

**ČESKÉ VYSOKÉ
UČENÍ TECHNICKÉ
V PRAZE**

**FAKULTA
STROJNÍ**



**TEZE
DISERTAČNÍ
PRÁCE**

ČESKÉ VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V PRAZE

FAKULTA STROJNÍ

ÚSTAV MATERIÁLOVÉHO INŽENÝRSTVÍ

TEZE DISERTAČNÍ PRÁCE

Vliv nekonvenčních metod tepelného zpracování na užité vlastnosti vybraných nástrojových ocelí

Ing. Martin Kuřík

Doktorský studijní program: Strojní inženýrství

Studijní obor: Materiálové inženýrství

Školitel: Doc. Ing. Jana Sobotová, Ph.D

Teze disertace k získání akademického titulu "doktor", ve zkratce "Ph.D."

Praha

Září 2022

Název anglicky: The influence of unconventional methods of heat treatment on the useful properties of selected tool steels.

Disertační práce byla vypracována v kombinované formě doktorského studia na Ústavu <název> Fakulty strojní ČVUT v Praze.

Disertant: Ing. Martin Kuřík

Ústav materiálového inženýrství, Fakulta strojní ČVUT v Praze
Karlovo náměstí 13, Praha 2, 12 000

Školitel: Doc. Ing. Jana Sobotová, Ph.D.

Ústav materiálového inženýrství, Fakulta strojní ČVUT v Praze
Karlovo náměstí 13, Praha 2, 12 000

Oponenti:

Teze byly rozeslány dne:

Obhajoba disertace se koná dne v hod.

v zasedací místnosti ústavu materiálového inženýrství Fakulty strojní ČVUT v Praze, Karlovo náměstí 13, Praha 2, 120 00

před komisí pro obhajobu disertační práce ve studijním oboru Materiálové inženýrství.

S disertací je možno se seznámit na oddělení vědy a výzkumu Fakulty strojní ČVUT v Praze, Technická 4, Praha 6.

Prof. RNDr. Petr Špatenka, CSc.

předseda oborové rady oboru Materiálové inženýrství

Fakulta strojní ČVUT v Praze

OBSAH

1	SOUČASNÝ STAV ŘEŠENÍ PROBLEMATIKY	6
1.1	Úvod.....	6
1.2	Vliv teploty austenitizace	6
1.3	Vliv zmrazování.....	7
2	CÍLE DISERTAČNÍ PRÁCE	7
3	EXPERIMENT	8
3.1	Popis experimentu	9
4	VÝSLEDKY A JEJICH DISKUZE	11
4.1	Tvrdost.....	11
4.2	Metalografická analýza – hodnocení struktury.....	12
4.3	Metalografická analýza – velikostní rozdělení karbidů.....	14
4.4	Odolnost proti opotřebení.....	16
4.5	Zkouška únavy.....	17
5	ZÁVĚRY	19
5.1	Závěry disertační práce	19
5.2	Perspektiva pro další výzkum	20
7	LITERATURA	21
8	PUBLIKAČNÍ ČINNOST AUTORA	25
8.1	Tematické publikace v databázích WoS a SCOPUS.....	25
8.2	Ostatní publikace v databázích WoS a SCOPUS.....	25

1 SOUČASNÝ STAV ŘEŠENÍ PROBLEMATIKY

1.1 Úvod

V současnosti je na trhu nepřeberně množství nástrojových ocelí, které se mimo chemické složení mohou výrazně lišit na základě postupu výroby. Kromě klasického zpracování ingotů se v případě nástrojových ocelí stále častěji uplatňuje výroba polotovaru pomocí práškové metalurgie. Ta umožňuje připravit velmi jemnou homogenní strukturu o chemickém složení, které by jinak bylo nedosažitelné vzhledem k segregáčním dějům při tuhnutí při klasické metalurgii (KM). Výsledkem je významný posun mechanických vlastností ocelí připravených práškovou metalurgií (PM) a jejich rostoucí uplatnění při výrobě nástrojů [1].

Otázkou ovšem zůstává, jestli tento významný rozdíl ve struktuře bude mít vliv na obecná pravidla a závislosti tepelného zpracování známá a ověřená dlouholetou praxí v kombinaci s technologickým pokrokem. Ten lze zejména pozorovat na poli řízení a kontroly procesních parametrů v moderních vakuových pecích, případně na procesu zmrazování jakožto součásti tepelného zpracování [2].

Veřejně dostupné informace v materiálových listech těchto nástrojových ocelí jsou často omezeny pouze na popouštěcí křivku a doporučené teploty austenitizace a již zde se dají najít první rozdíly v doporučeních oproti ocelím KM. Podrobný popis dopadů na další mechanické vlastnosti není obvyklý a v případě dynamických zkoušek spíše vzácný.

Předložená práce se primárně zaměřuje na nástrojové oceli pro práci za studena připravené práškovou metalurgií a navazuje na dřívější práce [3; 4; 5; 6; 7], zkoumající vliv vybraných parametřů tepelného zpracování na užité vlastnosti daných ocelí.

Konkrétně se jedná o ocel ASP 2023, která se řadí mezi velmi používané oceli a ocel ASP 2005, která se dle výrobce vyznačuje vyšší houževnatostí a odolností proti opotřebením ve srovnání s ocelí ASP 2023. Obě oceli by měly být zpracovány na stejnou tvrdost 62 +2 HRC s cílem určit nejvýhodnější kombinaci vlastností pro lisovací nástroj pro postupový lis pracující za studena.

Prvním sledovaným vlivem je teplota austenitizace, která by správně měla být volena s ohledem na požadovanou tvrdost stejně tak jako na aplikaci konkrétního nástroje. Teplota austenitizace přímo ovlivňuje výslednou strukturu jako je hrubost matrice, její nasycení legujícími prvky, množství a velikost karbidů [8].

Druhým sledovaným aspektem je zařazení zmrazování mezi kalení a popouštění. Správně provedené zmrazování by mělo iniciovat precipitaci jemných karbidů ve struktuře oceli a obecně snížit množství zbytkového austenitu [2]. Výsledný materiál by měl být tvrdší a houževnatější zároveň oproti nezmrázované variantě.

Oba sledované vlivy jsou hodnoceny z pohledu výsledné tvrdosti, struktury matrice, velikostního rozložení karbidů, odolnosti proti opotřebením a odolnosti proti únavě. Zkouška únavy je volena s ohledem na podobnost s reálným namáháním konkrétního lisovacího nástroje pracujícího za studena.

1.2 Vliv teploty austenitizace

Je známo, že austenitizace je základním procesem při tepelném zpracování s překrystalizací. Spočívá v ohřevu nad kritickou teplotu a přeměnu feriticko-perlitické (oceli poodutektoidní) potažmo perliticko-cementitické (oceli nadeutektoidní) struktury na austenitickou. Hlavní jsou zejména dva děje. Tvorba a homogenizace austenitu a následný růst austenitického zrna, které zásadním způsobem ovlivňují výsledné mechanické

vlastnosti ocelí [9; 10]. Obecně se tyto dva děje projevují u nástrojových vysokolegovaných ocelí růstem tvrdosti a poklesem houževnatosti s rostoucí teplotou austenitizace [11].

V případě nástrojových ocelí je teplota austenitizace oproti uhlíkovým a nízkolegovaným ocelím podstatně vyšší. Zpravidla se pohybuje od 980–1100 °C a v případě rychlořezných ocelí (RO) až do 1250 °C [11]. Volba teploty souvisí s rozpouštěním karbidů ve struktuře a s tím spojené syčení matrice legurami [12]. Délka výdrže na austenitizační teplotě se odvíjí od výše samotné teploty a zvolené technologie pro ohřev [11]. Například v solné lázni je výdrž výrazně kratší než u vakuových pecí, kde často přesahuje více jak 30 minut [13]

V případě PM ocelí se doporučuje volit kratší doby výdrží v jednotkách minut, jak je třeba uvedeno v materiálových listech výrobce pro ocel Vanadis 23 [14] a Vanadis 30 [15]. Nicméně v publikaci [13] se naopak doporučuje dobu austenitizace prodloužit. PM oceli díky své jemnozrné struktuře a rovnoměrné distribuci karbidů mají lépe odolávat hrubnutí zrna. V souladu s tím práce autora [16] neprokázala negativní vliv prodloužení doby austenitizace na velikost zrna v případě PM oceli Vanadis 30 a to ani v případě, kdy austenitizace probíhala 30 minut oproti doporučovaným 5 minutám.

1.3 Vliv zmrazování

Zmrazování se zařazuje do postupu tepelného zpracování za účelem dosáhnout teploty konce martenzitické přeměny (M_f), která v případě legovaných ocelí bývá výrazně nižší než 20 °C, a snížit tak obsah zbytkového austenitu ve struktuře oceli po kalení [2].

Nejčastěji se zmrazování zařazuje do tepelného zpracování mezi kalení a popouštění [17; 18; 19; 20]. Také se lze v odborné literatuře setkat se zmrazováním, které je zařazeno po popouštění [21; 22; 23; 24]. Druhá zmíněná varianta je méně častá a podle závěrů práce [25] méně výhodná.

Z prostudovaných přehledových článků [17; 19; 25; 26] lze konstatovat, že zmrazování je přínosný krok tepelného zpracování nástrojových ocelí, pokud je provedeno vhodným způsobem. Především je důležité řízené ochlazování na dostatečně nízkou kryogenní teplotu odpovídající rychlostí, aby bylo dosaženo teploty M_f , výdrž na dané teplotě a pozvolný ohřev. Ve výsledku jsou tyto parametry závislé na druhu zpracovávané oceli a nelze očekávat, že by existoval jeden univerzální postup zmrazení.

Dostupná literatura se především zaměřuje na mapování vlivu zmrazování na mikrostrukturu, tvrdost a odolnost proti opotřebení. Zkoumání dalších mechanických vlastností odolnost vůči cyklickému namáhání či vrubová houževnatost jsou okrajovou záležitostí [17; 19; 25; 26].

