotovar D - materiál 42SiCr, 1. oblast - feriticko-perlitická struktura, řádkovací elektronový mikroskop



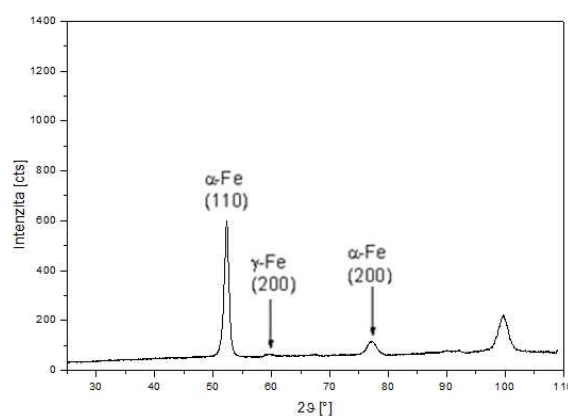
Obr. 119 Polotovar D - Materiál 42SiCr, oblast 3 - martenzitická struktura s rozptýleným feritem, světelný mikroskop



Obr. 120 Polotovar D - materiál 42SiCr, oblast 3 - martenzitická struktura s feritem, řádkovací elektronový mikroskop



Obr. 121 Polotovar D - materiál 42SiCr, oblast 5 - martenzitická struktura s feritem, světelný mikroskop



Obr. 122 Polotovar D, materiál 42SiCr, oblast 3 – difraktogram, podíl zbytkového austenitu γ -Fe cca 6%

7.5.1.2 2. Strategie TMZ zpracování - polotovary zpracovány Q&P procesem

V další strategii byl po provedení rotačního zpětného protlačování použit pro ochlazování nový postup tepelného zpracování, tzv. Q&P proces. Tímto způsobem byly protlačeny duté polotovary po dvou kusech z materiálu 42SiCr (polotovary E, F) a 42MnCr (polotovary G, H). Pro zajištění co nejkratší doby mezi vložením polotovaru do stroje a vlastním tvářením bylo provedeno další přiblížení rolen k čelu polotovaru. Doba od vložení polotovaru do stroje do začátku tváření byla zkrácena na 80s.

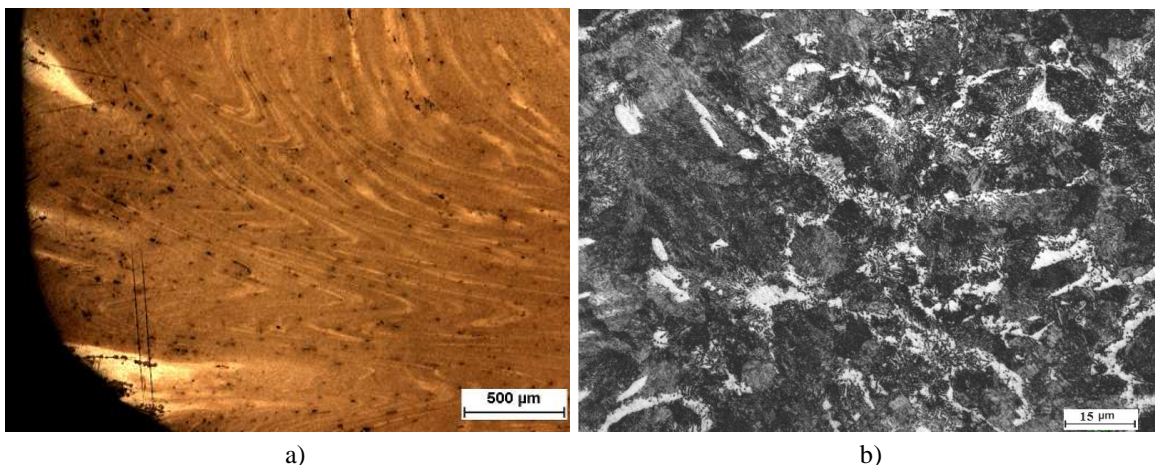
Tyto strategie zpracování byly navrženy na základě výsledků a poznatků z modelového zpracování na termomechanickém simulátoru (viz. kapitola 7.4.3).

Polotovary po protlačení byly rychle zakaleny do vody mezi teploty M_s a M_f . Byly odzkoušeny různé doby výdrže v kalícím médiu. Polotovary materiálu 42SiCr byly kaleny ve vodě po dobu 7s (polotovar E) a 17s (polotovar F). Polotovary materiálu 42MnCr byly nejprve kaleny po dobu 12s (polotovar G) a v dalším případě po dobu 17s (polotovar H). Poté byly duté polotovary vloženy do pece s teplotou 250°C, což je teplota ležící těsně pod teplotou M_s . Doba výdrže v peci byla 8 minut pro všechny protlačené polotovary. Na této teplotě došlo k popuštění martenzitické struktury vzniklé po prudkém zakalení. Celý proces termomechanického zpracování s Q&P procesem trval u všech 4 polotovarů cca 11 minut. Mikrostruktura vzorků byla ve všech případech této série podobná.

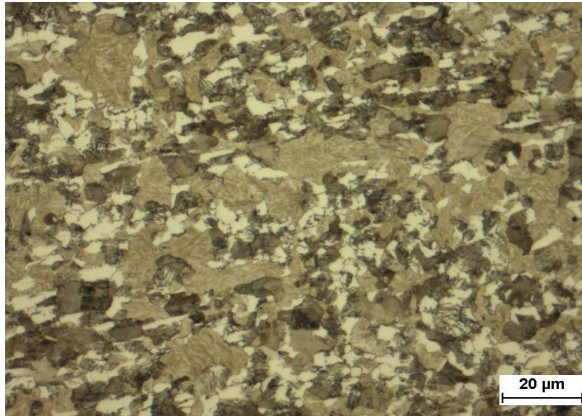
Nejprve byly metalograficky zpracovány duté polotovary z materiálu 42SiCr s rozdílnou dobou výdrže v kalícím médiu. U polotovaru E s dobou výdrže 7s a u polotovaru F s dobou výdrže 17s byl v oblasti špičky pozorován tok deformovaného materiálu a vznik feriticko-perlitické struktury (Obr. 123). V přechodové oblasti 2 u obou polotovarů byl pozorován první výskyt martenzitických oblastí, které ve značné míře narůstají směrem k další oblasti (Obr. 124).

U polotovaru E s kratší dobou kalení 7s je ještě na počátku oblasti 3 v martenzitické matici pozorován občasný výskyt vyřádkovaného perlitu. V této oblasti byla pozorována martenzitická matrice s rozptýleným feritem o velikosti do 3 μm (Obr. 125), který směrem k oblasti 4 ubývá. V oblasti 3 byla provedena RTG analýza, díky níž bylo zjištěno, že podíl zbytkového austenitu byl cca 6%. V oblasti 4 byla zjištěna martenziticko-bainitická matrice s občasným výskytem feritu (Obr. 128).

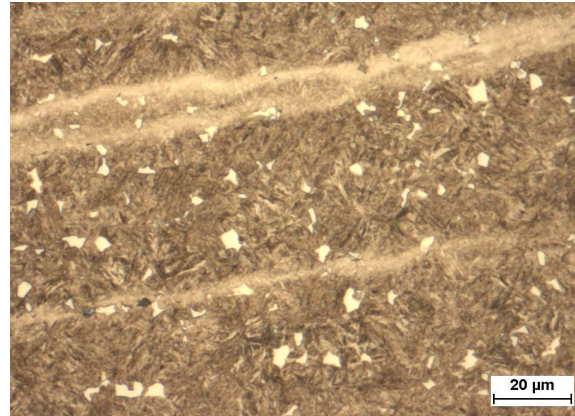
U polotovaru F, kde bylo provedeno o 10s delší kalení, bylo zjištěno, že v oblasti 3 a 4 se vyskytuje v martenzitické matici vyřádkovaný perlit a rozptýlený ferit (Obr. 127). V oblasti základního materiálu se nachází martenzitická struktura a rozptýlený ferit. V oblasti 3 byl naměřen podíl zbytkového austenitu 8 ÷ 9%. Z 2-D difraktogramu je patrné, že struktura materiálu je velmi jemnozrná (hladké spojité linie), prakticky bez přednostní orientace (Obr. 128).



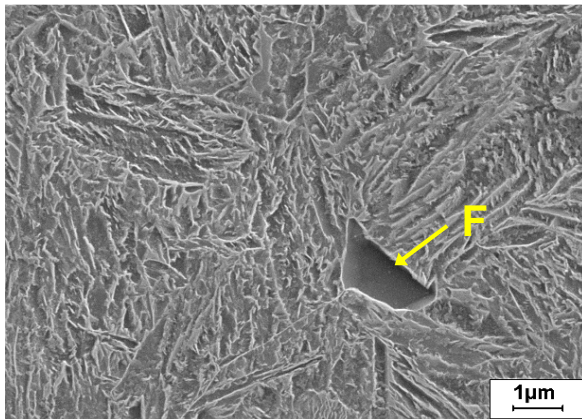
Obr. 123 Polotovar F – materiál 42SiCr, 1. oblast a) tok tvářeného materiálu b) feriticko-perlitická struktura



Obr. 124 Polotovar F - materiál 42SiCr, oblast 2, feriticko-perlitická struktura s martenzickými oblastmi



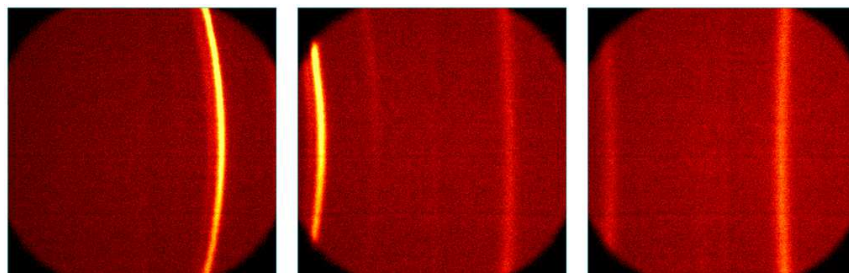
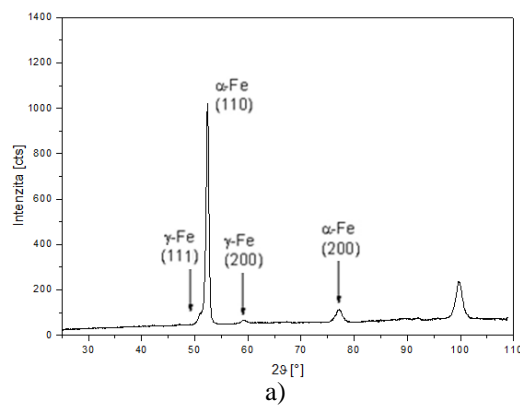
Obr. 125 Polotovar E - materiál 42SiCr, oblast 3- martenzicko-bainitická struktura s rozptýleným feritem



Obr. 126 Polotovar E - materiál 42SiCr, oblast 3, martenzicko-bainitická struktura s feritem, řádkovací elektronový mikroskop



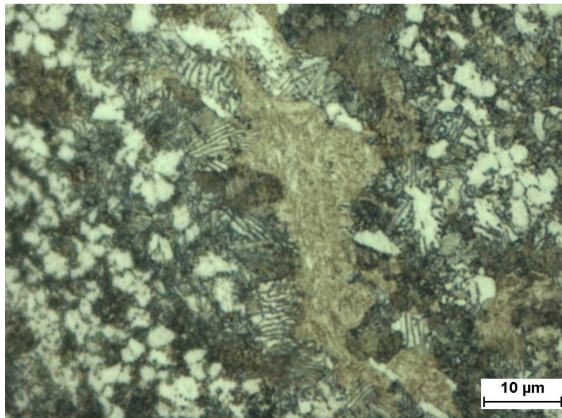
Obr. 127 Polotovar F - materiál 42SiCr, oblast 3, martenzická matrice s vyřádkovaným perlitem a rozptýleným feritem



