

České vysoké učení technické v Praze

Fakulta strojní

Ústav materiálového inženýrství



DIPLOMOVÁ PRÁCA

2016

Bc. Jakub Lacza

České vysoké učení technické v Praze

Fakulta strojní

Ústav materiálového inženýrství



**VPLYV CHEMICKÉHO ZLOŽENIA A PARAMETROV
TEPELNÉHO SPRACOVANIA NA VLASTNOSTI A ŠTRUKTÚRU
VYBRANÝCH P/M RÝCHLOREZNÝCH OCELÍ**

DIPLOMOVÁ PRÁCA

Študijný program: Strojní inženýrství
Študijný odbor: (3911T035) Výrobní a materiálové inženýrství
Školiace pracoviště: Ústav materiálového inženýrství
Vedúci práce: Ing. Jana Sobotová, Ph.D.

2016 Praha

Bc. Jakub Lacza



ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

pro:	Bc. Jakuba L A C Z U
program:	Strojní inženýrství
obor:	Výrobní a materiálové inženýrství
název česky:	Vliv chemického složení a parametrů tepelného zpracování na vlastnosti a strukturu vybraných P/M rychlořezných ocelí
název anglicky:	Effect of chemical composition and heat treatment parameters on the properties and structure of the selected P/M HSS

Zásady pro vypracování:

Cíl: Vyhodnocení vlivu obsahu kobaltu na mechanické vlastnosti P/M rychlořezných ocelí Vanadis 23 a Vanadis 30 po různém tepelném zpracování

Postup:

1. Literární rešerše
2. Experimentální část
 - a. Provedení a vyhodnocení mechanických zkoušek tepelně zpracovaných vzorků
 - b. Metalografická analýza
 - i. Světelné mikroskopie
 - ii. SEM
3. Vyhodnocení výsledků, závěry, sepsání DP

Rozsah průvodní zprávy: 40 - 60 stran

Rozsah grafických prací: dle potřeby

SEZNAM DOPORUČENÉ LITERATURY:

- [1] JURČI, P. *Nástrojové oceli ledeburitického typu*. Vyd. 1. Praha: České vysoké učení technické v Praze, 2009. ISBN 978-80-01-04439-1.
- [2] KRAUS, V. *Tepelné zpracování a slinování*. 3. vyd. Plzeň: Západočeská univerzita, 2013. ISBN 978-80-261-0260-1.
- [3] GODEC, M., B. Š. BATIČ, D. MANDRINO a A. NAGODE. Characterization of the carbides and the martensite phase in powder-metallurgy high-speed steel. *Materials Characterization*. 2010, **61**(4), 452-458. DOI: 10.1016/j.matchar.2010.02.003. ISSN 10445803. Dostupné také z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S1044580310000343>
- [4] PODGORNİK, B., I. PAULIN, B. ZAJEC a S. JACOBSON. Deep cryogenic treatment of tool steels. *Journal of Materials Processing Technology*. 2016, **229**, 398-406. DOI: 10.1016/j.jmatprotec.2015.09.045. ISSN 09240136. Dostupné také z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0924013615301515>

Vedoucí diplomové práce: Ing. Jana Sobotová, Ph.D.

Datum zadání diplomové práce: 25.dubna 2016

Datum odevzdání diplomové práce: 15.července 2016

Neodevzdá-li student diplomovou práci v určeném termínu, tuto skutečnost předem písemně zdůvodní a omluva byla děkanem uznána, stanoví děkan studentovi náhradní termín odevzdání diplomové práce. Pokud se však student řádně neomluvil nebo omluva nebyla děkanem uznána, může si student zapsat diplomovou práci podruhé.

Student bere na vědomí, že je povinen vypracovat diplomovou práci samostatně, bez cizí pomoci, s výjimkou poskytnutých konzultací. Seznam použité literatury, jiných pramenů a jmen konzultantů je třeba uvést v diplomové práci.

Zadání diplomové práce převzal dne:



.....
student


Prof. RNDr. Petr Špatenka, CSc.
vedoucí ústavu




Prof. Ing. Michael VALÁŠEK, DrSc.
děkan fakulty

V Praze dne 18. dubna 2016

Pod'akovanie

Moje najväčšie pod'akovanie patrí Ing. Jane Sobotovej, Ph.D. za odborné vedenie a množstvo cenných pripomienok pri spracovaní tejto diplomovej práce a taktiež za ústretový prístup pri množstve konzultácií. Ďalej chcem poďakovať Ing. Martinovi Kuříkovi za ochotu a výraznú pomoc pri realizácii experimentov a za poskytnuté cenné rady a pripomienky. A v neposlednom rade ďakujem Ing. Stanislavovi Krumovi, Ph.D., doc. Ing. Jiřímu Cejpovi, CSc. a ostatným pracovníkom Ústavu materiálového inžénrství ČVUT v Praze za ústretový prístup a odbornú pomoc pri realizácii experimentov.

Abstrakt

Táto diplomová práca je zameraná na hodnotenie vplyvu hlbokého zmrazovania a obsahu kobaltu na mechanické vlastnosti a štruktúru vybraných P/M rýchlorezných ocelí. Skúmanými materiálmi boli W-Mo-V oceľ Vanadis 23 a W-Mo-V-Co oceľ Vanadis 30. Jedna skupina vzoriek oboch materiálov bola tepelne spracovaná kalením a popúšťaním a druhá skupina bola tepelne spracovaná kalením, hlbokým zmrazovaním a popúšťaním. Mechanické vlastnosti boli hodnotené na základe merania tvrdosti a skúšky pevnosti v trojbodovom ohybe. Štruktúra bola vyhodnocovaná s použitím svetelnej mikroskopie, riadkovej elektrónovej mikroskopie a EDS analýzy. Z výsledkov experimentov vyplýva, že tvrdosť sledovaných ocelí po hlbokom zmrazovaní mierne klesá, kým húževnatosť ostáva zachovaná. Hlboké zmrazovanie sa po popúšťaní v štruktúre materiálu Vanadis 23 prejavilo zvýšením počtu jemných karbidických častíc na báze vanádu, kým v štruktúre materiálu Vanadis 30 bol zaznamenaný iba malý nárast jemných karbidických častíc na báze volfrámu s molybdénom.

Kľúčové slová

Hlboké zmrazovanie, rýchlorezná oceľ, prášková metalurgia, kobalt

Abstract

This thesis is focused on assessing the impact of the deep cryogenic treatment and cobalt content on mechanical properties and structure of selected P/M high speed steel. Observed materials were W-Mo-V steel Vanadis 23 and steel Vanadis 30. One group of samples of both materials was treated by quenching and tempering, whereas second group of samples was treated by quenching, deep cryogenic treatment and tempering. Mechanical properties have been studied by hardness test and three-point bend test. Structure was evaluated by light microscopy, scanning electron microscopy and EDS analysis. Experiments results have shown, that hardness of observed steels after deep cryogenic treatment slightly decrease, whilst thoughness has been preserved. Deep Cryogenic treatment after tempering in structure of material Vanadis 23 showed increasing amount of fine-dispered vanadium carbide particles, whilst in structure of material of Vanadis 30 was detect just little increase of amount fine-dispered tungsten-molybdenum carbide particles.

Keywords

Deep cryogenic treatment, high-speed steel, powder metallurgy, cobalt

Čestné vyhlásenie

Vyhlasujem, že som celú diplomovú prácu vypracoval samostatne s použitím uvedenej odbornej literatúry. Nemám závažný dôvod proti použitiu tohto školského diela v zmysle § 60 Zákona č. 121/2000 Sb., o právu autorskom, o právach súvisujúcich s právom autorským a o zmene niektorých zákonů (autorský zákon).

V Prahe, 21. júla 2016

.....

vlastnoručný podpis

Obsah

Zoznam symbolov a skratiek	11
Úvod	14
1. Metódy výroby nástrojových ocelí	16
1.1. Výroba nástrojových ocelí konvenčnou metalurgiou (K/M)	16
1.1.1. Príprava taveniny a odlievania ocele	16
1.1.2. Pretavovanie elektrickým oblúkom.....	17
1.1.3. Tvárnenie za tepla	18
1.1.4. Tepelné spracovanie	19
1.2. Výroba nástrojových ocelí metódou práškovej metalurgie (P/M).....	20
1.2.1. Výroba prášku	20
1.2.2. Úprava prášku	20
1.2.3. Konsolidácia prášku.....	21
1.2.4. Prášková metalurgia rýchlo stuhnutých častíc.....	21
2. Nástrojové ocele	23
2.1. Vlastnosti nástrojových ocelí.....	23
2.2. Vplyv chemického zloženia na štruktúru a vlastnosti nástrojových ocelí	24
2.2.1. Uhlík	24
2.2.2. Chróm.....	25
2.2.3. Molybdén	25
2.2.4. Volfrám.....	25
2.2.5. Vanád.....	26
2.2.6. Kobalt	26
2.3. Karbidické fázy	28
2.4. Rýchlorezné ocele	29
2.5. P/M nástrojové ocele	30
2.5.1. P/M rýchlorezné ocele	31

3.	Tepelné spracovanie rýchlorezných ocelí	32
3.1.	Žíhanie na mätko	32
3.2.	Austenitizácia	32
3.2.1.	Ohrev na austenitizačnú teplotu.....	33
3.3.	Kalenie.....	34
3.3.1.	Kaliace prostredie.....	35
3.4.	Zmrazovanie (CT).....	36
3.4.1.	Plytké zmrazovanie (SCT)	37
3.4.2.	Hlboké zmrazovanie (DCT)	37
3.4.3.	Zmrazovacie prostredie.....	38
3.5.	Popúšťanie.....	39
4.	Porovnanie P/M rýchlorezných ocelí Vanadis 23 a Vanadis 30	41
4.1.	Chemické zloženie	41
4.2.	Tepelná vodivosť	41
4.3.	Tepelné spracovanie	42
4.3.1.	Žíhanie na mätko	42
4.3.2.	Žíhanie na odstránenie napätí.....	42
4.3.3.	Austenitizácia	42
4.3.4.	Kalenie.....	44
4.3.5.	Zmrazovanie	46
4.3.6.	Popúšťanie.....	46
4.4.	Pevnosť v ohybe	46
4.5.	Rázová húževnatosť	47
4.6.	Tvrdosť za zvýšených teplôt	48
4.7.	Pomerné porovnanie materiálov	49

5.	Experimentálny materiál a metodika experimentov	51
5.1.	Dodaný materiál.....	51
5.1.1.	Tepelné spracovanie vzoriek	51
5.1.2.	Použitie vzoriek	53
5.2.	Meranie tvrdosti.....	53
5.3.	Skúška pevnosti v trojbodovom ohybe	54
5.4.	Svetelná mikroskopia (LM).....	54
5.5.	Elektrónová mikroskopia (EM)	55
5.5.1.	Riadkovaná elektrónová mikroskopia (SEM)	55
5.5.2.	EDS analýza.....	55
5.6.	Analýza karbidických častíc	56
6.	Výsledky experimentov a ich diskusia	58
6.1.	Meranie tvrdosti.....	58
6.2.	Skúška pevnosti v trojbodovom ohybe	59
6.3.	Svetelná mikroskopia (LM).....	60
6.4.	SEM.....	61
6.5.	EDS analýza	62
6.5.1.	EDS mapy.....	62
6.5.2.	Bodová EDS analýza	63
6.6.	Veľkostné rozloženie karbidických častíc.....	64
	Záver.....	68
	Zoznam použitej literatúry	69
	Prílohy	73

Zoznam symbolov a skratiek

$(\text{CrFe})_{23}\text{C}_6$	komplexný karbid chrómu a železa
$(\text{CrFe})_7\text{C}_3$	komplexný karbid chrómu a železa
$(\text{FeMn})_3\text{C}$	komplexný karbid železa a mangánu
$(\text{FeW})_6\text{C}$	komplexný karbid železa a volfrámu
A_1	teplota eutektoidnej premeny
A_{C1f}	teplota konca eutektoidnej premeny
A_{C1s}	teplota začiatku eutektoidnej premeny
AISI	Americký inštitút pre liatiny a oceľ (American Iron and Steel Institute)
Ar	argón
ARA	anizotermický rozpad austenitu
B_s	teplota začiatku bainitickej premeny (bainit start)
BSE	spätne odrazené elektróny (backscattered electrons)
C	uhlík
Co	kobalt
Cr	chróm
CT	zmrazovanie (cryogenic treatment)
ČSN	česká technická norma
DCT	hlboké zmrazovanie (deep cryogenic treatment)
EDS	energiovo disperzná spektroskopia (Energy Dispersive Spectroscopy)
EM	elektrónová mikroskopia (electron microscopy)
EN ISO	európska norma
eV	elektrónvolt
F	sila
Fe	železo

Fe ₃ C	cementit
HB	tvrdosť podľa Brinella
He	hélium
HIP	izostatické lisovanie za tepla (hot isostatic pressing)
HRC	tvrdosť podľa Rockwella, meraná stupnicou C
HSS	rýchlorezná oceľ (high-speed steel)
HV	tvrdosť podľa Vickersa
CHT	konvenčné tepelné spracovanie (conventional heat treatment)
K/M	konvenčná metalurgia
kN	kilonewton
kV	kilovolt
l	vzdialenosť medzi podperami
LM	svetelná mikroskopia (light microscopy)
M _{o max}	maximálny ohybový moment
M	rýchlorezná oceľ v ktorej je hlavnou legovacou prísadou molybdén
M ₆ C	karbid na báze volfrámu
MC	karbid na báze vanádu
M _f	teplota konca martenzitickej premeny (martenzit finish)
Mn	mangán
Mo	molybdén
Mo ₂ C	špeciálny karbid molybdénu
M _s	teplota začiatku martenzitickej premeny (martenzit start)
N	newton
N ₂	molekula dusíka
Nb	niób

P/M	prášková metalurgia
SCT	plytké zmrazovanie (shallow cryogenic treatment)
SE	sekundárne elektróny (secondary electrons)
SEM	riadkovaná elektrónová mikroskopia (scanning electron microscopy)
Si	kremík
T	rýchlorezná oceľ v ktorej je hlavnou legovacou prísadou volfrám
$t_{800-500}$	doba ochladenia od 800 °C po 500 °C
Ta	tantal
T_g	teplota skelného prechodu [°C]
Ti	titán
TiC	špeciálny karbid titánu
t_s	doba solidifikácie
V	vanád
W	volfrám
Zr	zirkónium
η -karbidy	jemné karbidy vzniknuté následkom hlbokého zmrazovania

Úvod

Ľudstvo sa už od dávnych čias usiluje o zdokonaľovanie a vývoj nástrojových materiálov. Hybnou silou tohto procesu je fakt, že nové a kvalitnejšie nástrojové materiály umožnia efektívnejšie a kvalitnejšie spracovanie (obrábanie, tvárnenie, strihanie, ohýbanie) konštrukčných materiálov. Vďaka tomuto historickému vývoju sú dnes dostupné rozmanité nástrojové materiály, počnúc od uhlíkových nástrojových ocelí až po reznú keramiku. V súčasnosti sú najrozšírenejšími materiálmi na výrobu nástrojov ocele z rozmanitej skupiny nástrojových ocelí [1].