V případě konkrétního hodnocení vlivu zmrazování na vlastnosti nástrojových ocelí je porovnání výsledků prací komplikované vzhledem k rozmanitosti zkoumaných nástrojových ocelí, jejich samotnému tepelnému zpracování předcházejícímu zmrazování či následujícímu po něm. V dostupné literatuře se s ohledem na tuto skutečnost lze například setkat s rozdílnými výsledky dopadů zmrazování na odolnost proti opotřebení [17; 19; 25; 26].

2 CÍLE DISERTAČNÍ PRÁCE

Tato disertační práce je zaměřena na určení vhodných parametrů tepelného zpracování pro nástrojové oceli pro práci za studena vyrobené pomocí práškové metalurgie. Tyto oceli jednoznačně patří mezi perspektivní nástrojové oceli, které mají díky svým vlastnostem výrazný průmyslový aplikační potenciál, ačkoliv jsou ve srovnání s nástrojovými oceli připravenými klasickými metalurgickými postupy výrazně dražší.

Z rešerše vyplývá, že takto připravené oceli není vhodné tepelně zpracovávat za obvyklých podmínek používaných již desítky let známé pro klasicky připravované oceli. Stejně tak současně dostupné technologie pro zpracování nástrojových ocelí dovolují mnohem přesnější řízení procesu, než tomu bylo dříve.

Jak je známo, ve výkresové dokumentaci je požadavek na mechanické vlastnosti reprezentován obvykle povrchovou tvrdostí daného dílu. Nicméně, různou kombinací parametrů tepelného zpracování lze dosáhnout požadované tvrdosti, i když se další mechanické vlastnosti jako houževnatost, mez pevnosti a jiné mohou významně lišit.

Nicméně, dostupné informace k jednotlivým PM nástrojovým ocelím se omezují na úzký výčet mechanických vlastností, které jsou nedostatečné pro vhodné nastavení jednotlivých parametrů tepelného zpracování pro konkrétní nástroje pro práci za studena.

Cíle práce je možné rozdělit do několika následujících bodů:

- Na základě znalostí a předešlých prací navrhnout různé režimy tepelného zpracování pro dvě progresivní PM nástrojové oceli pro práci za studena tak, aby ve všech případech bylo dosaženo podobné tvrdosti.
- Provést podrobnou metalografickou analýzu takto zpracovaných vzorků založenou na stanovení velikostního rozložení karbidů, jejich distribuci v oceli a stavu matrice pro jednotlivé režimy tepelného zpracování.
- Metodou Pin on disk hodnotit vliv podmínek tepelného zpracování na odolnost proti opotřeбенí sledovaných ocelí a jejich stavů.
- Pomocí zkoušek únavy simulovat dynamické namáhání razníku pracujícího za studena a sledovat tak vliv režimu tepelného zpracování na výslednou životnost nástroje.
- Soubor získaných dat použít pro predikci vhodného tepelného zpracování vybraných PM ocelí pro konkrétní nástroj ve vazbě na jeho výslednou životnost.

3 EXPERIMENT

Byly hodnoceny dvě PM nástrojové oceli pro práci za studena, které byly voleny na základě požadavků výroby lisovacích nástrojů pro tváření za studena ve firmě SFS Group CZ a.s. s mateřským závodem ve Švýcarském Heerbruggu.

ASP 2023 svým chemickým složením odpovídá oceli Vanadis 23 a je firmou obvykle používána pro výrobu nástrojů. Ocel ASP 2005 byla zvolena jako alternativa k ASP 2023. Podle dostupných informací od výrobce se vyznačuje vyšší houževnatostí a odolností proti opotřeбенí, na druhou stranu je broušení a následné leštění náročnější. Obdobně jako v předešlých pracích autora [3; 4; 5; 6; 7] byl hodnocen vliv tepelného zpracování na vlastnosti těchto materiálů. Přehled středního chemického složení pro jednotlivé sledované oceli je uveden v Tab. 1.

Tab. 1. Chemické složení jednotlivých ocelí dle jejich výrobců

Skutečné chemické složení [hm. %]									
Ocel	Výrobce	Etapa	Výroba	C	Cr	Mo	W	V	Co
ASP 2023 (1.3395)	Erasteel [27]	2.	PM	1,28	4,10	5,00	6,40	3,10	-
ASP 2005 (1.3377)	Erasteel [28]	2.	PM	1,50	4,00	2,50	2,50	4,00	-

3.1 Popis experimentu

Pro výrobu vzorků byly použity dva polotovary Ø 16 mm a Ø 32 mm pro ASP 2023 (dále značeny jako A23), potažmo Ø 15 mm a Ø 30 mm pro ASP 2005 (označeny A05). Obě značky ocelí byly dodány ve stavu žíhaném naměkko. Menší průměr polotovaru byl použit na výrobu tyčí pro zkoušku únavy o průměru pracovní části 3 mm. Vzorky o rozměru Ø 14x10 mm byly použity pro hodnocení struktury a kontrolu tvrdosti. Z polotovaru Ø 32 mm (potažmo Ø 30 mm) byly vyrobeny vzorky Ø 30 x 5 mm pro zkoušku odolnosti proti opotřebení metodou Pin On Disk. Veškeré mechanické zpracování vzorků bylo prováděno tak, aby nedošlo k jejich tepelnému ovlivnění.

Vzorky byly rozděleny do jednotlivých dávek na tepelného zpracování tak, aby se vždy zpracovaly na nejméně vsázek s cílem eliminovat vliv vsázkování na rozdíly ve výsledcích zkoušek.

Tepelné zpracování bylo ve všech případech voleno v souladu s požadavky firmy SFS Group CZ a.s. na tvrdost nástrojů 62 + 2 HRC. Konkrétní parametry a značení jednotlivých vzorků jsou popsány v Tab. 2.

Tab. 2. Postup tepelného zpracování jednotlivých sérií

Označení	Ocel	Austenitizace	Zmrazování	1. pop	2 .pop.	3.pop.
A23_1QT	ASP2023	1050 °C	-	540 °C	520 °C	520 °C
A23_1QCT	ASP2023	1050 °C	-80 °C	540 °C	-	-
A23_HQT	ASP2023	1100 °C	-	560 °C	560 °C	560 °C
A23_BQT	ASP2023	1180 °C	-	560 °C	560 °C	560 °C
A05_1QT	ASP2005	1050 °C	-	540 °C	520 °C	520 °C
A05_1QCT	ASP2005	1050 °C	-80 °C	540 °C	-	-
A05_HQT	ASP2005	1100 °C	-	560 °C	560 °C	560 °C
A05_HQCT	ASP2005	1100 °C	-80 °C	540 °C	-	-

Série A23_BQT byla tepelně zpracována v kalárně Bodycote. Postup tepelného zpracování je nastaven kalírnou na základě požadavku na tvrdost. Kalení bylo provedeno ve vakuové peci s třemi přehřevy při teplotě 650 °C, 850 °C a 1050 °C a ochlazením proudem dusíku o tlaku 5 barů.

Ostatní série byly zpracovány mateřským závodem firmy SFS Group CZ a.s. ve Švýcarském Heerbruggu. Postup ohřevu na kalící teplotu byl pro všechny skupiny shodný a spočíval v přehřevu na teplotu 650 °C a 850 °C. Výdrž na austenitizační teplotě byla nastavena na 20 minut, poté následovalo kalení proudem dusíku o tlaku 3 bary.

Série A23_HQT reprezentuje postup tepelného zpracování běžně používaného v mateřském závodě pro dosažení tvrdosti 62 + 2 HRC.

Série A23_1QT vychází z praxe [11; 29], kdy pro dosažení vyšší houževnatosti nástrojové oceli se volí nižší austenitizační teplota z doporučeného rozsahu teplot. Vzorky tak byly kaleny z 1050 °C a popouštěcí teplota byla v návaznosti na materiálové listy [14; 27] upravena.

Zmrazování bylo provedeno dle doporučení [14], ochlazením na teplotu -80 °C během 1 hodiny. Poté následovala výdrž na teplotě 3 hodiny a postupný ohřev na pokojovou teplotu rychlostí 2 °C / min. Teplota -80 °C je v dostupných materiálových listech považována za

teplotu M_f [30] pro ocel odpovídající ASP 2023. Pro ocel ASP 2005 není M_f dle dostupných informací od výrobce známa.

PM nástrojová ocel pro práci za studena ASP 2005 není společností SFS Group CZ a.s. běžně používaná pro výrobu nástrojů. Pro návrh tepelného zpracování se tak vycházelo z materiálového listu a vzhledem k podobnosti s ocelí ASP 2023 byly použity parametry z programů pro vzorky A23.

Zkouška tvrdosti byla provedena na tvrdoměru Duramin AC1 dle Vickerse popsaná normou ČSN EN ISO 6507 [31]. V souladu s ní byla použita zátěžná síla 10 kp (98,06 N) a doba výdrže při plném zatížení 10 s.

Všechny vzorky byly připraveny stejným postupem broušení, leštění a chemicko-mechanického leštění pro dosažení co nejvíce hladkého povrchu bez rýh. V nenaleptaném stavu byla provedena kontrola přítomnosti vměstků a pórů při zvětšení 250 x pomocí světelné mikroskopie. Struktura samotná byla hodnocena pomocí elektronového mikroskopu JOEL 7600 F s EDX analyzátozem Oxford Inca při zvětšení 5 000 x a 10 000 x. Celkový obsah a velikostní rozložení karbidů ve struktuře bylo určeno pomocí obrazového analyzátoru NIS Elements AR. Pro vyhodnocení bylo použito vždy pěti snímků při zvětšení 5000 x.

Odolnost proti opotřeбенí byla měřena pomocí zkoušky Pin on disk na zařízení HTT CSM Instruments v souladu s normou ASTM G99 [32]. Zkouška samotná byla provedena při dvou nastaveních, která jsou uvedena v Tab. 3. Nižší zátěžná síla navazuje na předešlé práce [4; 5; 6; 7], aby bylo možné porovnat odolnost proti opotřeбенí s předešlými výsledky.

Tab. 3. Parametry zkoušky PoD.