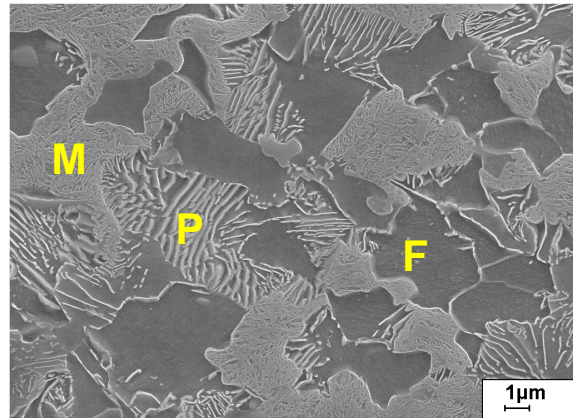
b)

Obr. 128 Polotovar F, materiál 42SiCr, oblast 3, podíl zbytkového austenitu γ -Fe cca 6%
a) difraktogram -radiální profil, b) 2D difraktogram

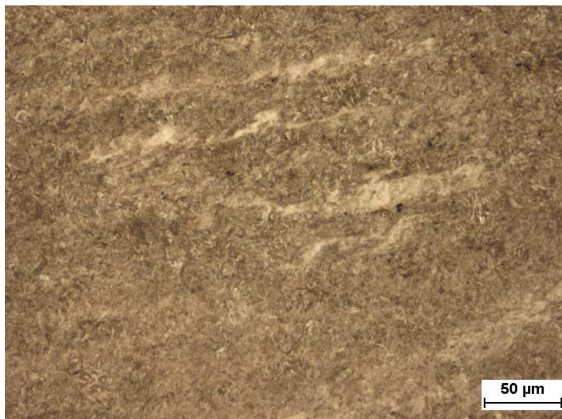
Z materiálu 42MnCr byly protlačeny duté polotovary s označením G a H. Polotovar G byl kalen ve vodě po dobu 12s a polotovar H o 5s déle. V oblasti 1 byla v obou polotovarech pozorována feriticko-perlitická struktura s výskytem martenzitických oblastí (Obr. 129, Obr. 130). V oblasti 2 u obou polotovarů G a H se již nevyskytuje perlit a struktura byla tvořena martenzitem a feritem s velikostí zrna max. 6 μm . Při analýze oblasti 3 a 4 u polotovaru G bylo zjištěno, že se ve struktuře vyskytuje pouze martenzit (Obr. 131). RTG analýzou bylo naměřeno v této oblasti cca 7% zbytkového austenitu. V základním materiálu u tohoto polotovaru byla detekována martenziticko-bainitická struktura (Obr. 132). V polotovaru H s delší dobou kalení 17s byla v oblastech 3, 4 a 5 zdokumentována martenziticko-bainitická struktura (Obr. 133, Obr. 134). V oblasti 3 byla ve třech místech provedena RTG analýza. Bylo naměřeno 5 ÷ 7% zbytkového austenitu ve struktuře.



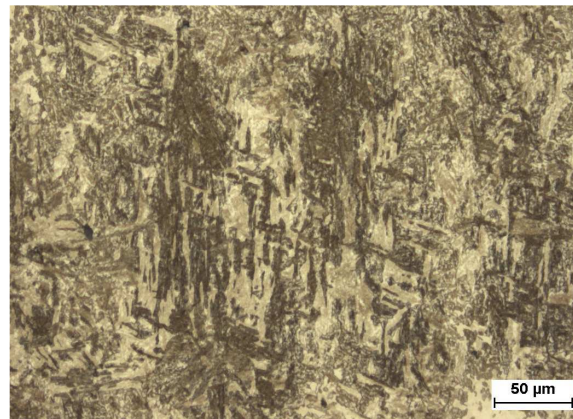
Obr. 129 Polotovar G, materiál 42MnCr, oblast 1, feriticko-perlitická struktura s martenzitickými oblastmi



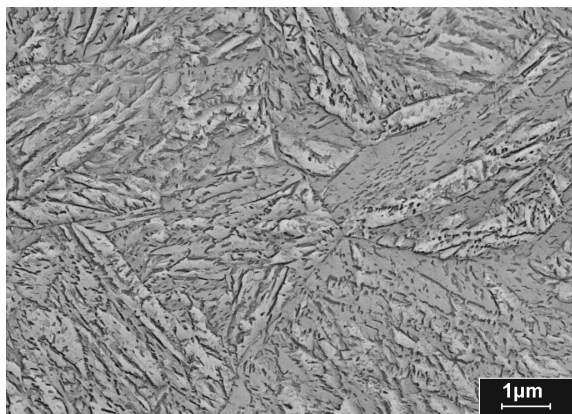
Obr. 130 Polotovar H, materiál 42SiCr, oblast 1, feriticko-perlitická struktura s martenzitickými oblastmi, řádkovací elektronový mikroskop



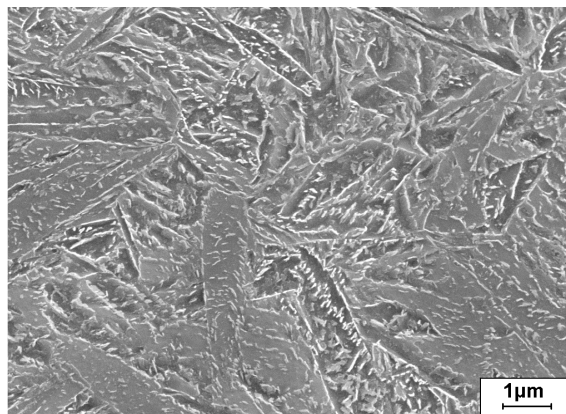
Obr. 131 Polotovar G, materiál 42SiCr, oblast 3, martenzitická struktura



Obr. 132 Polotovar G, materiál 42SiCr, oblast 5, martenziticko-bainitická struktura



Obr. 133 Polotovar H, materiál 42SiCr, oblast 3, martenziticko-bainitická struktura

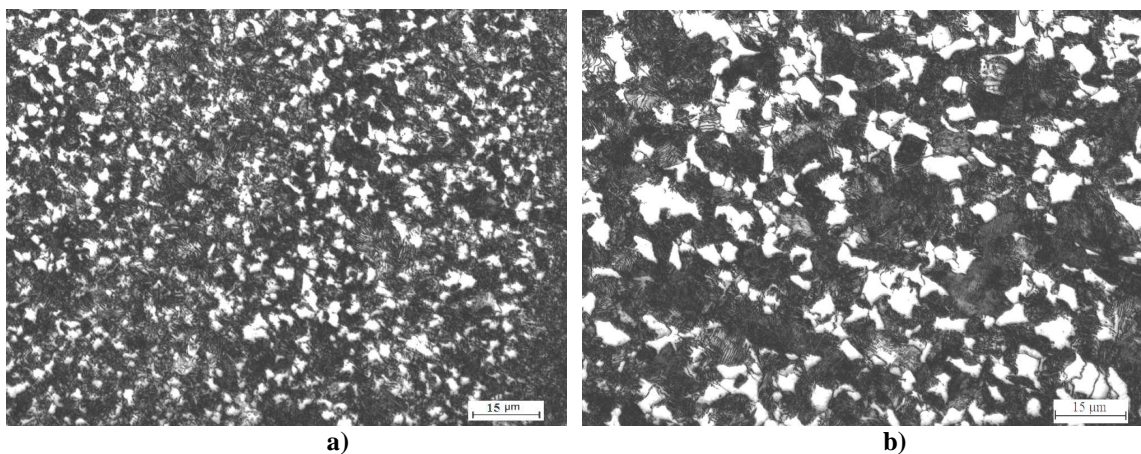


Obr. 134 Polotovar H, materiál 42SiCr, oblast 4, martenziticko-bainitická struktura

7.5.1.3 3. strategie TMZ zpracování – polotovary vychlazené na vzduchu

Na závěr experimentu bylo provedeno TMZ zpracování polotovaru s označením **I** materiálu 42MnCr. Tento dutý polotovar po protlačení byl vychlazen přímo na vzduchu. Cílem bylo porovnat vzniklé struktury a zejména výsledné mechanické vlastnosti s předešlými experimentálně protlačenými polotovary.

V celém polotovaru byla získána jemnozrnná feriticko-perlitická struktura (Obr. 135), která směrem od oblasti 1 k oblasti 5 hrubne. V ustálené oblasti byla získána velikost feritického zrna přibližně 4 μm (Obr. 135b).



Obr. 135 Polotovar I, materiál 42MnCr - feriticko-perlitická struktura a) oblast 2, b) oblast 3

7.5.1.4 Přehled všech strategií TMZ zpracování použitých pro výrobu dutých polotovarů

V druhé části experimentu byla odzkoušena nekonvenční technologie rotačního zpětného protlačování a celkem bylo vyrobeno 9 dutých experimentálních polotovarů z materiálů 42SiCr a 42MnCr. Po protlačení těchto polotovarů byly aplikovány 3 různé strategie tepelného zpracování: zakalením do vody, Q&P procesem a vychlazením na vzduchu. Přehled použitých strategií termomechanického zpracování je uveden v tabulce Tab. 14.

Polotovary	Materiál	Ohřev v peci		Doba mezi upnutím do stroje a začátkem tváření [s]	Způsob ochlazování	Aplikace Q&P procesu			
		Teplota [°C]	Výdrž			Výdrž v kalícím médiu (voda) [s]	Ohřev v peci		Způsob ochlazování
							Teplota [°C]	Výdrž [min.]	
A	42MnCr	900	2 h 45 min	-	Zakalení do vody na pokojovou teplotu	-	-	-	-
B	42SiCr	900	2 h 45 min	-					
C	42MnCr	900	2 h 45 min	110					
D	42SiCr	900	2 h 45 min	110					
E	42SiCr	900	2 h 45 min	80	Q&P proces	7	250	8	Zakalení do vody na pokojovou teplotu
F	42SiCr	900	2 h 45 min	80		17	250	8	
G	42MnCr	900	2 h 45 min	80		12	250	8	
H	42MnCr	900	2 h 45 min	80		17	250	8	
I	42MnCr	900	2 h 45 min	80	Vychlazení na vzduchu	-	-	-	-

Tab. 14 Použité strategie termomechanického zpracování při výrobě experimentálních dutých polotovarů

7.5.1.5 Leptání na původní austenitické zrno

Pro zjištění vlivu vložené deformace a následného tepelného zpracování na vývoj struktury, byly jednotlivé oblasti polotovaru leptány na původní austenitické zrno.

Pro stanovení velikosti austenitického zrna byla použita norma ASTM E112. Tato norma specifikuje mikrografickou metodu stanovení velikosti feritických nebo austenitických zrn v ocelích. Popisuje metodu výběru a přípravu zkušebních vzorků pro vlastní stanovení. Použitá metoda stanovení velikosti zrn byla založena na zjištění průměrné hodnoty délky protnutých úseků zrn na zkušební linii. [103]

Tato analýza byla provedena na polotovaru C materiálu 42MnCr, u kterého rolny byly posunuty co nejbližší k čelu polotovaru a který byl po protlačení zakalena do vody.

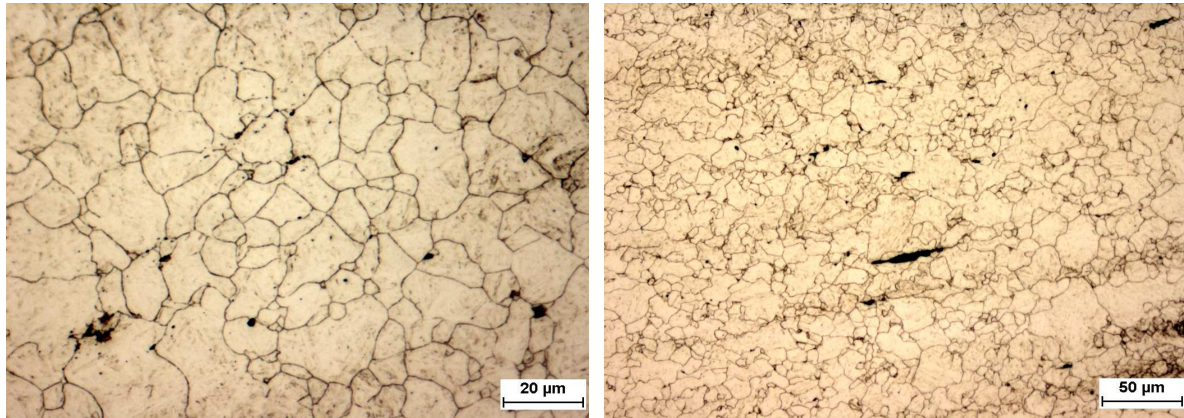
Vzájemně byly porovnávány velikosti původního austenitického zrna v oblasti okraje – oblast 1, v ustálené oblasti 3, oblasti 4 a v oblasti 5 základního materiálu (Tab. 13).