Trendom v priemyselnej výrobe je zvyšovanie životnosti používaných nástrojov. Nástroje s vyššou životnosťou sa vyznačujú vyššou odolnosťou proti opotrebeniu, čo spôsobí, že si dlhšie udržiavajú svoj geometrický tvar. Vďaka tomu môžu pracovať po dlhšiu dobu bez výraznejšej zmeny kvality vyrábaného produktu. Takéto nástroje umožnia zníženie nákladov, predovšetkým spojených s kúpou nového nástroja, odstávkou stroja alebo linky a výmenou nového nástroja za opotrebený [2][3].

Vysoká odolnosť materiálu proti opotrebeniu závisí na vhodných mechanických vlastnostiach (vysoká tvrdosť pri zachovanej húževnatosti). Tieto vlastnosti potom priamo súvisia s chemickým zložením a charakterom štruktúry.

Dosahovanie vyššej životnosti nástrojov z nástrojových ocelí začína pri voľbe vhodného materiálu pre dané podmienky a jeho tepelného spracovania. V tom nám pomáhajú progresívne metódy výroby nástrojových ocelí a progresívne metódy ich tepelného spracovania [4].

Medzi progresívne metódy výroby nástrojových ocelí neodmysliteľne patrí prášková metalurgia rýchlo stuhnutých častíc. Táto technológia má množstvo predností. Predovšetkým nám umožňuje výrobu materiálov, vyznačujúcich sa unikátnym chemickým zložením, homogenitou a jemnozrnnosťou štruktúry. Jedná sa o materiály, ktoré nie je možné vyrobiť klasickou tavnou metalurgiou. Nástrojové ocele vyrábané práškovou metalurgiou rýchlo stuhnutých častíc poskytujú značné výhody oproti ich ekvivalentom vyrábaným konvenčnými metódami [5][6].

Medzi progresívne metódy tepelného spracovania patrí zmrazovanie. Je to proces, ktorý sa obvykle zaraďuje do klasického cyklu tepelného spracovania medzi kalenie a popúšťanie. Realizuje sa ochladením tepelne spracovávaného materiálu na teplotu v intervale $-70\text{ }^{\circ}\text{C}$ až $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$. Hlavnou myšlienkou tohto spracovania je zníženie podielu zvyškového austenitu v štruktúre a precipitácia jemných karbidov, pričom tieto deje by mali priniesť žiadané zvýšenie životnosti nástroja [4][7][8].

Uvedené progresívne metódy výroby nástrojových materiálov a ich tepelného spracovania dvíhajú cenu výsledného nástroja. Avšak eliminácia spomínaných nákladov spojených s výmenou opotrebených nástrojov za nové môže v konečnom dôsledku priniesť značné úspory [5][9].

Cieľom diplomovej práce je zhodnotenie vplyvu parametrov tepelného spracovania a obsahu kobaltu na vlastnosti a štruktúru P/M rýchlorezných ocelí Vanadis 23 a Vanadis 30.

1. Metódy výroby nástrojových ocelí

Metódy výroby nástrojových ocelí sú ovplyvnené vysokými nárokmi, ktoré sú na tieto materiály kladené. Nástroje sa musia vyznačovať vysokou spoľahlivosťou a trvanlivosťou behom ich používania. Preto je pri výrobe nutné zabezpečiť predovšetkým vysokú mikročistotu vsádzkových surovín, s nízkym obsahom škodlivých prvkov a nekovových inklúzií [2].

Množstvo kovových materiálov vrátane nástrojových ocelí sa vyrába s použitím technológií, založených na procese tuhnutia taveniny. Podmienky primárnej kryštalizácie rozhodujúcou mierou ovplyvňujú výsledné vlastnosti materiálu, pretože väčšinu väd materiálu, ktoré vznikli pri primárnej kryštalizácii už nie je možné efektívne odstrániť tvárnením alebo tepelným spracovaním. Náchylnosť zliatin k tvorbe nepriaznivých segregáčnych javov rastie s množstvom legovacích prvkov v zliatine. Z toho dôvodu je tento proces u vysokolegovaných nástrojových ocelí závažný [5].

1.1. Výroba nástrojových ocelí konvenčnou metalurgiou (K/M)

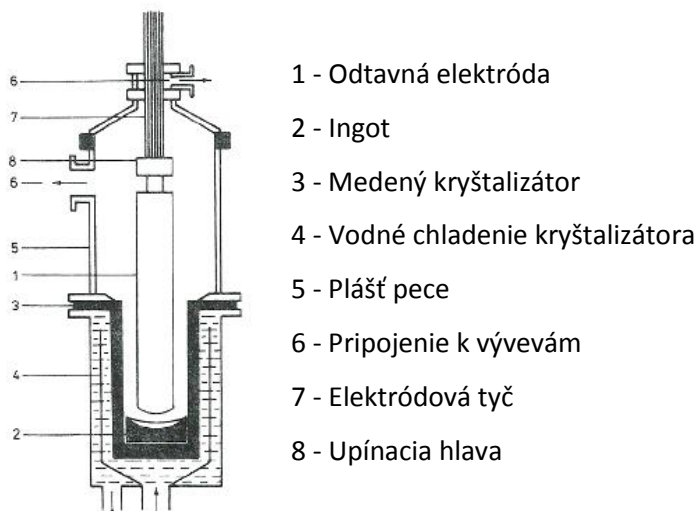
Výroba nástrojových ocelí metódou konvenčnej tavnej metalurgie je po energetickej stránke značne náročný proces, ktorý zahŕňa prípravu taveniny vhodného chemického zloženia, odlievanie tejto taveniny do podoby elektród, pretavovanie odliatych elektród, tvárnenie a tepelné spracovanie polotovarov [2].

1.1.1. Príprava taveniny a odlievanie ocele

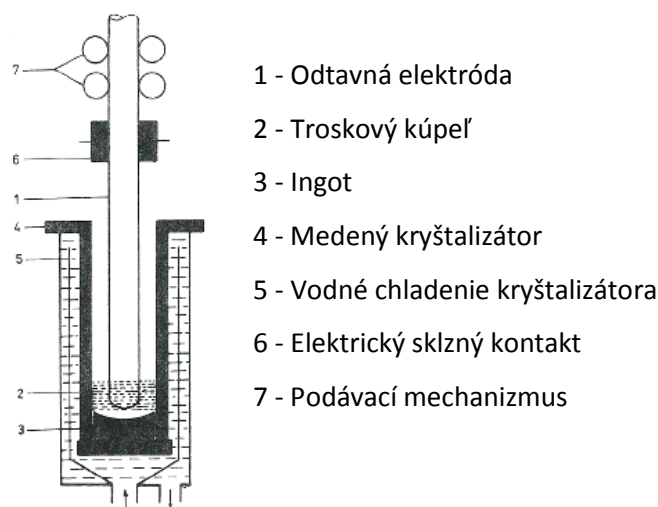
Výroba nástrojových ocelí sa uskutočňuje prevažne v elektrických oblúkových alebo indukčných peciach. Pri výrobe týchto ocelí sa kladie dôraz na vysokú mikročistotu a nízky rozptyl chemického zloženia medzi jednotlivými tavbami danej značky ocele. Uspokojiť tieto požiadavky umožňuje použitie vyhovujúcej vsádzky a mimopecná rafinácia taveniny v panve. Medzi procesy mimopecnej rafinácie zahrňujeme vákuovanie, premývanie taveniny argónom, odsírenie a pod. Oceľová tavenina, ktorá bola pripravená v elektrickej peci a mimopecne rafinovaná v panve sa odlieva do kokíl alebo na zariadení kontinuálneho odlievania do podoby oceľových elektród. Kontinuálne odlievanie ocele má oproti odlievaniu do kokíl výhodu v dosahovaní vyššej kvality kontiodliatkov s priaznivejšou štruktúrou, pri menších stratách taveniny. Zvolený režim odlievania a tuhnutia berie ohľad na druh vyrábanej ocele, pričom sa dbá na dosiahnutie čo najvýhodnejšej štruktúry pre ďalšie spracovanie. Ak to vyžaduje výrobný proces, kontiodliatky, resp. ingoty sa môžu následne po stuhnutí tepelne spracovať žíhaním [2].

1.1.2. Pretavovanie elektrickým oblúkom

K podstatnému zlepšeniu akosti ocele vyrábanej v elektrických peciach prispieva jej následné pretavovanie pomocou elektrického oblúka vo vákuových oblúčkových peciach, alebo elektrotroskových peciach, ktorých schéma je uvedená na Obr. 1 - 2. V týchto peciach sa pretavovanie ocele odohráva buď vo vákuu, alebo pod vrstvou rafinačnej trosky [2].



Obr. 1 Schéma vákuovej oblúčkovej pece [2]



Obr. 2 Schéma elektrotroskovej pece [2]

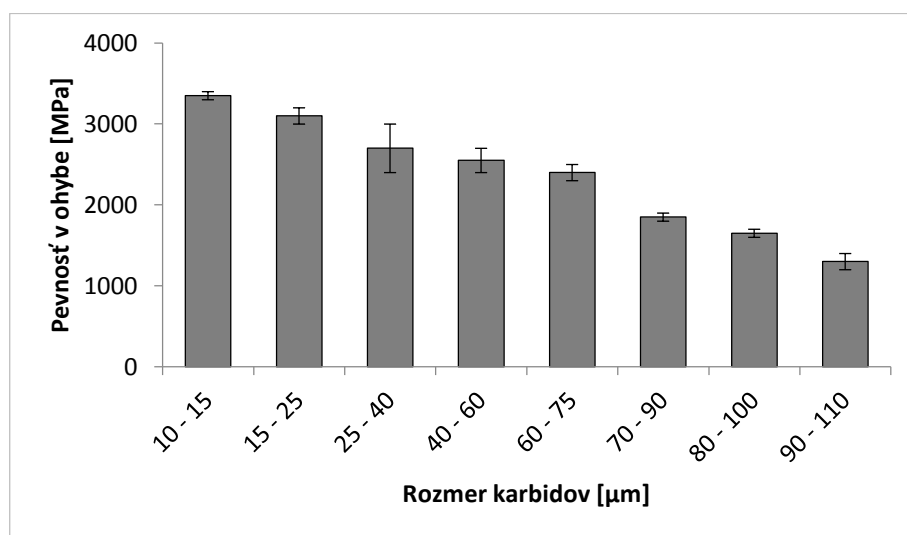
Elektródy sa v peci vplyvom elektrického oblúka vytvoreného jednosmerným elektrickým prúdom postupne odtavujú. Po roztavení tavenina ihneď kryštalizuje v medenom kryštalizátore chladenom vodou. Tento proces potlačuje vznik odmiešaniín a vád typických pre odlievané ingoty. Nastáva homogenizácia chemického zloženia a štruktúry, čo má priaznivý vplyv na celkovú izotropiu vlastností a teda aj na tvárnosť. Pri pretavovaní vo vákuu dochádza k zníženiu obsahu plynu v materiáli a obsahu nečistôt, ktoré sa môžu z taveniny odparovať. Znížený obsah kyslíka v materiáli spôsobí aj nižší obsah oxidických inklúzií. Elektrotroskové pretavovanie umožňuje

zníženie obsahu síry a tým aj obsah sulfidických inklúzií v materiáli. Obomi metódami pretavovania sa dosahuje homogénnejšie rozloženie zvyšných nekovových inklúzií v matici. Výsledkom je teda zlepšenie čistoty ocelí. U nadeutektoidných a ledeburitických ocelí sa dosiahne zníženie výskytu zhlukov karbidov a docieli sa ich rovnomernejšie rozloženie [2].

1.1.3. Tvárnenie za tepla

Podľa práce [2] je možné výrobným postupom popísaným v predošlej kapitole vyrábať ocele s vysokou čistotou, ktoré sú použiteľné pre výrobu nástrojov bez následného tvárnenia. Avšak podľa práce [5], sa odlievané ocele (až na niekoľko výnimiek) nehodia pre priame použitie z dôvodu nízkej húževnatosti. Preto sa následne tieto ocele tvárnia za tepla. Tvárnenie zlepšuje homogenitu chemického zloženia a kompaktnosť ocele. Tvárniace teploty sú vzhľadom na značný deformačný odpor volené blízko pod solidom. Následkom tvárnenia v štruktúre dochádza k fragmentácii eutektického sieťovia a vzniku izolovaných karbidov. Vplyvom vysokej teploty zároveň dochádza aj k značnej sféroidizácii karbidov. S rastúcim stupňom pretvárania dochádza aj k zjemneniu karbidov, ktorých malý rozmer má priaznivý vplyv na húževnatosť a pevnosť v ohybe [5].