Parametr	1.	2.
Teplota	22 °C	22 °C
Vlhkost	25-30 %	25-30 %
Mazivo	-	-
Materiál pinu (kuličky)	Al ₂ O ₃	Al ₂ O ₃
Poloměr pinu (r)	3 mm	3 mm
Poloměr drážky (R)	2 mm	2 mm
Celková dráha	100 m	200 m
Rychlost (w)	6,4 cm/s	6,4 cm/s
Zatížení (F)	5,0 N	10,0 N

Objemový úbytek byl stanoven dvěma způsoby. Na základě šířky drážky, určené pomocí světelného mikroskopu Zeiss Lab. A1, dosazením do rovnice (1). Druhá metoda spočívala v určení hloubky drážky pomocí drsnoměru Hommel-Etamic W10 s ramenem T1E a dosazením do rovnice (2).

$$V_{ub} = 2\pi R \left[r^2 * \sin^{-1} \left(\frac{d}{2r} \right) - \frac{d}{4} * (4r^2 - d^2)^{\frac{1}{2}} \right] \quad [mm^3] \quad (1)$$

$$V_{ub} = \pi R \left\{ \left[\frac{\pi r^2}{180} * \cos^{-1} \left(1 - \frac{h}{r} \right) \right] - \left[2(r - h)\sqrt{h(2r - h)} \right] \right\} \quad [mm^3] \quad (2)$$

Pro vybrané stavy byla provedena podrobná analýza tvaru vzniklé drážky pomocí laserového skenovacího mikroskopu LEXT™ OLS5000-SAF za použití objektivu MPLAPON20xLEXT.

Zkouška únavy byla provedena na vysokofrekvenčním únavovém stroji LabTest 6.25H.8.01.1. Na základě konzultace s technologií firmy SFS Group byly určeny zkušební parametry zkoušky tak, aby přibližně odpovídaly obvyklému namáhání razníku při tváření za

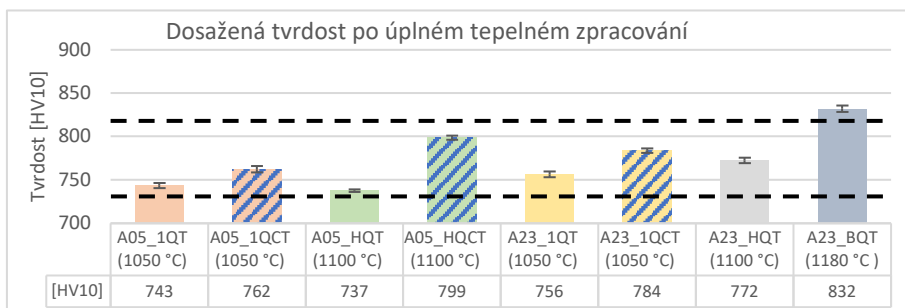
studena. Vzorek byl namáhán maximálním napětím v tahu 1700 MPa v rozmezí 0-12 kN s frekvencí 10 Hz. Vzorky byly vyrobeny dle doporučení normy ASTM E606/E606M-21 [33]. Povrch činné části byl broušen dle normy na stav lepší než Ra 0,2 mm. Zkouška probíhala do porušení/přetržení vzorku. Sledovanými veličinami byl počet cyklů do porušení, prodloužení vzorku a průběh momentu síly v rámci jednotlivých cyklů.

V průběhu měření se ukázala velká citlivost výsledku na stav povrchu činné části vzorku na výsledný počet cyklů do porušení. Z toho důvodu byla polovina vzorků přebroušena ve směru osy namáhání a stav povrchu jednotlivých vzorku byl hodnocen pomocí parametru Rz, který se v tomto případě ukázal jako více vypovídající.

4 VÝSLEDKY A JEJICH DISKUZE

4.1 Tvrdost

Požadovaná výkresová tvrdost byla 62 + 2 HRC odpovídá rozsahu 731–813 HV10 (převedeno dle normy [34]). Z Obr. 1 je patrné, že všechny série dosáhly požadované hodnoty tvrdosti s výjimkou série A23_BQT, která s hodnotou 832 ± 4 HV10 rozmezí překročila.



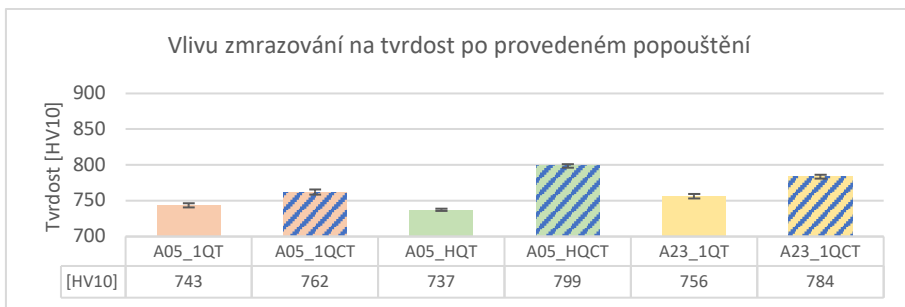
Obr. 1. Dosažená tvrdost po úplném tepelném zpracování [HV10]

Dále je patrné, že ocel ASP 2005 dosahuje při stejném tepelném zpracování nižších tvrdostí oproti ASP 2023. Lze předpokládat, že důvodem je odlišné chemický složení.

V souladu s teoretickými předpoklady [9; 10; 11] s rostoucí teplotou austenitizace roste výsledná tvrdost obou ocelí. V případě oceli ASP 2023 výsledná tvrdost vzrostla z 756 HV10 při austenitizaci 1050 °C na zmíněných 832 HV10 při 1180 °C.

Ve všech sledovaných případech zmrazování ocelí ASP 2005 a ASP 2023 byl pozorován mírný nárůst tvrdosti (9–18 HV10) ve stavu po zmrazování. Uvedená skutečnost je v souladu s citovanou literaturou [26; 21; 25], která tento nárůst spojuje s poklesem zbytkového austenitu ve struktuře nástrojové oceli po kalení.

Z Obr. 2 je patrné, že provedené zmrazování způsobilo ve všech sledovaných případech nárůst výsledné tvrdosti i po popouštění. U skupiny A05_1QCT a A23_1QCT činí nárůst 19 HV10 potažmo 28 HV10. Nárůst tvrdosti o 62 HV10 v případě vzorku A05_HQCT oproti nezmrazenému vzorku A05_HQT je spojen v souladu s teoretickými předpoklady kromě použití zmrazování i s nižší popouštěcí teplotou.



Obr. 2. Tvrdosti ocelí ASP 2005 a ASP 2023 v popouštěném stavu

Nárůst tvrdosti po zmrazování a následném popouštění není však v souladu s předešlými výsledky pro PM nástrojovou oceli Vanadis 23 [7] ani s pracemi [20; 35], kde autoři konstatují, že pozorovaná nižší tvrdost je spojena s poklesem obsahu uhlíku v martenzitu až na jednu pětinu v porovnání se zpracováním bez zmrazování.

Na druhou stranu, autoři práce [36] pozorovali na rychlořezné oceli W9Mo3Cr4V nárůst tvrdosti o 2 HRC v případě zmrazení na $-120\text{ }^{\circ}\text{C}$ a následném popouštění. Nárůst tvrdosti si autoři spojují s poklesem zbytkového austenitu ve struktuře. Stejně pozorování je uvedeno v pracích [37; 38; 39] nebo třeba v materiálovém listě oceli K340 [40].

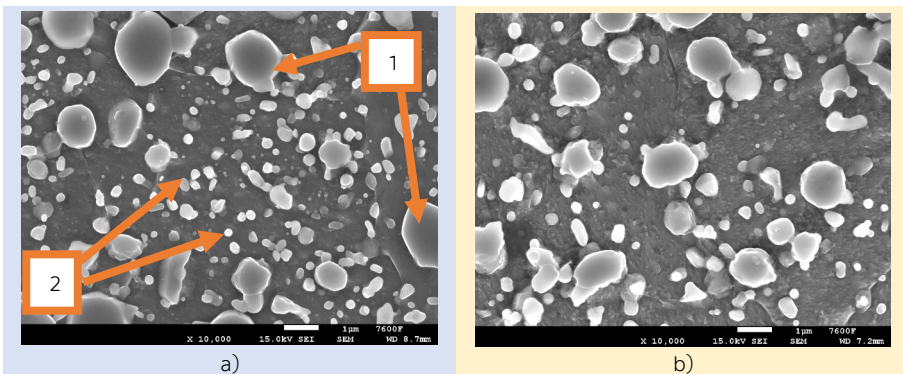
Práce [18] dokumentuje závislost výsledné tvrdosti ocelí AISI M2 (1.3343), M2/3 (1.3395), M35 (1.3243) [41] po zmrazování na austenitizační teplotě. Při austenitizaci $1180\text{ }^{\circ}\text{C}$ byl pozorován mírný pokles tvrdosti ($\sim 2\%$) u oceli M2/3 při zařazeném zmrazování oproti nezmrazenému vzorku. Na druhou stranu při teplotě austenitizace $1050\text{ }^{\circ}\text{C}$ zmrazovaný vzorek vykázal vyšší tvrdost o $\sim 5\%$. Podobné chování bylo pozorováno i u ostatních sledovaných ocelí. Autoři si spojují pokles tvrdosti při vyšší austenitizaci s poklesem obsahu uhlíku v matici po zmrazování.

Z uvedených výsledků lze usuzovat, že zmrazování ovlivňuje popouštěcí křivku, ale zároveň teplota austenitizace má dopady na průběh a dopady samotného zmrazování. V tomto ohledu by bylo vhodné doplnit v následujících experimentech popouštěcí křivku nejen pro různé parametry zmrazování ale i při různých teplotách austenitizace.

4.2 Metalografická analýza – hodnocení struktury

Oceli ASP 2005 a ASP 2023 byly dodány ve stavu žíhaném naměkko. Struktura byla tvořena perlitem a velkým množstvím drobných karbidů sférického tvaru s velikostí okolo $1\text{ }\mu\text{m}$ (na Obr. 3. označeny číslem „1“) a velmi jemnými karbidy (na Obr. 3. označeny číslem „2“).

