

ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI
FAKULTA STROJNÍ

Studijní program: N0715A270014 - Materiálové inženýrství a výrobní technologie
Studijní specializace: Bez specializace

DIPLOMOVÁ PRÁCE

Vliv tepelného zpracování na termofyzikální a mechanické vlastnosti oceli se sníženou hustotou

Autor: Tereza BYSTRICKÁ
Vedoucí práce: Dr. Ing. Zbyšek NOVÝ

Akademický rok 2022/2023

ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI

Fakulta strojní

Akademický rok: 2022/2023

ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

(projektu, uměleckého díla, uměleckého výkonu)

Jméno a příjmení: **Bc. Tereza BYSTRICKÁ**
Osobní číslo: **S21N0036K**
Studijní program: **N0715A270014 Materiálové inženýrství a výrobní technologie**
Téma práce: **Vliv tepelného zpracování na termofyzikální a mechanické vlastnosti oceli se sníženou hustotou**
Zadávající katedra: **Katedra materiálu a strojírenské metalurgie**

Zásady pro vypracování

1. Úvod
2. Experimentální materiál – ocel legovaná hliníkem
3. Stanovení termofyzikálních parametrů
4. Optimalizace tepelného zpracování
5. Měření mechanických vlastností
6. Metalografické analýzy, měření tvrdosti a mikrotvrdosti
7. Diskuze
8. Závěr

Rozsah diplomové práce: **50-70 stran**
Rozsah grafických prací: **fotodokumentace, obrázky**
Forma zpracování diplomové práce: **tištěná/elektronická**

Seznam doporučené literatury:

Suh, D. W.; Kim, N. J. Low-Density Steels. Scr. Mater. 2013, 68 (6), 337-338. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2012.11.037>.

Frommeyer, G.; Brück, U. Microstructures and Mechanical Properties of High-Strength Fe-Mn-Al-C Light-Weight TRIPLEX Steels. Steel Res. Int. 2006. <https://doi.org/10.1002/srin.200606440>.

Lee, H. J.; Sohn, S. S.; Lee, S.; Kwak, J. H.; Lee, B. J. Thermodynamic Analysis of the Effect of C, Mn and Al on Microstructural Evolution of Lightweight Steels. Scr. Mater. 2013. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2012.10.032>.

Gutierrez-Urrutia, I. Low Density Fe-Mn-Al-C Steels: Phase Structures, Mechanisms and Properties. ISIJ Int. 2021, 61 (1), 16-25. <https://doi.org/10.2355/isijinternational.ISIJINT-2020-467>.

Hájek, J.; Nový, Z.; Kučerová, L.; Jirková, H.; Salvetr, P.; Motyčka, P.; Hajšman, J.; Bystřická, T. A New Alloying Concept for Low-Density Steels. Materials 2022, 15, 2539. <https://doi.org/10.3390/ma15072539>.

Vedoucí diplomové práce: **Dr. Ing. Zbyšek Nový**
COMTES FHT a.s.

Konzultant diplomové práce: **Ing. Jiří Hájek, Ph.D.**
Katedra materiálu a strojírenské metalurgie

Datum zadání diplomové práce: **17. října 2022**

Termín odevzdání diplomové práce: **26. května 2023**

L.S.

Doc. Ing. Vladimír Duchek, Ph.D.
děkan

Doc. Ing. Josef Odehnal, Ph.D.
vedoucí katedry

Prohlášení o autorství

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

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

V Plzni dne:

.....

podpis autora

ANOTAČNÍ LIST DIPLOMOVÉ PRÁCE

AUTOR	Příjmení Bystřická	Jméno Tereza		
STUDIJNÍ PROGRAM	N0715A270014 - Materiálové inženýrství a výrobní technologie			
VEDOUcí PRÁCE	Příjmení (včetně titulů) Dr. Ing. Nový	Jméno Zbyšek		
PRACOVÍŠTĚ	ZČU - FST - KMM			
DRUH PRÁCE	DIPLOMOVÁ	BAKALÁŘSKÁ	Nehodící se škrtněte	
NÁZEV PRÁCE	Vliv tepelného zpracování na termofyzikální a mechanické vlastnosti oceli se sníženou hustotou			

FAKULTA	Strojní	KATEDRA	KMM	ROK ODEVZD.	2023
----------------	---------	----------------	-----	--------------------	------

POČET STRAN (A4 a ekvivalentů A4)

CELKEM	59	TEXTOVÁ ČÁST	59	GRAFICKÁ ČÁST	0
---------------	----	---------------------	----	----------------------	---

STRUČNÝ POPIS (MAX 10 ŘÁDEK) ZAMĚŘENÍ, TÉMA, CÍL POZNATKY A PŘÍNOSY	Diplomová práce se zabývá výzkumem ocelí legovaných hliníkem s cílem získání materiálů s nižší hustotou při zachování kvality mechanických vlastností. V experimentální části popisuje dvě oceli legované 5 hm.% a 7 hm.% hliníku. Práce je zaměřena na zjištění vlivu zvoleného tepelného zpracování na výslednou strukturu a termofyzikální a mechanické vlastnosti zkoumaných materiálů.
KLÍČOVÁ SLOVA ZPRAVIDLA JEDNOSLOVNÉ POJMY, KTERÉ VYSTIHUJÍ PODSTATU PRÁCE	oceli s nízkou hustotou, kappa fáze, oceli legované hliníkem, pružinové oceli, ložiskové oceli, tepelné zpracování

SUMMARY OF DIPLOMA SHEET

AUTHOR	Surname Bystřická	Name Tereza	
STUDY PROGRAMME	N0715A270014 - Material Science and Manufacturing Technology		
SUPERVISOR	Surname (Inclusive of Degrees) Dr. Ing. Nový	Name Zbyšek	
INSTITUTION	ZČU - FST - KKS		
TYPE OF WORK	DIPLOMA	BACHELOR	Delete when not applicable
TITLE OF THE WORK	The influence of thermo-mechanical processing on thermo.physical and mechanical properties of low density steel		

FACULTY	Mechanical Engineering	DEPARTMENT	KMM	SUBMITTED IN	2023
----------------	------------------------	-------------------	-----	---------------------	------

NUMBER OF PAGES (A4 and eq. A4)

TOTALLY	59	TEXT PART	59	GRAPHICAL PART	0
----------------	----	------------------	----	-----------------------	---

BRIEF DESCRIPTION TOPIC, GOAL, RESULTS AND CONTRIBUTIONS	The diploma thesis deals with the research of steels alloyed with aluminum to obtain materials with a lower density while maintaining the quality of the mechanical properties. The experimental part describes two different types of steels alloyed with 5 wt.% and 7 wt.% aluminum. The work is focused on determining the influence of the selected heat treatment on the resulting structure and thermophysical and mechanical properties of the investigated materials.
KEY WORDS	low-density steels, kappa phase, steel alloyed with aluminium, spring steels, bearing steels, heat treatment

Poděkování

Ráda bych poděkovala vedoucímu diplomové práce panu Dr. Ing. Zbyškovi Novému za odborné vedení, ochotu a trpělivost. Dále bych ráda poděkovala panu Ing. Jiřímu Hájkovi Ph.D za vstřícnost a pomoc při získávání údajů pro experimentální část diplomové práce.

Obsah

Přehled použitých zkratk a symbolů.....	10
Seznam obrázků	11
Seznam tabulek	14
Úvod.....	15
1. Oceli s nízkou hustotou	16
1.1. Vývoj mikrostruktur ocelí s nízkou hustotou	17
1.2. Rozdělení ocelí s nízkou hustotou	18
1.2.1. Feriticko-austenitické a austenitické oceli legované hliníkem.....	18
2. Tepelné zpracování pružinových a ložiskových ocelí.....	20
3. Experimentální materiál	22
3.1. Chemické složení experimentálního materiálu.....	22
3.2. Výroba experimentálního materiálu	23
3.3. Metalografické analýzy vzorků z výroby experimentálního materiálu	25
3.3.1. Analýza mikrostruktur z paty ingotu.....	25
3.3.2. Analýza mikrostruktur po válcování	27
3.3.3. Analýza mikrostruktur po rotačním kování	28
4. Stanovení termofyzikálních parametrů	29
4.1. Měření hustoty	29
4.2. Dilatometrická analýza fázových přeměn	30
4.2.1. Ohřev	30
4.2.2. Kalení	32
4.2.3. Popouštění	33
4.3. Metalografické analýzy po dilatometrii.....	34
4.3.1. Analýza mikrostruktur po ohřevu na definovanou teplotu a rychlém ochlazení	35
4.3.2. Analýza mikrostruktur po popouštění	39
5. Optimalizace tepelného zpracování	41
5.1. Režimy tepelného zpracování.....	42
5.1.1. Po válcování	42
5.1.2. Po rotačním kování.....	42
5.2. Měření tvrdosti	43
5.2.1. Po válcování	43
5.2.2. Po rotačním kování.....	45
5.3. Metalografické analýzy tepelně zpracovaných vzorků	46

5.3.1. Analýzy mikrostruktur po válcování a tepelném zpracování.....	46
5.3.2. Analýzy mikrostruktur po rotačním kování a tepelném zpracování	49
5.4. Tahová zkouška	52
6. Diskuze.....	55
Závěr.....	57
Použité zdroje.....	58

Přehled použitých zkratk a symbolů

A	tažnost
A_{c3}	teplota austenitizace
D	průměr
d_0	počáteční průměr
d_u	konečný průměr
EDS	elektronový disperzní spektrometr
L	délka
L_0	počáteční délka
L_u	konečná délka
M_s	martenzit start
P	perlit
R_m	mez pevnosti
$R_{p0,2}$	smluvní mez kluzu
SEM	skenovací elektronový mikroskop
TWIP	twinning induced plasticity
Z	kontrakce
γ	austenit
δ	delta ferit
κ	kappa karbid

Jednotky:

$^{\circ}\text{C}$	stupeň Celsia
cm	centimetr
g	gram
hm. %	hmotnostní procento
hod	hodina
kg	kilogram
km	kilometr
min	minuta
mm	milimetr
MPa	megapascal

Seznam obrázků

Obrázek 1: Izotermický řez fázovým diagramem Fe-30Mn-Al-C oceli při 1000 °C [4].....	17
Obrázek 2: Schéma jednotlivých struktur v ocelích s nízkou hustotou [9].....	18
Obrázek 3: Mikrostruktura duplexní oceli s nízkou hustotou po válcování [5].....	19
Obrázek 4: Graf závislosti času na teplotě izotermického kalení [15].....	20
Obrázek 5: Graf závislosti času na teplotě izotermického kalení s popouštěním na stejné teplotě [15]	21
Obrázek 6: Graf závislosti času na teplotě izotermického kalení s popouštěním na nižší teplotě [15]	21
Obrázek 7: Vakuová indukční pec [2].....	23
Obrázek 8: Ingoty experimentálních materiálů	23
Obrázek 9: Kování experimentálního materiálu	24
Obrázek 10: Válcování experimentálního materiálu.....	24
Obrázek 11: Vyválcované plechy	24
Obrázek 12: Mikrostruktura paty ingotu, tavba T22/032, zvětšení 50x.....	25
Obrázek 13: Mikrostruktura paty ingotu, tavba T22/033, zvětšení 50x.....	25
Obrázek 14: Mikrostruktura paty ingotu, tavba T22/032, zvětšení 1000x.....	26
Obrázek 15: Mikrostruktura paty ingotu, tavba T22/033, zvětšení 1000x.....	26
Obrázek 16: Měření podílu delta feritu, prahování, podélný směr, zvětšení 200x	26
Obrázek 17: Měření podílu delta feritu, prahování, příčný směr, zvětšení 200x.....	26
Obrázek 18: Mikrostruktura po válcování a žíhání, tavba T22/032, zvětšení 50x.....	27
Obrázek 19: Mikrostruktura po válcování a žíhání, tavba T22/032, zvětšení 200x.....	27
Obrázek 20: Mikrostruktura po válcování a žíhání, tavba T22/033, zvětšení 50x.....	27
Obrázek 21: Mikrostruktura po válcování a žíhání, tavba T22/033, zvětšení 200x.....	27
Obrázek 22: Mikrostruktura po rotačním kování, tavba T22/032, zvětšení 50x.....	28
Obrázek 23: Mikrostruktura po rotačním kování, tavba T22/032, zvětšení 200x.....	28
Obrázek 24: Mikrostruktura po rotačním kování, tavba T22/033, zvětšení 50x.....	28
Obrázek 25: Mikrostruktura po rotačním kování, tavba T22/033, zvětšení 200x.....	28
Obrázek 26: Dilatometr Linseis DIL L75 PT Horizontální	30
Obrázek 27: Závislost prodloužení a její derivace na teplotě, rychlost ohřátí 3 °C/min, tavba T22/032	31
Obrázek 28: Závislost prodloužení a její derivace na teplotě, rychlost ohřátí 3 °C/min, tavba T22/033	31
Obrázek 29: Určení teploty Ms, tavba T22/032	32
Obrázek 30: Určení teploty Ms, tavba T22/033	32

Obrázek 31: Závislost prodloužení a její derivace na teplotě, rychlost chlazení 3 °C/min, tavba T22/032	33
Obrázek 32: Závislost prodloužení a její derivace na teplotě, rychlost chlazení 3 °C/min, tavba T22/033	33
Obrázek 33: Optický světelný mikroskop Nikon Eclipse MA200 [3]	34
Obrázek 34: Optický světelný mikroskop Carl Zeiss Axio observer-Z1m [22]	34
Obrázek 35: Řádkovací elektronový mikroskop JEOLJSM-IT 500 HR [13]	34
Obrázek 36: Sada mikrostruktur pro dilatometrii, ohřev přerušen v uvedených teplotách, tavba T22/032, zvětšeno 1000x	35
Obrázek 37: Detail struktury po dilatometrii, teplota 840 °C, tavba T22/032, zvětšeno 1500x	36
Obrázek 38: Detail struktury po dilatometrii, teplota 960 °C, tavba T22/032, zvětšeno 1500x	36
Obrázek 39: Sada mikrostruktur pro dilatometrii, ohřev přerušen v uvedených teplotách, tavba T22/033, zvětšeno 1000x	37
Obrázek 40: Detail struktury po dilatometrii, teplota 810 °C, tavba T22/033, zvětšeno 3500x	38
Obrázek 41: Detail struktury po dilatometrii, teplota 900 °C, tavba T22/033, zvětšeno 3500x	38
Obrázek 42: Sada mikrostruktur pro dilatometrii, ohřev přerušen v uvedených teplotách, tavba T22/032, zvětšeno 10000x	39
Obrázek 43: Sada mikrostruktur pro dilatometrii, ohřev přerušen v uvedených teplotách, tavba T22/033, zvětšeno 10000x	40
Obrázek 44: Kalící pec Heraeus K 1250 Chamber Furnace [6]	41
Obrázek 45: Tvrdoměr Stuers DuraScan 50 [12]	43
Obrázek 46: Tvrdost vzorků po válcování a následném TZ	43
Obrázek 47: Tvrdost vzorků po válcování a následném TZ z vyšších austenitizačních teplot	44
Obrázek 48: Tvrdost vzorků po válcování a následném TZ, kaleno v různém prostředí	44
Obrázek 49: Tvrdost po rotačním kování a následném TZ	45
Obrázek 50: Sada mikrostruktur po válcování a následném TZ, s uvedenými teplotami popouštění, tavba T22/032, zvětšeno 1000x	46
Obrázek 51: Sada mikrostruktur po válcování a následném TZ, s uvedenými teplotami popouštění, tavba T22/033, zvětšeno 1000x	47
Obrázek 52: Sada mikrostruktur po válcování a následném TZ, s uvedenými austenitizačními teplotami, tavba T22/032, zvětšeno 200x	48
Obrázek 53: Mikrostruktura po rotačním kování a následném TZ, teplota popouštění 300 °C, tavba T22/032, zvětšení 1000x	49
Obrázek 54: Mikrostruktura po rotačním kování a následném TZ, teplota popouštění 700 °C, tavba T22/032, zvětšení 1000x	49

Obrázek 55: Mikrostruktura po rotačním kování a následném TZ, teplota popouštění 300 °C, tavba T22/033, zvětšení 1000x.....	49
Obrázek 56: Mikrostruktura po rotačním kování a následném TZ, teplota popouštění 700 °C, tavba T22/033, zvětšení 1000x.....	49
Obrázek 57: Mikrostruktura po rotačním kování a následném TZ, teplota popouštění 450 °C, tavba T22/032, zvětšení 5000x.....	50
Obrázek 58: Mikrostruktura po rotačním kování a následném TZ, teplota popouštění 550 °C, tavba T22/032, zvětšení 5000x.....	50
Obrázek 59: Mikrostruktura po rotačním kování a následném TZ, teplota popouštění 450 °C, tavba T22/033, zvětšení 5000x.....	51
Obrázek 60: Mikrostruktura po rotačním kování a následném TZ, teplota popouštění 550 °C, tavba T22/033, zvětšení 5000x.....	51
Obrázek 61: Zkušební stroj Zwick/Roell 250 kN s laserovým extenzometrem [18].....	52
Obrázek 62: Diagram tahové zkoušky T22/032.....	53
Obrázek 63: Diagram tahové zkoušky T22/033.....	54

Seznam tabulek

Tabulka 1: Chemické složení tavby T20/034 [2]	22
Tabulka 2: Chemické složení tavby T20/038 [2]	22
Tabulka 3: Porovnání chemického složení tavby T20/038 a taveb T22/032 a T22/033	23
Tabulka 4: Postup rotačního kování	24
Tabulka 5: Naměřené hodnoty hustoty	29
Tabulka 6: Naměřené teploty Ms	32
Tabulka 7: Obsah prvků v jednotlivých fázích tavby T22/032	36
Tabulka 8: Obsah prvků v jednotlivých fázích tavby T22/033	38
Tabulka 9: Teploty navržené pro tepelné zpracování po válcování	42
Tabulka 10: Teploty navržené pro tepelné zpracování po válcování, ochlazovací prostředí ..	42
Tabulka 11: Teploty navržené pro tepelné zpracování po rotačním kování	42
Tabulka 12: Hodnoty základních veličin získaných z tahové zkoušky T22/032	53
Tabulka 13: Hodnoty základních veličin získaných z tahové zkoušky T22/033	54

Úvod

Tato diplomová práce navazuje na bakalářskou práci s názvem „Mikrostrukturní analýzy zušlechtěné oceli legované hliníkem“ [2] a je součástí projektu „Národní centrum kompetence strojírenství, DP Pokročilá řešení dopravních komponent pro dopravní techniku“ [5] realizovaného ve výzkumné organizaci COMTES FHT.

Práce je zaměřena na vývoj oceli se sníženou hustotou. Tato ocel je jednou z nově vznikajících tříd konstrukčních materiálů, je legována hliníkem za účelem snížení hustoty při zachování požadovaných mechanických vlastností. Cílem práce je nalézt režim tepelného zpracování hliníkem legované oceli, který by zajistil vhodné vlastnosti materiálu odpovídající požadavkům na pružiny pro dopravní prostředky. Požadavky na pružiny představují komplexní soubor požadavků na pevnostní parametry, plastické vlastnosti, houževnatost, únavu aj. Předkládaná práce, vzhledem k tomu, že se jedná o vývoj zcela nového materiálu, byla zaměřena jen na část z těchto sledovaných parametrů, konkrétně na mez kluzu, mez pevnosti a na tažnost oceli. Kvantitativně byly požadavky stanoveny pro mez pevnosti, u které by mělo být dosaženo hodnoty 1500 MPa při tažnosti minimálně 5 %. Z toho důvodu je nutné se ve výsledné struktuře vyvarovat fázím, které se v ocelích legovaných hliníkem mohou vyskytovat, ale snižují její houževnatost. Je třeba zamezit výskytu síťoví karbidické κ -fáze, snížit procentuální výskyt δ -feritu a u zbylého δ -feritu zjemnit zrna. Pro zjištění optimálního režimu tepelného zpracování bude využita dilatometrická analýza fázových přeměn pro ohřátí materiálu a následné ochlazení při simulaci kalení a popouštění. Z výsledků těchto analýz budou pak vybrány režimy, které budou aplikovány na vzorky materiálů ze dvou vybraných taveb oceli legované hliníkem s různým chemickým složením. Tyto konkrétní tavby byly zvoleny na základě předchozích výsledků v projektu [2, 5] a poznatků z odborné literatury. Na vzorcích materiálu před i po tepelném zpracování bude prováděno měření mechanických vlastností spolu s metalografickou analýzou. Zjištěné údaje byly následně vyhodnoceny.

1. Oceli s nízkou hustotou

Oceli s nízkou hustotou na bázi Fe–Mn–Al–C jsou jednou z nově vznikajících tříd konstrukčních materiálů pro aplikace zejména v automobilovém, chemickém a leteckém průmyslu [4].

Se současnou rostoucí poptávkou po optimalizaci spotřeby paliva a se stále se zpřísňujícími zákony zabývajících se kontrolou emisí CO₂ je v automobilovém průmyslu kladen stále větší důraz na potřebu snižování hmotnosti produktů, a to se zachováním dosavadní kvality zejména z pohledu bezpečnosti cestujících. Podle studie Ivana Gutierrez-Urrutia [11] se snížením hmotnosti vozidla o 100 kg sníží produkce emisí CO₂ přibližně o 8,5 g na 1 km. Pro snížení hmotnosti automobilů se přijímají různé strategie, například konstrukční úpravy k odstranění nadbytečného materiálu nebo náhrada materiálů za materiály z tohoto hlediska vhodnější. Jako náhrada běžně používané oceli slouží často vysokopevnostní ocel, která poskytuje stejné mechanické vlastnosti při použití menších tloušťek stěn. Jinou možností je využití materiálu s nižší hustotou, kdy dojde ke snížení hmotnosti produktu i při zachování objemu použitého materiálu. Mezi takové materiály, které jsou dnes běžně k dispozici, patří zejména lehké slitiny, jako jsou slitiny hliníku a hořčíku, a různé kompozity. Tyto materiály ale ne vždy splňují vysoké požadavky na mechanické a tepelné namáhání. Proto se výzkum v dnešní době zaměřuje na vývoj lehkých ocelí s vysokou pevností a nízkou hustotou [11, 14].