Nejmenší velikost původního austenitického zrna byla naměřena v oblasti okraje, tedy v oblasti prvního kontaktu roln s polotovarem. Průměrná hodnota velikosti austenitického zrna dosahovala 9,3 μm, dle ASTM E112 velikosti zrna G 10. V této oblasti se vyskytovala feriticko-perlitická struktura. V ustálené oblasti 3, kde se vyskytovala jemná martenzitická struktura s rozptýleným feritem (Obr. 116), velikost austenitického zrna narostla na hodnotu 9,6 μm, dle ASTM E112 velikost zrna G 10. V oblasti 4 byla velikost austenitického zrna stanovena 9,7 μm, dle ASTM E112 velikost zrna G 10. Tyto hodnoty lze porovnat s hodnotami velikosti austenitického zrna v základním materiálu, kde byla změřena velikost 12,4 μm, dle ASTM E112 velikost zrna G 9,5.

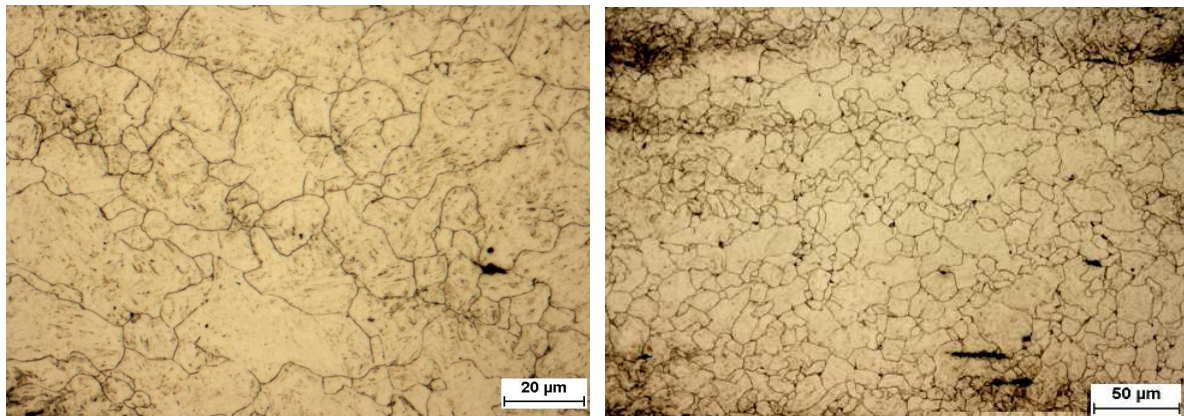
Z výsledků je tedy patrné (Tab. 15), že deformace způsobila zjemnění austenitického zrna nejvíce v počáteční oblasti tváření. Původní austenitická struktura směrem k dalším oblastem postupně hrubla. Hrubnutí však nebylo příliš velké. V základním materiálu, kde nedošlo k žádnému ovlivnění materiálu tvářením, ale pouze k tepelnému zpracování, byla naměřena nejvyšší hodnota velikosti původního austenitického zrna (Tab. 13).

Místo měření	Průměrná velikost původního austenitického zrna [μm]	Velikost zrna dle ASTM E112
Oblast 1	9,3	G 10
Oblast 3	9,6	G 10
Oblast 4	9,1	G 10
Oblast 5	12,4	G 9,5

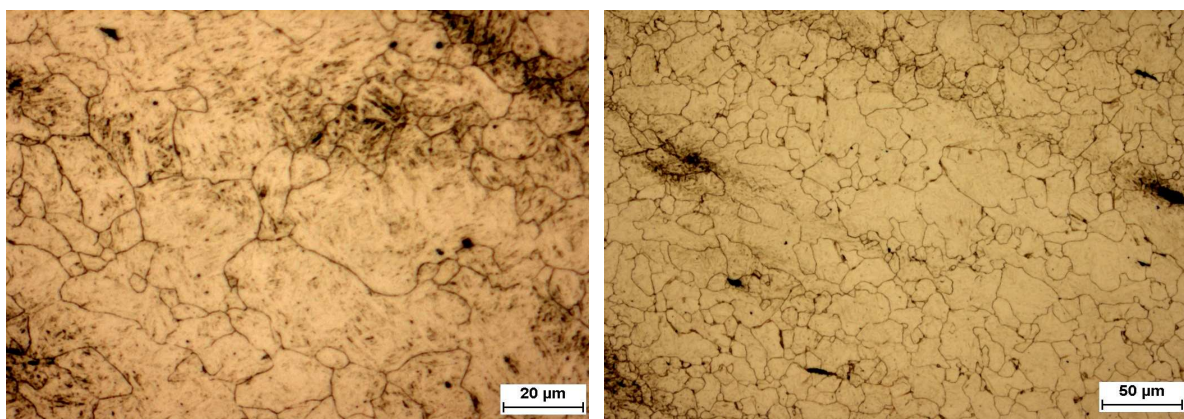
Tab. 15 Průměrná velikost původního austenitického zrna v jednotlivých oblastech polotovaru



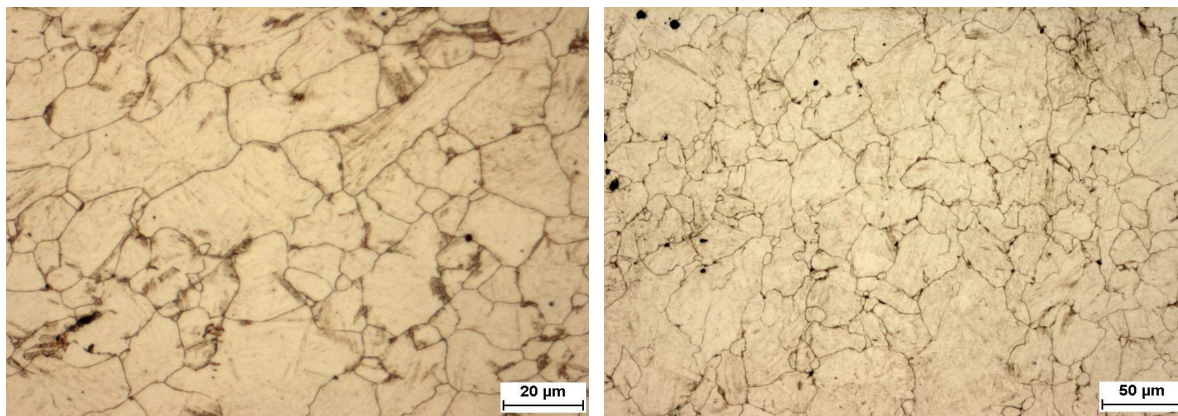
Obr. 136 Polotovaz C, materiál 42MnCr – oblast 1 – počáteční oblast tváření



Obr. 137 Polotovaz C, materiál 42MnCr, oblast 3 – ustálená oblast



Obr. 138 Polotovaz C, materiál 42MnCr - oblast 4



Obr. 139 Polotovár C, materiál 42MnCr - oblast 5 – základní materiál

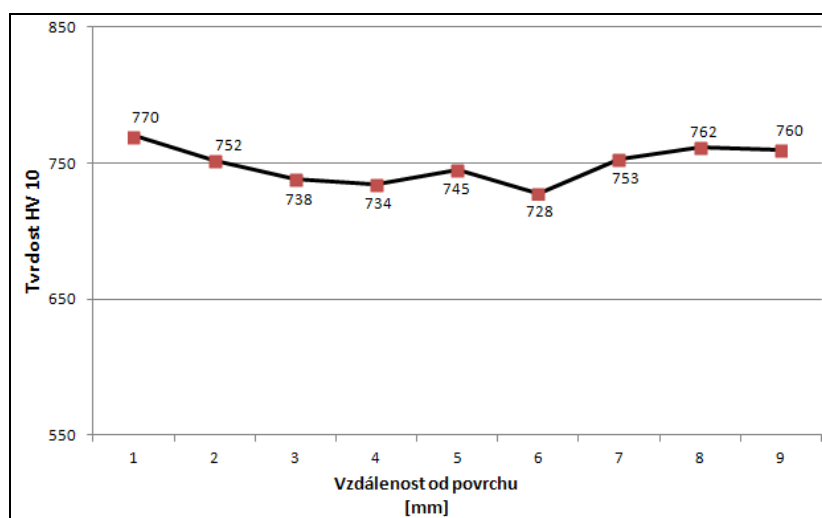
7.5.1.6 Mechanické vlastnosti dutých polotovarů

Pro ověření a porovnání mechanických vlastností navržených termomechanických strategií byly provedeny zkoušky průběhu tvrdosti ve stěně dutého polotovaru v ustálené oblasti a provedena mini-tahová zkouška ve třech oblastech dutého polotovaru.

7.5.1.5.1. Hodnocení tvrdosti

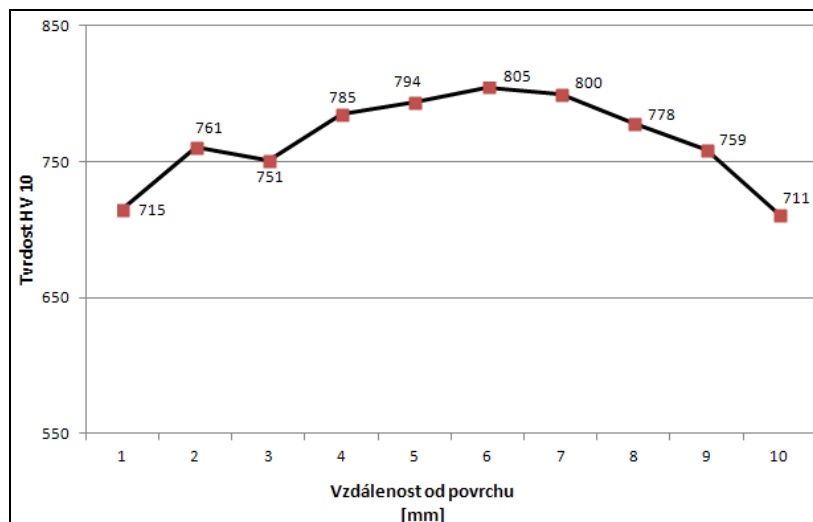
Další kroky druhé části experimentu byly zaměřeny na hodnocení mechanických vlastností dutých polotovarů. Nejprve bylo nutno zjistit, zda jsou mechanické vlastnosti v průřezu stěny polotovaru konstantní a jestli nedošlo k jejich ovlivnění v důsledku různé rychlosti ochlazování a deformace. Proto byl analyzován tvrdostní profil stěny polotovaru od vnějšího k vnitřnímu povrchu. Tvrdost byla měřena vždy v oblasti 3 se zatížením HV10.

U polotovaru C materiálu 42MnCr, který byl po protlačení zakalen do vody, se v ustálené oblasti vyskytuje velmi jemná martenzitická struktura s jemně rozptýlenými malými feritickými zrny (Obr. 116). Na vnějším povrchu dutého polotovaru, kde dochází k největším deformacím a také nejrychlejšímu odvodu tepla, byla naměřena nejvyšší tvrdost 770 HV10 (Obr. 140). Směrem do středu polotovaru tvrdost klesla max. o hodnotu 50 HV10. Na vnitřní stěně byla změřena téměř stejná tvrdost jako na vnějším povrchu. U takto zpracovaného polotovaru nedošlo k velkým odchylkám tvrdosti v průřezu stěny. Průměrná hodnota tvrdosti v oblasti středu stěny, která byla vypočtená z 3 hodnot ze středu profilu, byla 736 HV10.