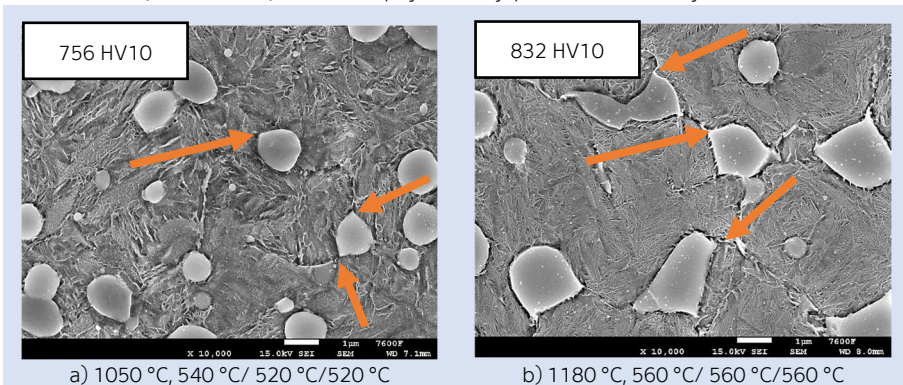
EDS analýza obou sledovaných ocelí prokázala výskyt více druhů komplexních karbidů, což je v souladu s pozorováním na SEM a vysvětluje to různý kontrast některých karbidů. Karbidy označené čísle „1“ jsou vanadové, nebo wolframové. Jemné karbidy „2“ jsou převážně chromové. V souladu s teorií [42] je matrice v obou případech ochuzena o karbidotvorné prvky jako je vanad, wolfram a molybden, které jsou vyloučeny ve formě zmíněných karbidů. Zdá se, že ocel ASP 2023 obsahuje vyšší podíl karbidů ve struktuře, což je v souladu s vyšším obsahem karbidotvorných prvků oproti ASP 2005.



Obr. 3. SEM, leptadlo Nital 2 %, struktura oceli a) ASP 2023, b) ASP 2005

Na základě pozorování struktur ocelí po tepelném zpracování lze konstatovat, že ve všech sledovaných případech je struktura tvořena jehlicemi martenzitu, karbidy a dle předpokladu zbytkovým austenitem, jehož množství není možné blíže specifikovat pomocí SEM. Karbidy mají sférický tvar a jsou rovnoměrně rozloženy ve struktuře. V souladu s výchozím stavem se zdá, že ocel ASP 2023 vykazuje vyšší podíl karbidů oproti oceli ASP 2005. Hrubost matrice se zvyšuje s rostoucí teplotou austenitizace.

V souladu a předešlým pozorováním [7; 43] dochází během austenitizace k rozpouštění nejmenších chromových karbidů „2“ a také k růstu karbidů ve směru hranic původních austenitických zrn [44]. Intenzita obou těchto jevů roste s rostoucí teplotou austenitizace. Na Obr. 4 jsou uvedeny SEM snímky oceli ASP 2023 po kompletním tepelném zpracování při austenitizaci a) 1050 °C a b) 1180 °C. Šipky označují preferované směry růstu karbidů.

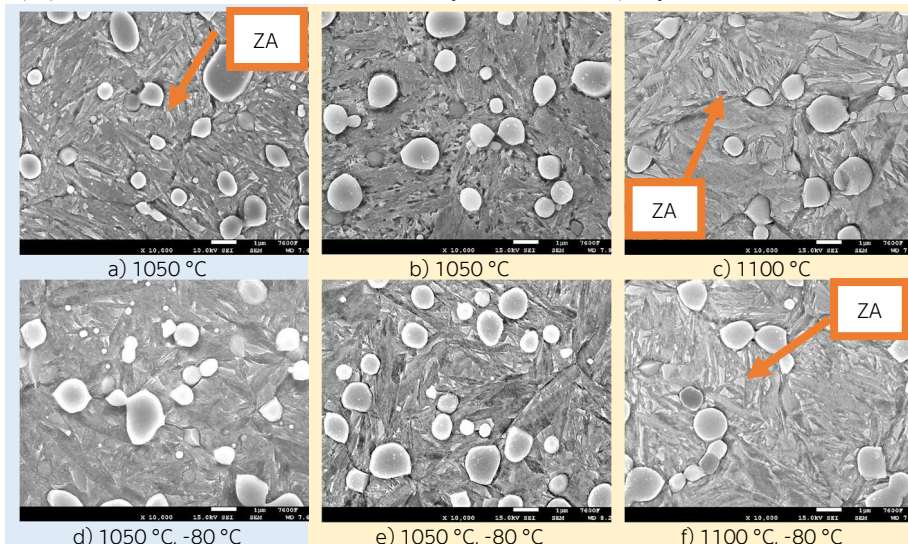


Obr. 4. SEM, leptadlo 2 % Nital, popuštěná struktura včetně tvrdosti daného stavu oceli ASP 2023

Pro obě sledované oceli lze konstatovat, že kombinace syčení matrice legujícími prvky z rozpuštěných karbidů „2“ a případný růst primárních karbidů „1“ vede s rostoucí teplotou austenitizace k vyšší výsledné tvrdosti i přes hrubnutí matrice.

Na Obr. 5 jsou uvedeny struktury obou ocelí v zakaleném stavu (Obr. 5 a, b, c) a po zmrazování (Obr. 5 d, e, f). V případě austenitizace 1050 °C lze po zmrazování ve struktuře pozorovat drobné karbidy u obou ocelí. Při austenitizaci 1100 °C oceli ASP 2005 lze pozorovat

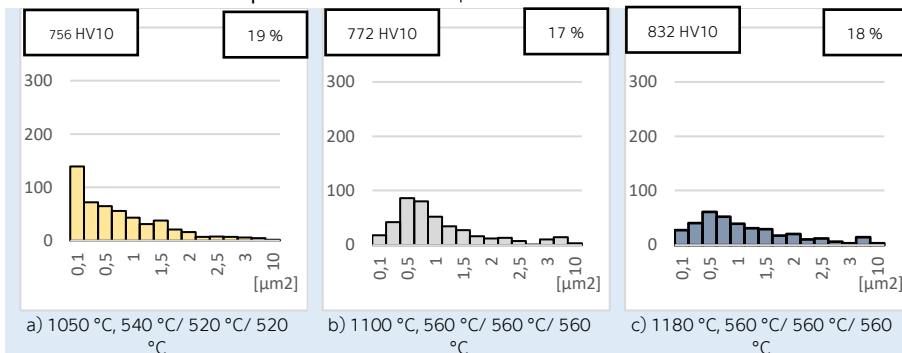
po zmrazování malé množství zbytkového austenitu a téměř žádné jemné karbidy jako v případě austenitizace 1050 °C. To nasvědčuje nedosažení teploty M_f během zmrazování.



Obr. 5. SEM, Leptadlo Vilella, zakalená a zakalená/zmrazená struktura ocelí ASP 2023 a ASP 2005

4.3 Metalografická analýza – velikostní rozdělení karbidů

Jak je patrné z Obr. 6 s rostoucí teplotou austenitizace výrazně klesá podíl jemných karbidů do velikosti 1 μm^2 . V návaznosti na rozpouštění karbidů klesá při austenitizační teplotě 1100 °C celkový plošný podíl karbidů ve struktuře z 19 % (při 1050 °C) na 17 %. Pro austenitizaci 1180 °C je patrný další pokles množství drobných karbidů a nárůst počtu karbidů s velikostí nad 2 μm^2 . Celková určená plocha karbidů činí 18 %.



Obr. 6. Vliv teploty austenitizace na velikostní rozdělení karbidů oceli ASP 2023 v kaleném a popuštěném stavu včetně naměřené tvrdosti a celkového plošného podílu

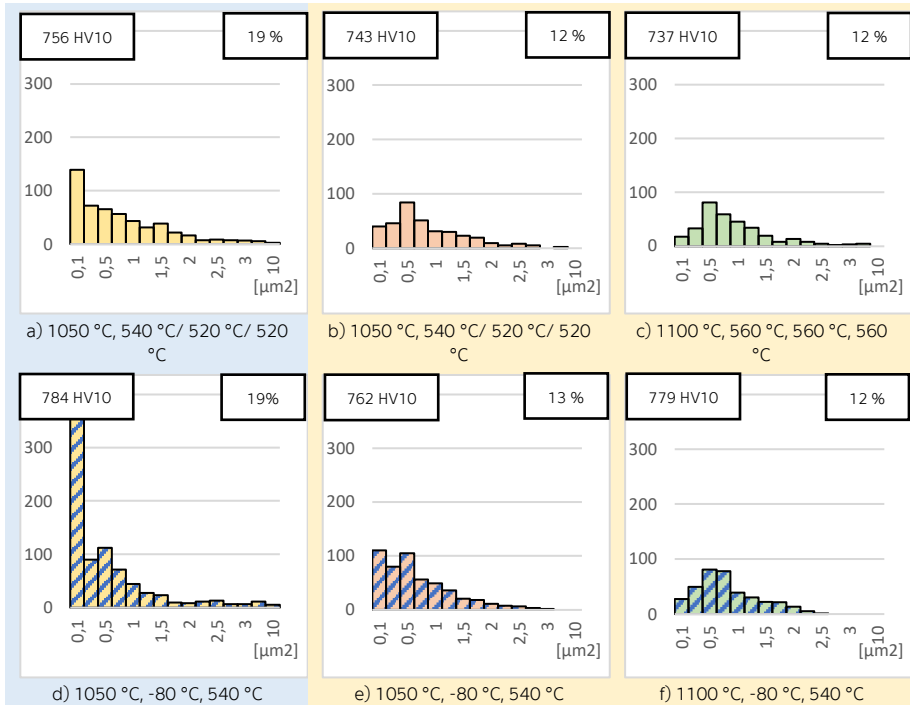
Přestože je plošný podíl karbidů v popuštěném stavu téměř totožný pro teploty austenitizace 1050 °C a 1180 °C, je zde významný rozdíl ve výsledné tvrdosti (76 HV10). Tento rozdíl lze spojit s plošným zastoupením větších karbidů s velikostí od 2,0 μm^2 . Tyto karbidy jsou více zastoupeny v struktuře oceli po kalení z teploty 1180 °C. V tomto případě, jak již

bylo popsáno, tyto karbidy rostou ve směru hranic zrn a v souladu s teorií budou vytvářet matici [44]. Nicméně je otázka, jestli a do jaké míry budou uvedené karbidy ovlivňovat odolnost proti únavě.