Jedním z funkčních systémů a zároveň nejvíce prozkoumaným je systém na bázi Fe–Mn–Al–C. Tyto oceli byly původně vyvinuty v 80. a 90. letech minulého století jako levnější náhrada Fe–Cr–Ni–C nerezových ocelí kvůli cennému vlivu Mn a Al na mechanické vlastnosti a odolnost proti oxidaci. V posledním desetiletí se jejich výzkum obnovil a zaměřil se na tyto třídy oceli s vidinou vhodného použití pro lehké konstrukce karoserií automobilů odolné proti nárazu a konstrukční součásti v kryogenním průmyslu [4, 11].

Tyto oceli vykazují velký aplikační potenciál díky své dobré tažnosti a tvárnosti, vhodným mechanickým vlastnostem v tahu při pokojových i kryogenních teplotách a zároveň snížení hmotnosti produktu [10]. Přidáním 1 hm. % dochází ke snížení hustoty o 1,3 %. U ocelí na bázi Fe–Mn–Al–C se s úspěchem dosahuje snížení hustoty běžné oceli až o 18 %, díky vysokému obsahu Al (více než 10 hm. %) [11]. Kromě toho tyto oceli vykazují atraktivní vlastnosti, jako je vysoká absorpce energie, dobrá odolnost proti únavě a odolnost proti oxidaci při zvýšených teplotách [4].

Koncepce legování u ocelí s nízkou hustotou je v zásadě jednoduchá, ale samotná výroba bývá komplikovaná. Velké přídavky Mn a Al jsou obtížně zpracovatelné během procesu výroby Fe–Mn–Al–C ocelí. Mezi taveninou a žáruvzdornými materiály může docházet k intenzivním chemickým reakcím, které mohou vést k nečistotám a odchylkám chemických slitin [4]. Během procesu tavení a tuhnutí také Mn a Al reagují s atmosférickým kyslíkem, dusíkem a sírou, což vede k tvorbě AlN, MnS a řadě dalších těžkých oxidových vměstků [19]. V důsledku toho může během odlévání ocelí dojít k různým nežádoucím jevům, například k tvorbě povrchových defektů až trhlin, k vyloučení křehkých fází, k oduhličení. Aby se tyto obtíže překonaly, musí být zaváděny nové způsoby odlévání. Dále je třeba se zabývat uspořádáním mikrostruktury nejen po odlévání, ale i jejími úpravami pomocí tepelného zpracování [4].

1.1. Vývoj mikrostruktur ocelí s nízkou hustotou

Vytvoření a popis fázových diagramů Fe–Mn–Al–C není snadný úkol. Teprve v posledních deseti letech byly ve slitinách tohoto kvarterního systému identifikovány nové fáze a fázové přeměny [21]. Obecně mohou výslednou strukturu tvořit rovnovážné i nerovnovážné fáze. Fází matrice těchto ocelí může být buď ferit, austenit nebo jejich směs. Hliník je silný feritotvorný prvek. Při vyšším obsahu tohoto prvku je proto ferit značně stabilní. Tato stabilita feritu je ovšem nežádoucí pro budoucí úpravu mechanických vlastností pomocí tepelného zpracování. Proto je nutné vysoký obsah hliníku kompenzovat naopak austenitotvornými prvky jako jsou Mn a C. Tím lze dosáhnout austenitu alespoň při vyšších teplotách a docílit tak vhodných podmínek pro tepelné zpracování [5, 11].

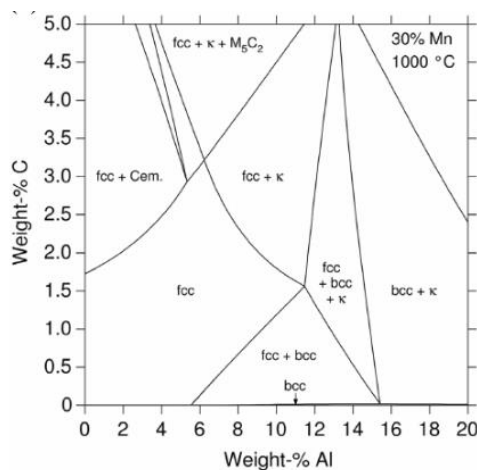
Ferit může být v těchto ocelích vyloučen v podobě α -feritu nebo δ -feritu, α -ferit vzniká precipitací z austenitu, zatímco δ -ferit tuhnutím rovnou z taveniny. Obě fáze mají stejnou krystalovou mřížku BCC, ale liší se v chemických gradientech [9].

Dále se v těchto ocelích objevují karbidy. Nejrelevantnější karbidy v ocelích s nízkou hustotou jsou MC, M_3C , $M_{23}C_6$ a M_7C_3 a zejména pak objemné $(Fe,Mn)_3AlC$, tzv. κ -karbidy [4]. Přestože se původně předpokládalo, že κ -karbidy negativně ovlivňují tažnost, v poslední době bylo zdokumentováno, že vhodným množstvím, velikostí, rozložením a morfologií se mechanické vlastnosti mohou dokonce zlepšit oproti běžným ocelím. Za velmi výhodnou morfologii jsou považovány nano κ -karbidy, které v případě vhodného homogenního rozložení v objemu zrna zabráňují šíření dislokací. Zato κ -karbidům lamelárním a vysráženým po hranicích zrn je třeba se vyhnout [5, 11].

Na obrázku č. 1 z National Institute for Materials Science [4] je zobrazen izotermický řez fázovým diagramem Fe-30Mn-Al-C oceli při 1 000 °C, vypočtený databází PrecHiMn-4. Tento diagram ukazuje, že stabilita austenitu s obsahem Al může být výrazně posílena zvýšeným obsahem C v rozmezí 0–1,5 hm. %. Například při 1 hm. % uhlíku je austenit stabilní i při 9–10 hm. % hliníku [4].

Dále lze z grafu vyčíst, že stabilita κ -fáze v austenitických ocelích Fe–Mn–Al–C je podmíněna vysokým obsahem Al a C. κ -karbidy jsou tedy stabilní pouze při velkém obsahu C a Al, například C > 1,5 hm. %, Al > 12 hm. %, nebo C > 3 hm. %, Al > 6 hm. % [4].

Zároveň byl proveden i termodynamický výpočet pro teplotu 600 °C. Zde se ukázal κ -karbid jako stabilní už při nižších hodnotách obsahu C a Al, konkrétně C > 1 hm. %, Al > 5 hm. % [4].



Obrázek 1: Izotermický řez fázovým diagramem Fe-30Mn-Al-C oceli při 1000 °C [4]

V průběhu lití reagují legující prvky Al a Mn se svým okolím a v ocelích se tak objevují nekovové vměstky. Zejména pak AlN, MnS, Al₂O₃ a jejich další kombinace. Vměstky AlN se tvoří v roztavené oceli s obsahem Al od 3 do 7 hm.%. S rostoucím obsahem Al roste množství těchto vměstků. AlN vměstky jsou nežádoucí kvůli svojí tvrdosti a křehkosti, a také kvůli nižšímu koeficientu tepelné roztažnosti. Nepravidelně tvarované vměstky MnS se vysrážejí během procesu tuhnutí. Vměstky MnS obecně nevhodně ovlivňují mechanické vlastnosti materiálů. Pokud jsou vysráženy po hranicích zrn, je toto ovlivnění ještě výraznější. Je tedy potřeba upravovat tavení a tuhnutí materiálu pro co nejnížší možný výskyt těchto vměstků. Nikdy se jich ovšem není možné zbavit zcela, proto je také vhodné se zaměřit na ideální rozložení, velikost a morfologii těchto vměstků. Je tedy klíčové prozkoumat charakteristiky a mechanismus tvorby nekovových vměstků v lehkých ocelích Fe–Mn–Al–C [19].

1.2. Rozdělení ocelí s nízkou hustotou

Fáze matrice ocelí s nízkou hustotou může být (jak bylo uvedeno výše) ferit, austenit nebo směs feritu a austenitu, a to v závislosti na relativním obsahu legujících prvků, jako je Al, C a Mn. Dělíme je do tří následujících skupin [5, 9]:

- feritické oceli (hm. % C < 0,03, 5 < hm. % Al < 8, hm. % Mn < 8)
- austenitické oceli (0,5 < hm. % C < 2, 8 < hm. % Al < 12, 15 < hm. % Mn < 30)
- duplexní oceli (0,1 < hm. % C < 0,7, 3 < hm. % Al < 10, 5 < hm. % Mn < 30)

Někteří autoři ještě dělí duplexní oceli podle podílu fází na duplexní oceli na bázi feritu a duplexní oceli na bázi austenitu. Přibližný náčrt struktury je uvedený na obrázku č. 2. Je zde vidět postupně zleva doprava: feritická struktura složená ze zrn δ -feritu, duplexní ocel na bázi feritu, kde je již patrný i γ -austenit, duplexní ocel na bázi austenitu a poslední je austenitická ocel [9].



Obrázek 2: Schéma jednotlivých struktur v ocelích s nízkou hustotou [9]

Feritické slitiny Fe–Al s nízkou hustotou mohou obsahovat až 5 % Mn, ale pouze velmi malé množství C. Tento typ slitin má velmi stabilní δ -feritovou strukturu, a to i při práci za vyšších teplot. Austenitické oceli s nízkou hustotou obsahují vyšší obsah Mn, typicky mezi 15 a 30 %, Al až 12 % a C až 2 %. Tento typ slitin má čistě austenitickou mikrostrukturu při vysokých pracovních teplotách. Rychlým ochlazením je pak možné dosáhnout rozpadu tohoto austenitu na základní struktury. Jak již bylo popsáno výše, na stabilitu feritu či austenitu má zásadní vliv podíl feritotvorného Al a austenitotvorných Mn a C. Proto u duplexních ocelí s nízkou hustotou bude právě na tomto podílu záviset podíl feritu a austenitu v mikrostruktuře [9].

1.2.1. Feriticko-austenitické a austenitické oceli legované hliníkem

Z hlediska vlastností a zpracování jsou nejslibnější austenitické oceli s nízkou hustotou. Mají velmi dobrou tažnost a absorpci energie podobně jako TWIP oceli s vysokým obsahem Mn. Rázová houževnatost těchto ocelí je o něco nižší než u Cr-Ni nerezových ocelí, ale je vyšší než u konvenčních vysokopevnostních ocelí [9, 16].

Zejména u menších taveb používaných ke studijním účelům je u ocelí Fe-Mn-Al-C výrazná mikro i makro segregace vzhledem k velkému množství legujících prvků. Proto je možné i v ocelích, které by měly být austenitické, narazit na δ -ferit v podobě dendritických útvarů. Této

segregaci se dá úspěšně zabránit zpracováním za tepla. Ohřátím na 1000–1250 °C po dostatečně dlouhou dobu se materiál do značné míry homogenizuje. Během válcování za tepla dochází k rekrytalizaci a výsledná mikrostruktura je tedy složená z austenitických zrn. V této austenitické struktuře se vyskytují žíhací dvojčata [9].

U austenitických ocelí je třeba si dát pozor na pomalé chladnutí po válcování za tepla, kdy dochází k vysrážení κ -karbidů a k fázové přeměně z γ -austenitu na α -ferit [4]. Jak karbidy, tak ferit se vylučují zejména po hranicích původních zrn austenitu, ale částečně i v objemu matrice a výrazně tak snižují mechanické vlastnosti materiálu. Proto jsou austenitické oceli s nízkou hustotou obvykle rychle ochlazovány z rozpouštěcích teplot, tedy kaleny do vody z teplot kolem 1100 °C na pokojovou teplotu. Tímto zpracováním se zabrání výskytu α -feritu. Výskytu κ -karbidů se zcela nezabrání, ale takto vysrážené karbidy b

udou asi 3–6krát menší než karbidy vysrážené pomalým chlazením. Pro ovlivnění výskytu, velikosti a morfologie karbidů je potřeba se zaměřit na tepelné zpracování s následujícím stárnutím. Jemné karbidy rovnoměrně rozmístěné v matrici jsou považovány za vhodné. Zabraňují pohybu dislokací a tím zvyšují mez kluzu. Zatímco hrubé karbidy nacházející se po hranicích zrn jsou naopak velmi nevhodné. Mají za následek závažnou ztrátu tažnosti [4, 9, 16].

Duplexní oceli s nízkou hustotou, zejména pak ty na bázi feritu jsou další slibnou alternativou. Tento typ ocelí Fe-Mn-Al-C vykazuje lepší kombinaci pevnosti a tažnosti ve srovnání s první generací vyspělých vysokopevnostních ocelí [9].

Duplexní Fe-Mn-Al-C oceli se vyznačují komplexní vícefázovou mikrostrukturou sestávající z δ -feritu, γ -austenitu a κ -karbidů [4]. Vzhledem k vysokému obsahu legur Mn a Al jsou ve výsledné struktuře výrazné makroskopické segregace těchto prvků. Během válcování za tepla se zrna δ -feritu prodlužují ve směru válcování. Výsledkem je orientovaná mikrostruktura rovnoběžná se směrem válcování, jak je vidět na obrázku č. 3 [4, 9].



Obrázek 3: Mikrostruktura duplexní oceli s nízkou hustotou po válcování [5]

Stabilita austenitu v duplexní mikrostruktuře závisí na množství jednotlivých prvků a parametrech zpracování. Zvyšováním množství Mn a C a zvyšováním rychlosti chlazení se zvyšuje i stabilita austenitu. Přeměna na α -ferit je tak potlačena a austenit se může zcela přeměnit na martenzit nebo jinou zákalnou strukturu. κ -karbidy jsou nejčastěji přítomny po hranicích feritických zrn [9].

Duplexní oceli na bázi feritu jsou složené z austenitových částic (10–40 %) homogenně rozložených v hrubozrnné matrici δ -feritu. Martenzitická transformace vyvolá v materiálu deformaci, kterou do značné míry zachytí ferit a nezpůsobuje tak významné vnitřní pnutí [9].

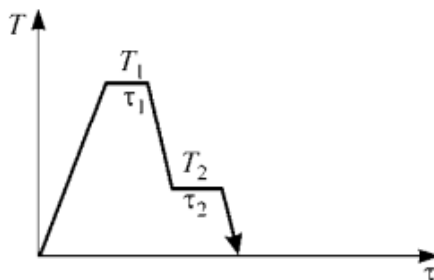
2. Tepelné zpracování pružinových a ložiskových ocelí

Výroba pružinového drátu pro vysoce namáhané aplikace sestává z tažení válcovaného polotovaru, které je střídáno různými operacemi předběžného a mezitepelného zpracování, jako žíhání na zrnitý perlit, normalizační žíhání [8].

Finálním souborem operací tepelného zpracování je zušlechťování, tedy sekvence kalení a popouštění. Pro volbu vhodného režimu konečného tepelného zpracování je potřeba brát v úvahu všechny výrobní procesy. Existuje řada faktorů, které při výrobě zásadně ovlivňují vlastnosti austenitu. Mezi základní faktory patří zejména původní struktura materiálu a množství plastické deformace za studena. Lze sem řadit ještě další faktory, například režimy předběžného tepelného zpracování. Zkoumáním těchto faktorů již při přípravě materiálu je možné zvolit režim tepelného zpracování tak, aby byla zajištěna homogenní jemnozrnná výsledná struktura. To zamezí situacím, kdy má v různých místech odebíraných vzorků materiál výrazně odlišné vlastnosti, což je častým problémem u pružinových ocelí [8].

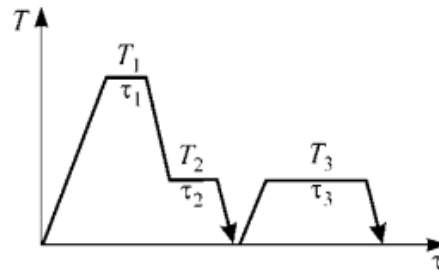
Pro strukturu pružinových ocelí se volí, a zejména v minulosti volila, troostitická struktura. Dnes se ukazuje, že optimální trvanlivost pružin zaručuje smíšená struktura dolního bainitu a martenzitu získaná po izotermickém kalení provedeném přerušením procesu ochlazování při kalení v intervalu mezi body odpovídajícími začátku a konci martenzitické transformace a speciálním popouštěním. Takováto struktura umožňuje až dvakrát větší únavovou životnost než původní troostitická struktura [15].

Například pro ocel 65G, která se často výhodně využívá pro pružiny, bylo zjištěno, že mechanické vlastnosti dosahují svých maximálních hodnot po ohřátí na teplotu 810 °C a následném izotermickém kalení při 300–330 °C, jak je vidět na obrázku č. 4. Jde tedy o ohřátí na teplotu 810 °C a výdrž 10 minut na této teplotě, následuje kalení v tavenině alkálií. Při teplotě 300–330 °C se chlazení na 2 minuty pozastaví, ke kalení tak dochází izotermicky. K dochlazení z této teploty na teplotu okolí dochází chlazením na vzduchu [15].



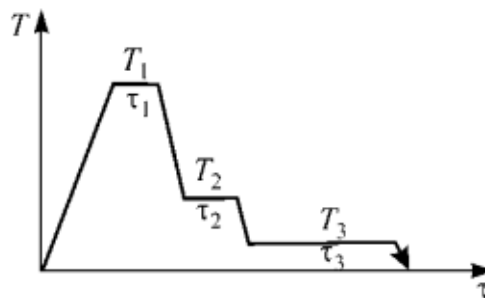
Obrázek 4: Graf závislosti času na teplotě izotermického kalení [15]

Takto získané mechanické vlastnosti lze ještě zlepšit, pokud je ocel po kalení na dolní bainit popouštěna na teplotu stejnou, jako je při izotermickém přerušení chlazení při kalení, jak je vidět na obrázku č. 5. Zde jde tedy o teplotu 300–330 °C udržovanou po dobu 2 hodin a následným chlazením na vzduchu [15].



Obrázek 5: Graf závislosti času na teplotě izotermického kalení s popouštěním na stejné teplotě [15]

Dalším typem popouštění, které se ukazuje jako vhodné, je popouštění z teploty 100 °C po dobu 3 hodin přímo z procesu kalení (nedochází zde k úplnému dochlazení na teplotu okolí a opětovnému nahřátí na 100 °C). Poté následuje chlazení na vzduchu. Tento režim je znázorněn na obrázku č. 6 [15].



Obrázek 6: Graf závislosti času na teplotě izotermického kalení s popouštěním na nižší teplotě [15]

Izotermické kalení ovšem není výhodné vždy. Například pro vysoce výkonné, levné a velké pružiny z oceli 38Si7 pro železniční spony se jako optimální režim tepelného zpracování ukázalo ohřátí na teplotu 900 °C, výdrž 30 minut, chlazení do vody s následným popouštěním. Teplota popouštění je 430 °C, výdrž 60 minut, a následuje chlazení na vzduchu. S výslednou mikrostrukturou složenou z popouštěného martenzitu a jehlicovitého martenzitu v matici. Takto kalená ocel 38Si7 má zvýšené celkové mechanické vlastnosti a snížené povrchové oduhličení [20].

Ložiskové oceli, stejně jako oceli pružinové, vykazují nejlepší vlastnosti při izotermickém kalení. Jako ideální se pro ně jeví duplexní struktura složená z dolního bainitu a martenzitu. Také je vhodné, aby se martenzit vylučoval jako první, je tedy nutné chlazením při kalení podkročit martenzit start. Dále se pro vyloučení bainitu přejde k izotermickému kalení na určité teplotě. Takto vytvořená struktura vykazuje kombinaci vysoké tvrdosti a tepelné stability, která je u této kategorie ocelí zcela zásadní [7, 17].

Pokročilá ložisková ocel ZWZ12 (X82WMoCrV6-5-4) s lepší tvrdostí, prokalitelností a pevností než konvenční oceli je kalena následujícím způsobem. Ohřátí na teplotu austenitizace 880 °C po dobu 30 minut. Izotermické kalení probíhá při teplotě 200 °C a výdrž na této teplotě je kolem 6 hodin. Tato dlouhá výdrž na teplotě 200 °C a následné ochlazení na vzduchu slouží zároveň i jako popouštění. To tedy již není třeba a čas 6,5 hodiny potřebný ke kalení díky tomu není o tolik delší než izotermické kalení s popouštěním popsané u pružinových ocelí. Výsledná mikrostruktura je jemná a jednotná martenzito-bainitická. Takto tepelně zpracovaná ocel má vyšší houževnatost a tvrdost s pouze minimálním snížením pevnosti v tahu oproti výsledkům při konvenčním způsobu kalení [7].

3. Experimentální materiál

3.1. Chemické složení experimentálního materiálu

Tato diplomová práce navazuje na moji bakalářskou práci „Mikrostrukturní analýzy zušlechtné oceli legované hliníkem“ [2] a je součástí projektu „Národní centrum kompetence strojírenství, DP Pokročilá řešení dopravních komponent pro dopravní techniku“, který je realizován ve výzkumné organizaci COMTES FHT.

Pro zmíněnou bakalářskou práci byly vybrány materiály na základě studie [1] pomocí výpočtů provedených v software JMatPro, dat z literatury a výsledků vlastních měření s využitím různých analytických technik. Zásadními faktory pro výběr těchto materiálů byly hmotnost, mez kluzu, Youngův modul a cena. Bylo odlito 8 ingotů s různým obsahem Mn a Al, jejichž obsahy byly optimalizovány [2, 5]. Konkrétní chemické složení je uvedeno v tabulkách č. 1 a 2. Ve výše odkazované bakalářské práci [2] byly uváděny výsledky experimentů provedených na tučně vyznačených tavných A a C.