V práci [5] bol sledovaný vplyv rozmeru karbidov v oceli HSS 18-0-1 (19 824) na húževnatosť vyjadrenú pevnosťou v ohybe. Tento nežiaduci efekt je znázornený na Obr. 3.



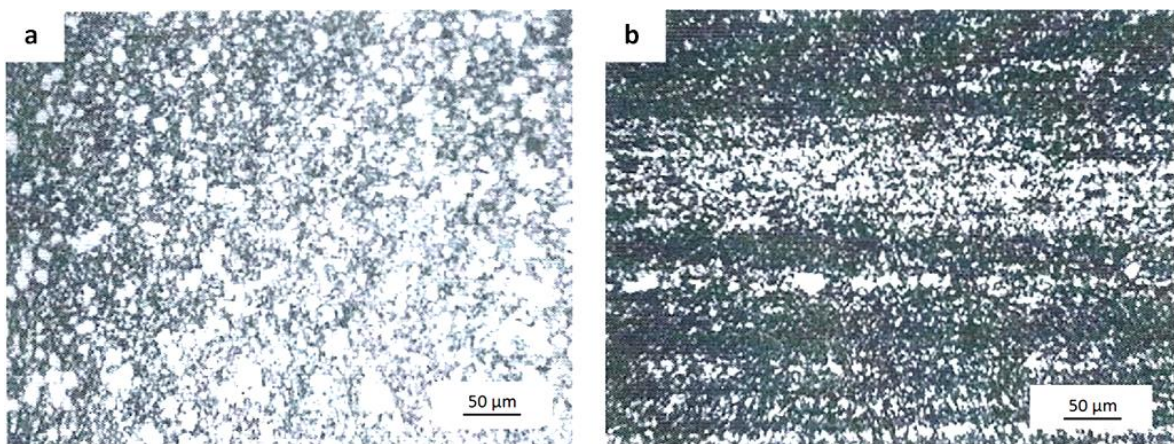
Obr. 3 Závislosť pevnosti v ohybe na rozmere karbidov [5]

Z obrázka je zrejme že s nárastom veľkosti karbidických častíc sa môže pevnosť nástrojovej ocele v trojbodovom ohybe zredukovať až približne o 50 %.

Pre každý typ ocele je stanovený vhodný interval tvárniacich teplôt. Ingoty z nízko a stredne legovaných ocelí sa spravidla valcujú, vysokolegované a obtiažne tvárniteľné ocele sa kovajú

na lisoch alebo bucharoch. Najobvyklejšími tvárnenými výrobkami sú tyčová oceľ alebo výkovky, pričom sa tyčová oceľ vyznačuje anizotropiou vlastností v smere valcovania. Anizotropia je výraznejšia u nadeutektoidných ocelí, ktoré majú vyšší sklon k segregáciám a je nutné s ňou počítať pri ďalšom spracovaní. Pri tvárnení nie je možné zabrániť tvorbe povrchových väd, preto sa spravidla na povrchu vyskytujú nečistosti a otlaky, s ktorými sa musí počítať pri ďalšom spracovaní. Povrchová vrstva býva do určitej hĺbky poznačená aj oduhliččením. Odstránením nekvalitnej povrchovej vrstvy sa získa u polotovarov bezchybný povrch [2].

Na Obr. 4 je znázornená anizotropia štruktúry tvárnenej tyče s priemerom 17 mm z ocele HSS 6-5-2 (19 830) priečne a pozdĺžne so smerom tvárnenia [5].



Obr. 4 Štruktúra tvárnenej ocele HSS 6-5-2,
a) priečne na smer tvárnenia b) pozdĺžne so smerom tvárnenia [5]

1.1.4. Tepelné spracovanie

Súčasťou technológie výroby polotovarov z nástrojových ocelí je aj tepelné spracovanie. Najčastejšie sa jedná o žihanie vykonávané medzi jednotlivými operáciami tvárnenia, alebo na záver výrobného cyklu. Medzioperačné žihanie má za úlohu u polotovarov znížiť vnútorné napätie, poprípade vytvoriť priaznivejšiu štruktúru pre nasledujúcu tvárniacu operáciu. Konečné tepelné spracovanie dáva materiálu vlastnosti potrebné pre jej ďalšie spracovanie. Najčastejšie sa jedná o žihanie na mäkko, ktoré spôsobí pokles tvrdosti umožňujúci mechanické opracovanie a delenie polotovaru [2][1].

1.2. Výroba nástrojových ocelí metodou práškovéj metalurgie (P/M)

Prášková metalurgia je v súčasnosti dominantným technologickým smerom, predovšetkým vo výrobe vysokolegovaných ocelí. Proces práškovéj metalurgie spočíva vo výrobe práškového polotovaru a jeho konsolidácia vhodným spôsobom do kompaktného kovového produktu. Hlavnou výhodou tejto technológie je, že umožňuje vyrábať nové materiály s unikátnymi kombináciami štruktúry a vlastností [1][3].

1.2.1. Výroba prášku

Príprava taveniny pre výrobu prášku je podobná ako v prípade konvenčného spôsobu výroby nástrojových ocelí. Tavenina je pretavovaná v elektrotroskovej peci, z dôvodu dosiahnutia vysokej čistoty materiálu. Existuje niekoľko metód výroby prášku. V počiatočných vývoja technológie práškovéj metalurgie sa na výrobu prášku používali drviace a mlecie metódy. Od týchto metód sa časom upustilo, pretože zrná prášku nemali vhodný tvar a ani správne granulometrické zloženie a štruktúru. Z toho dôvodu sa do popredia záujmu začali dostávať atomizačné metódy výroby prášku, ktoré sú založené na rozprašovaní taveniny vhodným tlakovým médiom. Počas vývoja tejto metódy bolo zistené, že rozdielne rozprašovacie médiá spôsobujú vo vlastnostiach prášku značné rozdiely, ktoré sa prejavujú najmä na povrchu častíc. Napríklad bolo zistené, že pri rozprašovaní taveniny vodou sa na povrchu častíc prášku tvorila vrstva oxidov, ktorá zhoršuje ďalšie spracovanie prášku a mechanické vlastnosti výsledného výrobku. Z toho dôvodu sa dnes ako rozprašovacie médium používajú inertné plyny. Prášok sa ale dá vyrábať aj inými metódami. Jednou z možností je odtavovanie rotujúcej tyče elektrónovým lúčom, plazmou alebo elektrickým oblúkom. Odtavovanie sa môže realizovať vo vákuu alebo v atmosfére ochranného plynu. Odtavené kvapky môžu byť dodatočne roztrieštené dopadom na rotujúci disk. Roztrieštené kvapky sa počas letu atmosférou ochladia a stuhnú [5][3].

Práca [10] uvádza, že najekonomickejšou metódou je výroba prášku rozprašovaním taveniny inertným plynom s použitím vákuovej indukčnej pece.

1.2.2. Úprava prášku

Pred ďalšou operáciou je potrebné prášok upraviť. Prvým krokom úpravy je roztriedenie vyrobeného prášku na jednotlivé zrnitostné frakcie. Realizuje sa preosievaním, premývaním, vyplavovaním a pod. Magnetické odlučovanie nemagnetických častíc prášku je zaujímavé najmä pri výrobe ocelí. Prášky sa môžu tepelne spracovať, napríklad žíhaním na mätko, aby sa častice zbavili tvrdej povrchovej vrstvy. Ak je nutné odstrániť oxidickú vrstvu na povrchu častíc, prášok sa vystaví redukčnej atmosfére. Finálnou fázou úpravy práškov je miešanie práškov rôzneho chemického zloženia, alebo zrnitosti [3][10].

1.2.3. Konsolidácia prášku

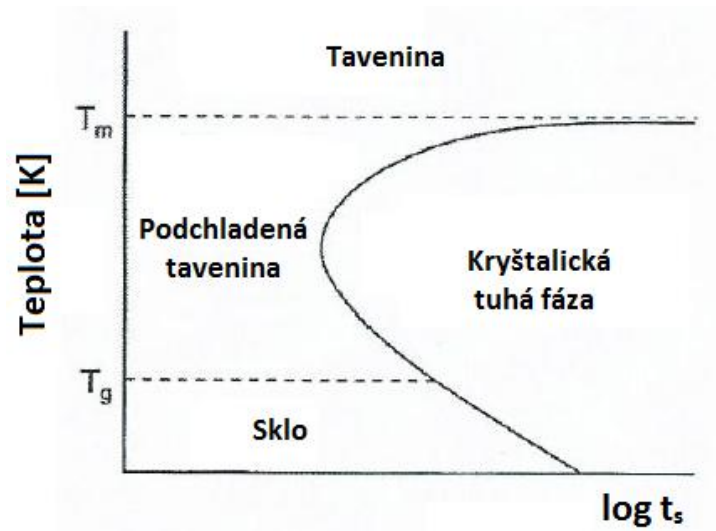
Po výrobe prášku a jeho úprave nasleduje konsolidácia prášku do podoby vyrábanej súčiastky alebo polotovaru. Tak ako metódy výroby prášku aj metódy konsolidácie prešli určitým vývojom. V počiatkoch tejto technológie sa používalo klasické spekanie, ktoré vystriedali metódy spekania za prítomnosti kvapalnej fázy, extrúzie za tepla a iné. Spekanie vysokolegovaných nástrojových ocelí klasickým postupom komplikuje chemické zloženie. Je to preto, pretože materiál obsahuje veľké množstvo tvrdých a krehkých častíc. Tie majú tendenciu vytvárať počas atomizácie kontinuálne skelety okolo primárnej fázy, pričom komplikujú spekanie. Preto sa už v 90. rokoch štandardným postupom konsolidácie takýchto materiálov stalo izostatické lisovanie za tepla, alebo skrátene HIP (z anglického Hot Isostatic Pressing) [5].

Postup metódy HIP spočíva v uzavretí rýchlo stuhnutého prášku do ocelového kontajneru a jeho dokonalej evakuácií. Podmienkou je, že spekaný prášok musí byť tvorený časticami guľovitého tvaru. Z toho dôvodu pripadajú do úvahy iba niektoré metódy výroby prášku. Nasleduje ohrev v tlakovej komore izostatického lisu za súčasného zvyšovania tlaku plynu. Tlaky v tomto zariadení sa pohybujú v rozmedziach 100 – 200 MPa. Materiál sa ohrieva na teplotách cca 100 °C pod solidom po dobu 2 – 6 hodín. Behom niekoľkohodinového procesu dochádza k spekaniu prášku do kompaktného a v podstate bezpórového celku. Keďže sa behom procesu uplatňuje Pascalov zákon, deformačné pole v kontajneri je prakticky smerovo nezávislé. Pomocou tohto procesu sa dosahuje izotropia štruktúry a mechanických vlastností. Po ukončení procesu sa kontajner odstráni. Hybnou silou spekania je znižovanie merného povrchu a povrchovej energie častíc prášku v zhutňovanom polotovare. Čím je špecifický povrch častíc väčší, tým rýchlejšie spekanie prebieha. Najdôležitejším mechanizmom pri spekaní je difúzia, ktorá aktivuje po dodaní aktivačnej energie vo forme tepla. Výsledkom migrácie častíc je zhutňovanie výlisku a redukcia pórovitosti. Pórovitosť sa za pôsobenia vonkajšieho tlaku značne zníži a výlisok získa konečný tvar [1][3][11].

1.2.4. Prášková metalurgia rýchlo stuhnutých častíc

Objavenie efektu rýchleho tuhnutia a zavedenie technológií využívajúcich tento efekt do praxe v druhej polovici minulého storočia prinieslo nové možnosti do výroby kovových materiálov. Za normálnych podmienok sa stav materiálu popisuje fázovým diagramom. Avšak pri rýchlom tuhnutí materiál nemá dostatok času, potrebného na dosiahnutie rovnováhy a rovnovážne diagramy za takýchto podmienok prestávajú platiť. Ak je rýchlosť ochladzovania dostatočne vysoká, je možné sa vyhnúť oblasti kryštalickej tuhej fázy na Obr. 5. V dôsledku takéhoto ochladzovania tavenina nekryštalizuje a ostáva podchladená. Viskozita tejto taveniny rastie, až sa po prekonaní teploty skelného prechodu T_g zvýši natoľko, že sa správa ako tuhá fáza. Takúto tuhú fázu nazývame kovovým sklom. Možnosť vyrobiť zliatinu v podobe kovového skla je daná iba tým, či je možné

dosiahnuť kritickú rýchlosť ochladzovania. Kritická rýchlosť ochladzovania pre dosiahnutie kovového skla je pre čisté kovy približne rovná $10^{12} \text{ K}\cdot\text{s}^{-1}$, pre niektoré oxidy sa pohybuje rádovo okolo $1 - 10 \text{ K}\cdot\text{s}^{-1}$ [1][5][3].



Obr. 5 Závislosť teploty taveniny na čase pri transformácii na tuhú fázu [5]

Zaujímavosťou rýchleho tuhnutia je skutočnosť, že dochádza k vzniku metastabilných fáz, ktoré sa v rovnovážnych diagramoch daných systémov nevyskytujú. Tieto fázy majú vyššiu rozpustnosť prísadových prvkov aká odpovedá rovnovážnemu stavu. Tento fakt podmieňuje jedinečnosť tejto technológie výroby materiálov [5].