Stejně chování bylo pozorováno také u oceli ASP 2005, kdy s rostoucí teplotou austenitizace klesal podíl jemných karbidů.

Vliv zmrazování na velikostní rozdělení karbidů u obou ocelí je uvedeno na Obr. 7.

U oceli ASP 2023 se po provedeném zmrazování prokázal výrazný nárůst jemných karbidů (Obr. 7 a, d). Počet karbidů s plochou do $0,1 \mu\text{m}^2$ ve stavu se zařazeným zmrazováním se téměř ztrojnásobil oproti nezmrazenému stavu a potvrzuje tak precipitaci jemných karbidů v důsledku zmrazování, jak již bylo dříve pozorováno v autorových pracích [3; 7; 4] stejně jako v dostupné literatuře [17; 19; 25; 26]. Uvedený nárůst však vzhledem k rozměru karbidů nezpůsobil nárůst karbidů v ploše. Růst počtu karbidů je patrný i v dalších velikostních třídách do plochy $0,50 \mu\text{m}^2$.



Obr. 7. Vliv zmrazování na velikostní rozdělení karbidů ocelí ASP 2023 a ASP 2005 včetně naměřené tvrdosti a celkového plošného podílu

Zmrazování po austenitizaci 1050 °C oceli ASP 2005 vedlo k výraznému nárůstu karbidů v kategorii do $0,10 \mu\text{m}^2$, kde hodnota je téměř trojnásobná (Obr. 7 b, e). Ve velikostní třídě $0,25 \mu\text{m}^2$ a $0,50 \mu\text{m}^2$ je pozorováno také navýšení počtu karbidů, ale ne již tak výrazné. V ostatních kategoriích nejsou viditelné rozdíly oproti nezmrazenému stavu. Ocel ASP 2005 se tak chová podobně jako výše zmíněná ocel ASP 2023 při stejné teplotě

austenitizace. Nicméně, navýšení počtu karbidů není tak výrazné, jako právě v případě oceli ASP 2023. To souvisí s již uvedeným nižším množstvím legujících prvků v oceli ASP 2005.

Jak již bylo uvedeno, při austenitizaci 1100 °C oceli ASP 2005 je ve struktuře pozorováno nižší počet jemných karbidů oproti austenitizaci z 1050 °C. Zařazené zmrazování (Obr. 7 c, f) nezpůsobilo očekávanou míru precipitace jemných karbidů a lze konstatovat, že velikostní rozdělení se zmrazováním a bez zmrazování se jen mírně liší ve velikostní třídě 0,10 μm^2 a 0,25 μm^2 . Toto pozorování podporuje předešlou domněnku, že zmrazováním ASP 2005 při -80 °C nebylo dosaženo teploty M_f , které by se dle předchozích pozorování projevilo precipitací velmi jemných karbidů s velikostí do 0,50 μm^2 ve větší míře.

Dle teoretických předpokladů [44] by jemné karbidy ve struktuře měly vést k lepší odolnosti proti opotřebením či únavě. Pozitivní vliv na odolnost proti opotřebením byl již prokázán v předešlé práci autora [3], a také dostupné literatuře například [17; 19; 25; 26].

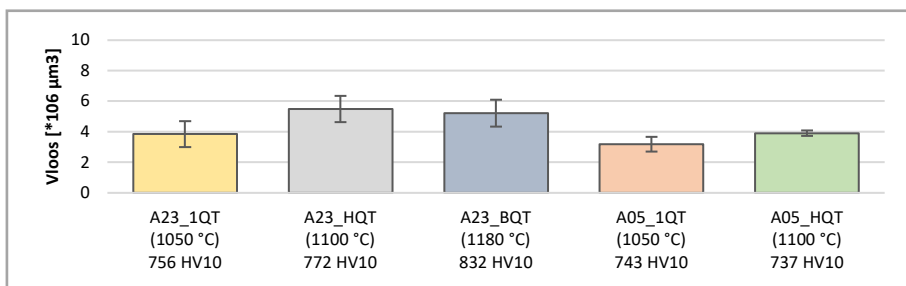
V případě zmrazování po austenitizaci 1100 °C oceli ASP 2005 je změna velikostního rozdělení karbidů minimální. Byl pozorován jen nepatrný nárůst v nejmenších třídách karbidů. Výsledek je v souladu s vysloveným předpokladem o nedosažení teploty M_f , jak již bylo diskutováno při metalografické analýze struktury. Otázkou zůstává, jak toto chování oceli ovlivní výsledky při dalších zkouškách především dynamických.

4.4 Odolnost proti opotřebením

Koeficient tření, určený během zkoušek opotřebením, se mezi jednotlivými ocelmi a teplotami austenitizace významně neliší. Ocel ASP 2005 obecně dosahovala vyššího koeficientu. Nejnižší hodnoty bylo dosaženo u oceli ASP 2023 při austenitizaci 1050 °C. Rostoucí teplota austenitizace u obou ocelí vedla k mírnému nárůstu koeficientu tření.

Analýza vybraných drážek pomocí laserového mikroskopu LEXT™ OLS5000-SAF prokázala vystoupení drážky nad volný povrch po zkoušce PoD při zátěžné síle 5 N. Následná EDS analýza drážky potvrdila, že je drážka tvořena oxidy, které mají větší objem než původní materiál. Vytváření oxidické vrstvy během zkoušek opotřebením bez lubrikace bylo pozorováno a popsáno například v pracích [45; 46]. S ohledem na tuto skutečnost jsou v předložené práci analyzovány hodnoty ze zkoušky se zátěžnou silou 10 N.

Na Obr. 8 jsou uvedeny objemové ztráty materiálu určené pomocí drsnoměru. Obě oceli vykazují nejnižší opotřebením při teplotě austenitizace 1050 °C a s rostoucí teplotou austenitizace mírně opotřebením roste. Tuto skutečnost je možné přisoudit již dříve uvedenému velikostnímu rozdělení karbidů. Pozorovaný rozdíl v opotřebením mezi ASP 2023 a ASP 2005 při hodnocení pomocí profilometru je v souladu s údaji v materiálových listech obou ocelí [27; 28], kdy výrobce udává větší odolnost proti opotřebením u oceli ASP 2005.

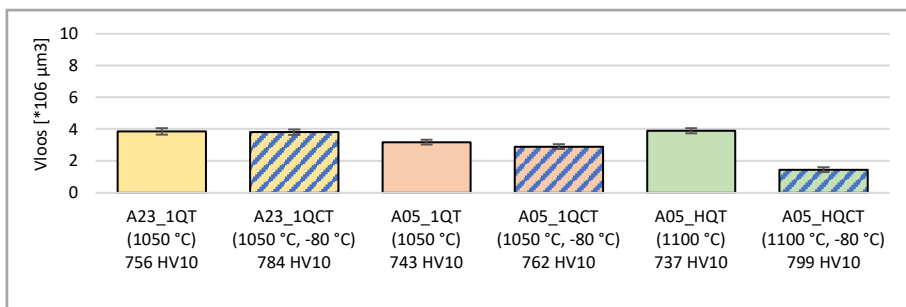


Obr. 8. Objemový úbytek po zkoušce PoD určený na základě měření hloubky drážky pomocí drsnoměru, zátěžná síla 10 N, celková dráha 200 m

Míra opotřebení určená pomocí světelné mikroskopie je obecně vyšší než v případě drsnoměru. Lze se domnívat, že míra ovlivnění odečtu drážky vlivem započítání vystouplého okraje při analýze pomocí světelné mikroskopie je úměrná koeficientu tření. Pro potvrzení této domněnky by bylo zapotřebí provést podrobnou analýzu celých drážek pomocí zařízení typu laserového skenovacího mikroskopu LEXT™ pro určení přesného podílu vystouplého okraje vůči zbytku drážky.

Hodnoty koeficientu tření se ve vztahu zmrazený/nezmrazený stav výrazně neliší a v rámci odchylky měření je lze prohlásit za shodné. Lze se tedy domnívat, že ve sledovaných režimech tepelného zpracování nemá zmrazování vliv na koeficient tření i přes dříve popsané vlivy na tvrdost a strukturu.

Z Obr. 9 je patrné, že v případě oceli ASP 2023 je rozdíl v úbytku materiálu mezi nezamrazeným a zamrazeným vzorkem minimální. Výsledky lze považovat za totožné vzhledem k chybě měření. V případě ASP 2005, při stejné austenitizaci 1050 °C jako u ASP 2023, je pozorován nepatrný pozitivní vliv zmrazování na výsledné opotřebení. Výrazné snížení opotřebení je u vzorku ASP 2005 kaleného z 1100 °C, kde se při obou metodách vyhodnocení snížilo opotřebení na polovinu.



Obr. 9. Objemový úbytek po zkoušce PoD zmrazeného a nezamrazeného stavu, určený na základě měření pomocí drsnoměru, zátěžná síla 10 N, celková dráha 200 m

Pokles opotřebení v případě zařazení zmrazování mezi kalení a popouštění, potažmo zvýšení odolnosti proti opotřebení je v souladu s předchozími měřeními na oceli Vanadis 23 [7] a také s již dříve citovanou literaturou [17; 19; 25; 26].

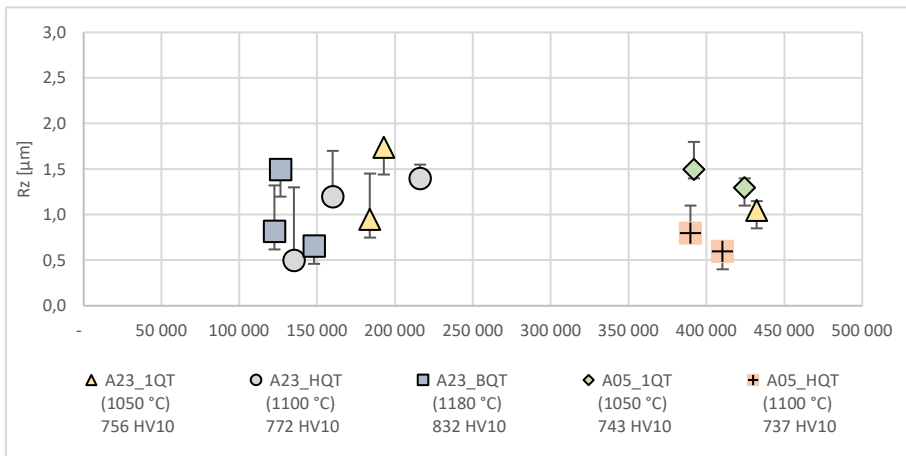
4.5 Zkouška únavy

Na Obr. 10 jsou uvedeny jednotlivé výsledky měření odolnosti proti únavě v závislosti na kvalitě povrchu činné části vzorku ($R_z [\mu\text{m}]$) doplněná o rozptyl momentu síly po přebroušení povrchu ve směru namáhání.