Tabulka 1: Chemické složení tavby T20/034 [2]

T20/034								
Prvek	Předpis	Skutečnost	Předpis	Skutečnost	Předpis	Skutečnost	Předpis	Skutečnost
		A		B		C		D
C	0,7	0,72	0,7	0,71	0,7	0,73	0,7	0,69
Si	1,5	1,48	1,5	1,51	1,5	1,55	1,5	1,49
Mn	0,5	0,42	0,5	0,45	0,5	0,52	1	0,91
Cr	2	2,04	2	2,01	2	1,99	2	1,98
Ni	0,5	0,5	0,5	0,56	0,5	0,57	0,5	0,56
Al	5	4,93	6	6,4	7	7,1	7	7,1
B	0,005	0,0053	0,005	0,0056	0,005	0,006	0,005	0,0056

Tabulka 2: Chemické složení tavby T20/038 [2]

T20/038								
Prvek	Předpis	Skutečnost	Předpis	Skutečnost	Předpis	Skutečnost	Předpis	Skutečnost
		A		B		C		D
C	0,7	0,72	0,7	0,71	0,7	0,73	0,7	0,69
Si	1,5	1,45	1,5	1,45	1,5	1,43	1,5	1,44
Mn	0,1	0,11	0,1	0,11	0,1	0,11	0,5	0,48
Cr	2	1,99	2	2	2	2,04	2	2,03
Ni	0,5	0,52	0,5	0,54	0,5	0,55	0,5	0,56
Al	5	5,1	6	6,1	7	7,2	7	7,1
B	0,005	0,0053	0,005	0,0051	0,005	0,0049	0,005	0,0052

Na základě výsledků experimentálního zkoumání těchto materiálů [5] bylo stanoveno nové vylepšené chemické složení pro dvě tavby, které je uvedeno v tabulce č. 3. Tyto tavby T22/032 a T22/033 budou dále zkoumány, popsány a porovnány v této diplomové práci.

Tabulka 3: Porovnání chemického složení tavby T20/038 a taveb T22/032 a T22/033

Tavba	T20/038	T20/038	T20/038	T20/038	T22/032	T22/033	
Prvek	A	B	C	D	F	H	tolerance
C	0.7	0.7	0.7	0.7	0.7	1.05	$0^{+0,02}_{-0,01}$
Si	1.45	1.45	1.43	1.44	0.1	0.15	$0^{+0,02}_{-0,04}$
Mn	0.1	0.1	0.1	0.5	0.5	0.5	$0^{+0,1}_{-0,1}$
Cr	2	2	2	2	2	2	$0^{+0,1}_{-0,1}$
Ni	0.5	0.5	0.5	0.5	1	1.5	$0^{+0,10}_{-0,15}$
Al	5	6	7	7	7	5	$0^{+0,1}_{-0,1}$
S					max. 0,01	max. 0,01	

Chemické složení tavby T22/032 bylo upraveno s cílem zachovat duplexní strukturu původních taveb, s optimalizovaným poměrem jednotlivých fází, a zlepšit mechanické vlastnosti. Snížilo se množství Si a B, naopak se zvýšilo množství Ni. Chemické složení tavby T22/033 bylo pozměněno tak, aby se při ohřevu nad teplotu A_{c3} docílilo zcela austenitické mikrostruktury materiálu bez obsahu delta feritu (vysokoteplotní modifikace feritu). Zvýšil se obsah Mn a C a zároveň se zvýšil obsah Ni, stejně jako u první tavby pro zlepšení mechanických vlastností.

3.2. Výroba experimentálního materiálu

Výše popsané materiály T22/032 a T22/033 byly připraveny ve vakuové indukční peci (obrázek č. 7) ve firmě COMTES FHT. Tavby o daném chemickém složení byly dále lity do kovových kokil. Vznikly tak odlitky (obrázek č. 8) o rozměrech $D = 110 \text{ mm}$, $L = 500 \text{ mm}$ a hmotnosti cca 50 kg. Vysoký obsah hliníku, charakteristický pro oceli se sníženou hustotou, způsobuje masivní dezoxidaci. Díky tomu není nutné používat jiná dezoxidační činidla, ale je kvůli tomu potřeba shrnovat velké množství strusky v průběhu tavení. Procesy tavení i lití do kokil proběhly ve vakuu.



Obrázek 7: Vakuová indukční pec [2]



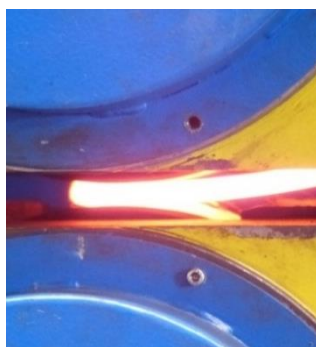
Obrázek 8: Ingoty experimentálních materiálů

Po odebrání hlavy a paty ingotů následovalo homogenizační žhání ingotů pro zamezení segregace velkého množství legujících prvků. Odlitky byly postupně 3 hodiny ohřívány na teplotu 550 °C, po 2 hodinách výdrže na této teplotě byly dále postupně 2 hodiny ohřívány na teplotu 870 °C, kde byla prodleva 1,15 hodiny. Po dalších 2 hodinách se teplota dostala až na danou teplotu 1130 °C, zde byla prodleva 8 hodin. Následovalo pomalé ochlazování v peci. Mezi teplotou 880 °C a 450 °C se hlídala rychlost 20 °C/hod.

Obrobky byly rozděleny na polovinu a dále zpracovány za tepla kování (obrázek č. 9) a válcováním (obrázek č. 10). Teplota kování byla v rozmezí 900–1180 °C. Velikost polotovaru po pēchování byla Ø145x120 mm, následovalo postupné prodlužování na výslednou velikost 45x150 mm. Takto připravené polotovary byly natřeny ochranným nátěrem Stopoxy B200. Po ohřevu na 1180 °C byly válcovány na 4 průchody. Vyválcované plechy o tloušťce 14 mm (obrázek č. 11) byly rovnány pod lisem.



Obrázek 9: Kování experimentálního materiálu



Obrázek 10: Válcování experimentálního materiálu



Obrázek 11: Vyválcované plechy

Válcované plechy byly poté rozřezány na hranoly o rozměrech 15–17 x 14 x 150 mm. Ty byly dále ručně kulaceny broušením. Následovalo rotační kování za tepla na výsledný průměr 5,2 mm a délku 640–800 mm. Postupné rotační kování bylo prováděno po ohřevu na 1100 °C. Počáteční doby ohřevu polotovarů v peci byly 30 minut, se zmenšujícím se průměrem se prodleva zmenšovala až na 10 minut. Každé zmenšení průměru bylo kováno nadvakrát s využitím dohřevu. Postupné úběry lze vidět v tabulce č. 4. Na závěr byly dráty za studena dokovány na konečný rozměr 5,2 mm a doleštěny.

Tabulka 4: Postup rotačního kování

Kování z rozměru [mm]	Teplota [°C] / prodleva [min]	Dohřev [min]	Kování z rozměru [mm]	Teplota [°C] / prodleva [min]	Dohřev [min]
15 – 13,2	1100 / 30	10	9 – 8	1100 / 15	10
13,2 – 11	1100 / 30	10	8 – 7,2	1100 / 10	5
11 – 10	1100 / 30	10	7,2 – 6,4	1100 / 10	5
10 – 9	1100 / 20	10	6,4 – 5,72	1100 / 10	5

3.3. Metalografické analýzy vzorků z výroby experimentálního materiálu

Vzorky odebrané v určitých fázích přípravy experimentálního materiálu byly vždy za tepla zalaty do černé fenolové montážní pryskyřice (MultiFast) v zařízení CitoPress-5. Jedná se o jednoválcový lis pro zalévání za tepla. Zalité vzorky o průměru 30 mm byly označeny a následně broušeny a leštěny na stolní brusce/leštičce Tegamin. Byly použity brusné papíry o drsnosti od 320 zrn/cm² po 1200 zrn/cm². Následovalo mechanické a chemické leštění. Vyleštěné povrchy byly pro zviditelnění struktury naleptány Nitalem. Dále byly vzorky pozorovány optickým světelným mikroskopem Nikon Eclipse MA200. Měření a dokumentace probíhaly pomocí softwaru pro analýzu obrazu NIS elements.

3.3.1. Analýza mikrostruktur z paty ingotu

Ihned po odlití byly odebrány vzorky z paty ingotu o velikosti 20 x 15 x 30 mm.

Na obrázku č. 12 je vidět že tavba T22/032 tuhla z velké části dendriticky s patrným značným odmíšením. Tato skutečnost je podpořena především náchylností materiálu k tvorbě vysokoteplotní fáze delta feritu. Tavba T22/033 je výrazně více homogenní, jak vyplývá z obrázku č. 13. Vysokoteplotní ferit se zde nevyskytuje, strukturu tedy tvoří výhradně perlit jako produkt eutektoidní reakce.



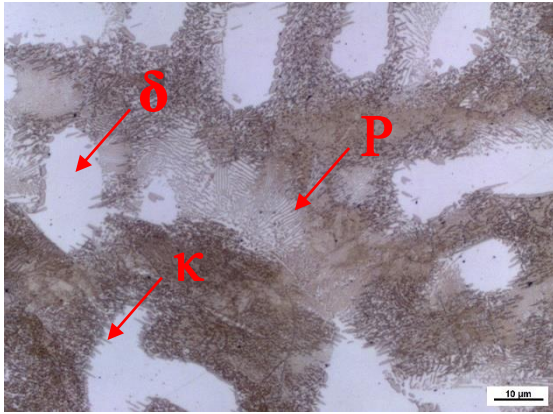
Obrázek 12: Mikrostruktura paty ingotu, tavba T22/032, zvětšení 50x



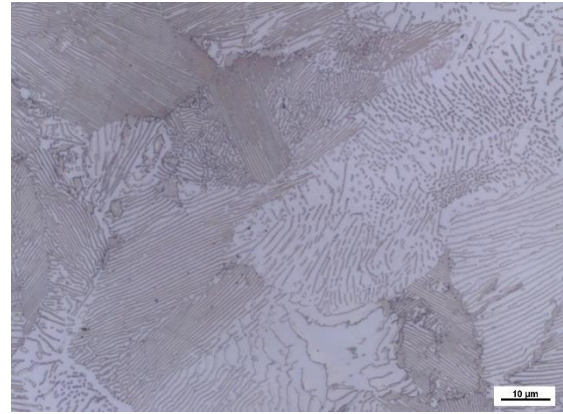
Obrázek 13: Mikrostruktura paty ingotu, tavba T22/033, zvětšení 50x

U všech vzorků odebraných v průběhu výroby experimentálního materiálu je možné pozorovat oduhlíčení v menší či větší míře. Tomuto jevu se dá částečně zabránit nátěry proti oduhlíčení. Případně se tato vrstva před použitím materiálu odbrousí.

Při větším zvětšení jsou na obrázku č. 14 dobře viditelné jednotlivé fáze tavby T22/032. Jedná se o perlitické tmavé části, o světlá zrna delta feritu a na jejich hranicích o drobné kapa karbidy. Na obrázku č. 15 lze u tavby T22/033 pozorovat lamelární vyloučení cementitu ve výrazně větších zrnech perlitu než u předchozí tavby. Po hranicích původních austenitických zrn, se zde vyskytují drobné kapa karbidy.

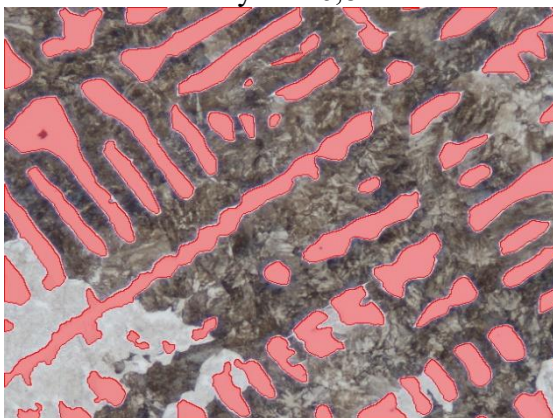


Obrázek 14: Mikrostruktura paty ingotu, tavba T22/032, zvětšení 1000x

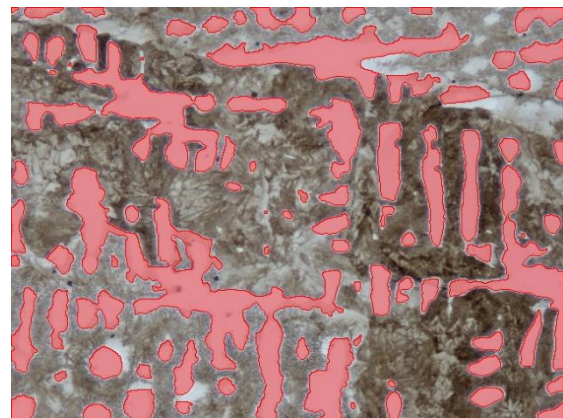


Obrázek 15: Mikrostruktura paty ingotu, tavba T22/033, zvětšení 1000x

Pro tavbu T22/032 byl stanoven podíl delta feritu ve struktuře pomocí analýzy obrazu. Měření probíhalo při zvětšení 200x na pěti snímcích. Příklad prahování feritu na snímcích z podélného a příčného směru je vidět na obrázcích č. 16 a 17. Naměřený podíl feritu v případě podélného směru je 26,18 % se směrodatnou odchylkou 2,75 % a v případě příčného směru je 32,4 % se směrodatnou odchylkou 6,8 %.



Obrázek 16: Měření podílu delta feritu, prahování, podélný směr, zvětšení 200x

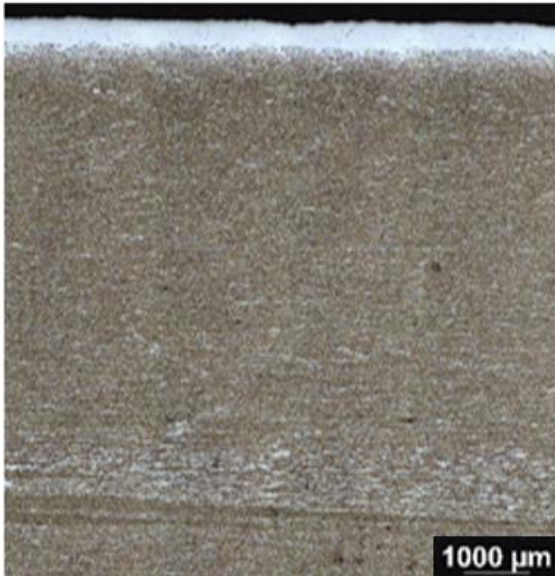


Obrázek 17: Měření podílu delta feritu, prahování, příčný směr, zvětšení 200x

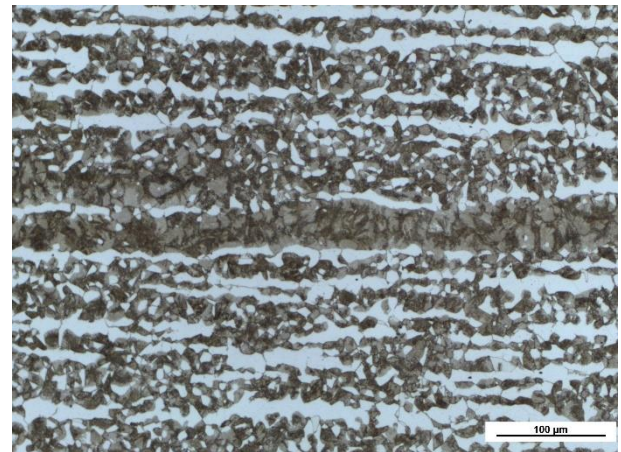
3.3.2. Analýza mikrostruktur po válcování

Po válcování byly z plechů odebrány vzorky o velikosti 20 x 14 x 20 mm.

Na obrázku č. 18 je patrné řádkování perliticko-feritické struktury způsobené válcováním vícefázové struktury u tavby T22/032. Dále je vidět, že se delta ferit rozpadl z původních dendritických útvarů na poměrně jemná zrna ve většině objemu vzorku. Uprostřed vzorku, kde došlo k malému protváření, lze pozorovat dlouhé řádky feritu. Na tento úkaz se zaměřuje přiblížení na obrázku č. 19.



Obrázek 18: Mikrostruktura po válcování a žihání, tavba T22/032, zvětšení 50x

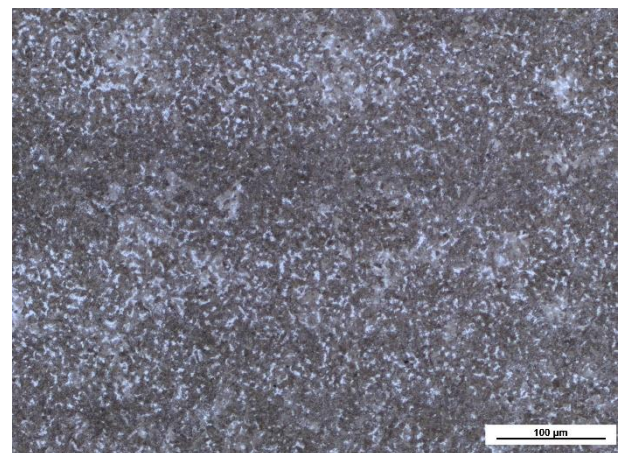


Obrázek 19: Mikrostruktura po válcování a žihání, tavba T22/032, zvětšení 200x

Na obrázku č. 20 lze také pozorovat řádkování. Vzhledem k tomu, že se v tavbě T22/033 nevyskytuje delta ferit, není tak patrné jako u předchozí tavby. Opět je nejvýraznější uprostřed vzorku, je způsobeno světlejšími a tmavšími oblastmi perlitu, což je lépe viditelné při přiblížení na obrázku č. 21.



Obrázek 20: Mikrostruktura po válcování a žihání, tavba T22/033, zvětšení 50x

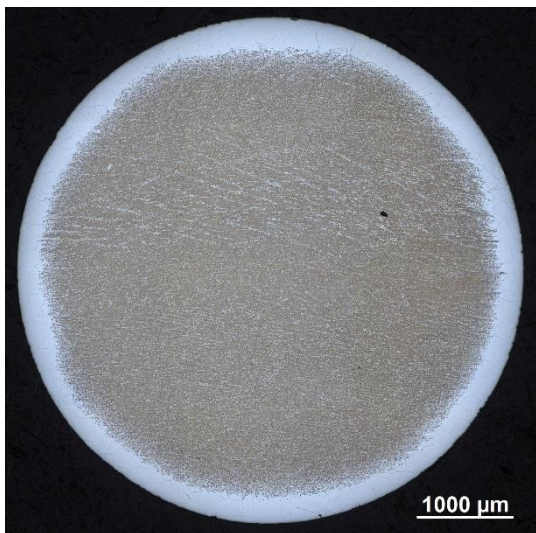


Obrázek 21: Mikrostruktura po válcování a žihání, tavba T22/033, zvětšení 200x

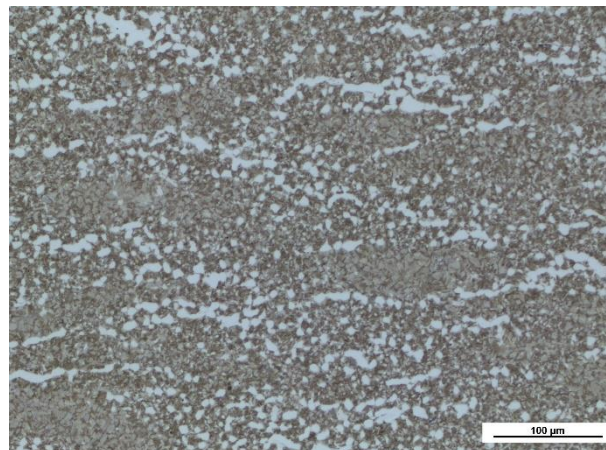
3.3.3. Analýza mikrostruktur po rotačním kování

Po rotačním kování byly z drátů odebrány vzorky o průměru 5,2 mm a délce 10 mm.

Rotačním kováním se nepodařilo zcela odstranit řádkování perliticko-feritické struktury u tavby T22/032 způsobené předchozím válcováním, jak je vidět na obrázku č. 22. Přesto lze při větším zvětšení zachyceném na obrázku č. 23 pozorovat zlepšení v rozložení delta feritu. Dlouhé protažené řádky z válcování se alespoň částečně rozbily a zrna delta feritu jsou tak výrazně jemnější i v místě největší heterogenity.

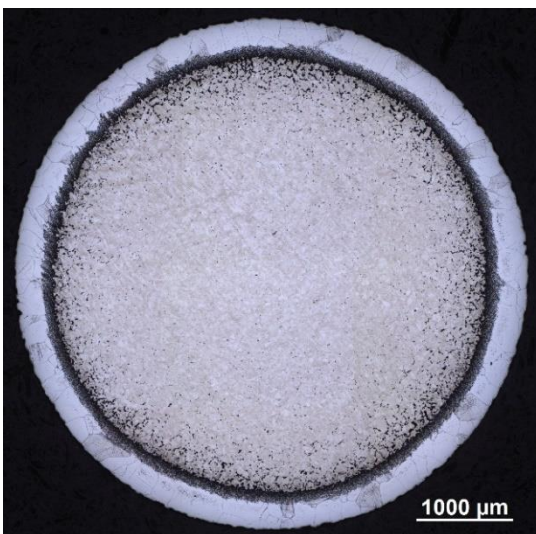


Obrázek 22: Mikrostruktura po rotačním kování, tavba T22/032, zvětšení 50x

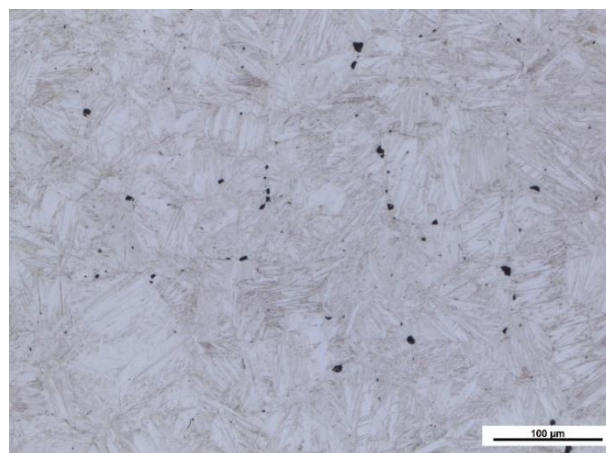


Obrázek 23: Mikrostruktura po rotačním kování, tavba T22/032, zvětšení 200x

U tavby T22/033 došlo rotačním kováním k podstatně výraznější změně struktury. Při vysokých teplotách kování došlo k austenitizaci a vzhledem k vysokému obsahu uhlíku a dalších legur u této tavby stačila rychlost ochlazování po kování k přeměně na základnou strukturu. Zároveň došlo k velmi výraznému oduhličení povrchu, jak je vidět na obrázku č. 24. Při větším zvětšení můžeme u středu drátu na obrázku č. 25 pozorovat již zmíněnou základnou strukturu, konkrétně bainit. Dále se zde nachází tmavé útvary (produkty oxidace), které dokazují, že oduhličení probíhalo částečně až do středu drátu.