Obr. 140 Polotovár C, materiál 42MnCr, vzorek zakalen do vody - průběh tvrdosti od vnější stěny dutého polotovaru k vnitřní stěně

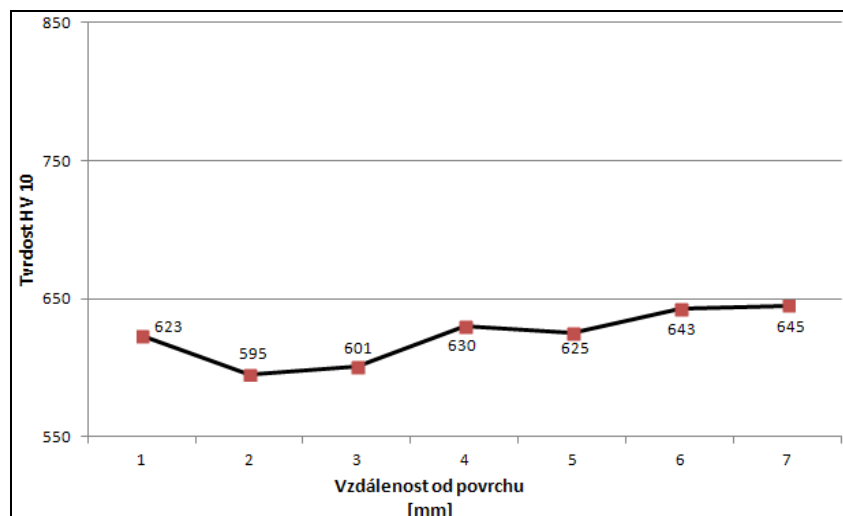
Stejně měření tvrdostního profilu bylo provedeno u polotovaru D (Obr. 141). U toho polotovaru, kde vznikla jemná martenzitická struktura s jemně rozptýleným feritem. Bylo zjištěno, že na vnější i vnitřní stěně je stejná tvrdost, cca 715 HV10. Směrem do středu polotovaru se tvrdost zvyšovala na max. hodnotu cca 805 HV10. V tomto případě tedy došlo k tomu, že okraje mají nižší tvrdost. Průměrná hodnota tvrdosti ze středu dutého polotovaru dosahovala 798 HV10.



Obr. 141 Polotovar D, materiál 42SiCr, vzorek zakalen do vody - průběh tvrdosti od vnější stěny dutého polotovaru k vnitřní stěně

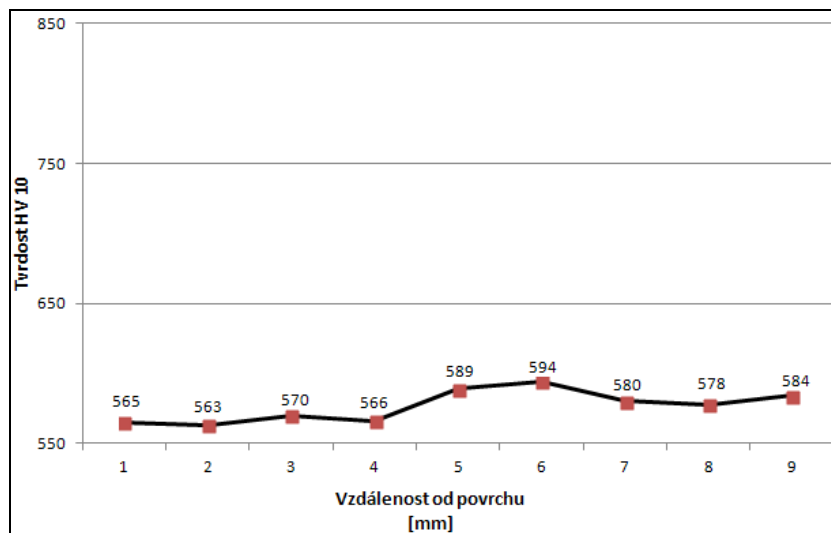
Měření tvrdosti bylo provedeno i u polotovarů zpracované novým postupem tepelného zpracování Q&P procesem.

U polotovaru F materiálu 42SiCr, ve kterém se po zpracování vytvořila jemná martenzitická struktura s rozptýleným feritem a vyřádkovaným perlitem (Obr. 127), bylo pozorováno, že tvrdost se pohybuje v rozmezí hodnot od 600 do 645 HV10 (Obr. 142). Na vnější stěně dutého polotovaru byla tvrdost 623 HV10 a na vnitřní stěně o cca 20 HV10 více. Průběh tvrdosti stěnou je tedy bez větších odchylek. Průměrná hodnota tvrdosti středu byla stanovena na 624 HV10.



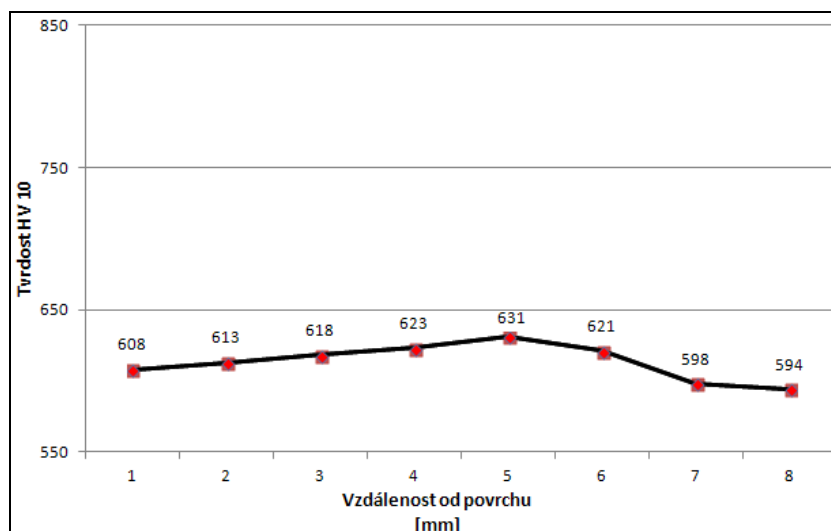
Obr. 142 Polotovar F, materiál 42SiCr, polotovar zpracován Q&P procesem - průběh tvrdosti od vnější stěny dutého polotovaru k vnitřní stěně

Polotovár G byl zpracován obdobným způsobem jako polotovár F s tím rozdílem, že se jedná o materiál 42MnCr. V ustálené oblasti byla pozorována jemná martenzitická struktura (Obr. 129). Na vnější stěně byla naměřena tvrdost 565 HV10 (Obr. 143). Směrem do středu se tvrdost pozvolna zvýšila max. o cca 30 HV10. Hodnota tvrdosti na vnitřní činila 584 HV10. V materiálu tedy nedošlo k velkým odchylkám tvrdosti. Průměrná hodnota tvrdosti ve středové části byla cca 580 HV10.



Obr. 143 Polotovár G, materiál 42MnCr, polotovár zpracován Q&P procesem - průběh tvrdosti od vnější stěny dutého polotováru k vnitřní stěně

V polotováru H materiálu 42MnCr zpracované Q&P procesem byla vytvořena jemná martenziticko-bainitická struktura (Obr. 133). Průběh tvrdosti ve stěně polotováru byl téměř konstantní (Obr. 144). Tvrdost se pohybovala od hodnot naměřených na vnější a vnitřní stěně 600 HV10 až po hodnoty 630 HV10, naměřené ve středu materiálu. Průměrná tvrdost naměřená ve středu stěny byla 623 HV10.

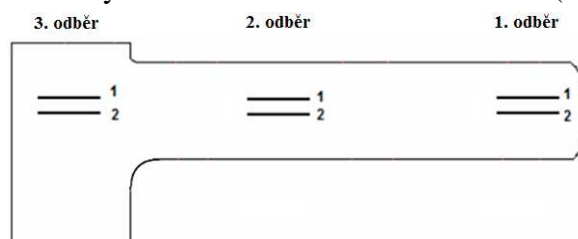


Obr. 144 Polotovár H, materiál 42MnCr, polotovár zpracován Q&P procesem - průběh tvrdosti od vnější stěny dutého polotováru k vnitřní stěně

Z průběhu tvrdosti ve stěně dutého polotovaru bylo zjištěno, že vložená deformace se projevila na nehomogenitě v hodnotách tvrdosti zejména u vzorků kalených přímo do vody. U polotovarů zpracovaných novým postupem Q&P, kde byl čas na průběh difúzních pochodů, došlo k výraznému vyrovnání hodnot tvrdosti mezi okraji a středem stěny produktu. Porovnáním polotovarů zpracované kalením a polotovarů zpracované Q&P procesem bylo v souladu s očekáváním zjištěno, že polotovary zpracované kalením dosahovaly vyšších hodnot tvrdosti o cca $100 \div 150$ HV10.

7.5.1.5.2. Mini-tahové zkoušky

Mini-tahová zkouška byla provedena celkem na 5 polotovarech: C, D, E, H, I. Výběr byl proveden tak, aby byly odzkoušeny všechny varianty ochlazování. Z každého vzorku byly pak odebrány vzorky na mini-tahovou zkoušku a to ze tří oblastí. První odběr byl z části dutého polotovaru zahrnující počáteční oblast 1 a oblast 2. Druhý odběr byl proveden z ustálené oblasti 3 a třetí odběr byl z oblasti 5 základního materiálu (Obr. 145).



Obr. 145 Schematické znázornění odběru vzorků na mini-tahovou zkoušku

Nejprve byly analyzovány pevnostní vlastnosti u polotovarů, které byly po protlačení tepelně zpracovány kalením do vody (Tab. 16).

V počáteční oblasti u polotovaru C materiálu 42MnCr, se nachází feriticko-perlitická struktura v martenzitické matici. V této oblasti byla naměřena mez pevnosti v tahu 1173 MPa při velmi nízké tažnosti 3%. V ustálené oblasti dutého polotovaru se vytvořila jemná martenzitická struktura, díky které byla naměřena velmi vysoká pevnost v tahu 2239 MPa. Rentgenovou difrakční analýzou bylo změřeno, že se ve struktuře nevyskytuje zbytkový austenit. Tyto hodnoty korelují s vysokou hodnotou tvrdosti 736 HV10. Mez pevnosti v tahu základního materiálu, který nebyl deformován, ale pouze zakalen, byla 980 MPa při tažnosti 3%. V této oblasti se vytvořila martenziticko-bainitická struktura. Následné popouštění martenzitických struktur nebylo již součástí tohoto výzkumu, neboť konvenční zpracování s vysokou spotřebou času a energie nebylo od počátku vývoje předpokládáno.

U polotovaru D materiálu 42SiCr byla v ustálené oblasti rovněž naměřená vysoká mez pevnosti 1924 MPa, opět s velmi nízkou tažností 3%. Při takto vysoké pevnosti byla naměřena i vysoká tvrdost 798 MPa a nízký podíl zbytkového austenitu 5,5%. V základním materiálu byla zjištěna o 900 MPa nižší mez pevnosti než v ustálené oblasti s tažností okolo 4%.

Mechanické vlastnosti byly zjišťovány i u polotovarů E a H patří do skupiny polotovarů, které byly po protlačení zpracovány Q&P procesem (Tab. 16).

U polotovaru E materiálu 42SiCr v počáteční oblasti se vyskytovala feriticko-perlitická struktura s přibývajícimi oblastmi martenzitu směrem k dalšímu oblastem. Byla zde naměřena velmi vysoká pevnost 1998 MPa při relativně vysoké tažnosti 15%. V ustálené oblasti s výskytem martenziticko-bainitické struktury s rozptýleným feritem mez pevnosti dosahuje o zhruba 90 MPa nižších hodnot než v počáteční oblasti, při téměř stejné hodnotě tažnosti 16%. Hodnota tvrdosti dosahovala 624 HV10, což je o cca 100 až 150 HV10 nižší, než u polotovarů zakalených do vody.

V počáteční oblasti polotovaru H materiálu 42MnCr se vyskytuje feriticko-perlitická struktura s přibývajícimi oblastmi martenzitu ve směru zpracování. V této oblasti mez

pevnosti dosahovala 1641 MPa s tažností 6%. V ustálené části dutého polotovaru, kde se vyskytovala martenziticko-bainitická struktura, byla naměřena vysoká mez pevnosti v tahu okolo 1900 MPa s relativně vysokou tažností 14%. Podíl zbytkového austenitu byl naměřen pouze 7%. Tvrdost v této oblasti dosahovala stejné hodnoty jako v případě polotovaru E. V základním materiálu byla mez pevnosti v tahu 1754 MPa s nižší tažností 9%.