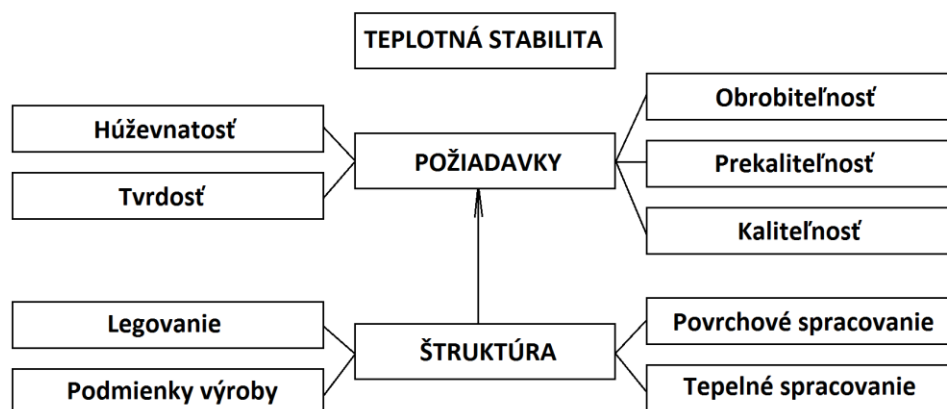
2. Nástrojové ocele

Nástrojové ocele sú v súčasnej dobe široko používanou skupinou materiálov pre výrobu najrôznejších typov nástrojov. Po mechanickom opracovaní musia byť nástroje tepelné spracované, aby bola dosiahnutá ich dostatočná pevnosť, tvrdosť, húževnatosť, oteruvzdornosť a rezivosť. Tento proces dáva nástrojom základné predpoklady pre splnenie ich funkcie. V niektorých prípadoch objemové tepelné spracovanie nestačí pre dosiahnutie špecifických vlastností povrchu. V týchto prípadoch sa nástroje musia povrchovo spracovávať. K povrchovému spracovaniu nástrojov sa používajú rôzne nízkoteplotné procesy, ako difúzne sýtenie dusíkom (nitridácia), fyzikálne procesy deponovania tenkých oteruvzdorných vrstiev, alebo ich kombinácia známa ako duplexné povlakovanie [6].

Štúdium povrchových úprav nástrojov však nie je predmetom tejto práce.

2.1. Vlastnosti nástrojových ocelí

Na štruktúru a tým pádom aj na vlastnosti nástrojových ocelí sú v praxi kladené najrôznejšie požiadavky. V zásade ich je možné rozdeliť do dvoch skupín. Prvá skupina požiadaviek, ktorú musí nástrojový materiál spĺňať, je komplex štruktúrnych parametrov a vlastností, ktoré podmieňujú vyrobiteľnosť nástroja. Patrí medzi ne hlavne chemické a fázové zloženie (najmä typ karbidov), štruktúrna rovnorodosť, mikročistota, obrobiteľnosť, brúsiteľnosť, leštiteľnosť, kaliteľnosť, prekaliteľnosť, definované deformačné chovanie a iné. Ako už bolo spomenuté vyššie, v poslednej dobe sa medzi dôležité požiadavky kladené na nástrojové ocele rovnako radí aj schopnosť povrchového spracovania. Druhú skupinu tvoria vlastnosti, ktoré sa uplatňujú počas používania nástroja. Táto skupina vlastností je vo veľkej miere ovplyvnená aj prvou skupinou, takže obe skupiny nie je možné od seba jednoznačne oddeliť, ale tvoria kompaktný celok. V procese používania nástroja sa uplatňujú pasívne a aktívne vlastnosti. Sú to vlastnosti, ktoré nástroje ochraňujú pred predčasným poškodením, resp. vlastnosti, ktorými nástroj pôsobí na opracovaný materiál. K najdôležitejším pasívnym vlastnostiam patria húževnatosť a oteruvzdornosť. Tieto vlastnosti chránia materiál pred predčasným objemovým porušením, alebo nežiaducimi zmenami rozmerov, ktoré prebiehajú na styku funkčnej časti nástroja a opracovávaného materiálu. Tvrdosť, pevnosť a odolnosť voči popúšťaniu zasa dávajú nástroju celkovú odolnosť voči nežiaducej plastickej deformácii. U niektorých aplikácií, najmä pre prácu za tepla, sa vyžaduje aj dostatočná korózna odolnosť. Najdôležitejšou aktívnou vlastnosťou nástrojovej ocele je jej schopnosť opracovávať daný materiál, napr. rezivosť. Všetky vyššie spomenuté vlastnosti sú prehľadne znázornené na schéme na Obr. 6 [6].



Obr. 6 Súhrn vlastností nástrojových ocelí [6]

2.2. Vplyv chemického zloženia na štruktúru a vlastnosti nástrojových ocelí

Nástrojové ocele sú rozmanitou skupinou materiálov, ktorá na jednej strane začína uhlíkovými nástrojovými ocelami s nízkym obsahom legovacích prvkov a na druhej strane končí vysokolegovanými rýchloreznými ocelami. To, či nástrojová oceľ patrí do jednej alebo druhej uvedenej skupiny, závisí na množstve sprievodných a legujúcich prvkov. Tie spoločne utvárajú predpoklady pre dosiahnuteľné vlastností konkrétnej nástrojovej ocele vzhľadom k použitej technológii spracovania.

American Iron and Steel Institute (AISI) na základe molybdénu a volfrámu, ako legovacích prvkov rýchlorezných ocelí, v minulosti zaviedol klasifikačný systém pre nástrojové rýchlorezné ocele. Tento systém sa skladá z T ocelí, ktoré obsahujú volfrám ako jeden zo svojich hlavných legujúcich prvkov a M ocelí, ktoré obsahujú ako jeden zo svojich hlavných legujúcich prvkov molybdén. Okrem tohto znaku, za písmenom M alebo T nasleduje číslo, ktoré nemá žiadny zvláštny význam, iba rozdeľuje jednotlivé typy ocelí a pokúša sa zjednodušiť výber pre užívateľov [12].

Vyššie uvedená rýchlorezná oceľ HSS 6-5-2 má podľa tejto klasifikácie označenie M2 a rýchlorezná oceľ HSS 18-0-1 nesie označenie T1.

2.2.1. Uhlík

Uhlík sa v nástrojových oceliach pohybuje v značne širokom rozmedzí od 0,2 % až do 2 % a v rýchlorezných oceliach v rozmedzí 0,75 – 2 % [2][1].

S rastúcim obsahom uhlík zvyšuje tvrdosť, pevnosť, rezivosť a oteruvzdornosť ocelí. Na druhej strane znižuje plastické vlastnosti a húževnatosť. Pri vyšších obsahoch zhoršuje obrobiteľnosť, brúsiteľnosť a leštiteľnosť. V porovnaní s ostatnými prísadovými prvkami najviac znižuje teplotu začiatku martenzitickej premeny M_s . Rozširuje oblasť austenitu. So železom tvorí cementit,

s chrómom, volfrámom, molybdénom, vanádom a niektorými inými prvkami tvorí špeciálne karbidy. So zvyšujúcim sa obsahom uhlíka rastie počet, tvrdosť a stabilita karbidov v štruktúre, čo spôsobuje vyššiu tvrdosť a aj tvrdosť za zvýšených teplôt. Keďže uhlík patrí medzi najdôležitejšie prvky v oceliach, je jeho obsah prísne kontrolovaný. Zmena obsahu uhlíka môže spôsobiť výrazné zmeny v mechanických vlastnostiach a rezacích schopnostiach finálneho nástroja [2][12].

2.2.2. Chróm

Tento legujúci prvok spôsobuje zúženie oblasti austenitu. Ako už bolo spomenuté vyššie, s uhlíkom tvorí špeciálne karbidy. Zvyšuje tvrdosť, prekaliteľnosť a odolnosť proti popúšťaniu. Účinne pôsobí na odolnosť proti korózií. V nástrojových oceliach sa jeho obsah bežne pohybuje v rozmedzí 0,5 – 13 %, pričom niektoré špeciálne typy ocelí obsahujú až 16 % chrómu. V rýchlorezných oceliach je chróm prítomný vždy v rozmedzí od 3 – 5 %. Všeobecne platí, že prídanie 4 % chrómu do ocele poskytuje najlepší kompromis medzi tvrdosťou a húževnatosťou [2][12].

2.2.3. Molybdén

Molybdén tvorí rovnaký komplexný karbid so železom podobne ako volfrám, ale má polovičnú hmotnosť atómu volfrámu. V dôsledku toho môže v rýchloreznej oceli približne jeden diel molybdénu nahradiť dva diely volfrámu. Zvyšuje prekaliteľnosť, odolnosť proti popúšťaniu a potlačuje popúšťaciu krehkosť. Pri vyšších obsahoch znižuje húževnatosť ocele. Ocele obsahujúce molybdén sú náchylnejšie na okujenie a oduhličenie pri tepelnom spracovaní. U nástrojových ocelí sa pohybuje v rozmedzí 0,2 – 9 %, pričom najvyššie obsahy sa vyskytujú u rýchlorezných ocelí. Teplota tavenia molybdénových ocelí je trochu nižšia ako je tomu u volfrámových a preto vyžadujú nižšiu teplotu vytvrdenia a majú užší rozsah intervalu vytvrdzovacích teplôt. Nástrojové rýchlorezné ocele typu M majú vyššiu húževnatosť ako ocele typu T, ale majú nižšiu tvrdosť za tepla. Náhrada za tento úbytok tvrdosti za tepla je čiastočne dosiahnutá prídanim volfrámu a v menšej miere aj vanádu [2][12].

2.2.4. Volfrám

Volfrám zužuje oblasť austenitu. Veľmi účinne pôsobí na odolnosť proti popúšťaniu. Zvyšuje prekaliteľnosť a podporuje tvorbu bainitickej štruktúry. Pri nižších obsahoch potlačuje popúšťaciu krehkosť, pri vyššom obsahu však znižuje húževnatosť. Obsah volfrámu sa v nástrojových oceliach pohybuje v rozmedzí 0,2 - 19 %, pričom jeho najvyššie obsahy sa vyskytujú u rýchlorezných ocelí. V rýchlorezných oceliach má tento legovací prvok zásadný význam. Tvorí značne stabilné komplexné karbidy so železom, ktoré sú veľmi tvrdé a v nástrojoch prispievajú k odolnosti proti

opotrebeniu. Volfrám zvyšuje tvrdosť za tepla a spôsobuje sekundárne vytvrdenie. Ak je obsah volfrámu nižší, pridáva sa do ocelí molybdén, ktorý by mal vykompenzovať jeho úbytok [2][12].

2.2.5. Vanád

V minulosti bol vanád do rýchlorezných nástrojových ocelí pridávaný za účelom zníženia obsahu dusíka a ako prísada zabezpečujúca nízky obsah troskových inklúzií počas tavenia. Čoskoro sa prišlo na to, že vanád podstatne zvyšuje rezivosť rezného nástroja. Vanád tvorí špeciálne karbidy, ktoré výrazne zvyšujú odolnosť proti popúšťaniu, oteruvzdornosť a čiastočne aj tvrdosť za tepla a to oveľa viac ako molybdén alebo volfrám. Vanád zvyšuje aj prekaliteľnosť. Malé prísady vanádu zjemňujú zrno a zvyšujú húževnatosť, avšak pri vyšších obsahoch sa húževnatosť ocele značne znižuje. Vanád veľmi priaznivo pôsobí aj na rezivosť. Ocele s vyššími obsahmi vanádu majú zhoršenú obrobitelnosť a brúsiteľnosť. Jeho obsah sa v nástrojových oceliach pohybuje v rozmedzí 0,1 – 5 %. Zvláštne vlastnosti rýchlorezných nástrojových ocelí, ktoré sú spôsobené vysokými obsahmi vanádu viedli k vývoju špeciálnych ocelí pre náročné pracovné podmienky vyžadujúce vysokú tuhosť, rovnako ako výnimočnú tvrdosť za tepla a odolnosť proti opotrebeniu [2][12].

2.2.6. Kobalt

Vplyv kobaltu na štruktúru a tepelné spracovanie nástrojových ocelí

Kobalt nevytvára karbidy a prednostne sa nachádza v matrici [1][2]. Avšak práce [13] a [14] tvrdia, že je schopný do niektorých karbidov prenikať.

Prídavok kobaltu vplyva na štruktúru a tým pádom aj na mechanické vlastnosti nástrojových ocelí. Zvyšuje mieru prechodu W a Mo z martenzitu do karbidov pri popúšťaní znížením rozpustnosti vo ferite. Týmto mechanizmom kobalt napomáha procesu precipitačného spevnenia. Zvlášť významný je vplyv kobaltu z dôvodu pravidelnejšieho rozdelenia karbidických fáz, pričom tieto sú menšie a zvýši sa ich množstvo, následkom čoho sa zlepšuje odolnosť týchto ocelí proti opotrebeniu [13].

V tomto prípade je potrebné upozorniť na skutočnosť, že závery práce [13] sú s uvedenými faktami v čiastočnom rozpore. Autori práce [13] sledovali P/M oceľ M2 a porovnávali s rovnakou oceľou dolegovanou 5 a 8 % kobaltu. Zistili, že po konvenčnom tepelnom spracovaní klesá celkový podiel karbidov a ich veľkosť je menšia. Žiaľ túto skutočnosť už autori v práci ďalej neobjasňujú.

Autori práce [7] sledovali vplyv 5 % obsahu kobaltu u rýchlorezných ocelí. Zistili, že 5 % obsah kobaltu nemá vplyv na štruktúru sledovaných ocelí. V tomto prípade sa však jednalo o ocele vyrobené klasickou metalurgiou.

Kobalt vo všeobecnosti zvyšuje teplotu tepelného spracovania, pretože zvyšuje bod tavenia ocele. Taktiež zvyšuje v nástrojových rýchlorezných oceliach kaliace teploty až o 14 až 28 °C oproti ich bezkobaltovým verziám [12].

Hlavná úloha kobaltu však spočíva v spomalení difúzie uhlíka a legúr pri konštantnej teplote oproti bezkobaltovým variantom ocelí. S tým súvisí aj vyššia tepelná stabilita kobaltových ocelí a odolnosť voči popúšťaniu. Preto je nutné podľa [1] takéto ocele popúšťať minimálne štyrikrát a pri vyššej teplote ako je tomu u bezkobaltových ocelí. Kobalt zapríčiňuje zvýšenie teploty sekundárneho vytvrdzovania, čím zvyšuje aj odolnosť proti popúšťaniu [1].

Podľa práce [2], kobalt znižuje prekaliteľnosť a zvyšuje náchylnosť k oduhlíčeniu.