Obrázek 24: Mikrostruktura po rotačním kování, tavba T22/033, zvětšení 50x



Obrázek 25: Mikrostruktura po rotačním kování, tavba T22/033, zvětšení 200x

4. Stanovení termofyzikálních parametrů

4.1. Měření hustoty

Hlavním důvodem legování oceli hliníkem je snížení její hustoty. Po odlití dvou zkoumaných taveb byly proto provedeny dvě metody měření hustoty: gravimetrické měření a hydrostatické vážení. Zkoušené vzorky taveb T22/032 a T22/033 byly ve tvaru válce.

Gravimetrické měření využívá přesné měření rozměrů a váhy zkoušeného vzorku. Hodnota hustoty se získá následným výpočtem pomocí vzorce (1).

$$\rho = \frac{m}{V} [kg * m^{-3}] \quad (1)$$

Rozměry válců zkoumaných materiálů, z nichž byly vypočítány jejich objemy, byly měřeny s přesností na setinu milimetru. Hmotnost byla měřena na váze KERN ABJ-NM 220 s rozlišením 0,100 mg. Vypočítané hodnoty jsou uvedeny v tabulce č. 5.

Hydrostatické vážení využívá přesné vážení vzorku na vzduchu a zcela ponořené v kapalině o známé hustotě. Hodnota hustoty vzorku se získává výpočtem pomocí vzorce (2). Kde ρ_o je hustota měřené oceli, ρ_k je hustota kapaliny, Z je naměřená hmotnost vzorku a Z' je naměřená hmotnost vzorku ponořeného v kapalině.

$$\rho_o = \frac{Z * \rho_k}{Z - Z'} [kg * m^{-3}] \quad (2)$$

Toto vážení probíhalo na váze KERN ABJ-NM 220 s rozlišením 0,100 mg. Vybranou kapalinou k ponoření vzorku byla voda. Vypočítané hodnoty jsou uvedeny v tabulce č. 5.

Tabulka 5: Naměřené hodnoty hustoty

tavba	hustota – gravimetrické měření	hustota – hydrostatické vážení
T22/032	7,076	7,0689
T22/033	7,180	7,1901

4.2. Dilatometrická analýza fázových přeměn

Dilatometrická analýza je experimentální metoda, která zaznamenává závislost změny rozměrů materiálu na teplotě nebo na čase. Tyto změny objemu se sledují při zanedbatelném zatížení vzorku ve speciální atmosféře, za změny teploty.

Měří a zaznamenává se relativní prodloužení materiálu v závislosti na teplotě. U kovového materiálu, ve kterém neprobíhají transformace, se prodloužení vzorku s rostoucí teplotou mění lineárně podle vztahu (3), kde Δl je velikost dálkové změny, l_0 je počáteční délka tělesa při dané počáteční teplotě t_0 , Δt je rozdíl výsledné teploty t počáteční teploty t_0 a α je součinitel teplotní roztažnosti.

$$\Delta l = \alpha l_0 (t - t_0) = \alpha l_0 \Delta t \text{ [mm]} \quad (3)$$

Proto se sledují případné odchylky od této přímé úměrnosti, které znázorňují fázové transformace, popřípadě magnetické změny v materiálu, které se následně interpretují na základě předchozích zkušeností.

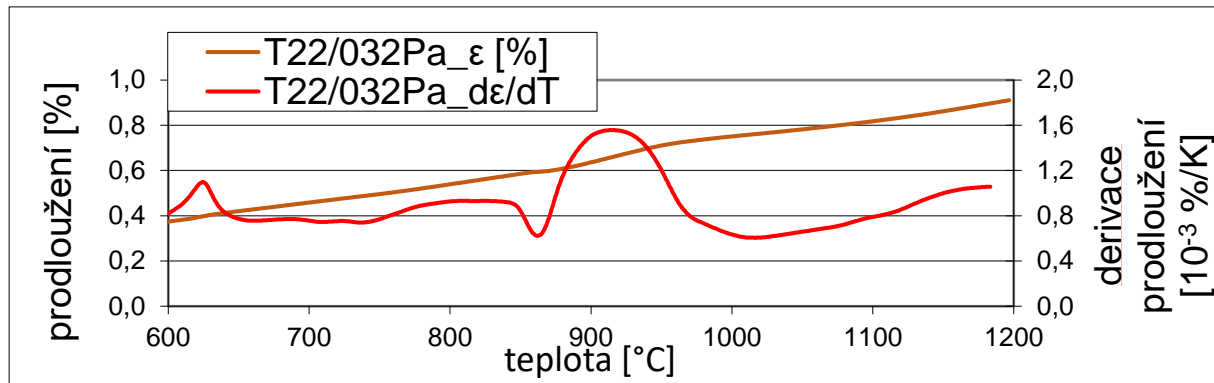
Pro dvě tavby T22/032 a T22/033 byla provedena dilatometrická měření na dvou pracovištích v COMTES FHT pomocí přístroje Linseis DIL L75 PT Horizontální (obrázek č. 26), a na ZČU na přístroji deformační kalici dilatometr Linseis L78 RITA. Pro potvrzení výsledků byla tato měření prováděna opakovaně.



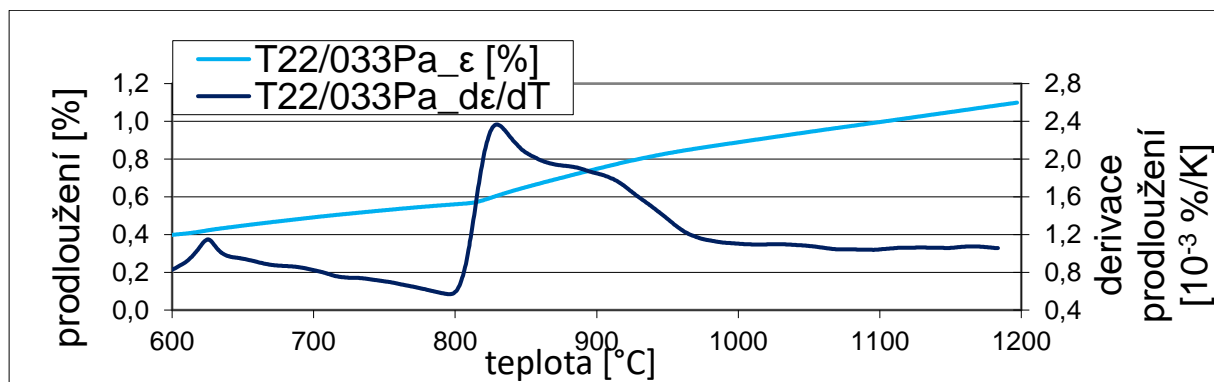
Obrázek 26: Dilatometr Linseis DIL L75 PT Horizontální

4.2.1. Ohřev

Pro získání teploty austenitizace bylo provedeno dilatometrické měření pro ohřev v peci rychlostí 3 °C/min na výslednou hodnotu 1200 °C. Zaznamenaná závislost změny objemu a její derivace na teplotě je uvedena pro tavbu T22/032 na obrázku č. 27 a pro tavbu T22/033 na obrázku č. 28.



Obrázek 27: Závislost prodloužení a její derivace na teplotě, rychlost ohřátí 3 °C/min, tavba T22/032



Obrázek 28: Závislost prodloužení a její derivace na teplotě, rychlost ohřátí 3 °C/min, tavba T22/033

Na obrázku č. 27. můžeme pozorovat několik odchylek od přímo úměrné změny objemu. Pro jejich zvýraznění se v grafu udává hodnota derivace naměřené dilatometrické křivky. Je patrné, že k první výraznější změně dochází přibližně při 630 °C. Zde se jedná o takzvaný „Currie point“, kdy dochází ke změně objemu změnou magnetických vlastností, nejedná se tedy ještě o fázovou přeměnu. První fázová přeměna se nachází kolem teploty 740 °C, kde je nárůst objemu pravděpodobně způsoben rozpadem cementitu. Mezi teplotami 800 a 900 °C dochází k výrazným změnám objemu, které odpovídají austenitizaci a rozpouštění kappa karbidů. Vzhledem k tomu, že se tyto procesy překrývají a mají opačný vliv na změnu objemu, je interpretace dilatometrických projevů v této oblasti náročná. Austenitizace projevující se poklesem objemu začíná při teplotě 840 °C a od teploty 860 °C se přidává rozpouštění karbidů. Nad teplotou 910 °C můžeme s jistotou konstatovat, že rozpouštění kappa karbidů již zcela proběhlo. Na základě výsledků dilatometrického měření lze stanovit teplotu kalení pro tuto tavbu 930 °C.

Na obrázku č. 28 je na první pohled patrné, že průběh derivace změny objemu se od předchozí tavby liší. Společný mají „Currie point“ nad teplotou 600 °C. U tavby T22/032 dochází k rozpouštění kappa karbidů již od teploty 800 °C. Začátek austenitizace je zde přibližně od 810 °C. Opět je problematické určit všechny hodnoty teplot pro jednotlivé fázové přeměny z důvodu překrytí dvou různých procesů. Austenitizace je dokončena zřejmě při teplotě 870 °C. Na základě výsledků dilatometrického měření lze stanovit teplotu kalení pro tuto tavbu 900°C.

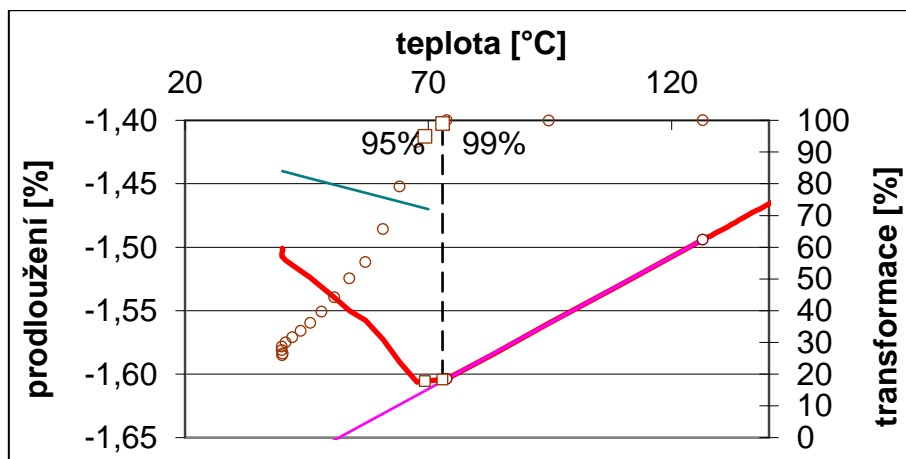
4.2.2. Kalení

Dilatometrie simulující kalení byla provedena zejména pro určení teploty Ms. Teplota austenitizace byla zvolena na základě výsledků předchozích dilatometrických analýz pro ohřev. Pro tavbu T22/032 byla zvolena teplota austenitizace 930 °C, pro tavbu T22/033 to bylo 900 °C. Doba austenitizace byla pro obě tavby stanovena na 20 minut. Vzhledem k jisté závislosti martenzitické transformace a jejího počátku na rychlosti ochlazování byly zvoleny dvě rychlosti ochlazování 50 °C/s a 100 °C/s. Opět bylo toto měření opakováno dvakrát pro každou rychlost ochlazování pro potvrzení výsledků. Naměřené teploty Ms pro jednotlivé tavby a rychlosti ochlazování jsou uvedeny v tabulce č. 6.

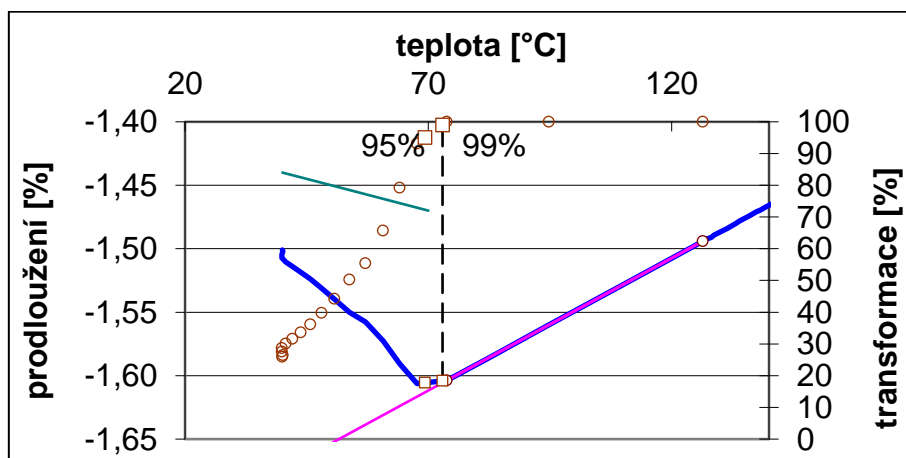
Tabulka 6: Naměřené teploty Ms

tavba	rychlost ochlazování	
	50 °C/s	100 °C/s
T22/032	55±4,9	76±3,5
T22/033	115±6,6	131±0,7

Na obrázcích 29 a 30 jsou vybrané grafy závislosti prodloužení na teplotě při rychlém ochlazení, na nichž lze vidět určování teploty Ms. Porovnáním těchto obrázků lze sledovat odlišné hodnoty teploty Ms v závislosti na obsahu hliníku.



Obrázek 29: Určení teploty Ms, tavba T22/032



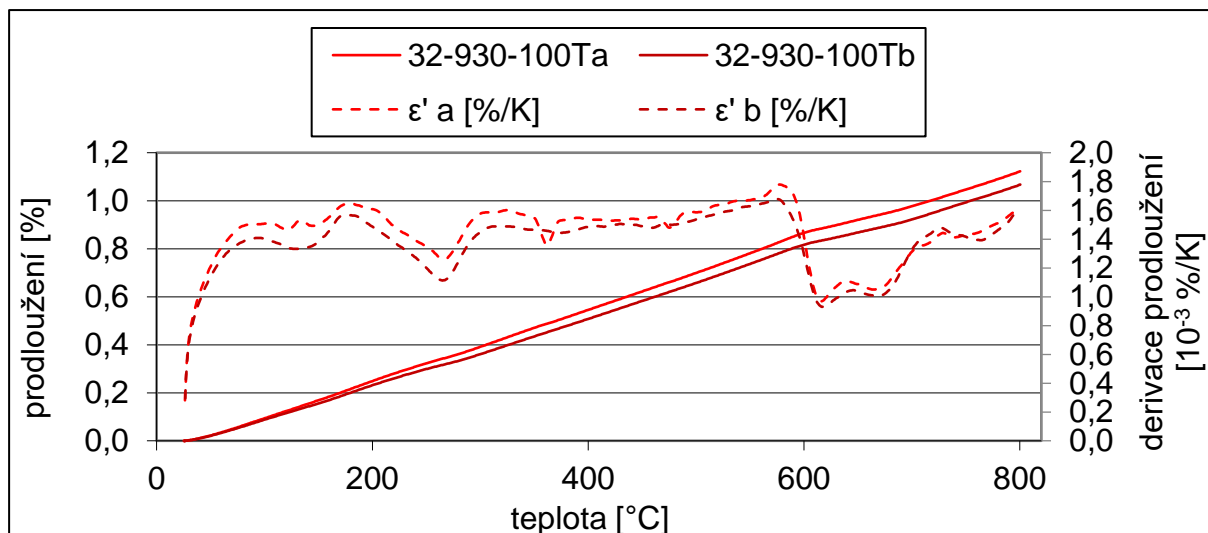
Obrázek 30: Určení teploty Ms, tavba T22/033

4.2.3. Popouštění

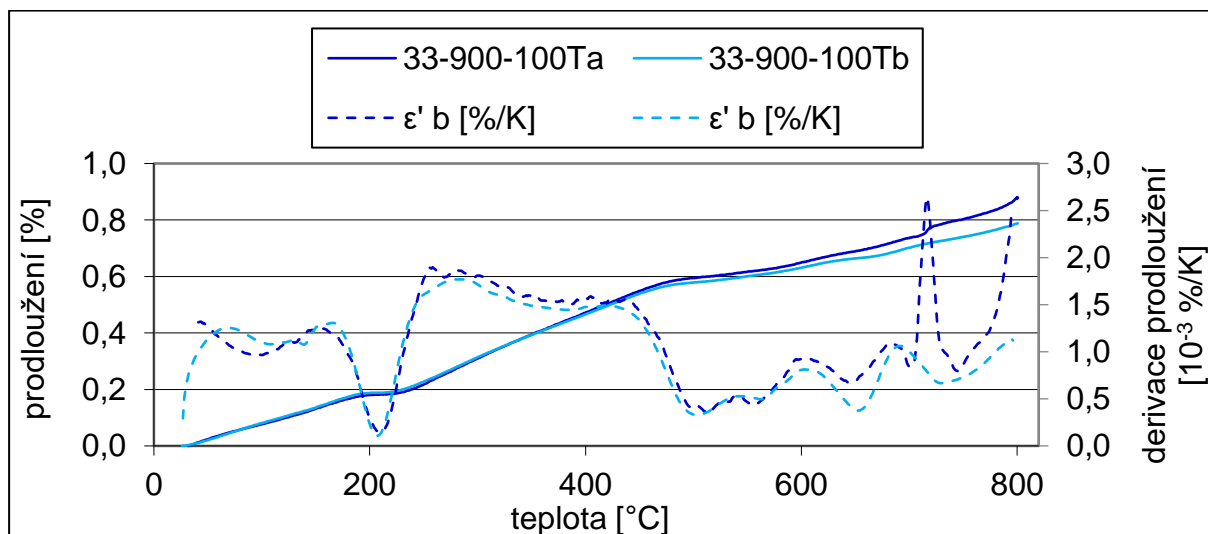
Dilatometrie simulující popouštění je důležitá pro návrh teploty popouštění pro získání optimální struktury u zušlechťených ocelí. Bylo tedy nutné vzorek předem zakalit podle předchozích experimentů. Tedy teplota austenitizace byla 930 °C resp. 900 °C podle tavby. Doba austenitizace byla 20 minut. A rychlost kalení byla 100 °C/s. Rychlost samotného popouštění byla stanovena na 3 °C/min.

Na obrázku č. 31 je zaznamenána závislost prodloužení a jeho derivace na teplotě pro tavbu T22/032. Zde jsou vidět dvě výraznější odchylky od přímé úměry. Při teplotách nad 100 °C je první z nich a znázorňuje významnější vylučování uhlíku z tuhého roztoku a vylučování karbidů. K hrubnutí těchto karbidů a k tvorbě cementitu dochází pak při teplotách nad 550 °C.

Na obrázku č. 32 je zaznamenána závislost prodloužení a jeho derivace na teplotě pro tavbu T22/033. Zde je možné pozorovat obdobné jevy jako u předchozí tavby, ale ke všem těmto jevům, tedy k vylučování a hrubnutí karbidů a vylučování cementitu dochází při nižších teplotách přibližně o 50 °C. Je tedy zřejmé, že u této tavby má struktura po kalení nižší stabilitu a je tedy méně odolná proti popouštění.



Obrázek 31: Závislost prodloužení a její derivace na teplotě, rychlost chlazení 3 °C/min, tavba T22/032



Obrázek 32: Závislost prodloužení a její derivace na teplotě, rychlost chlazení 3 °C/min, tavba T22/033

4.3. Metalografické analýzy po dilatometrii

Vzhledem k poměrně obtížné interpretaci některých změn pozorovaných u dilatometrie způsobených překrýváním určitých jevů, byl proveden poměrně rozsáhlý soubor metalografických analýz, který vhodně doplňuje poznatky z dilatometrie. Byla vytvořena sada vzorků pro pozorování změny struktury v průběhu ohřevu či chlazení. Vzorky pro tato pozorování ohřevu byly ihned po dosažení určité teploty ochlazeny rychlostí větší než 100 °C/s pro pozorování popouštění rychlostí cca 20 °C/s. Vzorky tvaru válce o průměru 5 mm a výšce 15 mm byly připraveny stejným postupem jako vzorky z výroby experimentálních materiálů viz kapitola 3.3. Následně pak byly pozorovány optickými světelnými mikroskopy Nikon Eclipse MA200 (obrázek č. 33) a Carl Zeiss Axio observer-Z1m (obrázek č. 34). Měření a dokumentace probíhaly pomocí softwarů pro analýzu obrazu NIS elements a Axio Observer. Vybrané vzorky o daných teplotách byly dále pozorovány a dokumentovány řádkovacím elektronovým mikroskopem JEOLJSM-IT 500 HR (obrázek č. 35).