Jak je patrné, ocel ASP 2023 při teplotě austenitizace 1050 °C (Δ) dosahuje vyššího počtu cyklů než v případě austenitizační teploty 1180 °C (\square) při stejné drsnosti povrchu a vystavenému momentu síly. Rozdíl činný cca 300 000 cyklů. Vzorky kalené z teploty 1100 °C (\odot) vykazují mírně vyšší citlivost na kvalitu povrchu než v případě zmíněné teploty austenitizace 1050 °C (Δ) přestože byla aplikována vyšší teplota popouštění.

V případě oceli ASP 2005 lze pozorovat výrazně vyšší počty cyklů oproti ASP 2023. Dále je patrné, že i když průměrné hodnoty počtu cyklů byly pro obě sledované teploty austenitizace podobné, tak u oceli ASP 2005 v případě teploty 1050 °C (\diamond) jich bylo dosaženo při horší kvalitě povrchu. Lze tedy předpokládat, že pokud by byla kvalita povrchu přibližně

stejná, byl by rozdíl mezi teplotami austenitizace výraznější ve prospěch teploty austenitizace 1050 °C (◊).



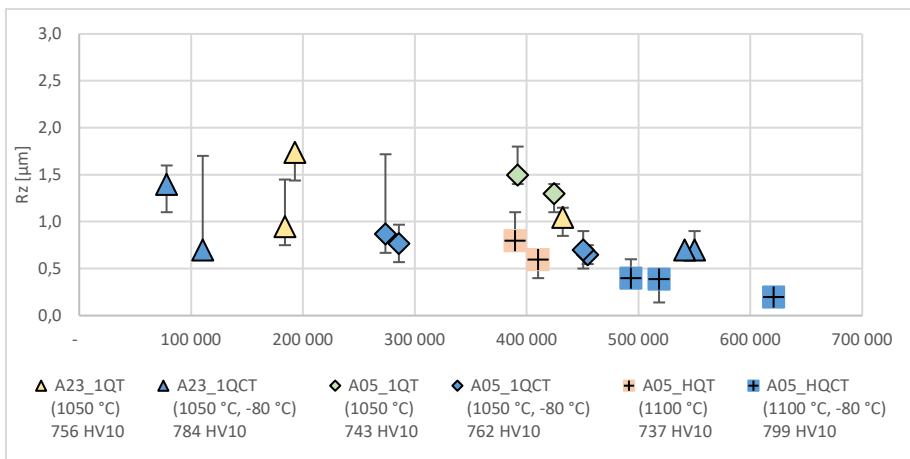
Obr. 10. Vliv drsnosti R_z a momentu síly na výsledek zkoušky únavy po přebroušení povrchu

V případě oceli ASP 2005 lze pozorovat výrazně vyšší počty cyklů oproti ASP 2023. Dále je patrné, že i když průměrné hodnoty počtu cyklů byly pro obě sledované teploty austenitizace podobné, tak u oceli ASP 2005 v případě teploty 1050 °C (◊) jich bylo dosaženo při horší kvalitě povrchu. Lze tedy předpokládat, že pokud by byla kvalita povrchu přibližně stejná, byl by rozdíl mezi teplotami austenitizace výraznější ve prospěch teploty austenitizace 1050 °C (◊).

Obecně lze konstatovat, že obě sledované oceli vykazují nižší odolnost při zkoušce únavy s rostoucí teplotou austenitizace. Výsledek samotné zkoušky je velmi citlivý na stav povrchu činné části a případný dodatečný moment síly působící na vzorek v jednotlivých cyklech. Tato citlivost také roste s rostoucí teplotou austenitizace.

Z pohledu lisovacího nástroje určeného pro práci za studena je tedy výhodnější provést tepelné zpracování z nižší teploty austenitizace, jak je mimo jiné doporučováno v publikacích [11; 47; 48; 49]. Zdá se, že pokles odolnosti proti dynamickému namáhání souvisí mimo jiné s vývojem tvaru karbidů a jejich počtu vzhledem k teplotě austenitizace. Otázkou zůstává, jestli tento mechanismus se stejnou měrou projevuje i u klasicky připravovaných ocelí, kde velikost primárních karbidů bývá zpravidla vyšší.

Jak je patrné z Obr. 11, u oceli ASP 2023 po zmrazování (▲) je dosaženo vyššího počtu cyklů na vzorcích s vyšší kvalitou povrchu oproti nezmrazenému (△) stavu. Stejné chování je patrné v případě oceli ASP 2005 po austenitizaci 1050 °C a 1100 °C. Nezmrazené (◊, potažmo +) vzorky sice dosahují nižší počtu cyklů než zmrazené (◆, potažmo ■), ale s horším stavem povrchu.



Obr. 11. Vliv drsnosti R_z a momentu síly na výsledek zkoušky únavy po přebroušení povrchu

Zdá se, že přes dokumentované vyšší množství jemných karbidů ve struktuře po zmrazování ocelí ASP 2023 a ASP 2005, roste citlivost vzorků na kvalitu povrchu reprezentovanou v tomto případě parametrem R_z . U austenitizace 1050 °C lze toto pozorování spojit s vyšším vnitřním pnutím v materiálu díky intenzivnějším transformačním během zmrazování a skutečností, že díly byly poté pouze jednou popuštěny. Oproti předpokladům [22; 36] se zdá, že počet popuštění po zmrazování může mít vliv na výsledek zkoušky únavy.

Bylo by vhodné tuto domněnku podpořit měřeními zbytkového napětí ve vzorcích po kompletním tepelném zpracování, případně připravit další sady vzorků pro zkoušku únavy, které by byly po zmrazování popuštěny alespoň 2x.

5 ZÁVĚRY

5.1 Závěry disertační práce

Předložená práce se zabývá vlivem parametrů tepelného zpracování na strukturu a užité vlastnosti nástrojových ocelí vyráběných práškovou metalurgií. Dvě vybrané oceli byly zpracovány tak, aby mohl být pozorován vliv teploty austenitizace a zmrazování. Na základě výše popsaných experimentů lze konstatovat následující.

- Ve všech sledovaných případech tepelného zpracování bylo dosaženo požadované tvrdosti 62 +2 HRC.
- V souladu s teoretickými předpoklady, s rostoucí teplotou austenitizace roste výsledná tvrdost u obou sledovaných ocelí
- Zařazení zmrazování na -80 °C u sledovaných ocelí vedlo k mírnému nárůstu výsledné tvrdosti
- Strukturální analýza potvrdila, že:
 - Míra rozpouštění jemných karbidů roste s rostoucí teplotou austenitizace
 - Během austenitizace dochází k růstu primárních karbidů ve směru hranic zrn. Intenzita růstu roste s vyšší austenitizační teploty

- Při dosažení teploty M_f během zmrazování dochází k precipitaci jemných karbidů o velikosti do $0,50 \mu\text{m}^2$
- Zdá se, že u oceli ASP 2005 je teplota M_f nižší než -80°C v při austenitizaci 1100°C
- Odolnost proti opotřebení s rostoucí teplotou austenitizace klesá u obou sledovaných ocelí
- Při zkoušce PoD se zátěžnou silou 5 N nebylo možné určit opotřebení na základě hloubky drážky, protože vzniklá drážka vystupovala nad volný povrch. Vystoupení drážky bylo způsobeno tepelnou oxidací povrchu v místě kontaktu pinu a disku
- Ve všech sledovaných případech mělo zmrazování pozitivní vliv na odolnost proti opotřebení ve srovnání s nezmrazenými vzorky
- Zdá se, že opotřebení po zkoušce PoD určené na základě hloubky drážky je zatíženo menší chybou než v případě odečtu na základě šířky drážky.
- Výsledek zkoušky únavy je u nástrojových ocelí velmi citlivý na kvalitu povrchu činné části, kdy se doporučuje provádět závěrečné broušení ve směru namáhání vzorku
- Vyšší vypovídající hodnotu pro popis stavu povrchu pro zkoušku únavy má parametr R_z než R_a
- Zdá se, že růst karbidů během austenitizace ve směru hranic zrn se negativně projevuje na výsledné odolnosti proti únavě
- V souladu s předpoklady, ocel ASP 2005 dosahuje při stejné teplotě austenitizace vyšší odolnosti proti únavě než ocel ASP 2023
- Zmrazování mělo ve všech sledovaných případech negativní vliv na citlivost výsledku zkoušky únavy ve vztahu ke kvalitě povrchu
- Sledované oceli dosahují lepších mechanických vlastností vhodných pro práci za studena při aplikování nižší austenitizační teploty. Zařazené zmrazování s následným jedním popouštěním nepřineslo zvýšení odolnosti proti únavě

5.2 Perspektiva pro další výzkum

Z hlediska dalších experimentálních hodnocení v rámci sledované problematiky autor předložené práce doporučuje provést následující:

- Strukturní analýzu doplnit o stanovení množství zbytkového austenitu v zakaleném stavu, po popouštění a se zařazeným zmrazováním
- Doplnit podrobnou analýzu precipitovaných karbidů během zmrazování
- Provést tepelné zpracování ASP 2005 s hlubším zmrazováním než na teplotu -80°C
- Rozšířit parametry měření opotřebení o vyšší zátěžnou sílu
- Vyhodnocení drážky po PoD provést pomocí laserového skenovacího mikroskopu
- Zkoušku únavy provést na vzorcích, které budou po zmrazování 2x popouštěny
- Pro hodnocení kvality povrchu před zkouškou únavy využít metody pro plošné hodnocení drsnosti jako umožňuje například laserový skenovací mikroskop
- Provést měření žívnosti na skutečných lisovacích nástrojů pracujících za studena.