Ďalej má účinok na zvýšenie teploty premeny feritu na austenit a tým zvyšuje aj odolnosť feritu proti strate tvrdosti pri ohreve. Zvyšuje sekundárnu tvrdosť a zlepšuje tepelnú vodivosť [13].

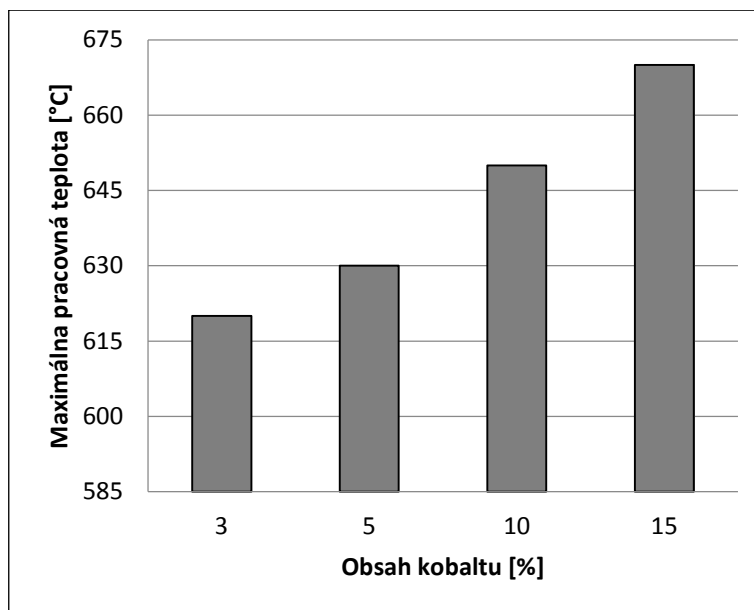
Vplyv kobaltu na mechanické a technologické vlastnosti nástrojových ocelí

Ocele s obsahom kobaltu sú mierne krehkejšie ako ich bezkobaltové ekvivalenty [1] [12].

Kobalt sa pridáva do ocele hlavne na zvýšenie tvrdosti pri vysokých teplotách. Zvyšuje sekundárnu tvrdosť, ale znižuje húževnatosť a pevnosť v ohybe [13].

Do ocelí pre najvyššie výkony sa pridáva do 10 % kobaltu. Keďže tento legovací prvok zvyšuje sekundárnu tvrdosť a odolnosť voči popúšťaniu, zvyšuje aj maximálnu teplotu použitia nástroja. Vplyv kobaltu na maximálnu pracovnú teplotu nástroja uvádza Obr. 7. Ocele s prídavkom kobaltu sa nehodia na nástroje, ktoré sú namáhané rázovým namáhaním [1].

Ak sa dosahujú pri rezaní vysoké teploty, je hlavnou úlohou kobaltu v rýchlorezných nástrojových oceliach zvýšenie tvrdosti za tepla, čím sa zvýši rezivosť nástroja. Kobaltové ocele sú obzvlášť účinné na hrubých rezoch, ale nie sú vhodné pre dokončovacie rezy, pri ktorých nevznikajú vysoké teploty. Rýchlorezné ocele s kobaltom sa používajú pri rezaní materiálov, ktoré majú nespojitú triesku, akými sú grafitická liatina alebo neželené kovy. Nutnosť použitia hlbokých rezov, vyššie rýchlosti obrábania a obrábania tvrdých materiálov takisto odôvodňuje použitie nástrojov z rýchlorezných ocelí legovaných kobaltom [12].



Obr. 7 Maximálna pracovná teplota nástrojových ocelí legovaných kobaltom v závislosti na obsahu kobaltu [1]

2.3. Karbidické fázy

Z hľadiska fázového zloženia sú štruktúra a vlastnosti nástrojových ocelí určené charakterom matrice a typom, množstvom, veľkosťou a rozmiestnením karbidov. To je dôležité v stave po žíhaní na mätko a aj v rámci tepelného spracovania, počas ktorého nástroj získava väčšinu svojich vlastností, ktoré sú dôležité pre jeho používanie [6].

Karbidotvorné prvky bežne prítomné v oceliach (Cr, Mn, Mo, W, V, Ti, Zr, Nb) tvoria s uhlíkom v podstate dva typy karbidov:

- špeciálne (jednoduché). Príkladom špeciálnych karbidov sú TiC, Mo₂C, atď.
- komplexné (zložené). Príkladom komplexných karbidov sú (CrFe)₇C₃, (CrFe)₂₃C₆, (FeW)₆C, (FeMn)₃C atď.

Pri malom obsahu sa karbidotvorný prvok obvykle rozpustí v cementite alebo vo ferite. Ak sa jeho koncentrácia v oceli zväčší, vzniknú karbidy. Prvky s vysokou afinitou k uhlíku (Ti, Nb, Zr, V, Ta) tvoria už pri malom obsahu v oceli špeciálne karbidy. Podobne ako cementit, sú aj ostatné karbidy krehké a tvrdé. Karbidotvorné prvky môžeme podľa rastúcej afinity k uhlíku zoradiť do nasledovného poradia: Fe, Mn, Cr, W, Mo, Zr, Nb, Ta, Ti. Prvky na začiatku radu tvoria karbidy relatívne málo stáble, ktoré sa pri ohreve rozpadajú. Na konci radu sú prvky, ktoré tvoria veľmi stabilné karbidy. K ich rozkladu dochádza až pri teplotách blízkyh solidu [15][16].

Karbidické fázy v nástrojových oceliach majú rozdielne chemické zloženie, tvrdosť a rôznu termickú stabilitu. Podľa ich termickej stability je možné rozlíšiť aj úlohu jednotlivých legujúcich

prvkov v oceliach na prvky obsiahnuté v karbidoch s nízkou tepelnou stabilitou zvyšujúce prekaliteľnosť, tvrdosť martenzitu a celkovo aj tvrdosť ocele a schopnosť sekundárneho vytvrdzovania. Prvky obsiahnuté v karbidoch s vysokou tepelnou stabilitou ako napríklad vanád majú vplyv na odolnosť voči opotrebeniu a ovplyvňujú veľkosť zrna po tepelnom spracovaní [6].

Prvky ako Mn, Cr, W, Mo tvoria niekoľko typov karbidov. Ak množstvo uhlíka nedokáže v oceli viazať všetky prítomné karbidotvorné prvky na karbidy, prednostne sa vytvoria karbidy s vyššou afinitou k uhlíku a prvky s malou afinitou ostanú v tuhom roztoku [16].

Podobne ako cementit v diagrame Fe – Fe₃C, majú aj ostatné karbidy rôzny pôvod. V štruktúre sa môžu nachádzať karbidy s piatimi rôznymi pôvodmi – primárne, sekundárne a terciálne karbidy a eutektické a eutektoidné karbidy [5].

Das v práci [17] popisuje rozdelenie karbidov na základe ich veľkosti. Z primárne sa považujú karbidy väčšie ako 5 μm a sekundárne menšie ako 5 μm. Ďalej karbidy rozdeľuje na veľké sekundárne a malé sekundárne. Hranicu rozdelenia tvorí veľkosť 1 μm.

2.4. Rýchlorezné ocele

Medzi nástrojové ocele patrí zvláštna skupina ocelí, ktoré sa nazývajú rýchlorezné ocele. Boli vynájdene v šesťdesiatych rokoch 19. storočia a prvýkrát predstavené na svetovej výstave v Paríži v roku 1900. Ich objav vzišiel z empirických poznatkov, že volfrám zlepšuje prekaliteľnosť ocelí a že ocele zakalené z vysokej teploty a popúšťané na relatívne vysokých teplotách sa vyznačujú vysokou rezivosťou a odolnosťou proti popúšťaniu. Tieto ocele sú pomenované na základe ich schopnosti obrábať kovy pri vysokých rezných rýchlostiach. Obsahujú uhlík v rozmedzí 0,75 - 2 % a okrem uhlíka obsahujú aj chróm, vanád, molybdén, volfrám a v prípadoch ocelí používaných pre vysoké výkony aj do 10 % kobaltu. Koncentrácie uvedených prvkov sú vyladené tak, aby bolo možné dosiahnuť vysokú tvrdosť, vysokú odolnosť voči opotrebeniu a popúšťaniu a dobrú húževnatosť vzhľadom na použitie finálneho nástroja. Celkové množstvo legujúcich prvkov sa pohybuje v rozmedzí 15 – 30 %. Chróm, volfrám, molybdén a vanád vytvárajú karbidy, ktorých funkcia v oceliach je rozdielna. Ako už bolo uvedené, chrómové karbidy majú najnižšiu stabilitu a ľahko sa pri ohreve rozpúšťajú v austenite [1][12].

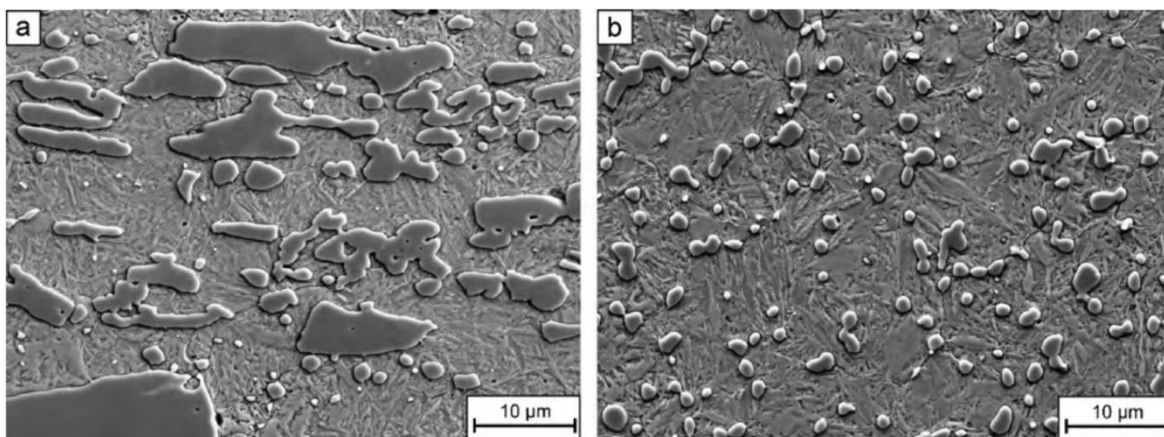
Túto skutočnosť dokazujú aj výsledky práce [15]. Bílek uvádza, že pri austenitizácii P/M ocele Vanadis 6 sa pri teplote 1100 °C už karbidy na báze chrómu v matrici nenachádzajú.

Rozpadom a rozpustením chrómových karbidov v matrici sa zvyšuje kaliteľnosť a prekaliteľnosť ocelí. Volfrámové a molybdénové karbidy majú vyššiu teplotnú stabilitu a pri ohreve sa nerozpustia úplne. Časť ktorá sa rozpustí zlepšuje prekaliteľnosť, druhá časť ktorá ostáva

nerozpustená zlepšuje rezivosť a odolnosť proti opotrebeniu. Karbidy vanádu tvoria jemné častice, ktoré zostávajú počas celého tepelného spracovania prakticky nedotknuté a bránia rastu austenitického zrna. Ďalšia úloha karbidov všetkých typov je precipitácia v oblasti teplôt, charakteristických pre vysokoteplotné popúšťanie. Precipitácia umožňuje sekundárne vytvrdenie ocelí [1].

2.5. P/M nástrojové ocele

Ako už bolo uvedené v predchádzajúcich kapitolách, prášková metalurgia poskytuje značné výhody pri výrobe ocelí. Rozdiel medzi metódou výroby K/M a P/M sa zásadne prejaví na štruktúre. V práci [7] sú porovnané štruktúry ocele AISI D2 (1,55 %C; 11,90 % Cr; 0,90 % Mo; 0,70 % V; 0,33 % Mn), ktorá je určená pre prácu za studena. Štruktúry sú zobrazené na Obr. 8. V oboch prípadoch sa jedná o štruktúry kalené z teploty 1080 °C. Na Obr. 8a môžeme vidieť v štruktúre ocele vyrábanou klasickou metalurgiou a tvárnením za tepla karbidy podlhovastého tvaru o rozmeroch približne 20 µm. V štruktúre ocele totožného chemického zloženia, vyrábanej metódou P/M, na Obr. 8b sa nachádzajú menšie, globulárne karbidy o rozmeroch približne 3 µm. Vzhľadom na fakt, že s klesajúcim rozmerom karbidov stúpa pevnosť v ohybe (Obr. 3), sa dá predpokladať, že oceľ AISI D2 vyrábaná metódou P/M bude mať vyššiu pevnosť v ohybe ako oceľ AISI D2 vyrábaná klasickou metalurgiou a tvárnením za tepla.



Obr. 8 SEM snímka ocele AISI D2 pre prácu za studena po kalení z teploty 1080 °C:
a) oceľ vyrobená metódou K/M a tvárnená za tepla b) oceľ vyrobená metódou P/M [7]

2.5.1. P/M rýchlorezné ocele

Medzi P/M materiálmi významné miesto zaujímajú rýchlorezné ocele, u ktorých zlepšenie úžitkových vlastností dosiahneme vhodnou modifikáciou chemického zloženia a optimálnym tepelným spracovaním [18].

Pre rýchlorezné ocele vyrábané metódou práškovej metalurgie platí z hľadiska chemického zloženia to, čo už bolo povedané u rýchlorezných ocelí vyrábaných konvenčnou metalurgiou. Z hľadiska stavu štruktúry platia rovnaké zákonitosti, aké sú popísané v predošlej kapitole 2.5.

Rýchlorezné ocele vyrábané práškovou metalurgiou rýchlo stuhnutých častíc často nemajú ekvivalent ČSN EN, ale sú normalizované podnikovými normami výrobcov. Tieto ocele majú o niečo vyššiu odolnosť proti prehriatiu, ako ocele vyrábané metódou konvenčnej tavnej metalurgie [1].