Obrázek 33: Optický světelný mikroskop
Nikon Eclipse MA200 [3]



Obrázek 34: Optický světelný mikroskop
Carl Zeiss Axio observer-Z1m [22]

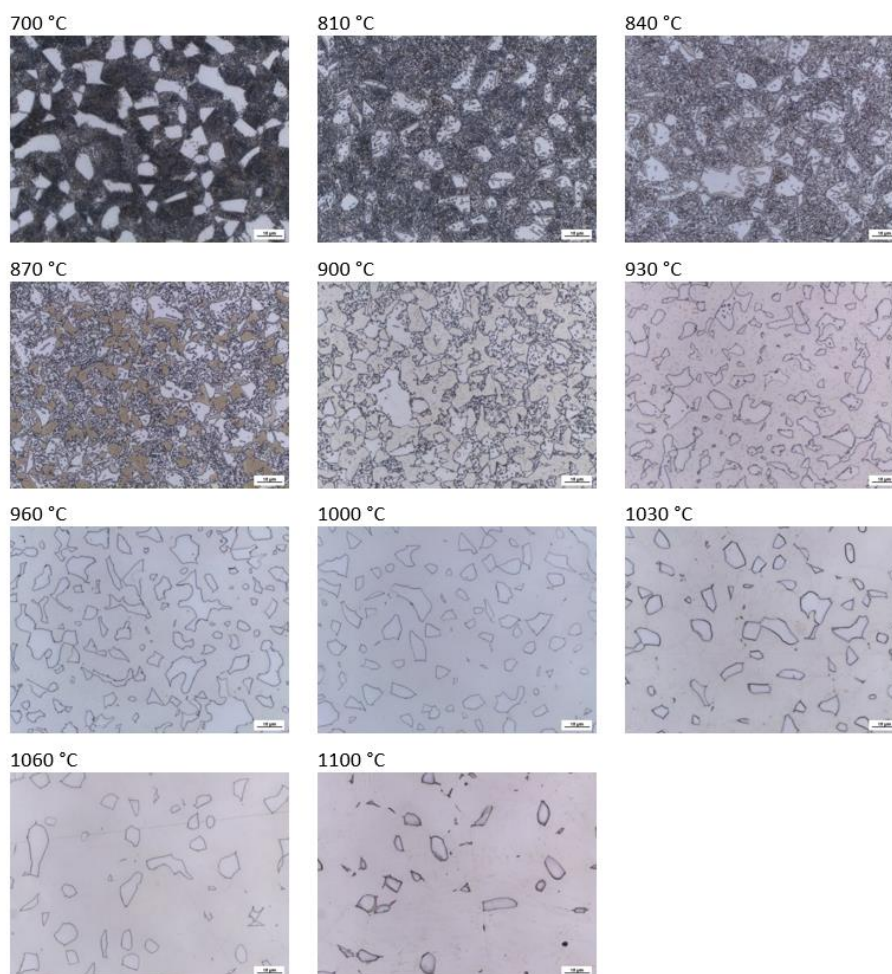


Obrázek 35: Řádkovací elektronový mikroskop JEOLJSM-IT 500 HR [13]

4.3.1. Analýza mikrostruktur po ohřevu na definovanou teplotu a rychlém ochlazení

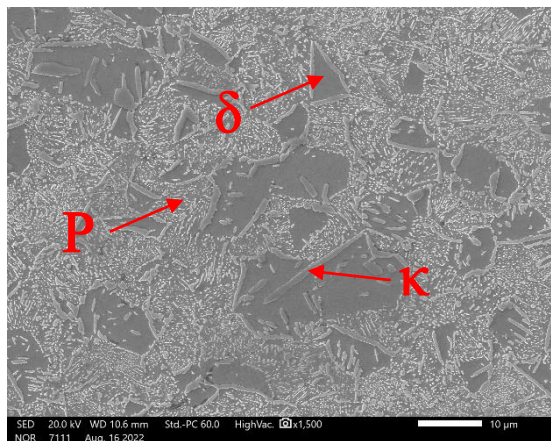
Při dilatometrickém měření pro ohřátí byl identifikován problematický rozsah teplot, při kterém se překrývají procesy austenitizace a rozpouštění karbidů. Sada vzorků byla proto ohřata na různé teploty od 700 °C do 1100 °C pro tavbu T22/032 a od 700 °C do 1000 °C pro tavbu T22/033. Po provedeném ohřevu byl každý vzorek rychle zachlazen, aby bylo možné pozorovat stav feriticko karbidické struktury při teplotě ohřevu a případně vyhodnotit množství austenitu při této teplotě – austenit se při rychlém ochlazení transformoval na martenzit, jehož podíl ve struktuře lze vyhodnotit.

Sada mikrostruktur nafocených na světelném mikroskopu pro tavbu T22/032 je na obrázku č. 36. Je z něho patrné, že do teploty 840 °C je struktura perlito-feritická s fází kappa. Dochází zde pouze ke změně morfologie perlitu. Při teplotě 870 °C dochází k prvním známkám austenitizace v oblasti perlitu. K výraznému rozpouštění kappa fáze dochází v souladu s předpokladem z dilatometrie, tedy mezi teplotami 860–910 °C. Následuje rozpouštění drobných globulárních cementitických částic, a to až do teploty přibližně 960 °C. Nad touto teplotou lze vzhledem k rychlému ochlazení pozorovat strukturu tvořenou martenzitem, feritem a zbytkovým austenitem. Je tedy možné vyhodnotit, že struktura před tímto ochlazením byla dvoufázová, austeniticko-feritická. Dále z porovnání mikrostruktur při teplotách 930 °C a 1100 °C vyplývá, že se změnou teploty v této oblasti se mění poměr jednotlivých fází, konkrétně zde dochází k nárůstu množství austenitu na úkor feritu se zvyšující se teplotou.

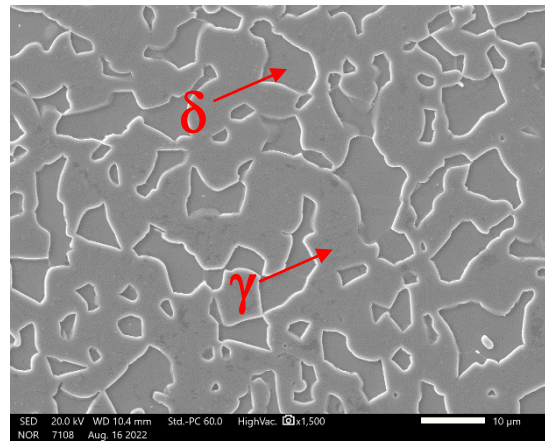


Obrázek 36: Sada mikrostruktur pro dilatometrii, ohřev přerušen v uvedených teplotách, tavba T22/032, zvětšeno 1000x

Pro pozorování vzorků pomocí SEM a zejména pak provedení EDS analýzy pro jednotlivé fáze byly pro tavbu T22/032 vybrány teploty 840 °C a 960 °C, abychom získali informace o všech přítomných fázích. Na obrázku č. 37 je vidět struktura při teplotě 840 °C složená z perlitu a delta feritu s protáhlými kappa karbidy, zejména po hranicích původního austenitického zrna. Struktura při teplotě 960 °C je již tvořena pouze austenitem a delta feritem, jak je vidět na obrázku č. 38.



Obrázek 37: Detail struktury po dilatometrii, teplota 840 °C, tavba T22/032, zvětšeno 1500x



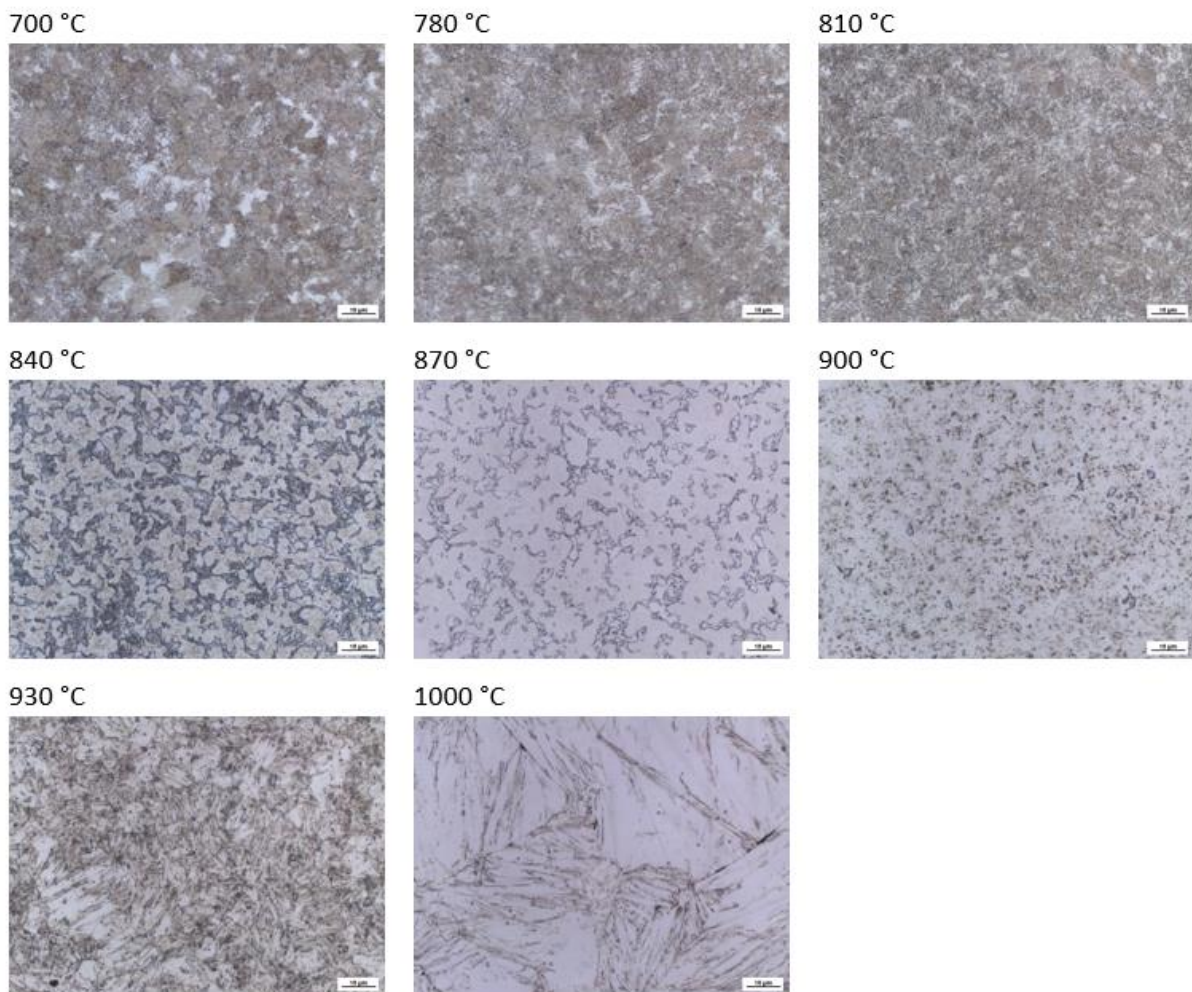
Obrázek 38: Detail struktury po dilatometrii, teplota 960 °C, tavba T22/032, zvětšeno 1500x

Jednotlivé fáze byly potvrzeny analýzou místního chemického složení, jejíž výsledky jsou uvedeny v tabulce č. 7. Je zde možné pozorovat minimální rozdíl v obsahu legujících prvků u austenitu a delta feritu. Naopak kappa fáze má pochopitelně větší obsah legujících prvků, zejména hliníku, oproti delta feritu.

Tabulka 7: Obsah prvků v jednotlivých fázích tavby T22/032

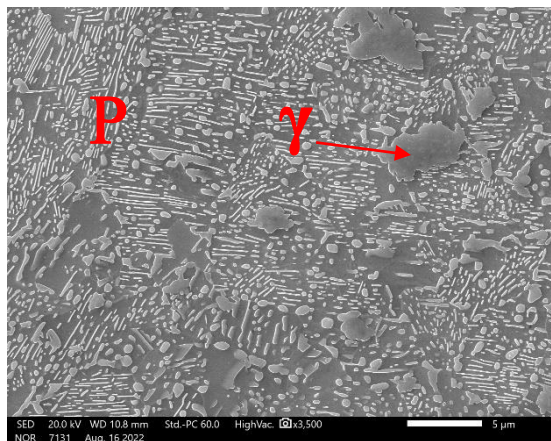
Prvek	Fáze	840 °C		Fáze	960 °C	
		průměr	odchylka		Av.	St. Dev.
Al K	δ	3.9	0.05	δ	3.7	0.17
Cr K		2.0	0.08		2.8	0.20
Mn K		0.8	0.02		0.7	0.12
Fe K		92.2	0.04		91.9	0.48
Ni K		1.1	0.10		0.9	0.12
Al K	κ	6.4	0.3	γ	4.1	0.2
Cr K		3.4	0.4		2.4	0.2
Mn K		1.0	0.1		0.7	0.2
Fe K		88.2	0.5		91.9	0.5
Ni K		0.9	0.1		1.0	0.1

Na obrázku č. 39 je sada mikrostruktur vytvořených a nafocených v průběhu dilatometrických měření na světelném mikroskopu pro tavbu T22/033. Struktura u nižších teplot je složená z dobře viditelného perlitu a hůře viditelných karbidů chromu. Je zřejmé, že přibližně do teploty 800 °C neproběhla žádná fázová transformace. Při této teplotě začíná docházet k rozpouštění karbidů a následně k transformaci perlitu na austenit. Tento proces trvá až do přibližně 900 °C, kde je již perlitická směs zcela transformována. Při dalším ohřevu se rozpouštějí sekundární karbidy chromu do austenitu. Stejně jako u předchozí tavby je patrné, že rychlým zchlazením se austenit transformoval na martenzit.

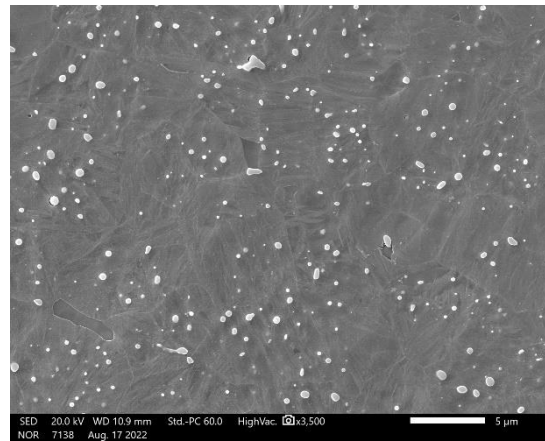


Obrázek 39: Sada mikrostruktur pro dilatometrii, ohřev přerušen v uvedených teplotách, tavba T22/033, zvětšeno 1000x

Pro pozorování vzorků pomocí SEM byly u tavby T22/033 vybrány teploty 810 °C a 900 °C, abychom získali informace o všech přítomných fázích. Na obrázku č. 40 je vidět struktura při teplotě 810 °C složená převážně z lamelárního perlitu. Dále jsou zde vidět útvary, které byly pomocí výsledků EDS analýzy (tabulka č. 8) identifikovány jako martenzit. Je tedy zřejmé že již při teplotě 810 °C dochází k austenitizaci. Struktura při teplotě 900 °C je tvořena převážně martenzitem, jak je vidět na obrázku č. 41.



Obrázek 40: Detail struktury po dilatometrii, teplota 810 °C, tavba T22/033, zvětšeno 3500x



Obrázek 41: Detail struktury po dilatometrii, teplota 900 °C, tavba T22/033, zvětšeno 3500x

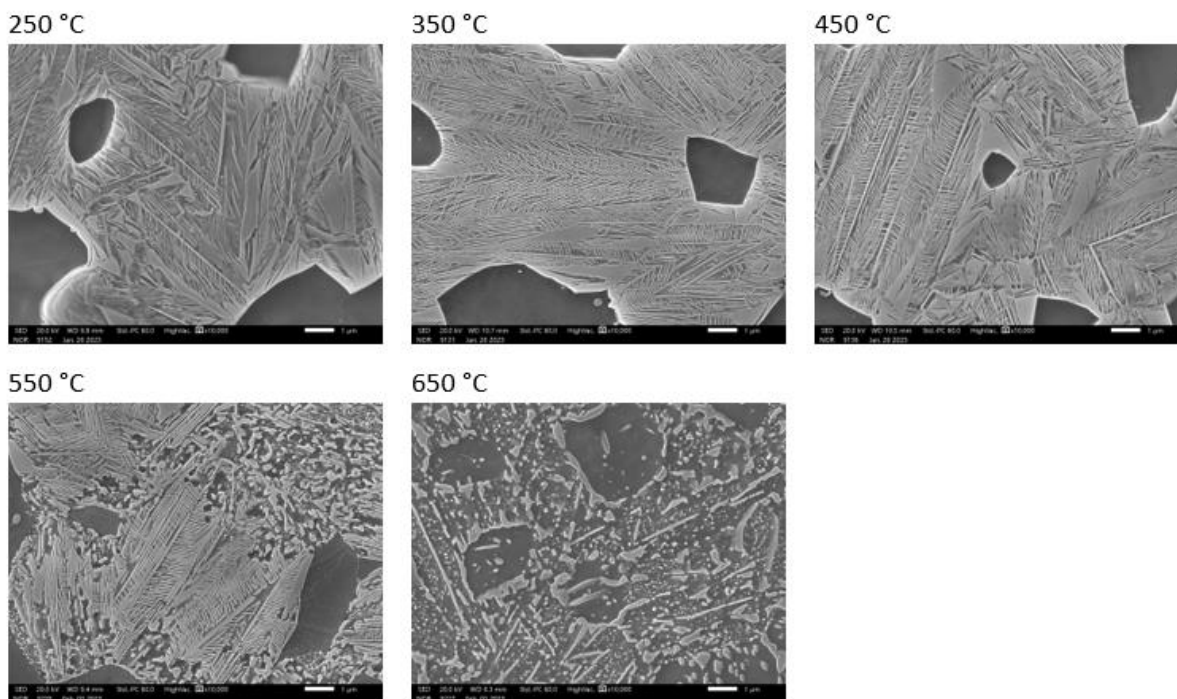
Tabulka 8: Obsah prvků v jednotlivých fázích tavby T22/033

Prvek	Fáze	810 °C		Fáze	900 °C	
		průměr	odchylka		průměr	odchylka
Al K	matrice	2.9	0.34			
Cr K		2.3	0.49			
Mn K		0.4	0.31			
Fe K		92.9	0.35			
Ni K		1.5	0.05			
Al K	γ	2.7	0.3	γ	2.7	0.11
Cr K		2.4	0.4		3.5	0.76
Mn K		0.7	0.1		0.9	0.0
Fe K		92.8	0.1		91.7	0.53
Ni K		1.4	0.0		1.3	0.14

4.3.2. Analýza mikrostruktur po popouštění

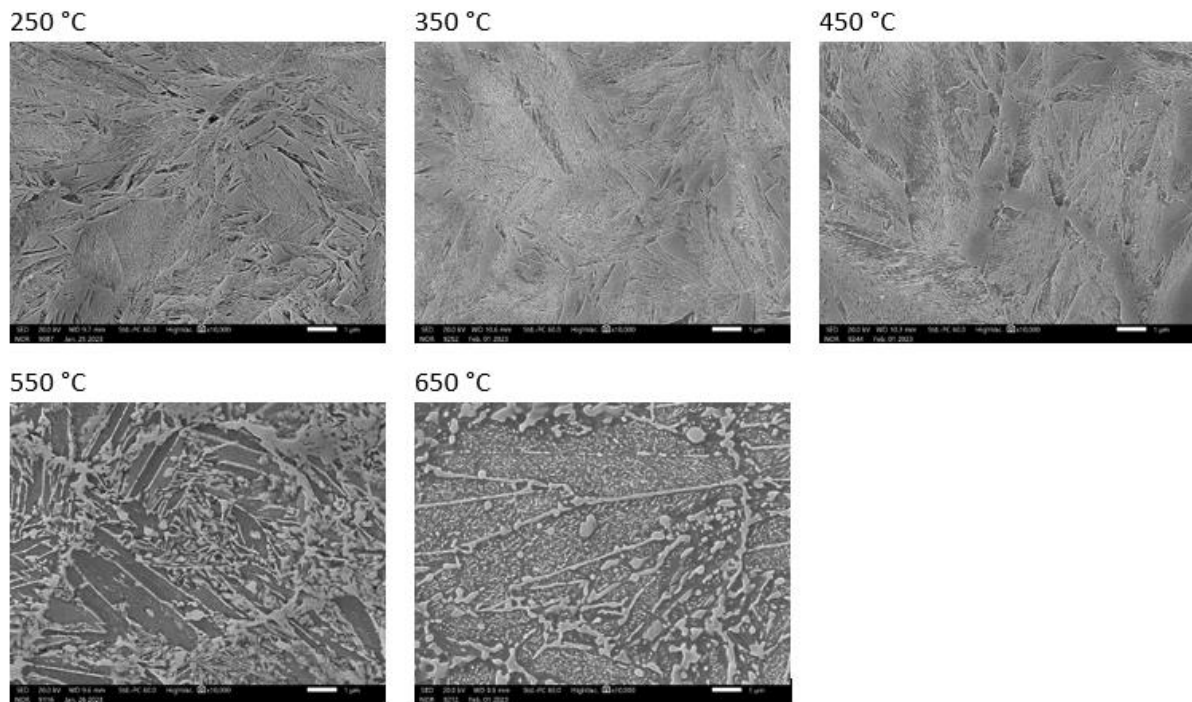
Pro potvrzení správnosti interpretace fázových přeměn určených z dilatometrických měření pro popouštění byly opět využity metalografické analýzy. V tomto případě se jednalo o pozorování pomocí SEM. Postupným přerušením procesu popouštění bylo zhotoveno pět vzorků v rozmezí teplot 250 °C až 650 °C pro obě tavby.

Na obrázku č. 42 je možné pozorovat změny struktury pro jednotlivé teploty popouštění. Při teplotě 250 °C je patrné, že dochází k rozpadu původních martenzitických desek za vylučování tranzitních karbidů destičkovité morfologie, nepřekračujících velikost 1 μm. Dále je zde zbytkový austenit a zrna feritu, u těchto fází nedochází k žádným pozorovatelným změnám. Při teplotě 350 °C je zřejmé, že následným ohřevem došlo k dalšímu rozpadu martenzitu vylučováním tranzitních karbidů. U teploty 450 °C již dochází k hrubnutí těchto karbidů. Zrna feritu jsou stále nezměněná a teplota 450 °C ještě nestačí k rozpadu zbytkového austenitu. Zásadní změny struktury nastávají nad teplotou 500 °C. U mikrostruktury při teplotě 550 °C je možné si všimnout rozpadu zbytkového austenitu. A rozpadu nízkouhlíkového martenzitu na směs feritu a karbidů destičkovité morfologie. Při zvyšování teploty dochází ke sferoidizaci cementitických částic. Karbidy vzniklé při nižších teplotách se začínají rozpouštět. Zároveň dochází k prvním změnám ve feritických zrnech. Uvnitř těchto zrn je zde možné pozorovat jemné karbidy. Množství a velikost těchto karbidů se dále zvyšuje a při teplotě 650 °C jsou již v mikrostruktuře dobře viditelné, stále se ovšem jedná o jemné karbidy. Zejména při porovnání se zbytkem struktury, která je tvořena převážně masivními karbidy o velikosti větší než 5 μm.