Pro porovnání mechanických vlastností (Tab. 16) byl zkouškám podroben i polotovar I materiálu 42MnCr, který byl po protlačení ponechán na vzduchu. V celém materiálu vznikla feriticko-perlitická struktura. To způsobilo výrazný pokles mechanických vlastností v celém polotovaru. V počáteční oblasti byla mez pevnosti 770 MPa s tažností 24%. V ustálené oblasti mez pevnosti vzrostla na hodnotu 855 MPa s tažností 28%. Došlo k výraznému poklesu tvrdosti na 230 HV10. Mez pevnosti základního materiálu dosahovala 796 MPa při vyšší tažnosti 22%.

Technologie	Označení dutého polotovaru	Materiál	Tvrdost HV10 v ustálené oblasti	Podíl ZA v ustálené oblasti [%]	Místo odběru pro tahovou zkoušku	R _{p0,2} [MPa]	R _m [MPa]	A [%]
Ohřev 900°C - protlačení - zakalení do vody	C	42MnCr	736	0	1	-	1173	3
					2	-	2239	4
					3	-	980	3
	D	42SiCr	798	5,5	2	-	1924	3
					3	-	1020	4
Ohřev 900°C - protlačení - zchlazení do vody - výdrž na 250°C - zakalení do vody (Q&P proces)	E	42SiCr	624	6	1	1856	1994	15
					2	1767	1908	16
	F	42SiCr	624	9	-			
	G	42MnCr	580	7	-			
	H	42MnCr	623	7	1	-	1641	6
					2	1768	1900	14
					3	1650	1754	9
Ohřev 900°C - protlačení - vychlazení na vzduchu	I	42MnCr	230	-	1	537	770	24
					2	632	855	28
					3	575	796	22

Tab. 16 Souhrnná tabulka výsledků mechanických zkoušek

U dutých polotovarů zchlazených po protlačení přímo do vody bylo dosaženo vysoké pevnosti přesahující 2200 MPa s nízkou tažností A_{5mm}=4 %. Rentgenovou difrakční analýzou bylo ověřeno, že se ve struktuře nevyskytuje zbytkový austenit, což vysvětluje, v souladu s očekáváním, nízkou tažnost. V polotovarech se vyskytuje v ustálené části martenzitická struktura s rozptýleným feritem.

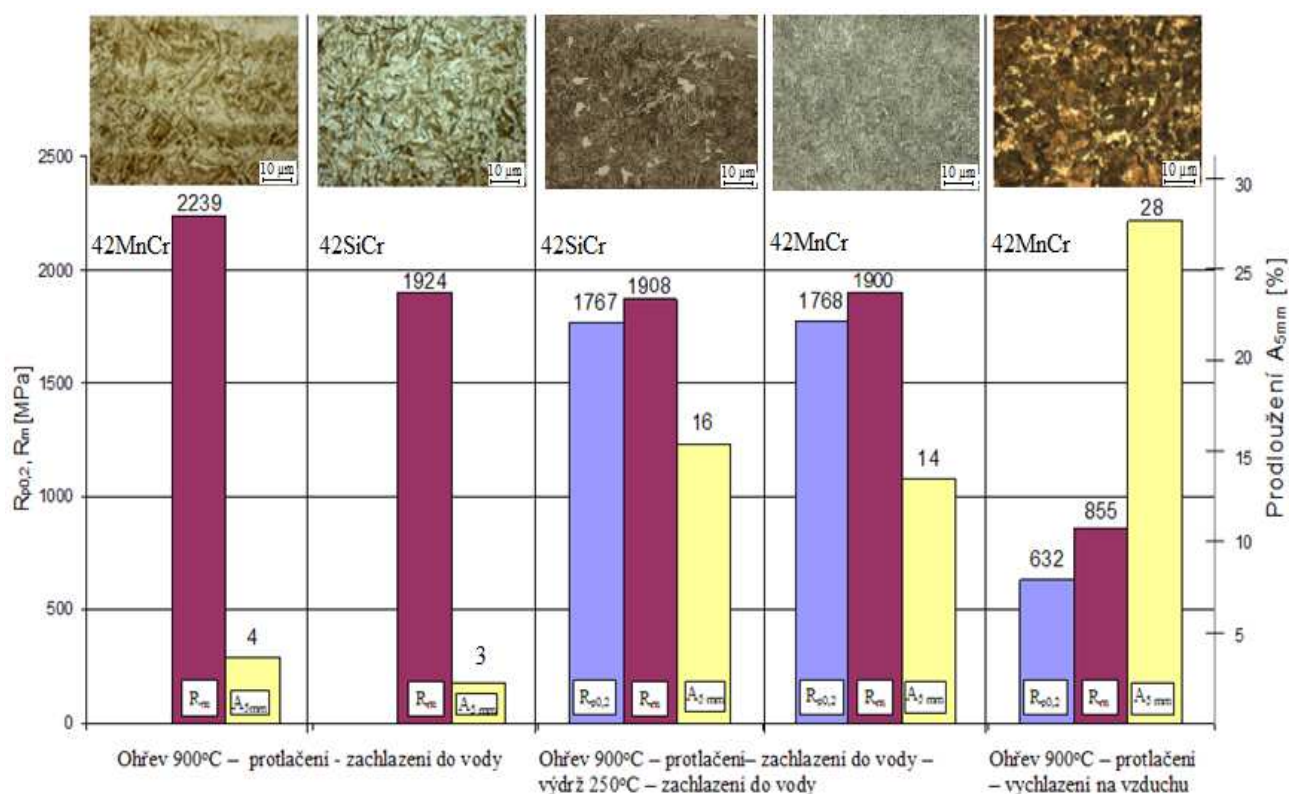
Naproti tomu polotovary, které byly zpracovány Q&P procesem vykazovaly velmi dobré mechanické vlastnosti. U polotovaru z materiálu 42MnCr byla změřena mez pevnosti přes 1900 MPa s tažností okolo 14%. U materiálu s vyšším obsahem křemíku, byla naměřena stejná mez pevnosti 1900 MPa při zachování stejné tažnosti cca 14%. U takto zpracovaných polotovarů při prodlevě během kalení došlo ke stabilizaci zbytkového austenitu, jehož podíl se pohyboval v rozmezí 6 ÷ 9%.

U polotovaru, který po procesu tváření byl vychlazen na vzduchu, byla na křivce napětí-deformace pozorována výrazná mez kluzu, která se vyskytuje u feriticko-perlitických ocelí. V porovnání s martenzitickými strukturami z předchozích zpracování byla změřena mez pevnosti pouhých 855 MPa při tažnosti 28%.

7.5.2 Závěr 2. Části experimentu

V 2. části experimentu bylo novou tvářecí technologií zpětného rotačního protlačování vyrobeno celkem 9 dutých polotovarů, které byly různým způsobem tepelně zpracovány (Tab. 17).

Dle očekávání, nejlepších mechanických vlastností bylo dosaženo u dutých polotovarů tepelně zpracovaných Q&P procesem. U těchto polotovarů byla dosažena dobrá kombinace mechanických vlastností v porovnání s ostatními strategiemi zpracování. Byly získány velmi vysoké hodnoty meze pevnosti v tahu okolo 1900 MPa při relativně vysoké tažnosti až 16%. V martenziticko-bainitické struktuře s občasným výskytem feritu bylo naměřeno rentgenovou difrakční analýzou až 9% podílu zbytkového austenitu, který velmi výrazně zlepšuje plastické vlastnosti získaných struktur.



Tab. 17 Výsledky mechanických zkoušek z ustálené oblasti dutých polotovarů pro různé strategie ochlazení

8 Diskuze výsledků

Disertační práce byla zaměřena na výzkum a na aplikační možnosti nového termomechanického zpracování vysokopevných nízkolegovaných ocelí pro energeticky efektivní výrobu dutých polotovarů inkrementálními postupy tváření s vysokým stupněm bezodpadovosti výrobního procesu.

Nejprve byla provedena literární rešerše, která byla rozdělena do tří částí. V první řadě byla provedena rešerše zabývající se rozdělením a popsáním jednotlivých typů vysokopevných nízkolegovaných ocelí. Další část rešerše analyzovala moderní postupy zpracování vysokopevných ocelí, do kterých se řadí i nový typ tepelného zpracování tzv. quenching and partitioning process (Q&P proces). V třetí části byly popsány moderní postupy termomechanického zpracování, zejména byl analyzován princip inovativní technologie rotačního zpětného protlačování spočívající ve využití inkrementálních deformací pro dosažení požadovaného tvaru výrobku.

Experimentální část byla věnována propojení několika inovací do jednoho integrovaného procesního řetězce s potenciálem využití v postupech zpracování ultravysokopevných úsporně legovaných ocelí se zvýšenou tažností. Pro experimenty byly vybrány nízkolegované oceli 42SiCr a 42MnCr, které pro svůj nízký obsah legur zaručují ekonomickou výhodnost. Cílem bylo u těchto materiálů dosáhnout velmi vysoké pevnosti okolo 2000 MPa při zachování relativně vysoké tažnosti nad 10%. Pro zajištění takovýchto vlastností byl prioritně použit nekonvenční postup integrovaného tepelného zpracování tzv. Q&P proces. Toto zpracování spočívá v rychlém zakalení materiálu z teploty ležící nad A_{c3} mezi teploty M_s a M_f tak, aby nedošlo k proběhnutí úplné martenzitické přeměny v celém objemu materiálu. Po přerušeném kalení následuje redistribuce uhlíku těsně pod teplotu M_s , na tzv. teplotě přerozdělení. U tohoto zpracování bylo nutno technicky potlačit vyloučení karbidů při martenzitické přeměně a současně uhlík využít pro chemickou stabilizaci zbytkového austenitu. Vznik karbidů byl v tomto případě potlačen vhodnou legovací strategií a parametry ochlazování.

Při návrhu a optimalizaci nového typu zpracování bylo nutno zvládnout přesné řízení teplotního i deformačního průběhu režimu. Z tohoto důvodu byl experiment ve své první části zaměřen na zpracování vzorků materiálově-technologickým modelováním s použitím termomechanického simulátoru. Ten umožňuje realizovat velmi rychlé změny parametrů teploty i deformace a tím velmi přesně napodobit podmínky reálného procesu. Na základě poznatků získaných při postupných optimalizacích na materiálově-technologickém modelu byla druhá část experimentu zaměřena na transfer poznatků na reálné nekonvenční technologie, v tomto případě rotačního zpětného protlačování s integrovaným tepelným zpracováním.

V první části experimentu bylo provedeno modelové zpracování nízkolegované oceli 42SiCr. Pro získání dobré kombinace mechanických vlastností a zajištění dostatečného množství zbytkového austenitu ve struktuře bylo nutno provést řadu předběžných optimalizací procesu. Proto byly odzkoušeny a porovnány strategie tepelného a termomechanického zpracování a zejména pak postupy využívající Q&P proces.

Nejprve byla odzkoušena modelová strategie bez deformace, která simulovala pouze postupy Q&P procesu. Režimem 900°C/100s – 200°C/10s – 250°C/600s byla získána velmi jemná martenzitická struktura. Byla dosažena velmi vysoká hodnota meze pevnosti v tahu okolo 1958 MPa a tažnost 17%. Rentgenovou difrakční analýzou byl detekován podíl zbytkového austenitu okolo 13%.

Aby bylo možno posoudit vliv deformace na výrobní proces, byly v dalším kroku odzkoušeny strategie s vloženou inkrementální deformací o různé intenzitě.