Túto skutočnosť potvrdzuje aj Kuřík s výsledkami práce [9], v ktorej sledoval vplyv nadmernej výdrže na teplote austenitizácie na veľkosť austenitického zrna v materiáli Vanadis 30. Výsledky meraní nepreukázali výraznejší negatívny vplyv ani pri šestnásobnej dobe výdrže na austenitizačnej teplote, akú odporúča výrobca. Hrubnutiu zrna bráni veľké množstvo karbidov typu MC a M_6C vylúčených na hraniciach. Dá sa predpokladať, že obdobný mechanizmus bude zabezpečovať aj odolnosť proti prehriatiu u P/M oceli Vanadis 23.

Polotovary z ocelí vyrábaných metódou P/M sa podľa [1] prevažne dodávajú v stave žíhanom na mäkko. V materiálových listoch materiálov [19][20][21] je obsiahnutá aj informácia o tvrdosti po žíhaní na mäkko.

3. Tepelné spracovanie rýchlorezných ocelí

Mechanické vlastnosti rýchlorezných ocelí zásadným spôsobom ovplyvňuje spôsob tepelného spracovania. V štádiu výroby nástroja musí tento stav umožňovať čo najjednoduchšie opracovanie nástroja. To znamená, že materiál by mal mať čo najnižšiu tvrdosť. Takýto stav sa najčastejšie dosahuje žíhaním na mätko. V štádiu neskoršom výroby sa snažíme vyrobenému nástroju udeliť jeho finálne vlastnosti potrebné pre jeho použitie (vyhovujúcu tvrdosť, pevnosť, oteruvzdornosť, húževnatosť, rezivosť atď.). Pre dosiahnutie uvedených vlastností sa usilujeme o vytvorenie viac alebo menej nerovnovážnych stavov materiálu. Takýto cyklus tepelného spracovania obvykle zahŕňa proces ohrevu na austenitizačnú teplotu, výdrže na tejto teplote, kalenie a niekoľkonásobné popúšťanie. Niekedy sa do tohto cyklu zaraďujú aj medzioperácie, ako napríklad zmrazovanie. Ak sa vyžadujú modifikované vlastnosti povrchu, tak po poslednom popúšťaní nástroja nasleduje ešte povrchové spracovanie [5].

3.1. Žíhanie na mätko

Ako už bolo spomenuté vyššie, účelom žíhania na mätko je zníženie tvrdosti ocele pred výrobou nástroja. Prevažne sa realizuje už v hutných závodoch ako posledná fáza výroby. Žíhanie na mätko sa ale používa aj v prípade, ak je nutné nástroj prekalit' alebo obrobit' pred jeho opätovným nasadením. Celkový čas žíhania na mätko býva pre rôzne materiály rôzny. Pohybuje sa v rozsahu 12 hodín u chrómových ledeburitických ocelí až po 3 dni u ocelí s vysokým obsahom vanádu [5].

Štruktúru po žíhaní na mätko tvorí feritická matrica s globulárnymi karbidmi eutektoidného, sekundárneho, alebo prípadne eutektického a primárneho pôvodu. U ocelí vyrobených klasickou metalurgiou sa tieto karbidy líšia od globulárnych karbidov, sféroidizovaných v procese žíhania na mätko svojou veľkosťou, tvarom a rozmiestnením. Tieto karbidy sú spravidla väčšie hranaté častice, ktoré si zachovávajú svoju distribúciu získanú primárnou metalurgiou a následným tvárnením. U ocelí vyrobených práškovou metalurgiou rýchlo stuhnutých častíc sa tieto častice nelíšia ani tvarom, ani veľkosťou a ich rozloženie v objeme je štatisticky náhodné [1].

3.2. Austenitizácia

Koncentrácia legujúcich prvkov a aj uhlíka je v perlite pomerne nízka. Je to preto, pretože legujúce prvky výrazne znižujú obsah uhlíka v perlite. Premena perlitu na austenit nespôsobí dostatočné nasýtenie austenitu uhlíkom a legúrami. Výraznejšie nasycovanie tuhého roztoku sa deje až pri vyšších teplotách, kedy sa rozpúšťajú aj sekundárne karbidy. Ako prvé sa rozpustia chrómové karbidy a spôsobia nasýtenie austenitu chrómom. Pre rozpustenie sekundárnych karbidov

volfrámu, molybdénu a vanádu je nutné nastaviť austenitizačnú teplotu tesne pod solidom [5][15].

Súčasne s rozpustením sekundárnych karbidov dochádza vďaka difúzií k homogenizácii chemického zloženia austenitu. Na homogenizácii austenitu má významný vplyv aj dĺžka výdrže na austenitizačnej teplote. Sekundárne a aj eutektické alebo primárne karbidy ktoré sa počas austenitizácie nerozpustia zohrávajú významnú úlohu pri spomalení rastu austenitických zŕn [5][15].

Pre nástroje pracujúce za studena je výhodné použiť nižšie austenitizačné teploty. Následkom nižšej austenitizačnej teploty nedochádza k veľkému nasýteniu matrice uhlíkom a legúrami. Vďaka tomu sa nedosiahne taká vysoká tvrdosť ako napríklad u nástrojov na rezné aplikácie, ale podstatne sa zvýši húževnatosť, keďže sa zachováva jemné austenitické zrno. Na podmienkach austenitizácie závisí finálna tvrdosť materiálu po kalení a aj následnom popúšťaní. Pre nástrojové ocele, ktoré sú vyrábané metódou K/M platí, že už pri malom prekročení optimálnej austenitizačnej teploty alebo dĺžky výdrže na tejto teplote dochádza k zhrubnutiu austenitického zrna. Súčasne klesá húževnatosť a dokonca aj tvrdosť po kalení, keďže sa zvyšuje obsah zvyškového austenitu. Ako bolo spomenuté vyššie, vyššiu odolnosť proti prehriatiu majú rýchlorezné ocele vyrobené metódou práškovej metalurgie rýchlo stuhnutých častíc. Pri ďalšom prehriatí materiálu dochádza k nataveniu hraníc zŕn a k skokovitému zníženiu mechanických vlastností [5].

Rýchlorezné ocele s vyššími obsahmi vanádu si vyžadujú dlhšie výdrže na austenitizačných teplotách [1].

Například, pre ledeburitickú P/M nástrojovú oceľ Vanadis 6 (2,1 % C; 1,0 % Si; 0,4 % Mn; 6,8 % Cr; 1,5 % Mo; 5,4 % V) výrobca odporúča 30 minútovú výdrž na teplote austenitizácie do 1100 °C a 15 minútovú výdrž na teplote austenitizácie nad 1100 °C [19]. Pre Vanadis 23 (1,28 % C; 4,2 % Cr; 5,0 % Mo; 6,4 % W; 3,1 % V) sú výdrže na teplote austenitizácie do 1100 °C maximálne 5 minút. S rastúcou teplotou sa skracujú [20].

3.2.1. Ohrev na austenitizačnú teplotu

Ohrev na austenitizačnú teplotu sa musí u rýchlorezných ocelí vždy vykonávať stupňovito, dôvodom je ich nízka tepelná vodivosť. Stupňovitý ohrev má za úlohu zabrániť vzniku vysokých napätí v ohrievaných nástrojoch a z nich plynúcich deformácií. Prvý stupeň ohrevu sa zaraďuje na teploty v intervale 450 – 500 °C. Pri týchto teplotách nastáva rýchly pokles medze skazu. Cieľom je vyrovnanie teplôt medzi povrchom a jadrom nástrojov tak, aby došlo k relaxácii napätí bez vzniku trvalých deformácií nástrojov. Druhý stupeň ohrevu sa volí tesne pod teploty A_1 aby

sa vyrovnali teploty na povrchu a v jadre, kým začnú v materiáli prebiehať fázové transformácie. Transformácia perlitu na austenit je spojená so zmenou objemu (zmrštenie) čo by opäť mohlo viesť k nežiaducim veľkým deformáciám. Pre prebehnutie fázovej premeny perlitu na austenit sa realizuje tretia výdrž na danej teplote, väčšinou okolo 900 °C. Cieľom je opäť to, aby sa vyrovnali teploty medzi povrchom a jadrom a aby fázová transformácia, spojená so zmenou objemu prebehla ideálne súčasne v celom objeme materiálu nástroja [5].

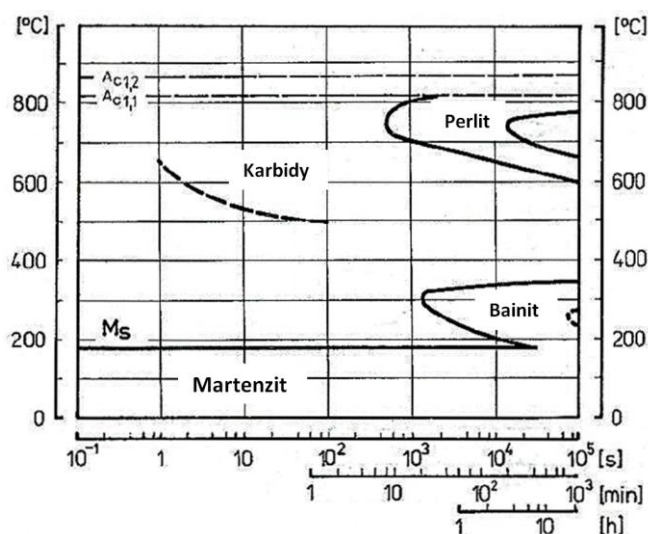
3.3. Kalenie

Austenitizáciou rýchlorezných ocelí dochádza k rozpusteniu eutektoidných a časti sekundárnych karbidov. V dôsledku toho sa nasycuje austenit uhlíkom a legúrami. Táto skutočnosť vedie k významnému poklesu teplôt začiatku martenzitickej premeny M_s a konca martenzitickej premeny M_f . K tomu navyše pristupuje aj veľký teplotný rozdiel medzi týmito teplotami [5].

V práci [5] je uvedené, že pri austenitizácii ledeburitickej rýchloreznej ocele HSS 6-5-2 na teplote 1210 °C je teplota začiatku martenzitickej premeny M_s približne 160 °C a teplota konca martenzitickej premeny M_f je približne -60 °C. Po normálnom kalení v štruktúre ostáva približne 25 % zvyškového austenitu.

Vzhľadom k vysokému stupňu legovania sú rýchlorezné ocele veľmi dobre kaliteľné. V dostatočne malých prierezoch ich je možné zakaliť aj na kľudnom vzduchu. Tento spôsob sa však neodporúča, pretože pri pomalom ochladzovaní z kaliacej teploty môže dôjsť k vylúčeniu proeutektoidných karbidov podľa čiarkovanej čiary v ARA diagrame (Obr. 9) [5].

Na Obr. 9 je znázornený ARA diagram ocele HSS 18-0-1 (19 824) pri austenitizačnej teplote 1290 °C, s vyznačenou oblasťou vylučovania proeutektoidných karbidov.



Obr. 9 ARA diagram ocele HSS 18-0-1 [2]

Tieto karbidy sa vylučujú prednostne po hraniciach zŕn austenitu. Ich vylúčenie znižuje sekundárnu vytvrdzovaciu schopnosť materiálu, pretože po ochladení na izbovú teplotu je vzniknutý martenzit menej presýtený uhlíkom a legujúcimi prvkami. Vplyv proeutektoidných precipitátov na húževnatosť rýchlorezných ocelí nie je jednoznačný. Avšak platí, že v prípade vytvorenia spojitých obálok po hraniciach zŕn môže dôjsť k nepriaznivému efektu skrehnutia. Najmä z dôvodu zachovania sekundárnej vytvrdzovacej schopnosti je nutné tieto materiály aj napriek ich výbornej kaliteľnosti ochladiť z kaliacej teploty dostatočne rýchlo. V kalenom stave je štruktúra rýchloreznej ocele tvorená martenzitom, nerozpustenými karbidmi a väčšinou 20 - 30 obj.% zvyškového austenitu. So zvyšujúcou sa kaliacou teplotou množstvo zvyškového austenitu narastá v dôsledku väčšieho nasýtenia austenitu uhlíkom a legúrami, znižujúcimi teplotu M_s . Podobne rastie aj množstvo zvyškového austenitu aj s časom výdrže na austenitizačnej teplote, aj keď menej výrazne [5].

Bílek v práci [15] sledoval pomocou Röntgenovej difrakčnej analýzy množstvo zvyškového austenitu po kalení materiálu Vanadis 6 v závislosti na teplotách austenitizácie. Vo výsledkoch uvádza, že s rastúcou teplotou austenitizácie stúpa množstvo zvyškového austenitu v štruktúre, pričom najmenší podiel 6,6 % zvyškového austenitu bol nameraný pri teplote austenitizácie 1000 °C.

Napriek tomu, že sa vplyvom zvýšeného obsahu zvyškového austenitu zmenšujú napätia, deformácie, sklon k tvorbe trhlín a to najmä u veľkých nástrojov, je potrebné príliš vysoký obsah tejto fázy v štruktúre kalených rýchlorezných považovať za jav nepriaznivý [5].

3.3.1. Kaliace prostredie

Do zavedenia vákuového tepelného spracovania ako štandardného postupu sa používali soľné kúpele nielen na účely austenitizácie, ale aj na ich kalenie. Tento postup sa nazýva tzv. termálne kalenie. Spočíva v ochladení ocele na teploty okolo 550 °C a výdrží tak dlhšej, až sa dosiahne krivka začiatku bainitickej transformácie B_s príslušnej ocele. Následne sa oceľ dochladí na vzduchu. Súčasným štandardom v kalení sú však vákuové zariadenia s kalením pretlakom tlakového, väčšinou inertného plynu (N_2 , Ar, He). Výhodou vákuových pecí je skutočnosť, že nástroje vyrobené z rýchlorezných ocelí majú po zakalení kovovo čistý povrch. Použitie inertných plynov vedie aj k zníženiu deformácií nástrojov, pretože sa neutvoria parné vankúše, ako v prípade dvojfázových kaliacich médií (oleje, roztoky polymérov) a ochladenie je rovnomernejšie. Moderné vákuové pece majú dokonca oddelnú komoru ohrevu a ochladzovaciu komoru. Tým sa umožní meniť ochladzovaciu rýchlosť pri kalení plynom, čo je veľmi dôležité aj pri kalení rýchlorezných ocelí. Tieto ocele sú veľmi dobre prekaliteľné, ale v systéme s oddelenou ochladzovacou komorou

je možné dosiahnuť rovnomernejšie ochladzovanie a menšie deformácie. Zariadenie je navyše možné dovybaviť jednotkou na zmrazovanie [5].