Obrázek 42: Sada mikrostruktur pro dilatometrii, ohřev přerušen v uvedených teplotách, tavba T22/032, zvětšeno 10000x

Z obrázku č. 43 je na první pohled patrné, že u tavby T22/033 je v porovnání s tavbou T22/032 výrazně více tranzitních karbidů vyloučených rozpadem martenzitu. Stejně jako u předchozí tavby začíná rozpad martenzitu přibližně při teplotě 200 °C, což odpovídá předpokladu z dilatometrických analýz. Na fotkách mikrostruktur pro teploty 250 °C, 350 °C a 450 °C je možné tranzitní karbidy pozorovat v morfologii destičkového charakteru. Dále je patrné, že do teploty 350 °C dochází ke zvětšování množství vyloučených karbidů. Následně vylučování ustane a dochází k hrubnutí karbidů již vyloučených, což je možné pozorovat u teploty 450 °C. Opět dochází k výraznějším změnám kolem teploty 500 °C, kdy se začíná rozpadat zbytkový austenit. Ve strukturách se také u teplot 550 °C a 650 °C již vyskytují cementitické částice a ferit.



Obrázek 43: Sada mikrostruktur pro dilatometrii, ohřev přerušen v uvedených teplotách, tavba T22/033, zvětšeno 10000x

5. Optimalizace tepelného zpracování

Výsledná struktura po tepelném zpracování by měla být u tavby T22/032 martenzitická s jemnými zrny delta feritu v malém množství a co nejmenším obsahem zbytkového austenitu. Pro tavbu T22/033 by struktura měla být zcela martenzitická s co nejmenším obsahem zbytkového austenitu. Proto byly podle výsledků z dilatometrických měření navrženy a provedeny různé režimy zušlechťení oceli. Vzorky pro následné analýzy byly připraveny tepelným zpracováním ve stavu po válcování za tepla a ve stavu po rotačním kování při teplotě okolí. Následně byly zkoumány a porovnány tvrdosti a výsledné struktury jednotlivých vzorků. Vzorky byly ohřívány na požadované teploty v peci Heraeus K 1250 Chamber Furnace (obrázek č. 44).



Obrázek 44: Kalicí pec Heraeus K 1250 Chamber Furnace [6]

5.1. Režimy tepelného zpracování

5.1.1. Po válcování

Z válcovaných plechů byly odebrány vzorky, ze kterých se následně obráběním vytvořily zkušební tyče pro tahovou zkoušku s kruhovým průřezem o poloměru 10 mm a celkovou délkou 100 mm. Upínací části vzorků byly závitové. Následně byly tyto vzorky tepelně zpracovány. Teplota austenitizace byla zvolena pro tavbu T22/032 930 °C a pro tavbu T22/033 900 °C. U obou taveb pak byla prodleva na austenitizační teplotě nastavena na 20 minut. Chlazení probíhalo do oleje. Teploty popouštění byly stanoveny čtyři pro každou tavbu dle tabulky č. 9. Prodleva u popouštění byla stanovena na 90 minut a popouštění bylo provedeno dvakrát.

Tabulka 9: Teploty navržené pro tepelné zpracování po válcování

Tepelné zpracování po válcování		
tavba	T22/032	T22/033
austenitizační teploty [°C]	930	900
popouštěcí teploty [°C]	300, 425, 550, 675	275, 400, 525, 650

Dále byly z válcovaných plechů odebrány vzorky o velikosti 20 x 14 x 20 mm. Tyto vzorky byly kaleny z podstatně vyšších teplot, viz. tabulka č. 10, za účelem snížení obsahu delta feritu ve struktuře pro tavbu T22/032. Výdrž na teplotě byla 30 minut. Následné ochlazení probíhalo v oleji. Dále byla ještě provedena kalení z teploty 1100 °C s ochlazením na vzduchu a ve vodě pro určení vlivu ochlazovacího prostředí na množství delta feritu ve struktuře.

Tabulka 10: Teploty navržené pro tepelné zpracování po válcování, ochlazovací prostředí

Tepelné zpracování po válcování – různá ochlazovací prostředí			
tavba	T22/032		
ochlazovací prostředí	olej	voda	vzduch
austenitizační teploty [°C]	1100, 1200, 1225, 1250	1100	1100

5.1.2. Po rotačním kování

Z rotačně kovaného drátu o průměru 5,2 mm byly odebrány vzorky o délce 10 mm, které byly následně tepelně zpracovány. Teplota austenitizace byla zvolena pro tavbu T22/032 930 °C a pro tavbu T22/033 900 °C. U obou taveb pak byla prodleva na austenitizační teplotě 20 minut. Chlazení probíhalo do oleje. Teploty popouštění byly zvoleny od 200 °C do 700 °C viz. tabulka č. 11. Prodleva u popouštění byla stanovena na 120 minut a popouštění bylo provedeno dvakrát.

Tabulka 11: Teploty navržené pro tepelné zpracování po rotačním kování

Tepelné zpracování po rotačním kování		
tavba	T22/032	T22/033
austenitizační teploty [°C]	930	900
popouštěcí teploty [°C]	200, 250, 300, 350, 400, 450, 500, 550, 600, 650, 700	

5.2. Měření tvrdosti

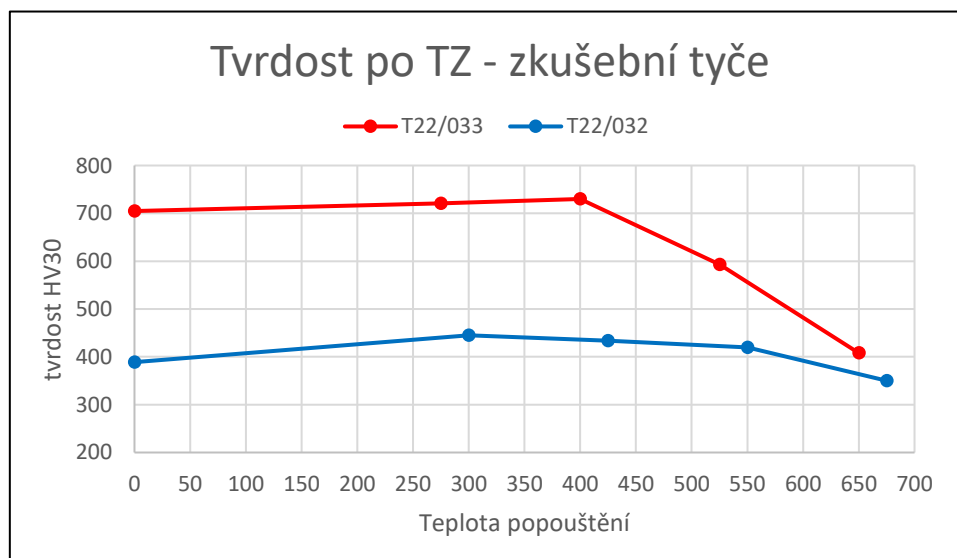
Po všech popsanych režimech tepelného zpracování probíhalo na vzorcích měření tvrdosti. Tvrdost všech vzorků byla měřena na přístrojích Stuers DuraScan 50 metodou Vickers (obrázek č. 45).



Obrázek 45: Tvrdoměr Stuers DuraScan 50 [12]

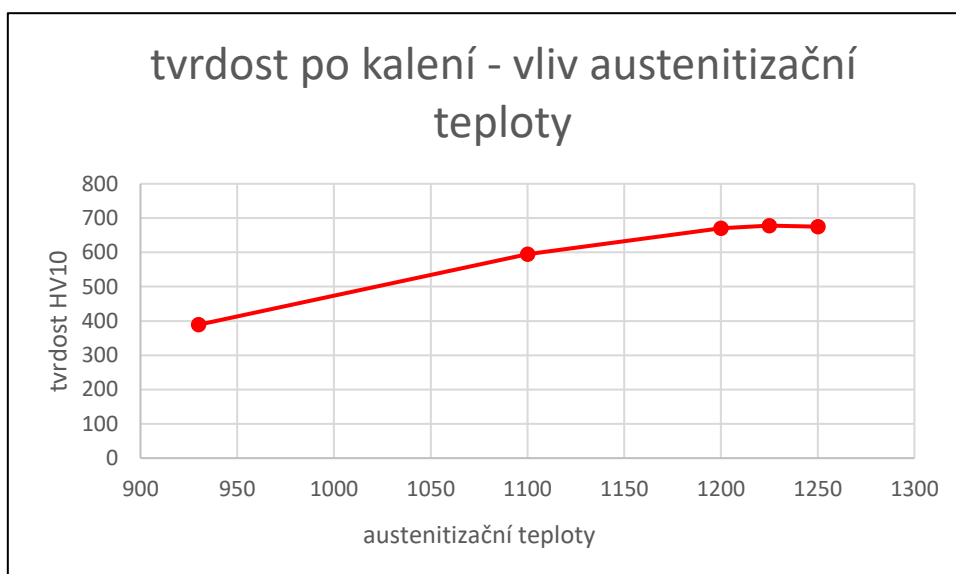
5.2.1. Po válcování

Po tepelném zpracování po válcování provedeném na zkušebních tyčích popsaném v kapitole 5.1.1 byla naměřena tvrdost při zatížení 294 N. Pro každý vzorek byly provedeny tři vtisky. Do grafu byly zaneseny průměrné hodnoty pro obě tavby pro snazší porovnání výsledků. Tvrdost byla měřena ihned po zakalení a následně po popouštění na 4 zadané teploty. Na obrázku č. 46 je vidět, že tvrdost vzorků tavby T22/033 je při nižších teplotách popouštění výrazně vyšší, až dvakrát. Zároveň pokles tvrdosti v souvislosti se zvyšující se teplotou popouštění je výraznější pro tavbu T22/33. U tavby T22/32 je změna tvrdosti při změně teploty popouštění méně intenzivní.

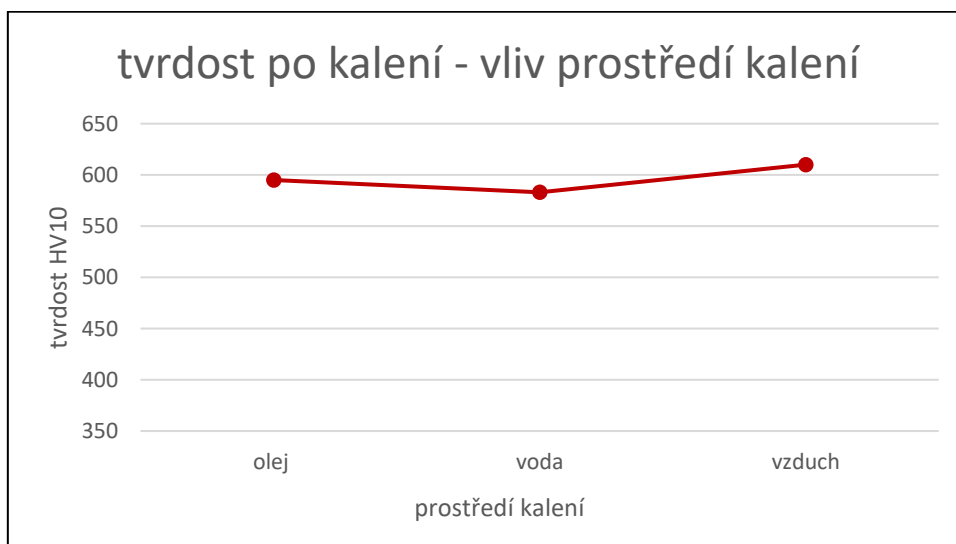


Obrázek 46: Tvrdomost vzorků po válcování a následném TZ

Dále byla měřena tvrdost vzorků tavby T22/032 kalených z vyšších teplot při zatížení 98 N. Zde jsou naměřené hodnoty rozděleny do dvou grafů. Na obrázku č. 47 jsou zaznamenány tvrdosti po kalení z rozdílných austenitizačních teplot. Pro snadné porovnání je uvedena také hodnota tvrdosti naměřená po kalení z původní austenitizační teploty 930 °C. Je zde patrné, že se tvrdost se zvyšující austenitizační teplotou zvyšuje. Nad teplotou 1200 °C se hodnota tvrdosti začíná vyrovnávat. Na obrázku č. 48 se jedná o výsledky naměřené tvrdosti po kalení ze stejné austenitizační teploty s rozdílným prostředím ochlazování. Z tohoto grafu vyplývá, že různé prostředí ochlazování nemá výrazný vliv na tvrdost. Dá se tedy předpokládat, že nebude mít výrazný vliv ani na výslednou strukturu.



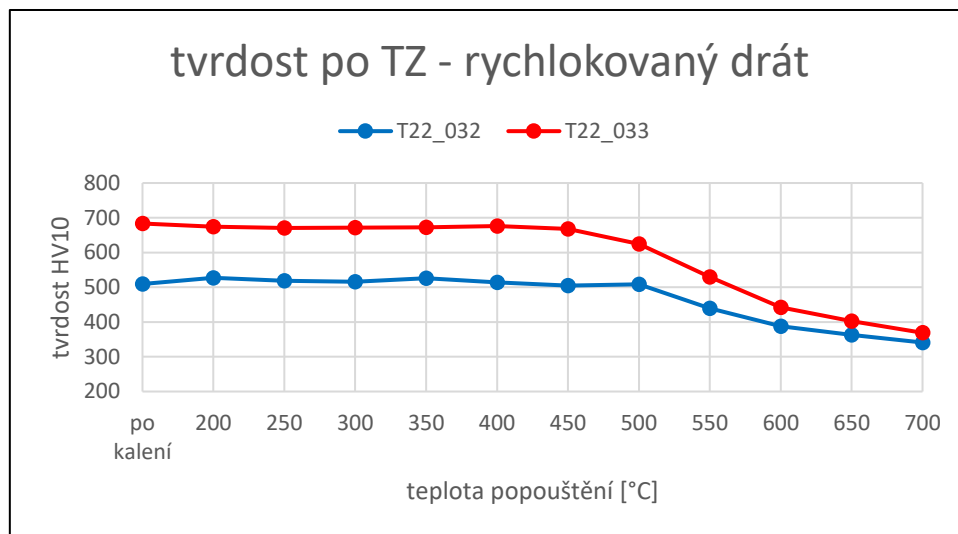
Obrázek 47: Tvrdost vzorků po válcování a následném TZ z vyšších austenitizačních teplot



Obrázek 48: Tvrdost vzorků po válcování a následném TZ, kaleno v různém prostředí

5.2.2. Po rotačním kování

Po tepelném zpracování po rotačním kování provedeném na vzorcích o průměru 5,2 mm popsáném v kapitole 5.1.2 byla naměřena tvrdost při zatížení 98 N. Pro každý vzorek bylo provedeno pět vtisků. Do grafu byly zaneseny průměrné hodnoty opět pro obě tavby pro snazší porovnání výsledků. Tvrdost byla měřena ihned po zakalení a následně po popouštění. Na obrázku č. 49 je opět vidět, že tvrdost vzorků tavby T22/033 je při nižších teplotách popouštění vyšší než tvrdost vzorků tavby T22/032, tentokrát není rozdíl tak výrazný jako u 5.2.1 vzhledem k vyšším hodnotám tvrdosti tavby T22/032. Pokles tvrdosti v souvislosti se zvyšující se teplotou popouštění je opět výraznější pro tavbu T22/33.



Obrázek 49: Tvrdost po rotačním kování a následném TZ

5.3. Metalografické analýzy tepelně zpracovaných vzorků

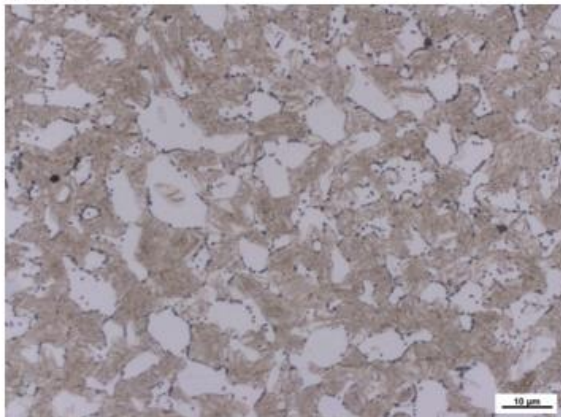
Podle výsledků tvrdosti byly vybrány vzorky pro pozorování struktury na světelném mikroskopu Carl Zeiss Axio observer-Z1m nebo řádkovacím elektronovém mikroskopu JEOLJSM-IT 500 HR. Tepelně zpracované vzorky byly připraveny stejným postupem jako vzorky z výroby experimentálních materiálů viz kapitola 3.3.

5.3.1. Analýzy mikrostruktur po válcování a tepelném zpracování

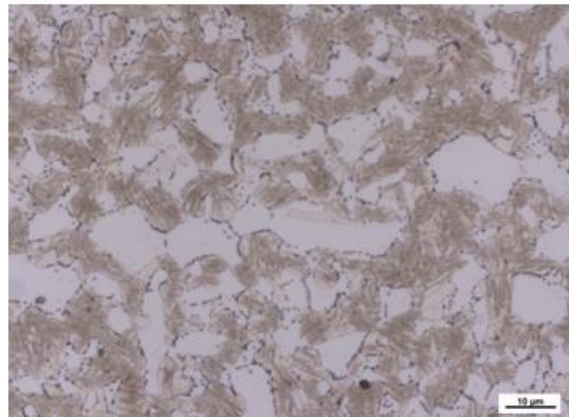
Vzorky z tepelně zpracovaných zkušebních tyčí podle režimu popsaného v kapitole 5.1.1 byly pozorovány světelným mikroskopem.

Na obrázku č. 50 jsou mikrostruktury tavby T22/032 po popouštění na dané popouštěcí teploty. Četné světlé ostrůvky feritu delta jsou obklopeny tmavší matricí tvořenou popuštěným martenzitem. Dochází zde k popouštění martenzitu, a tedy vylučování tranzitních karbidů při nižších teplotách a karbidů typu cementit a kappa fáze při teplotách nad 550 °C. Až u teploty 675 °C se začínají vylučovat karbidy uvnitř zrn delta feritu. Tyto projevy potvrzují předpokládaný vliv zvyšující se teploty na strukturu určený dilatometrickými měřeními. Rozpad zbytkového austenitu není ze struktur nafocených na světelném mikroskopu patrný.

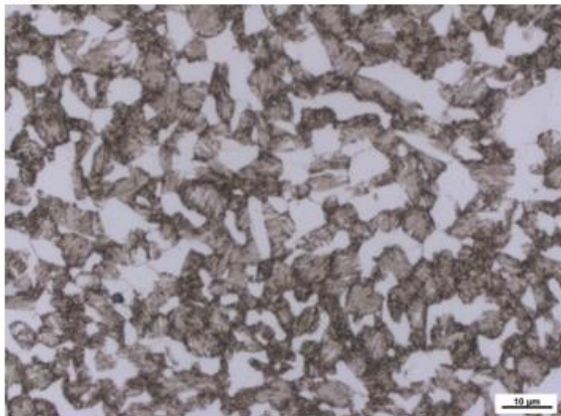
300 °C



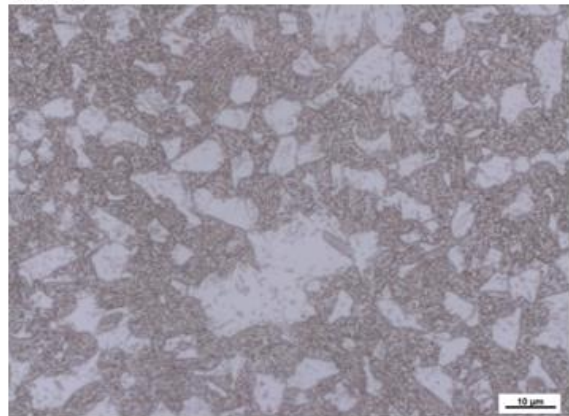
425 °C



550 °C



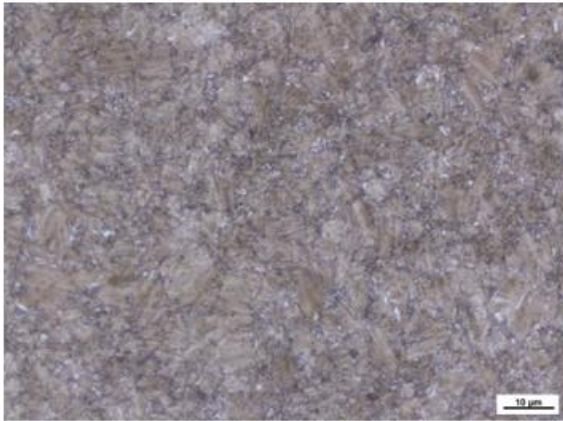
675 °C



Obrázek 50: Sada mikrostruktur po válcování a následném TZ, s uvedenými teplotami popouštění, tavba T22/032, zvětšeno 1000x

Na obrázku č. 51 jsou mikrostruktury tavby T22/033 po popouštění na dané popouštěcí teploty. I u této tavby struktura odpovídá výsledkům dilatometrických měření. Také zde dochází k popouštění martenzitu, a tedy vylučování různých typů karbidů od tranzitních až po kappa fázi. Vylučování karbidů typu cementit začíná kolem teploty 450 °C a nad touto teplotou popouštění dochází k výrazným strukturním změnám. Zejména u teploty 525 °C je možné pozorovat strukturní útvary na úrovni bloků původních martenzitických latěk, které se zviditelnily díky masivnímu rozpuštění tranzitních karbidů a vylučování cementitu ve větší míře i na hranicích těchto bloků. U teploty 650 °C by se měly ve struktuře podle předpokladu začít vyskytovat globulární cementitické částice a mělo by docházet k rozpadu austenitu, opět to není možné pozorovat ze struktur nafocených na světelném mikroskopu.