Pro další porovnání výsledků bylo nejprve provedeno zpracování, které se skládalo z ohřevu na 900°C s 100s výdrží. Navržená inkrementální deformace skládající se z 20-ti deformačních kroků byla provedena v jednofázové austenitické oblasti, tak aby nebyla umožněna tvorba proeutektoidního feritu, tedy mezi teplotami 900 ÷ 820°C. Poté následovalo rychlé zakalení materiálu na teplotu okolí s následným ohřevem na teplotu 250°C s výdrží 600s. Zakalením na teplotu okolí došlo na rozdíl od aplikace Q&P procesu, k úplné přeměně austenitu na martenzit. Izotermickou výdrží na teplotě 250°C došlo pouze k popuštění martenzitické struktury. Pomocí řádkovacího elektronového mikroskopu byla zdokumentována martenzitická struktura a dále byly objeveny jehlice s jemnými karbidy vyprecipitovanými uvnitř struktury, což ukazuje na přítomnost dolního bainitu. Konvenčním zpracováním kalením a popuštěním byla dosažena velmi vysoká pevnost okolo 2050 MPa na úkor výraznému poklesu tažnosti na 8% při podílu zbytkového austenitu 6%. Integrací Q&P procesu do termomechanického zpracování bylo možno výrazně zlepšit vlastnosti materiálu, především navýšením podílu zbytkového austenitu a s tím souvisejícím nárůstem hodnot tažnosti.

V dalším kroku bylo odzkoušeno spojení Q&P procesu s inkrementální deformací. Cílem bylo zjemnit původní austenitické zrno a tím zjemnit vznikající martenzitickou strukturu a tím i útvary zbytkového austenitu. Ty lze pak díky menší velikosti útvarů lépe chemicky i mechanicky stabilizovat. Toto zpracování se skládalo z ohřevu materiálu na zvolenou austenitizační teplotu, vložené inkrementální deformace probíhající v jednofázové austenitické oblasti a z Q&P procesu.

Aby bylo možno připravit podmínky pro úspěšný transfer poznatků do reálných technologií, byly pomocí materiálově-technologického modelu provedeny optimalizace následujících klíčových parametrů procesu: teploty přerozdělení, velikosti deformace, doby izotermické výdrže, rychlosti ochlazení na teplotu přechlazení, délky výdrže na austenitizační teplotě a rychlosti ohřevu na austenitizační teplotu.

V prvním optimalizačním kroku termomechanického zpracování bylo nutno odzkoušet teplotu izotermické výdrže na tzv. teplotě přerozdělení. Na této teplotě dochází k difúzi uhlíku z přesycené martenzitické fáze do netransformovaného austenitu a tím k přispění k vyšší stabilizaci zbytkového austenitu. Bylo zjištěno, že integrace Q&P procesu do termomechanického zpracování má významný vliv na mechanické vlastnosti. Především u strategie 900°C/100s – 200°C/10s – 250°C/600s, která přesně dodržuje vhodné parametry Q&P procesu, bylo získáno vysokých hodnot meze pevnosti okolo 2010 MPa, které jsou srovnatelné s konvenčním zpracováním. Avšak díky tomuto zpracování bylo ve struktuře zastabilizováno mnohem větší množství zbytkového austenitu okolo 16,5%. To způsobilo nárůst tažnosti až na hodnotu 16%. Z tohoto důvodu byly další kroky optimalizace termomechanického zpracování prováděny na tomto režimu. Řádkovacím elektronovým mikroskopem byla detekována ve struktuře přítomnost martenzitu a dolního bainitu. Zbytkový austenit nebylo možno spolehlivě identifikovat, což lze vysvětlit velmi nízkým podílem zbytkového austenitu a jeho rozložením. Z tohoto důvodu byla mikrostruktura analyzována pomocí transmisního elektronového mikroskopu, kde ve struktuře byl objeven zbytkový austenit ve formě tenkého filmu podél martenzitických jehlic.

Odzkoušením různých intenzit inkrementálních deformací v teplotním intervalu 900÷820°C nedošlo v materiálu k výrazným změnám mechanických vlastností. Při odzkoušení 20-ti, 40-ti nebo 60-ti násobné deformace bylo získáno vysokých hodnot meze pevnosti v tahu a to v rozmezí 1940 až 2010 MPa při udržení vysoké tažnosti 15 ÷ 17%. Podíl zbytkového austenitu byl u všech intenzit deformace 16%. Pouze v případě 80-ti násobné deformace byly sice naměřeny vysoké hodnoty meze pevnosti okolo 2000 MPa, ale došlo k nežádoucímu snížení tažnosti na 9%. Touto optimalizací bylo odzkoušeno, jak přibližně

velká intenzita inkrementální deformace může být použita, aniž by došlo k degradaci mechanických vlastností nebo porušení materiálu.

Dalším velmi důležitým parametrem Q&P procesu, který nejvíce ovlivňuje mechanické vlastnosti, je teplota a délka izotermické výdrže. Izotermická výdrž má značný vliv na probíhající difúzi uhlíku z přesyceného martenzitu do zbytkového austenitu a stupeň popuštění martenzitu. Z optimalizací bylo zjištěno, že ideální poloha izotermické výdrže je těsně pod teplotou M_s , tak jak je uvedeno i v rešerši této disertační práce. Nejvhodnější odzkoušená teplota izotermické výdrže byla v tomto případě 250°C . Dále bylo prokázáno, že zkrácením izotermické výdrže došlo sice k nárůstu pevnosti materiálu, ale zároveň k poklesu tažnosti. Naproti tomu prodloužením izotermické výdrže došlo k vyššímu stupni popuštění struktury a precipitaci karbidů. To vedlo ke snížení hodnot tvrdosti a pevnosti na straně jedné, ale k výraznému nárůstu tažnosti na straně druhé. Delší prodleva také způsobila stabilizaci většího množství zbytkového austenitu. Těmito optimalizacemi bylo ověřeno, že režim s 600s prodlevou na teplotě přerozdělení dosahoval nejlepší kombinaci pevnosti a tažnosti.

Nejvýraznější vliv na mikrostrukturu a mechanické vlastnosti měla rychlost ochlazování z teploty austenitizace. V případě nejrychlejšího ochlazení materiálu simulujícího zakalení do vody vznikla jemná martenzitická struktura. Tato struktura zaručovala velmi vysoké pevnostní vlastnosti materiálu. Pomalejším ochlazováním při 8°C/s a 5°C/s se v martenzitické matici vytvořila feriticko-perlitická struktura, která měla nepříznivý vliv na vývoj mechanických vlastností a stabilizaci zbytkového austenitu.

Aby toto nekonvenční zpracování splňovalo i ekonomické požadavky, byly odzkoušeny různé doby výdrže na austenitizační teplotě. Nejkratší možná výdrž, díky které byly dosaženy dobré výsledky mechanických vlastností, byla 50s.

V neposlední řadě bylo i nutno odzkoušet, zda budou mít vliv na strukturu podmínky ohřevu na austenitizační teplotu. Proto byla provedena simulace ohřevu materiálu v peci s rychlostí ohřevu 5°C/s a simulace indukčního ohřevu s rychlostí 100°C/s . Odzkoušením různých rychlostí ohřevů nedošlo k výrazným změnám mechanických vlastností ani mikrostruktury. Z toho vyplývá možná variabilita technologie a použití zařízení pro ohřev od indukčního ohřevu až po ohřev v peci.

Po provedení těchto optimalizací na modelech bylo zjištěno, že integrace Q&P procesu do tepelného nebo termomechanického zpracování má významný vliv na mechanické vlastnosti a mikrostrukturu. Především u zpracování s režimem $900^\circ\text{C}/100\text{s} - 20$ -ti násobná deformace - $200^\circ\text{C}/10\text{s} - 250^\circ\text{C}/600\text{s}$, které přesně dodržuje parametry Q&P procesu, tedy zakalení materiálu hluboko pod teplotu M_s s následným ohřevem a výdrží na teplotě těsně pod M_s , bylo dosaženo dobré kombinace mechanických vlastností. Byla získána velmi vysoká mez pevnosti v tahu okolo 2010 MPa. Díky tomuto zpracování bylo i po martenzitické přeměně rentgenovou difrakční analýzou naměřeno dostatečné množství zbytkového austenitu na úrovni 16,5%. To způsobilo dostatečnou tažnost materiálu okolo 16%.

Dalším důležitým parametrem popisujícím chování těchto ocelí je stabilita zbytkového austenitu při deformaci zastudena. U režimu $900^\circ\text{C}/100\text{s} - 20$ -ti násobná deformace - $200^\circ\text{C}/10\text{s} - 250^\circ\text{C}/600\text{s}$, kde byly získány nejlepší mechanické vlastnosti, byla ověřena stabilita zbytkového austenitu při deformaci. Měření pomocí neutronové difrakce bylo provedeno in-situ během kvazistatické tahové deformace při pokojové teplotě. Ve výchozím stavu byl ve vzorku neutronovou difrakcí naměřen 15% podíl zbytkového austenitu. Což je pouze o 1,5% méně, než v případě měření rentgenovou difrakcí. V průběhu experimentu došlo vlivem deformace k postupnému snížení podílu zbytkového austenitu na konečných cca 6%.

Cílem druhé části experimentálního programu bylo pomocí tvářecí technologie, s využitím rotačního zpětného protlačování s integrovaným tepelným zpracováním zahrnující Q&P proces vyrobit demonstrátor dutého polotovaru, který by disponoval výbornými

mechanickými vlastnostmi. Tento nový termomechanický proces byl odzkoušen na 9 demonstrátorech. Po získání tvaru protlačením byly polotovary návazně z teploty tváření tepelně zpracovány třemi různými způsoby: zakalením do vody, Q&P procesem a vychlazením na vzduchu.

U polotovarů po protlačení zakalených do vody byl pozorován v ustálené oblasti dutého polotovaru výskyt martenzitické struktury popř. i feritu. Tato struktura zajistila velmi vysokou pevnost v tahu 2239 MPa popř. 1924 MPa, ale podle očekávání velmi nízkou tažnost nepřesahující 4%. Tvrdost materiálu v ustálené oblasti dosahovala velmi vysokých hodnot cca 800 HV10. Takto zpracované duté polotovary by v praxi musely být vhodným způsobem popouštěny, což by znamenalo další náklady a prodloužení výrobních časů.

Z tohoto důvodu bylo v dalším kroku do procesu integrováno zpracování s Q&P procesem. V tomto kroku byly využity poznatky a výsledky získané modelovými optimalizacemi procesu z první části experimentu. Polotovary zpracované tímto způsobem dosahovaly rovněž velmi vysokých pevností, až 1910 MPa s tvrdostí 580 až 624 HV10. Částečným zakalením a přerozdělením martenzitické struktury s občasným výskytem feritu na teplotě 250°C však došlo k vynikající stabilizaci podílu zbytkového austenitu a to na hodnotách až 9%. Tím byla získána tažnost okolo 14% až 16%. Integrace Q&P procesu do termomechanického zpracování přinesla velmi dobré výsledky a tato technologie pro výrobu komponent z nízkolegovaných vysokopevných ocelí ukazuje, že by mohla být v praxi do budoucna značným přínosem.

Pro porovnání získaných výsledků a struktur byl vyroben porovnávací demonstrátor, který byl po protlačení vychlazen pomalu na vzduchu. Dle očekávání vznikla feriticko-perlitická struktura s mezí pevnosti 855 MPa. Tento demonstrátor by musel být dále zpracován klasickou technologií zušlechťení s odpovídajícími nároky na energie, čas a kapacity zařízení. Proto nebyl podroben již dalšímu výzkumu.

9 Závěr

Aby mohly být moderní vysokopevné úsporně legované oceli typu AHSS a UHSS zavedeny do výroby, je nutno pro ně nalézt vhodné aplikace, postupy výroby a optimální parametry zpracování. Tyto materiály jsou zajímavé zejména z pohledu ceny a nízkého obsahu legujících prvků. V případě zpracování těchto ocelí konvenčním způsobem je dosahováno vysokých pevností, ale bohužel u většiny z nich dochází k výraznému poklesu tažnosti, která nedovoluje jejich rozšíření do technických aplikací. Toto lze doposud řešit pouze tepelným zpracováním, zejména zušlechťováním.

Z tohoto důvodu jsou vyvíjeny další nové druhy tepelného zpracování, ke kterým se řadí i Q&P proces, který byl v této práci použit, rozvíjen a modelově cíleně optimalizován, především za účelem integrace do reálného procesu.