Popri vákuovom kalení má však termálne kalenie v solných kúpeľoch v prípade niektorých aplikácií svoje opodstatnenie, a to aj napriek značným nedostatkom, vyplývajúcim z ekologickej podstaty tohto režimu tepelného spracovania. Príkladom môže byť kalenie súčastí s nepriaznivým pomerom šírky a dĺžky akými sú napríklad preťahovacie trne. Hlavnou prednosťou kalenia takýchto dlhých a relatívne tenkých nástrojov v solných kúpeľoch je skutočnosť, že sú nadnášané vztlakovou silou, keďže platí Archimedov zákon. Vďaka tomu sa zamedzuje vzniku väčších deformácií. Ďalšími výhodami sú rovnomerný ohrev telesa, možnosť vyrovnávania nástroja medzi teplotami solného kúpeľa a teplotou začiatku martenzitickej premeny, selektívna austenitizačná teplota a taktiež pozitívny vplyv vrstvičky stuhnutej soli na výrobku z predošlého ohrevu, ktorý funguje ako izolátor pred tepelným šokom [22].

3.4. Zmrazovanie (CT)

Použitie zmrazovania za účelom zlepšovania mechanických vlastností materiálu sa vyvíja od konca šesťdesiatych rokov dvadsiateho storočia. Väčší záujem o zmrazovanie (CT, z anglického Cryogenic Treatment) bol však prejavovaný iba v nedávnej minulosti a to napriek tomu, že prvé pokusy s tepelným spracovaním pod bodom mrazu prebiehali už na začiatku 20. storočia. Prvotný nezáujem o toto odvetvie tepelného spracovania (najmä v oblasti nástrojových ocelí) opadol a v súčasnosti už bolo publikovaných množstvo prác, ktoré prezentujú výsledky laboratórnych skúšok, štúdií štruktúry zmrazovaných materiálov a teórií vysvetľujúcich mechanizmy, ktoré sa uskutočňujú pri zmrazovaní, keďže fyzikálno-metalurgická podstata týchto dejov ešte stále nie je podrobne preskúmaná [4][5].

V závislosti na minimálnej teplote dosiahnutej počas zmrazovacieho cyklu zmrazovanie rozdeľujeme na plytké zmrazovanie a hlboké zmrazovanie. Pri plytkom zmrazovaní (SCT, z anglického Shallow Cryogenic Treatment) je materiál ochladený na približne -80 °C a následne priamo vystavený izbovej teplote. Hlboké zmrazovanie (DCT, z anglického Deep Cryogenic Treatment) sa realizuje odlišným spôsobom. Materiál je pomaly ochladzovaný na teplotu približne -196 °C , na tejto teplote podstúpi výdrž a následne je pomaly ohrievaný späť na izbovú teplotu [4].

3.4.1. Plytké zmrazovanie (SCT)

Plytké zmrazovanie (SCT) nástrojových ocelí sa používa ako doplnkový proces ku konvenčnému tepelnému spracovaniu. Ak znížime po zakalení teplotu nástroja až pod teplotu M_f , transformácia austenitu na martenzit pokračuje a tvrdosť ocele sa zvýši. Obvykle sa ochladzuje v kúpeli s teplotou $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$ až $-80\text{ }^{\circ}\text{C}$. Menšie množstvo zvyškového austenitu ostáva v matici aj po zmrazovaní. Zmrazovanie sa musí robiť ihneď po kalení, pretože po dlhších výdržiach sa stabilita zvyškového austenitu zvyšuje. U nelegovaných ocelí nemá byť výdrž po zakalení dlhšia ako 2 minút, u legovaných asi 30 minút. Pri zmrazovaní sa odstráni 80 – 90 % zvyškového austenitu. Po zmrazení je nutný ohrev na teplotu $100 - 150\text{ }^{\circ}\text{C}$, aby sa znížilo napätie. U vysokolegovaných ocelí sa znižuje obsah zvyškového austenitu pri popúšťaní. Transformáciu zvyškového austenitu podporuje aj napätie vznikajúce pri mechanickom zaťažovaní [23].

3.4.2. Hlboké zmrazovanie (DCT)

Hlboké zmrazovanie (DCT) nástrojových ocelí sa používa, podobne ako je tomu u SCT, ako doplnkový proces ku konvenčnému tepelnému spracovaniu. Množstvo prác preukázalo, že tento druh spracovania zlepšuje vlastnosti materiálu. Boli preukázané pozitívne účinky hlbokého zmrazovania na húževnatosť, únavové vlastnosti a predovšetkým odolnosť proti abrazívnemu opotrebeniu [4][7].

V dostupnej literatúre sa zlepšenie vlastností zmrazovaných materiálov pripisuje týmto mechanizmom:

- úplná transformácia zvyškového austenitu na martenzit;
- precipitácia jemných η -karbidov;
- odstránenie zvyškových napätí.

Z publikovaných výsledkov prác sa zdá že precipitácia jemných η -karbidov, následkom hlbokého zmrazovania, sa javí ako účinnejší mechanizmus zlepšenia odolnosti proti abrazívnemu opotrebeniu, v porovnaní s elimináciou podielu zvyškového austenitu. Zmenšenie podielu zvyškového austenitu sa dosiahne aj plytkým zmrazením. Navrhovaným mikroštruktúrnym mechanizmom precipitácie jemných η -karbidov v nástrojových oceliach je segregácia atómov uhlíka z martenzitu k mriežkovým poruchám, následkom stlačenia martenzitu kvôli tepelným napätiam [4].

Vo výsledkoch publikovaných prác sú značné nezrovnalosti, ktoré vedú k diskusií o vplyve jednotlivých parametrov na hlboké zmrazovanie a hlavne o pozícií hlbokého zmrazovania v cykle konvenčného tepelného spracovania. Kým aplikácia hlbokého zmrazovania po kompletnom cykle

konvenčného tepelného spracovania (po kalení a popúšťaní) spôsobí iba mierne zlepšenie vlastností, najväčší efekt sa dosiahne aplikáciou hlbokého zmrazovania po kalení. Rozdielne výsledky boli prezentované aj ohľadom precipitácie jemných η -karbidov. Boli publikované práce, v ktorých je na jednej strane precipitácia týchto karbidov spozorovaná až po popúšťaní a na druhej strane už počas samotného hlbokého zmrazovania. Jeden z najdiskutovanejších parametrov hlbokého zmrazovania je výdrž na minimálnej teplote. Množstvo prác publikovalo výsledky, ktoré potvrdzujú, že s rastúcou výdržou na minimálnej teplote, rastie aj odolnosť proti abrazívnemu opotrebeniu [7]. Podľa práce [4], výdrž na minimálnej teplote nad 36 hodín už neprinesie výrazné zlepšenie vlastností, pričom doba výdrže 24 hodín sa javí ako optimálna.

V údajoch týkajúcich sa zlepšovania odolnosti proti abrazívnemu opotrebeniu existuje značný rozptyl hodnôt. Napríklad v prípade ledeburitických ocelí sa zlepšenie odolnosti proti tomuto druhu opotrebenia pohybuje rádovo od desiatok až po stovky percent. Zároveň bolo potvrdené, že zmrazovanie nemení z kvalitatívneho hľadiska mechanizmu opotrebenia [5][8].

Dodnes sa množstvo prác venovalo štúdiu ocelí vyrábaných konvenčnou metalurgiou, ale malý dôraz sa kládol na štúdium nástrojových ocelí vyrábaných metódou práškovej metalurgie. Ako už bolo prezentované vyššie, tieto ocele mnohokrát nemajú ekvivalent v sortimente ocelí vyrábaných konvenčnou metalurgiou, čo predstavuje určitú prekážku v štúdiu zmrazovania týchto materiálov [7][1].

3.4.3. Zmrazovacie prostredie

Zmrazovanie sa prevažne vykonáva v zariadeniach, ktoré umožňujú ovládať teplotu v kryogénnej oblasti, s použitím tekutého dusíka alebo hélia. Až do konca šesťdesiatych rokov sa zmrazovanie realizovalo priamym ponorením do tekutého dusíka, čo prevažne spôsobilo popraskanie súčiastky. Na sklonku šesťdesiatych rokov sa v USA vyvinuli prvé sofistikované zariadenia na zmrazovanie, s riadeným ochladzovaním a ohrevom, zabezpečujúcim zmrazovanie bez praskania [4].

Podľa [9], sa teploty okolo $-80\text{ }^{\circ}\text{C}$ dosahujú s použitím liehu a tuhého oxidu uhličitého.

Zmrazovanie s použitím tekutého dusíka, prípadne hélia, sa môže realizovať rôznymi spôsobmi. Ako už bolo spomenuté vyššie, jedným zo spôsobov používaným v minulosti bolo priame ponorenie, ktoré zapríčiňovalo nežiaduce praskanie. K sofistikovanejším metódam zmrazovania patria:

- zmrazovanie s použitím výmenníka tepla: tekutý dusík prúdi cez výmenník tepla, z ktorého prúdi ochladený plyn. Ten sa vo vnútri komory rozptyľuje ventilátorom;

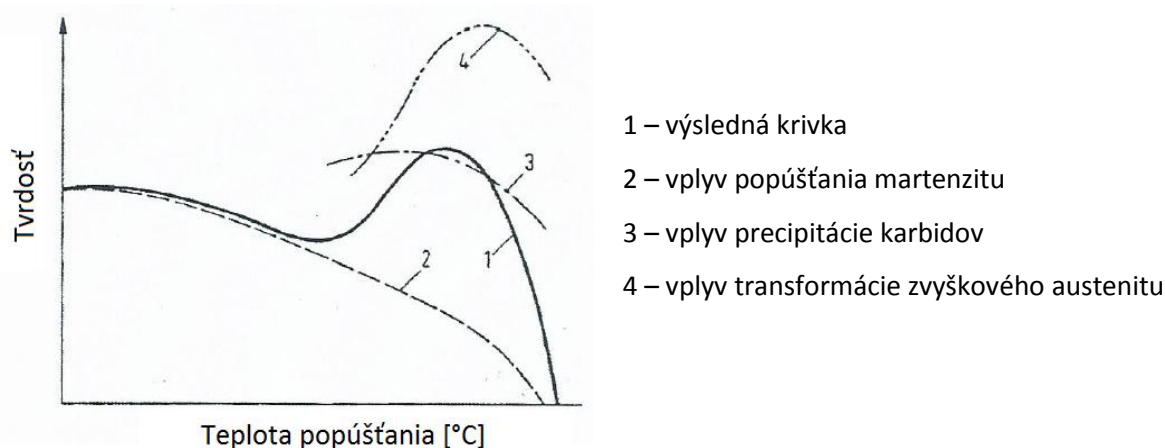
- priame rozprašovanie kvapaliny: kvapalný dusík sa rozprašuje priamo v komore, alebo v dutine okolo komory. Ventilátor umožňuje homogénne rozdelenie teploty. Kvapalný dusík je rozptýlený okolo vzoriek;
- postupným ponorením: vzorky sa ponoria do kvapalného dusíka na určitý čas, následne sa vyberú a postupne ohrejú späť na izbovú teplotu pomocou prúdu vzduchu s kontrolovanou teplotou [4].

3.5. Popúšťanie

Po zakalení je štruktúra rýchloreznej ocele tvorená martenzitom, zvyškovým austenitom a nerozpustenými karbidmi primárneho (v niektorých oceliach s vysokým obsahom vanádu), eutektického a z časti aj sekundárneho pôvodu. Zvyškový austenit vykazuje v dôsledku vysokého stupňa legovania značnú termickú stabilitu. Stabilita zvyškového austenitu sa zvyšuje vzrastom teploty austenizačného ohrevu, dlhším zotrvaním materiálu po kalení na izbovej teplote a efektami samopopúšťania pri ochladzovaní z popúšťacej teploty v okolí teploty M_s . Preto je nutné tieto materiály ihneď po kalení popúšťať. Po dosiahnutí vyššieho stupňa premeny zvyškového austenitu na martenzit je potrebné niekoľkonásobné popúšťanie, poprípade ho spojiť so zmrazovaním [5].

Behom izotermickej výdrže na popúšťacej teplote sa austenit difúzne ochudobňuje o legúry a pri ochladzovaní sa mení na martenzit. Tento proces sa nazýva sekundárna martenzitická transformácia. V dôsledku postupného znižovania obsahu legúr vo zvyškovom austenite s počtom popúšťaní rastú teploty M_s a M_f . V prípade veľmi vysokého obsahu zvyškového austenitu po kalení, nie je možné ho štandardným postupom popúšťania premeniť, pretože je v dôsledku vysokého obsahu legúr veľmi stabilný. Rýchlorezné ocele majú schopnosť sekundárneho vytvrdzovania. Príčinou tohto efektu je transformačno-precipitačný proces, spočívajúci v sekundárnej martenzitickej transformácii a precipitácií jemných karbidov behom izotermickej výdrže na popúšťacej teplote [1].

Pre ilustráciu vplyvu jednotlivých podprocesov na výsledný efekt vytvrdzovania je možné použiť rozdelenie popúšťacej krivky na príspevky od dielčích procesov na Obr. 10 [5].