7 LITERATURA

- [1] Powder metallurgy processing by Hot Isostatic Pressing. *ASM Handbook - Powder Metallurgy*. Ohio: ASM International, 2015, (7), 260-270.
- [2] DIEKMANN, F. Cold and cryogenic treatment of steel. In: DOSSETT, J. a G. TOTTEN. *ASM Handbook - Steel Heat Treating Fundamentals and Processes* [online]. Volume 04A. Pennsylvania: ASM International, 2013, s. 382-386 [cit. 2022-04-18]. ISBN 978-1-62870-203-3. Dostupné z: <https://app.knovel.com/hotlink/pdf/id:kt00C6YHSI/asm-handbook-volume-4a/stress-relief>
- [3] SOBOTOVÁ, J., M. KUŘÍK, Z. KOLÁŘ a P. PRIKNEROVÁ. Effect of Conditions of Cryogenic Treatment on the Properties of Selected Cold Work Tool Steels. *HTM Journal of Heat Treatment and Materials* [online]. 2017, **72**(2), 99-103 [cit. 2018-08-27]. ISSN 1867-2493. Dostupné z: doi:10.3139/105.110318
- [4] SOBOTOVÁ, J., M. KUŘÍK a J. LACZA. Effect of Chemical Composition and Heat Treatment Parameters on the Structure and Properties of Vanadis 23 and Vanadis 30 PM High-Speed Steels. *Solid State Phenomena*. Trans Tech Publications Ltd, 2017, **2017**(270), 258-264. ISSN 16629779. Dostupné z: doi:10.4028/www.scientific.net/SSP.270.258
- [5] SOBOTOVÁ, J., M. KUŘÍK a J. CEJP. Influence of Heat Treatment Conditions on Properties of High-Speed P/M Steel Vanadis 30. *Key Engineering Materials*. 2015, **647**, 17-22. ISSN 1662-9795. Dostupné z: doi:10.4028/www.scientific.net/KEM.647.17
- [6] KUŘÍK, M., J. SOBOTOVÁ a N. MORAVCOVÁ. Study of Differences between Results from Laboratory Tests and Tests of Real Tools for Selected Cold Work Tool Steels. *Defect and Diffusion Forum*. 2019, **395**, 113-123. ISSN 1662-9507. Dostupné z: doi:10.4028/www.scientific.net/DDF.395.113
- [7] KUŘÍK, M., J. LACZA, T. VLACH a J. SOBOTOVÁ. Study of the properties and structure of selected tool steels for cold work depending on the parameters of heat treatment. *Materiali in tehnologije*. 2017, **51**(4), 585-589. ISSN 15802949. Dostupné z: doi:10.17222/mit.2016.120
- [8] FORET, R. Tepelné zpracování slitin železa. In: PTÁČEK, L. *Nauka o materiálu II*. 2. opr. a rozš. vyd. Brno: CERM, 2002, s. 82-110. ISBN 80-7204-248-3.
- [9] Fázové přeměny slitin železa v tuhém stavu. In: PTÁČEK, L. *Nauka o materiálu II*. 2. opr. a rozš. vyd. Brno: CERM, 2002, s. 57-81. ISBN 80-720-4248-3.
- [10] Tepelné zpracování ocelí a litin. In: KRAUS, V. *Tepelné zpracování a slinování*. 3. vyd. Plzeň: Západočeská univerzita, 2013, s. 60-101. ISBN 978-80-261-0260-1.
- [11] *Nástrojové oceli POLDI a jejich použití*. 1. vyd. Praha: Státní nakladatelství technické literatury, 1986, 412 s. ISBN -.
- [12] MESQUITA, R. a C. BARBOSA. *Advanced powder technology IV: proceedings of the 4th International Latin-American Conference on Powder Technology, November 19-21, 2003 Guarujá-São Paulo, Brazil*. 1. Enfield, NH, USA: Trans Tech Publications, 2005. ISBN 08-784-9984-9.
- [13] Tepelné zpracování. In: JURČI, P. *Nástrojové oceli ledeburitického typu*. 1. Praha: České vysoké učení technické v Praze, 2009, s. 113-140. ISBN 978-80-01-04439-1.

- [14] *Materiálový list, nástrojová legovaná ocel pro práci za studena*. -. Sweden: -, 2014. Dostupné také z: http://www.uddeholm.com/files/PB_Uddeholm_vanadis_23_english.pdf
- [15] VANADIS 30. *Materiálový list, nástrojová legovaná ocel pro práci za studena*. -. Sweden: -, 2014. Dostupné také z: http://www.uddeholm.com/files/PB_Uddeholm_vanadis_30_english.pdf
- [16] KUŘÍK, M.. *Vliv tepelného zpracování na strukturu a mechanické vlastnosti P/M rychlořezné oceli Vanadis 30*. Praha, 2014. Diplomová práce. ČVUT, fakulta strojní. Vedoucí práce Ing. Jana Sobotová, PhD.
- [17] AKINCIOĞLU, S., H. GÖKKAYA a I. UYGUR. A review of cryogenic treatment on cutting tools. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology* [online]. 2015, **78**(9-12), 1609-1627 [cit. 2022-04-18]. ISSN 0268-3768. Dostupné z: doi:10.1007/s00170-014-6755-x
- [18] JOVIČEVIĆ-KLUG, P., G. PUŠ, M. JOVIČEVIĆ-KLUG, B. ŽUŽEK a B. PODGORNIK. Influence of heat treatment parameters on effectiveness of deep cryogenic treatment on properties of high-speed steels. *Materials Science and Engineering: A* [online]. 2022, **829**(142157) [cit. 2022-04-19]. ISSN 09215093. Dostupné z: doi:10.1016/j.msea.2021.142157
- [19] BALDISSERA, P. a C. DELPRETE. Deep Cryogenic Treatment: A Bibliographic Review. *The Open Mechanical Engineering Journal*. 2008, **2**(1), 1-11. ISSN 1874155x. Dostupné z: doi:10.2174/1874155X00802010001
- [20] JOVIČEVIĆ-KLUG, P. a B. PODGORNIK. Comparative study of conventional and deep cryogenic treatment of AISI M3:2 (EN 1.3395) high-speed steel. *Journal of Materials Research and Technology* [online]. 2020, **9**(6), 13118-13127 [cit. 2022-04-19]. ISSN 22387854. Dostupné z: doi:10.1016/j.jmrt.2020.09.071
- [21] KALSİ, N., R. SEHGAL a V. SHARMA. Cryogenic Treatment of Tool Materials: A Review. *Materials and Manufacturing Processes*. 2010, **25**(10), 1077-1100. ISSN 1042-6914. Dostupné z: doi:10.1080/10426911003720862
- [22] DHOKEY, N.B., S.S. MASKE a P. GHOSH. Effect of tempering and cryogenic treatment on wear and mechanical properties of hot work tool steel (H13). *Materials Today: Proceedings* [online]. 2021, **43**, 3006-3013 [cit. 2022-04-19]. ISSN 22147853. Dostupné z: doi:10.1016/j.matpr.2021.01.361
- [23] FANTINELLI, D., C. PARCIANELLO, T. ROSENDO, A. REGULY a M. TIER. Effect of heat and cryogenic treatment on wear and toughness of HSS AISI M2. *Journal of Materials Research and Technology* [online]. 2020, **9**(6), 12354-12363 [cit. 2022-04-19]. ISSN 22387854. Dostupné z: doi:10.1016/j.jmrt.2020.08.090
- [24] CARDOSO, P.H.S., C.L. ISRAEL, M.B. DA SILVA, G.A. KLEIN a L. SOCCOL. Effects of deep cryogenic treatment on microstructure, impact toughness and wear resistance of an AISI D6 tool steel. *Wear* [online]. 2020, **456-457**(203382), 1-5 [cit. 2022-04-19]. ISSN 00431648. Dostupné z: doi:10.1016/j.wear.2020.203382
- [25] SONAR, T., S. LOMTE a Ch. GOGTE. Cryogenic Treatment of Metal – A Review. *Materials Today: Proceedings* [online]. 2018, **5**(11), 25219-25228 [cit. 2022-04-21]. ISSN 22147853. Dostupné z: doi:10.1016/j.matpr.2018.10.324
- [26] GILL, S., J. SINGH, R. SINGH a H. SINGH. Metallurgical principles of cryogenically treated tool steels—a review on the current state of science. *The International*

Journal of Advanced Manufacturing Technology. 2011, **54**(1-4), 59-82. ISSN 0268-3768. Dostupné z: doi:10.1007/s00170-010-2935-5