275 °C



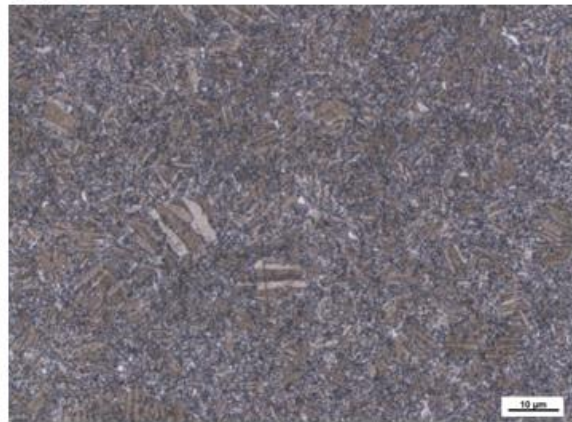
400 °C



525 °C



650 °C

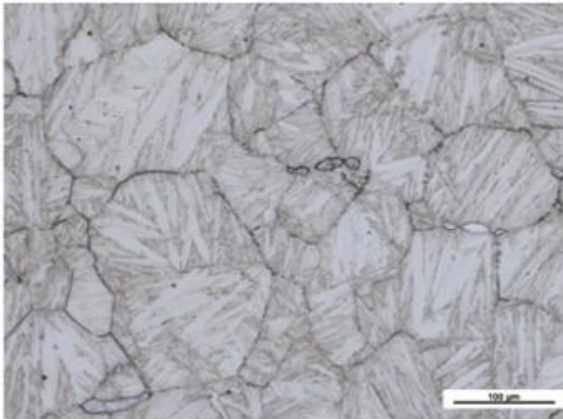


Obrázek 51: Sada mikrostruktur po válcování a následném TZ, s uvedenými teplotami popouštění, tavba T22/033, zvětšeno 1000x

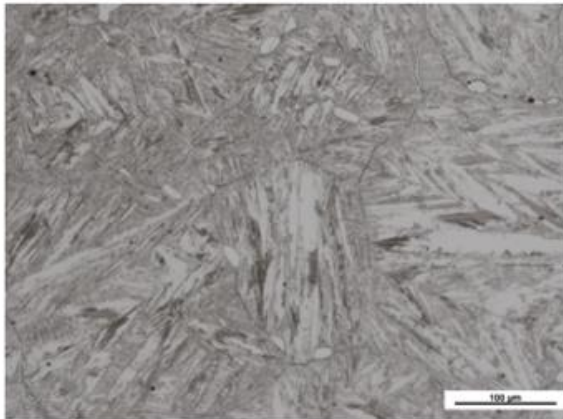
Následovalo pozorování struktur vzorků zakalených z vyšších austenitizačních teplot pro tavbu T22/032 světelným mikroskopem. Režim zpracování je popsán v kapitole 5.1.1. Stejně jako u měření tvrdosti jsou struktury rozdělené do dvou skupin pro porovnání různých vlivů na množství feritu ve struktuře.

Podle výsledků tvrdosti pro kalení z vyšších austenitizačních teplot byl předpoklad, že množství feritu ve struktuře klesá s rostoucí teplotou austenitizace. Tento pokles pak končí při přibližně 1200 °C. K plně austenitické struktuře tedy při takovémto chemickém složení nedochází a zvyšováním teploty se již množství delta feritu nemění. Tento fakt je možné pozorovat na obrázku č. 52. Při teplotě 1200 °C je ve struktuře malé množství delta feritu, při zvyšování teploty nad tuto hodnotu se již množství feritu ve struktuře výrazně nemění. Nicméně jsou vidět markantně zhrublá původní austenitická zrna a karbidické fáze lemující tato zrna již po zakalení struktury. Lze předpokládat, že vlastnosti takto zpracovaného materiálu by vzhledem k hrubým strukturním útvarům a vzhledem k hranicím oslabeným přítomností velkého množství karbidů byly velmi nepříznivé.

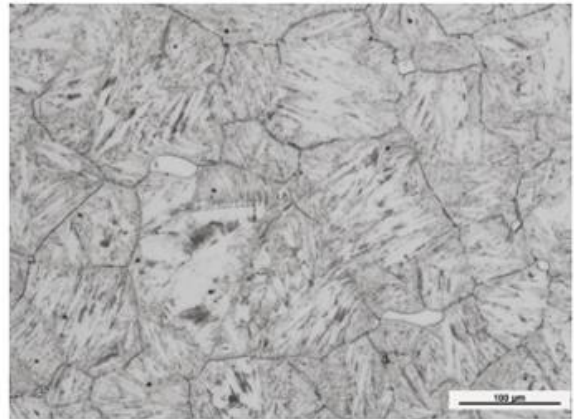
1200 °C



1225 °C



1250 °C

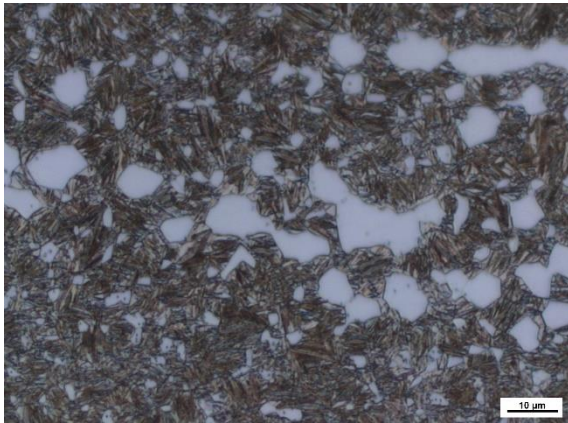


Obrázek 52: Sada mikrostruktur po válcování a následném TZ, s uvedenými austenitizačními teplotami, tavba T22/032, zvětšeno 200x

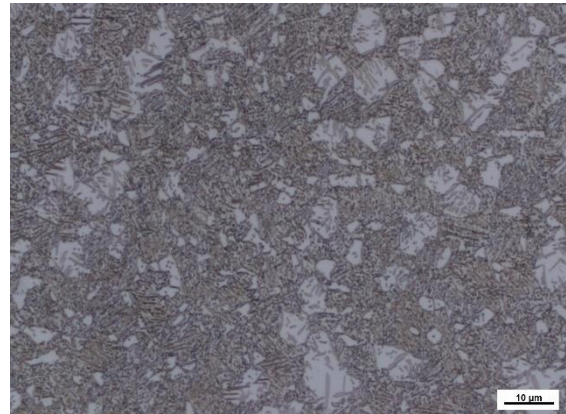
5.3.2. Analýzy mikrostruktur po rotačním kování a tepelném zpracování

Na světelném mikroskopu byly nafoceny vzorky po rotačním kování tepelně zpracované podle režimu z kapitoly 5.1.2 pro porovnání se vzorky po válcování. Byly vybrány vzorky popouštěné na teplotu 300 °C a 700 °C.

Na obrázku č. 53 je struktura tavby T22/032 po popouštění na 300 °C, která je tvořena popuštěným martenzitem a světlými zrny delta feritu. Na obrázku č. 54 je struktura tavby T22/032 po popouštění na 700 °C, která je tvořena popuštěným martenzitem, světlými zrny delta feritu a uvnitř těchto zrn se nacházejí drobné kappa karbidy. Při porovnání se vzorky tepelně zpracovanými po válcování (obrázek č. 50) je patrné, že v tomto případě je množství delta feritu ve struktuře nižší. Samotná zrna delta feritu jsou díky rotačnímu kování rozdrobena do jemnějších útvarů.

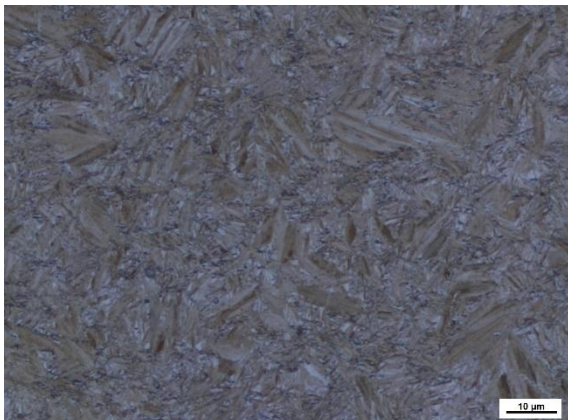


Obrázek 53: Mikrostruktura po rotačním kování a následném TZ, teplota popouštění 300 °C, tavba T22/032, zvětšení 1000x

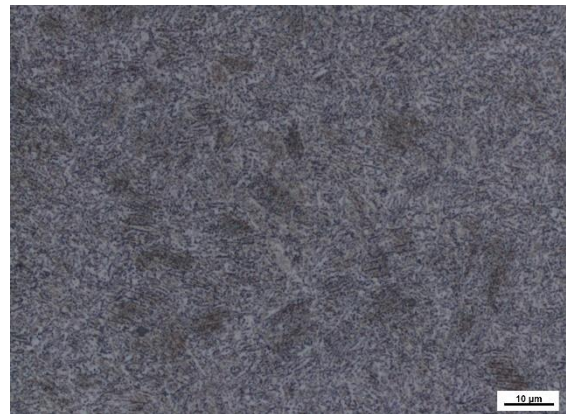


Obrázek 54: Mikrostruktura po rotačním kování a následném TZ, teplota popouštění 700 °C, tavba T22/032, zvětšení 1000x

Na obrázku č. 55 je struktura tavby T22/033 po popouštění na 300 °C, která je zcela tvořena popuštěným martenzitem, jehož jehlice jsou v porovnání s předchozí tavbou výrazně hrubší. Na obrázku č. 56 je struktura tavby T22/033 po popouštění na 700 °C, zde je již možné pozorovat globulární formu cementitických částic. Rozpad zbytkového austenitu se zde opět předpokládá, na snímcích ze světelného mikroskopu, ale vidět není. Při tomto zvětšení nejsou viditelné rozdíly struktury této tavby v porovnání se vzorky tepelně zpracovanými po válcování (obrázek č. 51).



Obrázek 55: Mikrostruktura po rotačním kování a následném TZ, teplota popouštění 300 °C, tavba T22/033, zvětšení 1000x

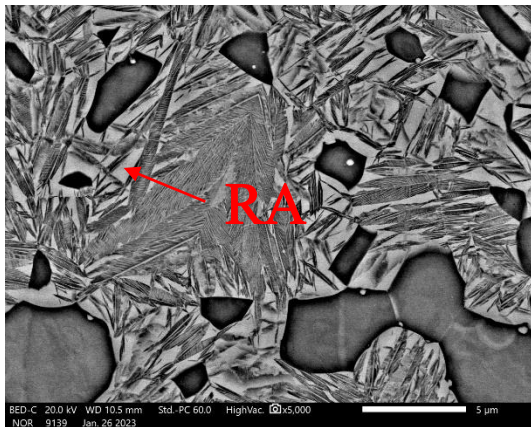


Obrázek 56: Mikrostruktura po rotačním kování a následném TZ, teplota popouštění 700 °C, tavba T22/033, zvětšení 1000x

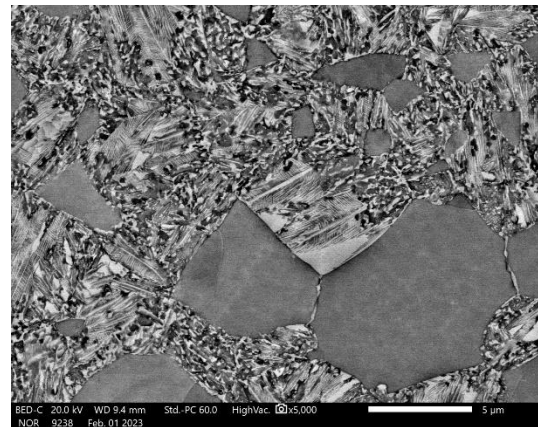
Struktury po tepelném zpracování vzorků připravených z rotačně kovaného drátu jsou velmi jemné a na světelném mikroskopu špatně rozeznatelné. Také pozorování rozpadu zbytkového austenitu nebylo na světelném mikroskopu možné. Proto byly vybrány vzorky po různých teplotách popouštění nafočený na řádkovacím elektronovém mikroskopu.

Podle výsledků z dilatometrických měření a naměřených hodnot tvrdosti je patrné, že k nejvýraznějším změnám struktury dochází kolem teploty 500 °C, proto byly k pozorování na elektronovém mikroskopu vybrány teploty popouštění 450 °C a 550 °C.

Na snímku mikrostruktury po popouštění na teplotu 450 °C u tavby T22/032, který je na obrázku č. 57, lze pozorovat martenziticko-feritickou strukturu. Dále je zde vidět značné množství zbytkového austenitu. Popouštěcí karbidy jsou zde vidět výhradně ve formě tranzitních karbidů. Na obrázku č. 58 je u popouštění na teplotu 550 °C již možné pozorovat výrazně menší množství zbytkového austenitu. Dále se zde již martenzit rozpadl na cementit a ferit. Část cementitických částic je vyloučena v destičkovité morfologii, ale v určitých místech již začalo docházet ke sferoidizaci těchto částic.

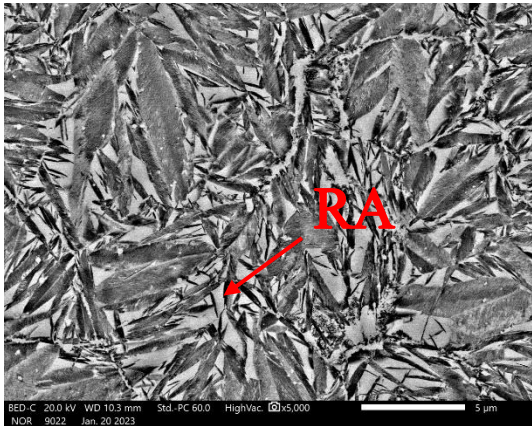


Obrázek 57: Mikrostruktura po rotačním kování a následném TZ, teplota popouštění 450 °C, tavba T22/032, zvětšení 5000x

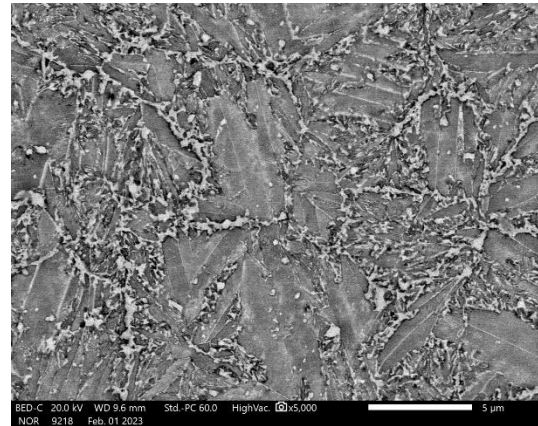


Obrázek 58: Mikrostruktura po rotačním kování a následném TZ, teplota popouštění 550 °C, tavba T22/032, zvětšení 5000x

U tavby T22/033 je na obrázku č. 59 po popouštění na teplotu 450 °C vidět martenzitická struktura s vysokým podílem zbytkového austenitu a martenzitickými laťkami s tranzitními karbidy. U teploty popouštění 550 °C na obrázku č. 60 je možné pozorovat, že se velká část zbytkového austenitu již transformovala. Dále zde také došlo k rozpadu martenzitu na cementit a ferit. Tranzitní karbidy se z velké části, ale ne zcela, rozpustily. Cementitické částice se zde nacházejí ve výrazné destičkovité morfologii. I u této tavby v určitých místech již začalo docházet ke sferoidizaci těchto částic, ovšem méně než u tavby předchozí.



Obrázek 59: Mikrostruktura po rotačním kování a následném TZ, teplota popouštění 450 °C, tavba T22/033, zvětšení 5000x



Obrázek 60: Mikrostruktura po rotačním kování a následném TZ, teplota popouštění 550 °C, tavba T22/033, zvětšení 5000x

5.4. Tahová zkouška

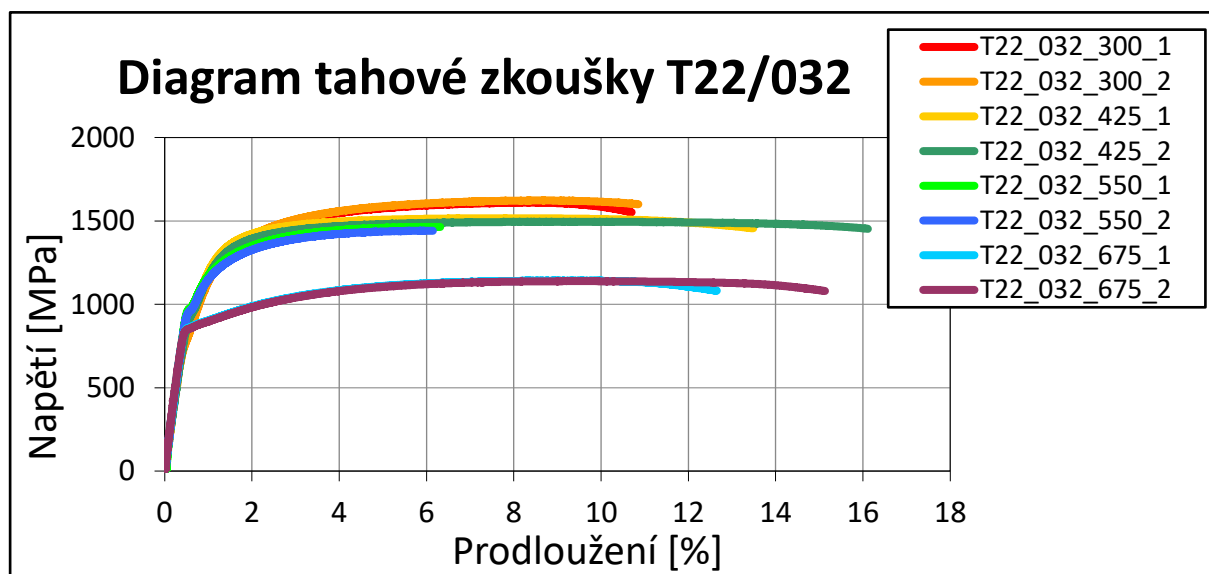
Tahová zkouška byla provedena na elektromechanickém zkušebním stroji Zwick/Roell 250 kN s laserovým extenzometrem (obrázek č. 61). Zkouška byla prováděna dle normy EN ISO 6892-1 vždy pro tři vzorky pro každý režim tepelného zpracování uvedený v kapitole 5.1.1. Vzorky pro tahovou zkoušku byly odebrány z válcovaných plechů a následně obráběny do finální podoby. Zkušební tyče pro tahovou zkoušku byly s kruhovým průřezem o poloměru $5 \pm 0,05$ mm a celkovou délkou 65,2 mm. Měřená délka byla 30 mm. Upínací části vzorků byly závitové o délce 10 mm a se závitem M12.



Obrázek 61: Zkušební stroj Zwick/Roell 250 kN s laserovým extenzometrem [18]

Z jednotlivých zkoušek tahem se získaly diagramy závislosti napětí na prodloužení materiálu. Dále byly zaznamenány sady hodnot základních parametrů, zejména mez pevnosti, smluvní mez kluzu, tažnost a kontrakce pro jednotlivé tavby a režim tepelného zpracování.

Z diagramu tahové zkoušky pro tavbu T22/032 na obrázku č. 62 je patrné, že nejvyšších hodnot pevnosti se dosahuje při teplotě 300 °C, kdy jsou ve struktuře transitní karbidy v martenzitické matici, ferit delta a vyšší množství zbytkového austenitu. Z hlediska kombinace pevnosti a tažnosti se jeví jako nejzajímavější hodnoty po popouštění na 425°C. Po tomto popouštění jsou v oceli stejné strukturální složky jako po popouštění na 300 °C, patrně se mírně snížilo množství zbytkového austenitu. Po popouštění na teplotu 550 °C dochází k výraznému snížení tažnosti bez výrazné změny pevnosti. Popouštění na teplotu 650 °C způsobí snížení meze pevnosti, vzhledem k významným změnám morfologie cemetitu.



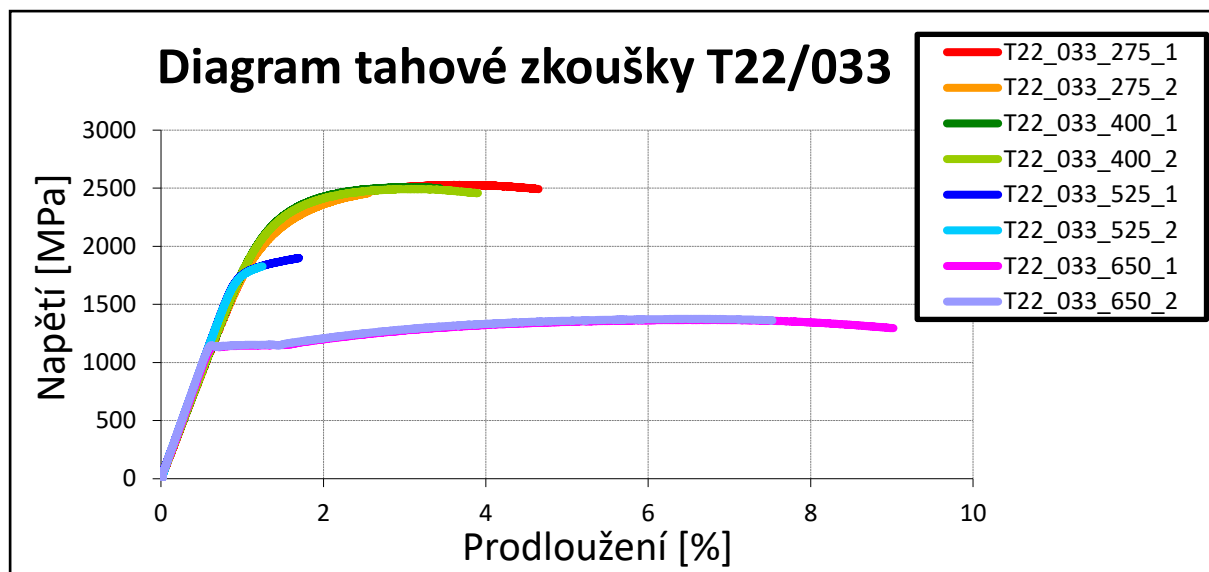
Obrázek 62: Diagram tahové zkoušky T22/032

Konkrétní hodnoty jsou uvedené v tabulce č. 12. Maximální hodnota meze pevnosti je 1623 MPa, ostatní meze pevnosti se nacházejí kolem 1480 MPa kromě vzorku popouštěného na teplotu 675 °C, kde se mez pevnosti nachází kolem 1140 MPa. Poměr meze kluzu a meze pevnosti je přibližně 0,7. Nejvyšší tažnost je 16 %, nejnižší méně než 5 %. Jako nejideálnější teplota popouštění pro tavbu T22/032 z hlediska vhodného poměru mezi mezí pevnosti, popřípadě kluzu a tažností se jeví teplota 425 °C.