Výsledky experimentu prokázaly široké možnosti ovlivňování vývoje struktury a vlastností variováním ochlazovací strategie a parametrů Q&P procesu. Změnou parametrů zpracování, v rámci jejich technicky proveditelných hranic, bylo zjištěno, že lze tímto procesem výrazně modifikovat struktury a tím i mechanické vlastnosti.

V první fázi optimalizace Q&P procesu bylo použito materiálově - technologické modelování. To bylo provedeno v postupových krocích na termomechanickém simulátoru. Ve všech případech byla získána převážně martenzitická struktura, v některých případech navíc s bainitem, či feritem a s různým podílem zbytkového austenitu v rozmezí od 6 do 16,5 %. Bylo zjištěno, že významnou roli pro stabilizaci zbytkového austenitu a tím získání vynikajících mechanických vlastností, hraje rychlost ochlazování z austenitizační teploty, teplota zakalení ležící mezi teplotami M_s a M_f a rovněž délka výdrže na této teplotě. Na základě tohoto zjištění byla provedena optimalizace klíčových parametrů. Struktury dosažené na materiálově - technologických modelech s nejvyšším podílem zbytkového austenitu dosahovaly pevností v tahu okolo 2010 MPa při tažnosti až 17%.

Poznatky z materiálově - technologických modelů byly transferovány do reálné nekonvenční technologie zpětného rotačního protlačování. Tím vznikl nový termomechanický řetězec s integrovaným využitím Q&P procesu. To přineslo na demonstrátorech výborné výsledky mechanických vlastností. Tímto postupem byl získán demonstrátor dutého tvářeného produktu s výraznou podélnou osou, který disponoval vysokou pevností v tahu okolo 1910 MPa s tažností až 16% a tvrdostí 580 až 624 HV10. Tyto vlastnosti byly dosaženy díky převážně martenzitické struktuře s 9% podílem zastabilizovaného zbytkového austenitu.

Díky těmto výsledkům přináší tato disertační práce zásadní nové poznatky o potenciálu ocelí typu AHSS a UHSS s úsporným legováním. Výsledky dokazují, že při vhodně zvolených podmínkách termomechanického zpracování s využitím techniky inkrementálních deformací a nekonvenčního tepelného zpracování Q&P procesem, lze získat technicky relevantní produkty s tenkou stěnou a s vynikajícími mechanickými vlastnostmi. Zároveň lze těchto výsledků dosáhnout tvářecími technologiemi s minimálním odpadem, s výrazně nižší spotřebou energie a při podstatně kratších časech, neboť zcela odpadá tepelné zpracování, které je u konvenčních technologií nepostradatelné.

LITERATURA

- [1] XIAODONG, Z., ZHAOHUI, M., LI, W. Current Status of Advanced high strength steel for Auto-making and its development in Baosteel. 2011 [online]. [cit. 2011-03-19] Dostupné z: http://www.baosteel.com/english_n/e07technical_n/021702e.pdf
- [2] *Advanced High Strength Steel (AHSS) Application Guidelines*, International Iron and Steel Institute, Committee on Automotive Applications, 2006.
- [3] BUZZICHELLI, G., ANELLI, E. Present Status and Perspectives of European research in the field of advanced structural steels. *ISIJ International*. 2002, Vol. 42, No. 12., s. 1354-1363. ISSN 0915-1559.
- [4] BAUER, D. Inovativní technologie v automobilovém průmyslu. *MM Průmyslové spektrum* [online]. 2007, roč. 11, č. 10, s. 22-23 [cit. 2011-03-19]. Dostupné z: <http://www.mmspektrum.com/clanek/inovativni-technologie-v-automobilovem-prumyslu>
- [5] LICHOROBIEC, V. *Vliv vodíku na pevnost a svařitelnost vysokopevných martenzitických ocelí pro automobilové aplikace*. Pardubice, 2010. Bakalářská práce. Univerzita Pardubice.
- [6] NĚMEČEK, S. Ocel, materiál pro jednadvacáté století. In: [online]. 2011 [cit. 2012-08-05]. Dostupné z: <http://www.vesmir.cz>
- [7] TOTTEN, G. E. *Steel heat treatment: Metallurgy and technologies*. 2006. ISBN 978-0849384554.
- [8] MALINA, J. *Nekonvenční zpracování nízkolegovaných ocelí technologickými procesy na bázi inkrementálních deformací*. Plzeň, 2010. Disertační práce. ZČU Plzeň.
- [9] ÅKERSTRÖM, P. *Modelling and simulation of hot stamping*. Sweden, 2006. ISSN: 1402-1544. Doktorská práce. Lulea University of Technology.
- [10] KVAČKAJ, T. Výskum ocelových materiálův pre ultralhkú karosériu osobných automobilov. *Acta Metallurgica Slovaca* [online]. 2005, č. 4, 389 - 403 [cit. 2011-04-02]. ISSN 1338-1156. Dostupné z: http://www.ams.tuke.sk/data/ams_online/2005/number4/mag01/mag01.pdf
- [11] KONEČNÝ, M. *Parametry jakosti svařování vysokopevnostních materiálů při stavbě automobilu*. Pardubice, 2009. Diplomová práce. Univerzita Pardubice.
- [12] HRIVŇÁK, I. *Zvaranie a zvaritelnosť materiálův*. Bratislava: STU, 2009. ISBN 978-80-227-3167-6.
- [13] ZRNÍK, J., et al. *Příprava ultrajemných a nanokrystalických kovových materiálův extrémní plastickou deformací a jejich vlastnosti*. Ostrava: Repronis, 2007. 76 s. ISBN 978-80-7329-53-2.
- [14] Höherfester Stahl für den Automobil-Leichtbau.: High-strength steel for lightweight auto body manufacture. In: [online] [cit. 2012-09-01]. Dostupné z: <http://home.arcor.de/thiessen-berlin/Automobilstahl.pdf>
- [15] GECK, P. Advanced High-Strength Steels Add Strength and Ductility to Vehicle Design In: [online]. [cit. 2011]. Dostupné z: <http://machinedesign.com/article/advanced-high-strength-steels-add-strength-and-ductility-to-vehicle-design-0503>.
- [16] STAŇKOVÁ, H. *Inkrementální deformace při termomechanickém zpracování ocelí s TRIP efektem*, Plzeň 2003. Disertační práce. ZČU.

- [17] ŽÁČEK O., KLIBER J., SCHINDLER I. Způsoby simulace termomechanického zpracování a následného vyhodnocování mikrostruktury TRIP oceli. In *Acta Metallurgica Slovaca*. 2006, s. 454-461.
- [18] GAJZICA, T. , KLIBER, J., ŽÁČEK, O., MAMUZIĆ I., The cold rolling of TRIP steel after thermomechanical treatment. In *METAL 2007*, Hradec nad Moravicí, Česká republika.
- [19] GIRMAN, V., HRABČÁKOVÁ, V. Kovové materiály automobilových kostrukcii - II, Karoséria a karosárské plechy In: [online]. *Materials Engineer / Materiálový inžinier*, www.materialing.com, 2012 [cit. 2012-02-08]. ISSN 1337 – 8953.
- [20] KLIBER, J., DROZD, K., MAMUZIC, I. Plastometrické výsledky napětovo-deformačního chování a stupně změkčení feromanganové TWIP oceli. In *Metal 2009*. Hradec nad Moravicí, Česká republika.
- [21] BHADESHIA, H. K. D. H. *Bainite in Steels*. 2. vydání. London: Institute of Materials, 2001. ISBN 1-86125-112-2.
- [22] GARCIA –MATEO, C., CABALLERO, F. G., BHADESHIA, H. K. D. H. Low Temperature Bainite. In *Journal de Physique IV*. 2003. Vol. 112, s.285–288.
- [23] PEŠINA, Z. *Analýza deformačně indukovaných změn fázového složení oceli TRIP metodou EBSD*. Brno 2008, Diplomová práce, VÚT.
- [24] ŽÁČEK, O., KLIBER, J., MAN, O. Hodnocení vlivu parametrů termomechanického zpracování na mechanické a mikrostrukturní vlastnosti TRIP ocelí, In *METAL 2005*, Hradec nad Moravicí: TANGER, s.r.o., Ostrava 2005, přednáška č. 165.
- [25] NĚMEČEK, S.; NOVÝ, Z.; STAŇKOVÁ, H.; MAŠEK, B. Optimalizace tepelného zpracování TRIP ocelí. Sborník: *20.dny tepelného zpracování*, Jihlava, 2004
- [26] MAŠEK, B., JIRKOVÁ, H., KLAUBEROVÁ, D., PETRENEC, M., BERAN, P. Nekonvenční termomechanické zpracování vysokopevných nízkolegovaných ocelí. In *COMAT 2010*, Plzeň, Česká republika.
- [27] EDMONDS, D.V. A KOL. Quenching and partitioning martensite – A novel steel heat treatment. *Materials Science and Engineering*. 2006, A 438–440, s. 25–34.
- [28] BOHUSLAV, M., JIRKOVÁ H., HAUSEROVÁ, D., KUČEROVÁ, L. KLAUBEROVÁ, D. The Effect of Mn and Si on the Properties of Advanced High Strength Steels Processed by Quenching and Partitioning. *Materials Science Forum*. Švýcarsko: 2010, s. 94-97, Vols. 654-656.
- [29] KUČEROVÁ, L., JIRKOVÁ, H., HAUSEROVÁ, D., MAŠEK, B. Mikrostrukturní rozbor oceli 42SiCr. *I. Mezinárodní konference Mikroskopie a nedestruktivní zkoušení materiálu*. Litoměřice: FVTM UJEP Ústí n.L., 2010, s. 1-10. ISBN: 978-80-7414-280-2.
- [30] JECH, J. *Tepelné zpracování oceli: Metalografická příručka*. Praha: SNTL, 1983.
- [31] WANG, Y., ZWAAG, S. Stabilization mechanisms of retained austenite in transformation-induced plasticity steel. *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol. 32A, 2001, p.1527-1539.
- [32] WANG, Y., Study of a novel Ultra-High Strength Steel with adequate ductility and toughness by Quenching-Partitioning-Tempering Process. *Materials Science Forum*. Switzerland: 2010, s. 37-40.

- [33] MAŠEK, B., JIRKOVÁ, H., KLAUBEROVÁ, D., PETRENEC, M., BERAN, P. Nekonenční termomechanické zpracování vysokopevných nízkolegovaných ocelí. In COMAT 2010, Plzeň, Česká republika.
- [34] EDMONDS, D.V., MATLOCK, D., SPEER, J.G. The recent development of steels with carbide-free acicular microstructures containing retained austenite. *La Metallurgia Italiana*. 2011.
- [35] HAUSEROVÁ, D., DLOUHÝ, J., NOVÝ, Z., Influence of parameters of Q&P proces on properties and microstructure of CMnSiMo steel. In METAL 2010, Rožnov pod Radhoštěm, Česká republika.
- [36] YU, W., CHEN, T., WU, H. Effect of quenching and partitioning process on MA constituent in Nb-bearing HSLA steel, *Journal of Wuhan University of Technology--Materials Science Edition*, roč. 1, s. 21-26 DOI: 10.1007/s11595-012-0400-z.
- [37] PTÁČEK, L. a kol. *Nauka o materiálu II*. Brno 2002.
- [38] DRIML, B. Tepelné zpracování kovových materiálů In: [online]. [cit. 2013-03-01]. Dostupné z: <http://www.elitalycea.wz.cz/files/tep/tep20.pdf>.
- [39] RYŠ, P., CENEK, M., MAZANEC, K., HRBEK, A., *Nauka o materiálu I, 4.svazek – Železo a jeho slitiny*. Praha: Academia, 1975.
- [40] PÍŠEK, F.; Jeníček, L.; Ryš, P.: *Nauka o materiálu I, 4. Svazek*. Praha: Academia, 1975.
- [41] MACHEK, V., SODOMKA, J. *Struktury kovových materiálů*. Praha: ČVUT, 2008.
- [42] JECH J. *Tepelné zpracování oceli*. Praha: SNTL, 1983.
- [43] JANDOVÁ, D., VADOVICOVÁ, L., Vliv deformace na rozpad austenitu oceli 0,5 C-1 CR-0,8 Mn-0,3 Si, In METAL 2004, Hradec nad Moravicí, Česká republika.
- [44] CHRÁSKA, P., FREIWILLIG, R., DUBSKÝ, J. *Bainitická transformace v ocelích*. Praha: Academia, 1981.
- [45] RADHAVAN, V. a kol., Martensite, a tribute to Morris Cohen, ASM International, Materials Park, 1992, pp.197-226.
- [46] TSUZAKI, K., KODAI, A., MAKI, T. Formation mechanism of bainitic ferrite in an Fe-2 pct Si-0.6 pct C alloy. In Metall. Mater. Trans., 1994, Vol. 25A, pp.2009 – 2016.
- [47] Mechanismus a kinetika rozpadu austenitu. In: [online]. [cit. 2013-02-02]. Dostupné z: http://www.ateam.ic.cz/rozpad_austenitu.pdf
- [48] Martenzit. In: [online]. [cit. 2013-03-05]. Dostupné z: http://fs-server.uni-mb.si/si/inst/itm/lm/GRADIVA_UC/Toplotna_obdelava_jekel/martenzit.html.
- [49] MAZANCOVÁ, E. *Technické materiály I.: Kovové materiály* [online]. 1. vyd. Ostrava: VŠB-Technická univerzita Ostrava, 2012 [cit. 2013-05-25]. ISBN 978-80-248-2577-9.
- [50] KRAUS, V. *Technologie tepelného zpracování*. Plzeň: ZČU, 1992.
- [51] EDMONDS, D.V. et al. Quenching and partitioning martensite – A novel steel heat treatment. *Materials Science and Engineering*. 2006, A 438–440, s. 25–34.
- [52] EDMONDS, D.V. et al. Microstructural features of a new martensitic steel heat treatment: Quenching and Partitioning. *1st Int. Conf. on Super High Strength Steels*. Rome: 2005, s.1–20.