- [27] *ASP 2023: Powder metallurgy HSS*. V3. Paris (France): EraSteel, 2022. Dostupné také z: https://www.erasteel.com/wp-content/uploads/2022/01/GB_Grade_ASP-2023.pdf
- [28] *ASP 2005: Powder metallurgy HSS*. V1. Paris (France): EraSteel, 2021. Dostupné také z: https://www.erasteel.com/wp-content/uploads/2021/04/GB_Grade_ASP-2005.pdf
- [29] JECH, J.v. *Tepelné zpracování oceli: Metalografická příručka : doplňková učebnice na středních průmyslových školách hutnických*. 3., upr. a dopl. vyd. Praha: Státní nakladatelství technické literatury, 1969. Řada hutnické literatury.
- [30] PMHS 6-5-3C: (1.3395). In: *Gruppo Lucefin* [online]. Itálie: Gruppo Lucefin, 2013 [cit. 2022-04-23]. Dostupné z: https://www.lucefin.com/wp-content/files_mf/pmhs653c.pdf
- [31] ČSN EN ISO 6507. *Kovové materiály - Zkouška tvrdosti podle Vickerse*. 1.9.2018. Praha: Česká agentura pro standardizaci, 2018.
- [32] *ASTM G99-05(2010): Standard Test Method for Wear Testing with a Pin-on-Disk Apparatus*. 03.02. West Conshohocken: ASTM International, 2010. Dostupné také z: www.astm.org
- [33] *ASTM E606/E606M-21: Standard Test Method for Strain-Controlled Fatigue Testing*. 03.01. West Conshohocken: ASTM International, 2021.
- [34] ČSN EN ISO 18265. *Kovové materiály - Převod hodnot tvrdosti*. 04/2014. Praha: Státní nakladatelství technické literatury, 2014.
- [35] LI, H., W. TONG, J. CUI, H. ZHANG, L. CHEN a L. ZUO. The influence of deep cryogenic treatment on the properties of high-vanadium alloy steel. *Materials Science and Engineering: A*. 2016, **662**, 356-362. ISSN 09215093. Dostupné z: doi:10.1016/j.msea.2016.03.039
- [36] YAN, X.G. a D.Y. LI. Effects of the sub-zero treatment condition on microstructure, mechanical behavior and wear resistance of W9Mo3Cr4V high speed steel. *Wear* [online]. 2013, **302**(1-2), 854-862 [cit. 2022-04-26]. ISSN 00431648. Dostupné z: doi:10.1016/j.wear.2012.12.037
- [37] DAS, D., A.K. DUTTA a K.K. RAY. Correlation of microstructure with wear behaviour of deep cryogenically treated AISI D2 steel. *Wear*. 2009, **267**(9-10), 1371-1380. ISSN 00431648. Dostupné z: doi:10.1016/j.wear.2008.12.051
- [38] LESKOVŠEK, V., M. KALIN a J. VIŽINTIN. Influence of deep-cryogenic treatment on wear resistance of vacuum heat-treated HSS. *Vacuum*. 2006, **80**(6), 507-518. ISSN 0042207x. Dostupné z: doi:10.1016/j.vacuum.2005.08.023
- [39] YUN, D., L. XIAOPING a X. HONGSHEN. Classic contributions: cryogenic treatment Deep cryogenic treatment of high speed steel. *International Heat Treatment and Surface Engineering*. 2013, **2**(2), 80-84. ISSN 1749-5148. Dostupné z: doi:10.1179/174951508X358482
- [40] K340. *Böhler- Nástrojová ocel pro práci za studena*. 2020. Dostupné také z: https://www.boehler-edelstahl.com/app/uploads/sites/92/2020/12/productdb/api/k340en_isodur.pdf

- [41] Tool steels. In: DAVIS, J. *Alloying - Understanding the Basics*. 1. Ohio: ASM International, 2001, s. 211-233. ISBN 978-0-87170-744-4.
- [42] Strukturní parametry. In: JURČI, P. *Nástrojové oceli ledeburitického typu*. Vyd. 1. Praha: České vysoké učení technické v Praze, 2009, s. 28-39. ISBN 978-80-01-04439-1.
- [43] BÍLEK, P. *Klasifikace strukturních změn v chrom-vanadové ledeburitické oceli v závislosti na teplotě austenitizace*. Praha, 2011. Diplomová práce. ČVUT, fakulta strojní. Vedoucí práce Ing. Jana Sobotová, PhD.
- [44] Difúzní přeměny. In: VODÁREK, V. *Fázové přeměny: studijní opora*. Ostrava: VŠB - Technická univerzita Ostrava, 2014, s. 72 - 99. ISBN 978-80-248-3594-5.
- [45] PROCHAZKA, J., Z. POKORNÝ a D. DOBROCKÝ. Service Behavior of Nitride Layers of Steels for Military Applications. *Coatings* [online]. 2020, **10**(10) [cit. 2022-07-24]. ISSN 2079-6412. Dostupné z: doi:10.3390/coatings10100975
- [46] BACCOUCH, Z, R MNIF, R ELLEUCH a C RICHARD. Analysis of friction, wear and oxidation behaviour of X40CrMoV5/Fe360B steel couple in an open-sliding contact. *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part J: Journal of Engineering Tribology* [online]. 2014, **228**(3), 276-287 [cit. 2022-07-24]. ISSN 1350-6501. Dostupné z: doi:10.1177/1350650113504564
- [47] BRYSON, W. E. Tool Steel Selection. In: *Heat Treatment, Selection, and Application of Tool Steels*. 2nd Edition. Ohio: Hanser Publishers, 2009, s. 135-163. ISBN 978-1-56990-376-6.
- [48] *Ušlechtilé nástrojové oceli Poldi*. 1. Kladno: Spojené ocelárny, n.p. Kladno, 1975.
- [49] DAVIS, J. R. Classification and Properties of Tool and Die Steels page. In: *ASM Specialty Handbook Tool Materials*. 1. Ohio: ASM International, 1995, s. 119-153. ISBN 978-0-87170-545-7.

8 PUBLIKAČNÍ ČINNOST AUTORA

8.1 Tematické publikace v databázích WoS a SCOPUS

- SOBOTOVÁ, J., M. KUŘÍK, Z. KOLÁŘ a P. PRIKNEROVÁ. Effect of Conditions of Cryogenic Treatment on the Properties of Selected Cold Work Tool Steels. *HTM Journal of Heat Treatment and Materials* [online]. 2017, 72(2), 99-103 [cit. 2018-08-27]. ISSN 1867-2493. Dostupné z: doi:10.3139/105.110318
- SOBOTOVÁ, J., M. KUŘÍK a J. LACZA. Effect of Chemical Composition and Heat Treatment Parameters on the Structure and Properties of Vanadis 23 and Vanadis 30 PM High-Speed Steels. *Solid State Phenomena*. Trans Tech Publications Ltd, 2017, 2017(270), 258-264. ISSN 16629779. Dostupné z: doi:10.4028/www.scientific.net/SSP.270.258
- SOBOTOVÁ, J., M. KUŘÍK a J. CEJP. Influence of Heat Treatment Conditions on Properties of High-Speed P/M Steel Vanadis 30. *Key Engineering Materials*. 2015, 647, 17-22. ISSN 1662-9795. Dostupné z: doi:10.4028/www.scientific.net/KEM.647.17
- KUŘÍK, M., J. LACZA, T. VLACH a J. SOBOTOVÁ. Study of the properties and structure of selected tool steels for cold work depending on the parameters of heat treatment. *Materiali in tehnologije*. 2017, 51(4), 585-589. ISSN 15802949. Dostupné z: doi:10.17222/mit.2016.120
- KUŘÍK, M., J. SOBOTOVÁ a N. MORAVCOVÁ. Study of Differences between Results from Laboratory Tests and Tests of Real Tools for Selected Cold Work Tool Steels. *Defect and Diffusion Forum*. 2019, 395, 113-123. ISSN 1662-9507. Dostupné z: doi:10.4028/www.scientific.net/DDF.395.113

8.2 Ostatní publikace v databázích WoS a SCOPUS

- BARTKOWSKA, A., P. JURČI, M. HUDÁKOVÁ, D. BARTKOWSKI, D. PRZESTACKI, M. KUSÝ a M. KUŘÍK. The influence of laser processing on microstructure and selected properties of the diffusion boronized layers produced on tool steel for metal forming. In: Brno: TANGER, 2020, 2020, s. 295-301. ISBN 978-808729497-0. Dostupné z: doi:10.37904/metal.2020.3481
- ROHAN, P., T. KRAMÁR, K. KOVANDA, M. KUŘÍK, S. KRUM a L. FOREJTOVÁ. Renovation of high-speed steel by PTA hardfacing. In: *METAL 2017 - 26th International Conference on Metallurgy and Materials, Conference Proceedings*. Brno: TANGER, 2017, s. 1164-1170. ISBN 978-808729479-6.

Anotace

V rámci předkládané práce byl studován vliv vybraných parametrů tepelného zpracování na strukturu a vlastnosti nástrojové oceli pro práci za studena připravené práškovou metalurgií. Sledovanými ocelmi byly ASP 2023 a ASP 2005 lišící se mírou legování a výslednou houževnatostí. Cílem práce je ověřit platnost pravidel popsaných pro klasicky připravené oceli a dopady nových postupů tepelného zpracování na oceli připravené práškovou metalurgií.

Byl studován vliv teploty austenitizace pro ocel ASP 2023 v rozmezí teplot 1050 °C, 1100 °C a 1180 °C a pro ocel ASP 2005 teploty 1050 °C a 1100 °C. Dalším sledovaným parametrem bylo zmrazování, které bylo zařazeno mezi kalení a popouštění. Vždy se jednalo o řízené ochlazování na teplotu -80 °C, výdrž 3 hodiny a následný pomalý ohřev na pokojovou teplotu.

Pro hodnocení byly použity zkoušky tvrdosti, metalografická analýza, zkoušky odolnosti proti opotřebení metodou Pin on disk a zkoušky únavy.

Výsledky jsou porovnány s teoretickými předpoklady odvozenými ze znalosti chování nástrojových ocelí vyrobených klasickou metalurgií. Z hlediska sledovaných parametrů jsou vyvozena doporučení vhodného tepelného zpracování perspektivních nástrojových oceli pro práci za studena s ohledem na předpokládané namáhání nástroje a prodloužení jeho životnosti.

Summary

As part of the presented work, the effect of selected heat treatments parameters on the structure and mechanical properties of cold working tool steel prepared by powder metallurgy was studied. The studied steels were ASP 2023 and ASP 2005, they differ in the degree of alloying and the toughness. The aim of the work is to verify the validity of the rules described for classically prepared tool steels and the effects of new heat treatment procedures on steel prepared by powder metallurgy.

The effect of austenitizing temperature was studied for ASP 2023 steel in the temperature range of 1050 °C, 1100 °C and 1180 °C and for ASP 2005 steel at temperatures of 1050 °C and 1100 °C. Another monitored parameter was cryogenic treatment, which was included between hardening and tempering. It was always controlled cooling to a temperature of -80 °C, hold for 3 hours and subsequent slow heating to room temperature.

For evaluation were hardness tests, metallographic analysis, wear resistance tests by the Pin on disk and fatigue tests.

The results are compared with theoretical assumptions derived from the knowledge of the behaviour of tool steels produced by classical metallurgy. From the point of view of the studied parameters, recommendations for suitable heat treatment of selected steels are derived regarding the future stress of the tool and the extension of its lifetime.