Tabulka 12: Hodnoty základních veličin získaných z tahové zkoušky T22/032

Vzorek	d_0	d_u	L_0	L_u	$R_{p0,2}$	R_m	A	Z
	mm	mm	mm	mm	MPa	Mpa	%	%
T22/032 300 °C 1	4,99	4,42	25,00	27,74	909	1609	11,0	22
T22/032 300 °C 2	5,03	4,62	25,00	27,51	931	1623	10,0	16
T22/032 425 °C 1	5,04	4,44	25,00	28,44	1034	1516	13,8	23
T22/032 425 °C 2	4,99	4,49	25,00	29,00	1004	1495	16,0	19
T22/032 550 °C 1	5,02	4,88	25,00	26,63	1037	1464	6,5	5
T22/032 550 °C 2	5,05	4,83	25,00	26,62	1015	1441	6,5	9
T22/032 675 °C 1	5,02	4,44	25,00	28,09	867	1142	12,4	22
T22/032 675 °C 2	5,04	4,52	25,00	26,06	859	1139	4,2	20

Diagram tahové zkoušky pro tavbu T22/033 na obrázku č. 63 se na první pohled od předchozího diagramu liší. Vzorky s největší mezí pevnosti mají zároveň výrazně nižší tažnost, jedná se o vzorky popouštěné na teploty 275 °C a 400 °C. Naopak jsou zde vzorky s vysokou tažností, ale výrazně nižší mezí pevnosti, popouštěné na teplotu 650 °C.



Obrázek 63: Diagram tahové zkoušky T22/033

Konkrétní hodnoty jsou uvedené v tabulce č. 13. Maximální hodnota meze pevnosti je 2529 MPa. Jak již bylo uvedeno, vzorky s takovou mezí pevnosti mají poměrně nízkou tažnost 1,5–3 %. Vzorky s největší tažností 8 % mají mez pevnosti 1360 MPa. Poměr meze kluzu a meze pevnosti je přibližně 0,85. Vhodná teplota popouštění u této tavby významně závisí na zamýšlené aplikaci, zda-li je preferována velmi vysoká pevnost nebo lepší plastické vlastnosti.

Tabulka 13: Hodnoty základních veličin získaných z tahové zkoušky T22/033

Vzorek	d_0	d_u	L_0	L_u	$R_{p0,2}$	R_m	A	Z
	mm	mm	mm	mm	MPa	Mpa	%	%
T22/033 275 °C 1	5,02	4,83	25,00	25,78	2091	2529	3,0	7
T22/033 275 °C 2	5,07	4,97	25,00	25,43	2064	2459	1,5	4
T22/033 400 °C 1	5,05	4,93	25,00	25,59	2202	2509	2,5	5
T22/033 400 °C 2	5,05	4,90	25,00	25,81	2184	2494	3,0	6
T22/033 525 °C 1	5,02	5,02	25,00	25,00	1804	1900	0,7	-
T22/033 525 °C 2	5,02	5,02	25,00	25,00	1799	1828	0,3	-
T22/033 650 °C 1	5,04	5,04	25,00	26,98	1137	1368	8,0	20
T22/033 650 °C 2	5,05	5,05	25,00	26,94	1144	1376	8,0	9

6. Diskuze

Pro výzkum v rámci diplomové práce byly zvoleny dvě tavby oceli legované hliníkem s odlišným chemickým složením.

Chemické složení tavby T22/032 bylo navrženo s cílem získat optimalizovanou strukturu feritu a martenzitu. Analýzy struktury po odlití této tavby s nižším obsahem uhlíku (0,7 hm.%) a naopak vyšším obsahem hliníku (7 hm.%) potvrdily přítomnost perliticko-feritické struktury s dendritickým uspořádáním. Tato struktura s podílem feritu přibližně 30 % vytváří předpoklad, že po dalším zpracování – tváření, kalení a popouštění, vznikne duální feriticko-martenzitická struktura s příznivou morfologií a akceptovatelným množstvím feritu delta. Způsob provedení technologických postupů tváření a tepelného zpracování kriticky ovlivňuje výsledné fázové složení oceli a při vhodném provedení lze potlačit přítomnost nepříznivých intermediálních fází, zejména kappa karbidů.

Chemické složení tavby T22/033 bylo navrženo pro získání vysokouhlíkové oceli se sníženou hustotou, kterou lze při ohřevu nad teplotu A_{C3} zcela austenitizovat a po zakalení je získána směs martenzitu a zbytkového austenitu v celém objemu materiálu. Vyšším obsahem uhlíku (1,05 hm.%) a manganu (0,5 hm.%) a naopak nižším obsahem hliníku (5 hm.%) se podařilo dosáhnout po odlití 100% perlitické struktury bez dalších strukturních složek. Tato skutečnost je dobrým předpokladem pro další optimalizaci zpracování.

Struktury obou taveb po válcování jsou deformované, značně texturované. Zejména uprostřed válcovaných plechů, kde došlo k nejmenšímu protváření materiálu, je viditelné řádkování struktury. Následným rotačním kováním se u tavby T22/032 docílilo rozbití řádků delta feritu, lepšího rozložení feritických zrn a zjemnění struktury, která je však nadále do určité míry nehomogenní. Pro tavbu T22/033 stačila, vzhledem k vysokému obsahu uhlíku, teplota kování a následné chladnutí na vzduchu k zakalení struktury.

Dilatometrickými měřeními pro ohřev a rychlé ochlazení byla pro tavbu T22/032 určena jako optimální teplota austenitizace teplota 930 °C. Studium struktury po následném kalení bylo potvrzeno, že při této teplotě dochází k austenitizaci perlitické části struktury a po zakalení je tedy výsledná struktura martenziticko-feritická. Zároveň při této teplotě již došlo k rozpuštění nežádoucích kappa karbidů a při dostatečné rychlosti ochlazení se již nevyklučují. Dále bylo zjištěno, že zvyšováním austenitické teploty u tavby T22/032 dochází ke snižování obsahu delta feritu, což je žádoucí. Ovšem zároveň dochází i k nežádoucím vlivům, výraznému zhrubnutí struktury a většímu oduhličení. Pro tavbu T22/033 je optimální teplota austenitizace 900 °C. U této tavby dochází téměř k úplné austenitizaci struktury. Při následném kalení se tak získá téměř zcela martenzitická struktura.

Popouštěním vzorků byly potvrzeny předpoklady vyplývající z dilatometrických měření pro simulaci popouštění. K rozpadu tetragonálního martenzitu dochází u obou taveb přibližně od 200 °C, vylučuje se nízkouhlíkový kubický martenzit a nerovnovážné tranzitní karbidy ϵ ($Fe_{2,4}C$) s těsně uspořádanou hexagonální mřížkou. Následuje zhrubnutí karbidů až do teploty cca 500 °C. Nad touto teplotou se u obou taveb začne rozpadat zbytkový austenit. Zároveň dochází k rozpadu nízkouhlíkového martenzitu na ferit a cementit v destičkovité morfologii. Cementitické částice se se zvyšující teplotou začnou sferidizovat.

Provedením tahových zkoušek se prokázalo, že tavba T22/032 má v souhrnu vyšší hodnoty tažnosti a nižší hodnoty pevnosti než tavba T22/033, což je způsobeno jednak výskytem delta feritu v tavbě T22/032 a vyšším obsahem karbidů díky zvýšenému obsahu uhlíku v tavbě T22/033.

U tavby T22/033 je charakteristické, že nejvyšší pevnosti je dosaženo při popouštění na 300 °C, kdy zřejmě dochází k maximálnímu vyloučení tranzitních karbidů, které ještě při této teplotě nehrubnou. Zároveň je ve struktuře ještě dosti vysoké transformační zpevnění, protože značná část uhlíku je ještě nerovnovážně rozpuštěna v martenzitu. Pozoruhodné je, že při tomto maximálním celkovém zpevnění materiálu jsou plastické vlastnosti dosti dobré, tažnost má hodnotu kolem deseti procent.

K optimalizaci poměru hodnot tažnosti a meze pevnosti u tavby T22/032 došlo popouštěním na teplotu 425 °C. Po tomto popouštění jsou v oceli opět martenzitické latky s tranzitními karbidy, ferit delta a zbytkový austenit, nicméně transformační zpevnění již mírně kleslo a zároveň se podstatně zlepšily plastické vlastnosti, tažnost dosáhla 14 %, což je nejvyšší zaznamenaná hodnota u tohoto materiálu. Lze tedy konstatovat, že kombinace tažnosti a pevnosti je u této oceli nejlepší po popouštění na teplotu 425 °C.

Po popouštění na teplotu 550 °C dochází k výraznému snížení tažnosti bez výrazné změny pevnosti. Pokles tažnosti může být způsoben vylučováním cementitu na hranicích martenzitických jehlic a původních austenitických zrn. Plastické vlastnosti se při popouštění na vyšší teploty (650 °C) opět zvyšují, nicméně pevnost již v tomto případě významně klesá. Struktura je po pouštění na takto vysokou teplotu charakteristická vysokým obsahem cementitu, který je částečně sferoidizován, tranzitní karbidy jsou rozpuštěné nebo transformované a zbytkový austenit je již rovněž transformován.

U tavby T22/33 je až do teploty popouštění 400 °C dosahováno velmi vysokých hodnot pevnosti. Mez kluzu je nad 2000 MPa a mez pevnosti je nad 2500 MPa. Tažnost je pro takto zpracované vzorky sice nízká (mezi 2 – 3%), nicméně s přihlédnutím na velmi vysokou pevnost se jedná o zajímavou kombinaci vlastností. Materiál má po popouštění na 300 °C martenzitickou strukturu s tranzitními karbidy a se zbytkovým austenitem. Zajímavé je, že při zvýšení popouštěcí teploty nad 500 °C tažnost i pevnost podstatně klesnou, takto zpracovaný materiál je zjevně nevhodný pro praktické využití. Obdobný jev byl pozorován i u oceli T22/32, je otázkou, zda hlavní příčinou je vylučování cementitu po hranicích zrn a martenzitických latek anebo např. další segregáční procesy. Teoreticky rovněž počáteční produkty rozpadu austenitu mohou způsobovat pokles plastických vlastností. Ovšem při dalším zvýšení popouštěcí teploty na 650 °C plastické vlastnosti u tohoto materiálu velmi významně vzrostou až téměř k 9 % tažnosti. Současně ovšem podstatně klesá pevnost, opět lze sledovat paralelu s materiálem T22/032. Struktura s rovnoměrně vyloučeným a částečně sferoidizovaným cementitem a úplně rozpadlým austenitem se jeví jako další zajímavá ocel se sníženou hustotou s atraktivní kombinací vlastností.

Jako preferovaný režim tepelného zpracování zkoumaných ocelí legovaných hliníkem se jeví pro tavbu T22/032 ohřev na teplotu 930 °C, chlazení do oleje, následné popouštění na teplotu 425 °C. Tímto tepelným zpracováním se získaly optimální hodnoty mechanických vlastností $R_m = 1500 \text{ MPa}$ a $A = 15 \%$. Pro tavbu T22/033 je preferovaný režim tepelného zpracování ohřev na teplotu 900 °C, chlazení do oleje a následné popouštění na teplotu 650 °C. Optimální hodnoty mechanických vlastností jsou v tomto případě $R_m = 1370 \text{ MPa}$ a $A = 8 \%$.

Jednou z nejdůležitějších vlastností ocelí legovaných hliníkem je hustota. Zde bylo naměřeno až 10% snížení hustoty u tavby legované 7 hm.% hliníku a až 8% snížení hustoty u tavby legované 5 hm.% hliníku v porovnání s konvenční ocelí. Tyto hodnoty odpovídají předchozím výzkumům ocelí legovaných stejným množstvím hliníku.

Závěr

Se současnou rostoucí poptávkou po optimalizaci spotřeby paliva a se stále se zpřísňujícími zákony týkajícími se kontroly emisí CO₂ je v automobilovém průmyslu kladen stále větší důraz na potřebu snižování hmotnosti produktů, a to se zachováním dosavadní kvality zejména z pohledu bezpečnosti cestujících. Proto se výzkum v dnešní době zaměřuje na vývoj lehkých ocelí s vysokou pevností a nízkou hustotou. Tato diplomová práce je zaměřena konkrétně na vývoj oceli legované hliníkem. U dvou zkoumaných taveb došlo ke snížení hustoty podle předpokladu. U tavby T22/032, která byla legována 7 hm.% hliníku, se hustota snížila téměř o 10 % při porovnání s konvenční ocelí. U tavby T22/033, která byla legována 5 hm.% hliníku, se hustota snížila o více než 8 %.

Cílem diplomové práce bylo optimalizací technologií výroby a zvolením vhodného režimu tepelného zpracování zajistit požadované vlastnosti materiálu odpovídající současným hodnotám ocelí používaných na výrobu pružin pro dopravní prostředky. Tedy mez pevnosti by měla být přibližně 1500 MPa při tažnosti minimálně 5 %. Takovýchto hodnot bylo dosaženo u obou zkoumaných taveb vhodným rozložením fází u duplexní martenziticko-feritické struktury tavby T22/032 a získáním zcela martenzitické struktury u tavby T22/033. Zároveň se podařilo získat struktury bez výskytu problematické kapa fáze, často se vyskytující u tohoto typu oceli.

Dosažené kombinace mechanických vlastností, konkrétně hodnoty meze kluzu, meze pevnosti a tažnosti, představují velmi dobrý výsledek, který předčí původní zadání a má aplikační potenciál u celé řady komponent pro dopravní techniku anebo pro jiné namáhané strojní komponenty. Dalšími důležitými kritérii jsou hodnoty houževnatosti a meze únavy. Výzkum těchto parametrů součástí diplomové práce nebyl, mohl by ovšem být námětem pro budoucí výzkum ocelí legovaných hliníkem.

Lze konstatovat, že u obou ocelí bylo dosaženo snížení hustoty při získání velmi výhodných mechanických vlastností. Je tedy pravděpodobné, že využití na pružiny nebude jediné vhodné využití těchto zcela nově vyvinutých materiálů, ale že se tyto materiály s úspěchem zařadí na trh ocelí a budou hojně využívány ve strojírenském průmyslu.

Použité zdroje

- [1] BECKER, P. a U. DIEKMANN. Low density steels for light springs. Presented at MATPLUS Project Meeting, Wuppertal, 09. 12. 2019
- [2] BYSTRICKÁ, T. Mikrostrukturní analýzy zušlechtěné oceli legované hliníkem. Plzeň, 2021. Bakalářská práce. Západočeská univerzita, Fakulta strojní. Vedoucí práce Dr. Ing. Zbyšek Nový
- [3] ECLIPSE MA200. In: Nikon [online]. [cit. 2023-05-25]. Dostupné z: <https://industry.nikon.com/en-gb/products/industrial-microscopy/industrial-microscopes/inverted-eclipse-ma200/>
- [4] GUTIERREZ-URRUTIA, Ivan. Low Density Fe–Mn–Al–C Steels: Phase Structures, Mechanisms and Properties. *ISIJ International* [online]. 2021, **61**(1), 16-25 [cit. 2022-12-04]. ISSN 0915-1559. Dostupné z: doi:10.2355/isijinternational.ISIJINT-2020-467
- [5] HÁJEK, Jiří, Zbyšek NOVÝ, Ludmila KUČEROVÁ, Hana JIRKOVÁ, Pavel SALVETR, Petr MOTYČKA, Jan HAJŠMAN a Tereza BYSTRICKÁ. A New Alloying Concept for Low-Density Steels. *Materials* [online]. 2022, **15**(7) [cit. 2022-12-04]. ISSN 1996-1944. Dostupné z: doi:10.3390/ma15072539
- [6] Heraeus K 1250 Chamber Furnace up to 1250°C. In: Labstuff [online]. [cit. 2023-05-25]. Dostupné z: <https://labstuff.eu/en/heraeus-k-1250-chamber-furnace-up-to-1250-c.html>
- [7] HUANG, Chao, Chaolei ZHANG, Le JIANG, Yong YANG a Yazheng LIU. Isothermal heat treatment of a bearing steel for improved mechanical properties. *Journal of Alloys and Compounds* [online]. 2016, **660**, 131-135 [cit. 2022-12-04]. ISSN 09258388. Dostupné z: doi:10.1016/j.jallcom.2015.11.051
- [8] CHEEROVA, M. N., T. V. KOMAROVA a V. N. DUBINSKII. Effect of Initial Structure on the Characteristics of Austenite Formed Under Heat Treatment of Spring Steels. *Metal Science and Heat Treatment* [online]. 2021, **63**(1-2), 11-17 [cit. 2022-12-04]. ISSN 0026-0673. Dostupné z: doi:10.1007/s11041-021-00640-6
- [9] CHEN, Shangping, Radhakanta RANA, Arunansu HALDAR a Ranjit Kumar RAY. Current state of Fe-Mn-Al-C low density steels. *Progress in Materials Science* [online]. 2017, **89**, 345-391 [cit. 2022-12-04]. ISSN 00796425. Dostupné z: doi:10.1016/j.pmatsci.2017.05.002
- [10] CHEN, Zhuo, Ming-xiang LIU, Jian-kang ZHANG, Lei YANG, Yun-hu ZHANG, Chang-jiang SONG a Qi-jie ZHAI. Effect of annealing treatment on microstructures and properties of austenite-based Fe-28Mn-9Al-0.8C lightweight steel with addition of Cu. *China Foundry* [online]. 2021, **18**(3), 207-216 [cit. 2022-12-04]. ISSN 1672-6421. Dostupné z: doi:10.1007/s41230-021-1026-6
- [11] KALTZAKORTA, Idurre, Teresa GUTIERREZ, Roberto ELVIRA, Pello JIMBERT a Teresa GURAYA. Evolution of Microstructure during Isothermal Treatments of a Duplex-Austenitic 0.66C11.4Mn.9.9Al Low-Density Forging Steel and Effect on the Mechanical Properties. *Metals* [online]. 2021, **11**(2), 1-3 [cit. 2022-12-04]. ISSN 2075-4701. Dostupné z: doi:10.3390/met11020214
- [12] Knoop/Vickers hardness tester. In: Direct Industry [online]. [cit. 2023-05-25]. Dostupné z: <https://www.directindustry.com/prod/crase/product-157377-1681233.html>

- [13] KRUIZE, Arnold. JEOL Introduces the JSM-IT500HR. In: Jeol [online]. 2018 [cit. 2023-05-25]. Dostupné z: <https://www.jeolbenelux.com/JEOL-BV-News/jeol-introduces-the-jsm-it500hr>
- [14] MALLICK, P.K. Overview. In: *Materials, Design and Manufacturing for Lightweight Vehicles* [online]. Elsevier, 2010, 2010, s. 1-32 [cit. 2022-12-04]. ISBN 9781845694630. Dostupné z: doi:10.1533/9781845697822.1
- [15] OSTASH, O. P., R. V. CHEPIL', L. I. MARKASHOVA, V. I. HRYBOVS'KA, V. V. KULYK a O. M. BERDNIKOVA. Influence of the Modes of Heat Treatment on the Durability of Springs Made of 65G Steel. *Materials Science* [online]. 2018, **53**(5), 684-690 [cit. 2022-12-04]. ISSN 1068-820X. Dostupné z: doi:10.1007/s11003-018-0124-0
- [16] RAABE, D., H. SPRINGER, I. GUTIERREZ-URRUTIA, et al. Alloy Design, Combinatorial Synthesis, and Microstructure–Property Relations for Low-Density Fe-Mn-Al-C Austenitic Steels. *JOM* [online]. 2014, **66**(9), 1845-1856 [cit. 2022-12-04]. ISSN 1047-4838. Dostupné z: doi:10.1007/s11837-014-1032-x
- [17] SOURMAIL, T., F.G. CABALLERO, F. MOUDIAN, D. DE CASTRO a M. BENITO. High hardness and retained austenite stability in Si-bearing hypereutectoid steel through new heat treatment design principles. *Materials & Design* [online]. 2018, **142**, 279-287 [cit. 2022-12-04]. ISSN 02641275. Dostupné z: doi:10.1016/j.matdes.2018.01.035
- [18] Static Materials Testing Machines. In: Zwick Roell [online]. [cit. 2023-05-25]. Dostupné z: <https://www.zwickroell.com/products/static-materials-testing-machines/universal-testing-machines-for-static-applications/allroundline/>
- [19] WANG, Weisheng, Hangyu ZHU, Yun HAN, Jianli LI a Zhengliang XUE. Effect of Al content on non-metallic inclusions in Fe–23Mn– x Al–0.7C lightweight steels. *Ironmaking & Steelmaking* [online]. 2021, **48**(9), 1038-1047 [cit. 2022-12-04]. ISSN 0301-9233. Dostupné z: doi:10.1080/03019233.2021.1909993
- [20] WANG, Xian-Wen, Qing-Feng HU, Chao-Lei ZHANG, Lie CHEN, Chang-Yong ZHU, Bo TAO, Bo JIANG a Ya-Zheng LIU. Optimization of Heat Treatment for 38Si7 Spring Steel with Excellent Mechanical Properties and Controlled Decarburization. *Materials* [online]. 2022, **15**(11) [cit. 2022-12-04]. ISSN 1996-1944. Dostupné z: doi:10.3390/ma15113763
- [21] ZAMBRANO, O. A. A general perspective of Fe–Mn–Al–C steels. *Journal of Materials Science* [online]. 2018, **53**(20), 14003-14062 [cit. 2022-12-04]. ISSN 0022-2461. Dostupné z: doi:10.1007/s10853-018-2551-6
- [22] ZEISS Axio Observer for Materials. In: Zeiss [online]. [cit. 2023-05-25]. Dostupné z: <https://www.zeiss.com/microscopy/en/products/light-microscopes/widefield-microscopes/axio-observer-for-materials.html>