- [53] SPEER, J. G. et al. The Quenching and partitioning process: Background and Recent Progress. *Materials Research*. 2005, Vol. 8, č. 4, s. 417-423.
- [54] AISMAN, D., *Vliv parametrů tepelného zpracování na vývoj struktury nízkolegovaných vysoce pevných ocelí*, Diplomová práce, Plzeň: ZČU, 2008.
- [55] LOBO, J., A., GEIGER, G., H. Thermodynamics and solubility of carbon in ferrite and ferritic Fe-Mo alloys. *Metallurgical Transactions*. 1976, s. 1347-1357.
- [56] LOBO, J., A., GEIGER, G., H. Thermodynamics of carbon in austenite and Fe-Mo austenite. *Metallurgical Transactions*. 1976, 7A: s. 1359-1364.
- [57] SPEER, J., G. et al. Carbon partitioning into austenite after martensite transformation. *Acta Materialia*. 2003; 51: s. 2611-2622.
- [58] CLARKE A.J. et al. Carbon partitioning to austenite from martensite or bainite during the quench and partition (Q&P) process: A critical assessment, *Acta Materialia*, 2008, s. 16-22.
- [59] ZHONG N. et al. Interface Migration between Martensite and Austenite during Quenching and Partitioning (Q&P) Process. *J. Mater. Sci. Technol.*, Vol.22 No.6, 2006
- [60] SPEER, J., G. et al. Quenching and partitioning: a fundamentally new process to create high strength TRIP sheet microstructures. *Damm EB and Merwin M. Editors. Austenite Formation and Decomposition*. Warrendale: 2003, s. 505-522.
- [61] HE, K. Unpublished research. University of Leeds: 2004.
- [62] BHADOSHIA, H. K. D. H., EDMONDS D.V. The bainitic transformation in a silicon steel. *Metallurgical Transactions*. 1979, 10A: s. 895-907.
- [63] GALLAGHER, M.F., SPEER, J.G., MATLOCK, D.K., FONSTEIN, N.M. Microstructure development in TRIP-sheet steels containing Si, Al, and P. *Proceedings of the 44th Mechanical Working and Steel Processing Conference*. Warrendale: 2002, s. 153-172.
- [64] KRAUSS, G. *STEELS: Heat Treatment and Processing Principles*. Metals Park, OH: ASM International, 1990.
- [65] HONEYCOMBE, R.W.K., BHADOSHIA, H.K.D.H. *Steels, Microstructure and Properties*. London: Edward Arnold, 1995.
- [66] KRAUSS, G. Tempering and structural change in ferrous martensitic structures. *Proceedings of an International Conference on Phase Transformations in Ferrous Alloys*. Warrendale: 1984, s. 101-123.
- [67] LEE, H.C., KRAUSS, G. Intralath carbide transitions in martensitic medium-carbon steels tempered between 200 and 300C. *Proceedings of Fundamentals of Aging and Tempering in Bainitic and Martensitic Steel Products*. Warrendale: 1992, s. 39-43.
- [68] BARBE, L.L., DE COOMAN, B.C., CONLON, K. Characterization of the metastable austenite in low-alloy FeCMnSi TRIP-aided steel by neutron diffraction. *Zeitschrift fur Metallkunde*. 2002. 93, s. 1217-1227.
- [69] STREICHER, A.M., SPEER, J.G., MATLOCK, D.K., DE COOMAN, B.C. Quenching and partitioning response of a Si-added TRIP sheet steel. *Proceedings of the International Conference on Advanced High-Strength Sheet Steels for Automotive Applications*. Warrendale: 2004, s. 51-62.

- [70] MATLOCK, D.K., BRÄUTIGAM, V.E., SPEER, J.G. *Application of the quenching and partitioning (Q&P) process to a medium-carbon, high-Si microalloyed bar steel. Proceedings of THERME 2003*. Uetikon-Zurich, Switzerland: 2003, s. 1089-1094.
- [71] HEHEMANN, R.F. *Phase Transformations*, ASM, Metals Park, OH, USA (1970), pp. 397-432.
- [72] BHADESHIA, H.K.D.H., EDMONDS, D.V. *Metall.Trans.*, 10A, pp. 895-907, 1979.
- [73] BHADESHIA, H.K.D.H., *Bainite in Steels*, Inst. Materials, Minerals and Mining, London, UK, 1992.
- [74] DE MOOR, E., LACROIX, S., SAMEK, L., PENNING, J., SPEER, J.G. *Dilatometric Study of the Quench and Partitioning Process. The 3rd International Conference on Advanced Structural Steels*. Gyeongju, Korea, August 22-24, 2006.
- [75] ZHU, Y. F., WANG, F. Y., ZHOU, H. H., et al. *Stepping-quenching-partitioning treatment of 20SiMn2MoVA steel and effects of carbon and carbide forming elements. Sci China Tech Sci*, 2012, 55: 1838-1843, doi: 10.1007/s11431-012-4884-8
- [76] PLUHAŘ a kol. *Nauka o materiálech*. Praha: SNTL, 1989.
- [77] SKÁLOVÁ, J., KOUTSKÝ, J., MOTYČKA, V. *Nauka o materiálech*. Plzeň: ZČU, 2000.
- [78] DORAZIL, E. A KOL. *Nauka o materiálu II*. Brno: VUT, 1976.
- [79] BENEŠ, A. A KOL. *Mechanická technologie kovů*. Praha: SNTL, 1967.
- [80] PUŠKÁR, A. *Medzné stavy materiálů a součástí*. Bratislava: VEDA, 1989.
- [81] *Vysokopevné oceli. Verlag Dashöfer* [online]. 2000 [cit. 2012-07-20]. Dostupné z: <http://www.techportal.cz/1/1/vysocepevné-oceli-cid33872/>
- [82] NOVÝ, Z., ŠUCHMANN, P., DRNEK, J., KEŠNER, D., KRAUS, L., MAŠEK, B., BERNÁŠEK, V. *Využitelnost termomechanického zpracování v kovárenství* [cit. 2012-08-01]. Dostupné z: http://home.zcu.cz/~masekb/Prednasky%20na%20konferencich%20pdf/2003/Kovarenska%202003/Konference%20SKCR2003_cast1.pdf.
- [83] PLUHAŘ, KORITTA A KOL. *Strojírenské materiály*. Praha: SNTL, 1977.
- [84] HIRT, G.: *Modellierung inkrementeller Umformverfahren*, Saarbrücken, 2002.
- [85] SPECK, F. D., *Numerische Simulation des Axial-Radial-Umformens*. Dissertation TH Darmstadt, Shaker Verlag Aachen, 1996.
- [86] [cit. 2013-01-05] <http://www.iwu.fraunhofer.de>
- [87] *Bohrungsdrücken*. [online]. [cit. 2013-07-29]. Dostupné z: http://www.technologymall.eu/de/tech_details.php?id=26
- [88] HAUSEROVÁ, D. *Výzkum transformačního chování vysokopevné oceli*, Diplomová práce. Plzeň: ZČU, 2008.
- [89] [cit. 2011-08-05]. Dostupné z: <http://www.sentsoftware.co.uk/jmatpro.aspx>.
- [90] ŘÍHA, J. *Studium fázových transformací Zr-slitin při vysokých teplotách metodami RTG difrakce*. Disertační práce. Plzeň: ZČU, 2012.
- [91] MAŠEK, B., STAŇKOVÁ, H., NOVÝ, Z. *Nové možnosti materiálového modelování pro návrhy a optimalizace kovářských technologií. Kovářenská konference - Nové technologie kování*. 2007, s. 5, ISBN 978-80-239-8938-0.

- [92] MAŠEK, B.; JIRKOVÁ, H.; KLAUBEROVÁ, D.; PETRENEC, M. & BERAN, P. Unconventional thermomechanical treatment of advanced high strength low-alloyed steel. *7th International DAAAM Baltic Conference, "INDUSTRIAL ENGINEERING"*. Estonia, Tallinn: 2010.
- [93] KARLÍK, M.: Transmisní elektronová mikroskopie: pohled do nitra materiálů, Katedra materiálů FJFI ČVUT, *Čs.čas.fyz.* 55 /2005/ 457- 464
- [94] BŘEŇ D.; KULHÁNEK P., Pikoškály aneb jak uvidět atom, *Aldebaran bulletin*, 27/2004, ISSN 1214-1674, [cit. 2012-09-02]. Dostupné z: http://aldebaran.cz/bulletin/2004_27_pic.html
- [95] SLÁDEK P., O mikroskopech, *Oborové novinky*, [cit. 2013-02-02]. Dostupné z: <http://svp.muni.cz/ukazat.php?docId=39>
- [96] MIKULA, P. Neutron diffraction at the Institute of Nuclear Physics in Rez. History and presence. In *Materials structure*, vol. 9, 2001.
- [97] MAŠEK, B., STAŇKOVÁ, H., KLAUBEROVÁ, D., SKÁLOVÁ, L. The Most Recent Findings from Physical-Material Modelling of UHSS Structure Development on a Thermomechanical Simulator. In *3rd International Conference on Thermomechanical Processing of Steel*, Italy, September 2008.
- [98] MAŠEK, B., JIRKOVÁ, H., MALINA, J., JENÍČEK, Š., Advanced Material-Technological Modelling of Complex Dynamic Thermomechanical Processes. *Materials Science Forum*. Vols. 654-656 (2010) pp 1594-1597, Switzerland
doi:10.4028/www.scientific.net/MSF.654-656.1594.
- [99] GRAJCAR, A., OPIELA, M. Effect of thermomechanical processing on a morphology of retained austenite in AHSS containing 5% Mn. In *Metal 2012*, Brno, Czech Republic.
- [100] BASUKI, A.; AERNOUDT, E. Influence of rolling of TRIP steel in the intercritical region on the stability of retained austenite, *Journal of Materials Processing Technology*, s. 89 – 90, 37 – 43, 1999.
- [101] ŽÁČEK, O., KLIBER, J., MAN, O. Elaboration of influences of thermomechanical treatment parameters on mechanical properties nad resulting microstructure of TRIP steels. In *Metal 2005*, Hradec nad Moravicí, Czech Republic.
- [102] Ondrej Žáček, Jirí Klíber, Roman Kuziakc. Vliv parametrů termomechanického zpracování na mikrostrukturu TRIP oceli. In *Metal 2006*, Hradec nad Moravicí, Česká republika.
- [103] ČSN EN ISO 643. *Ocel – Mikrografické stanovení velikosti zrn*. 2003.