Obr. 10 Príspevok jednotlivých dejov na tvrdosť rýchlorezných ocelí pri popúšťaní [5]

Pri popúšťaní v oblasti nižších teplôt (do 350 °C) sa objavuje pokles tvrdosti pri súčasnom zvýšení húževnatosti. Zvýšenie teploty popúšťania na 400 °C – 525 °C má za následok precipitáciu karbidov na báze chrómu a rast tvrdosti, predovšetkým u chrómových ocelí. U rýchlorezných ocelí je maximum sekundárnej tvrdosti v závislosti na chemickom zložení a teplote austenitizácie pri teplotách 540 °C – 580 °C, kedy dochádza k precipitácii karbidov na báze volfrámu, molybdénu a vanádu. Pri prekročení optimálnej teploty popúšťania nastáva úplný rozpad martenzitu, sféroidizácia a následne rast karbidických precipitátov. Súčasne klesá ich počet, čo spôsobuje znižovanie tvrdosti ocele a zvýšenie húževnatosti. Pre zabezpečenie úplnej transformácie zvyškového austenitu na martenzit a popúšťanie tohto martenzitu sa rýchlorezné ocele bez obsahu kobaltu musia popúšťať najmenej trikrát. Ako už bolo spomenuté vyššie, rýchlorezné ocele obsahujúce kobalt sa musia popúšťať najmenej štyrikrát, a to väčšinou pri vyššej teplote ako bezkobaltové ocele. Dôvodom je skutočnosť, že kobalt pôsobí ako legúra, substitučne spevňujúca tuhý roztok (nevytvára karbidy), čím spomaľuje difúziu [1].

4. Porovnanie P/M rýchlorezných ocelí Vanadis 23 a Vanadis 30

Vzhľadom k cieľom predloženej diplomovej práce je táto kapitola venovaná podrobnejšiemu popisu a porovnaniu študovaných materiálov Vanadis 23 a Vanadis 30. Uvedené materiály sú vysokolegované rýchlorezné ocele vyrábané progresívnymi metódami práškovej metalurgie. Vyznačujú sa vysokou čistotou, nízkym obsahom nekovových inklúzií, vysokou tvrdosťou, vysokou pevnosťou v tlaku, húževnatosťou, obrobiteľnosťou a vysokou odolnosťou proti abrazívnemu opotrebeniu. Vanadis 23 je vhodný materiál pre výrobu nástrojov pracujúcich za studena, napríklad pre strihacie nástroje určené pre strihanie tvrdších materiálov. Vanadis 30 je rovnako dobre použiteľný pre výrobu nástrojov pracujúcich za studena, alebo na rezné nástroje [20][21].

Porovnanie uvedených materiálov bolo realizované na základe materiálových listov [20][21] výrobcu týchto materiálov – spoločnosti Uddeholm.

4.1. Chemické zloženie

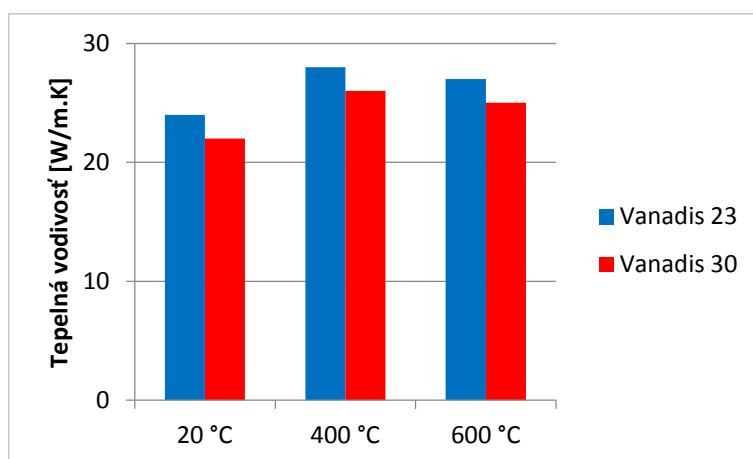
Vanadis 30 je kobaltovou verziou Vanadis 23. Chemické zloženie oboch porovnávaných materiálov uvádza Tab. 1.

Tab. 1 Chemické zloženie Vanadis 23 a Vanadis 30 [20][21]

Materiál		Chemické zloženie [%]					
Obchodný názov	Číselné označenie podľa EN	C	Cr	Mo	W	V	Co
Vanadis 23	1.3395	1,28	4,20	5,00	6,40	3,10	-
Vanadis 30	1.3294	1,28	4,20	5,00	6,40	3,10	8,50

4.2. Tepelná vodivosť

Porovnanie tepelných vodivostí materiálov pri zvolených teplotách je znázornené na Obr. 11.



Obr. 11 Porovnanie tepelnej vodivosti materiálov Vanadis 23 a Vanadis 30 [20][21]

Aj keď práca [13] uvádza, že kobalt zlepšuje tepelnú vodivosť, podľa výrobcu je tepelná vodivosť pri zvolených teplotách horšia pre kobaltom legovaný Vanadis 30 v porovnaní s Vanadisom 23. V súvislosti s tým je potrebné poukázať na to, že výrobca neuvádza chyby merania, ktoré by mohli ovplyvniť výsledky.

4.3. Tepelné spracovanie

Oba materiály sa vyznačujú veľmi dobrou prekaliteľnosťou, stabilitou počas tepelného spracovania a dobrou odolnosťou proti popúšťaniu [20][21].

4.3.1. Žíhanie na mätko

Oba materiály sú dodávané v stave žíhanom na mätko. V prípade žíhanie na mätko výrobca neuvádza rozdiely v spracovaní oboch materiálov. Je odporúčaný ohrev v ochrannej atmosfére na 850 – 900 °C, ale nie je uvedený čas výdrže na teplote. Po ohreve na túto teplotu je predpísané ochladenie v peci na 700 °C rýchlosťou 10 °C/hod, následne je možné ochladenie voľne na vzduchu. Vanadis 23 dosahuje v stave žíhanom na mätko maximálnu tvrdosť 260 HB, Vanadis 30 dosahuje maximálnu tvrdosť 300 HB [20][21].

Výrobca nešpecifikuje rýchlosť ohrevu na maximálnu teplotu. Keďže je pri ohreve potrebné brať do úvahy rozmer ohrievaného polotovaru alebo nástroja, dá sa predpokladať, že ohrev na maximálnu teplotu sa robí s predohrevmi podobne ako pri austenitizácii, pričom predohrevy budú zvlášť potrebné pri ohreve hmotných polotovarov a nástrojov. Čo sa týka tvrdosti po žíhaní na mätko, vyššia tvrdosť po tomto žíhaní u Vanadis 30 je pravdepodobne spôsobená prejavom substitučného spevnenia matrice kobaltom. Keďže sa parametre žíhanie na mätko pre jednotlivé materiály od seba nelíšia, dá sa predpokladať, že v štruktúre by po tomto tepelnom spracovaní boli badateľné určité rozdiely.

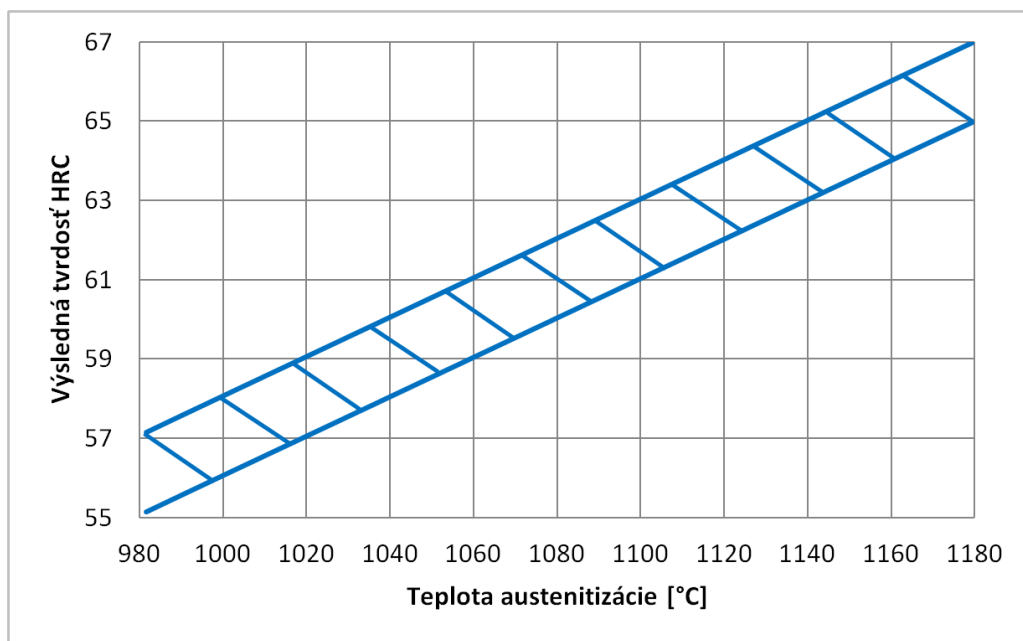
4.3.2. Žíhanie na odstránenie napätí

Po hrubovaní sa môžu nástroje tepelne spracovať žíhaním z dôvodu zníženia napätí v obrobku. Pre žíhanie na odstránenie napätí výrobca pre obidva materiály odporúča ohrev na teploty 600 - 700 °C s výdržou na teplote počas 2 hodín. Nasledovať má pomalé ochladenie v peci na 500 °C, potom voľne na vzduchu [20][21].

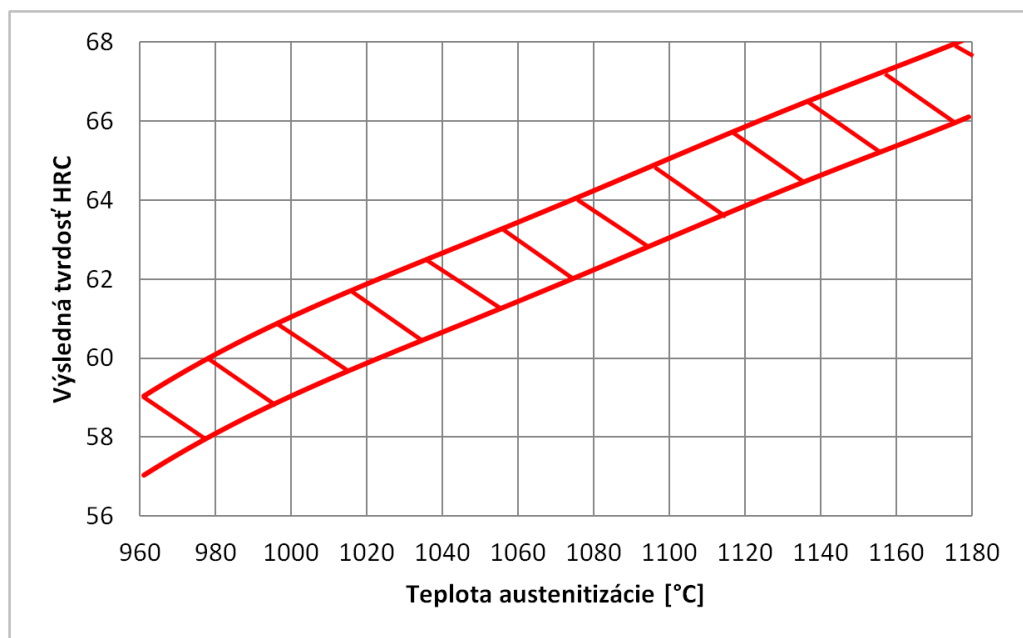
4.3.3. Austenitizácia

Austenitizáciu je nutné vykonávať s predohrevom. Výrobca odporúča v prípade oboch materiálov pri ohreve na austenitizačnú teplotu vykonať dve výdrže, pričom neuvádza čas zotrvania na týchto teplotách. Prvá výdrž sa má realizovať na teplote 450 – 500 °C a druhá na teplote 850 – 900 °C. Teplota austenitizácie môže byť pre oba materiály zvolená z intervalu teplôt 1050 – 1180 °C,

s ohľadom na požadovanú výslednú tvrdosť. Závislosť výslednej tvrdosti na austenitizačnej teplote po trojnásobnom popúšťaní počas jednej hodiny pri 560 °C je pre oba materiály znázornená na Obr. 12 - 13. Na týchto obrázkoch je vidieť vyznačené pásmo výsledných tvrdostí, ktoré môžeme dosiahnuť pri určitej teplote austenitizácie pre oba materiály.

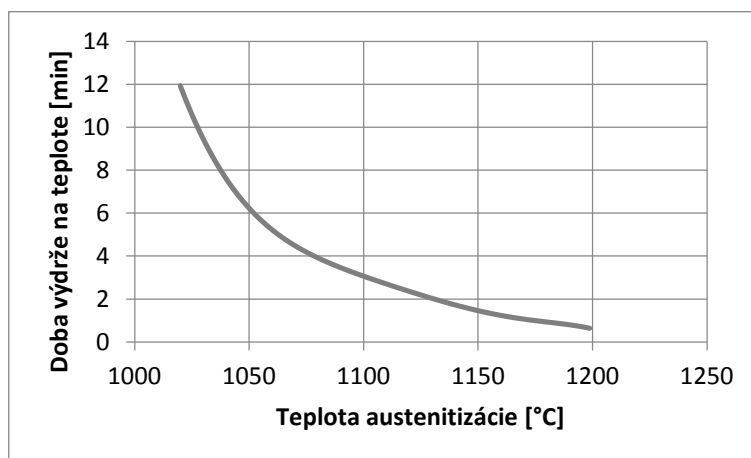


Obr. 12 Závislosť výslednej tvrdosti Vanadis 23 na austenitizačnej teplote, popúšťané 3 x 560 °C / 1 h [20]



Obr. 13 Závislosť výslednej tvrdosti Vanadis 30 na austenitizačnej teplote, popúšťané 3 x 560 °C / 1 h [21]

Grafická závislosť doby výdrže na austenitizačnej teplote je uvedená na Obr. 14. Čas výdrže sa počíta až od chvíle, keď je tepelne spracovávaný nástroj ohriaty na požadovanú teplotu aj v jadre [20][21].



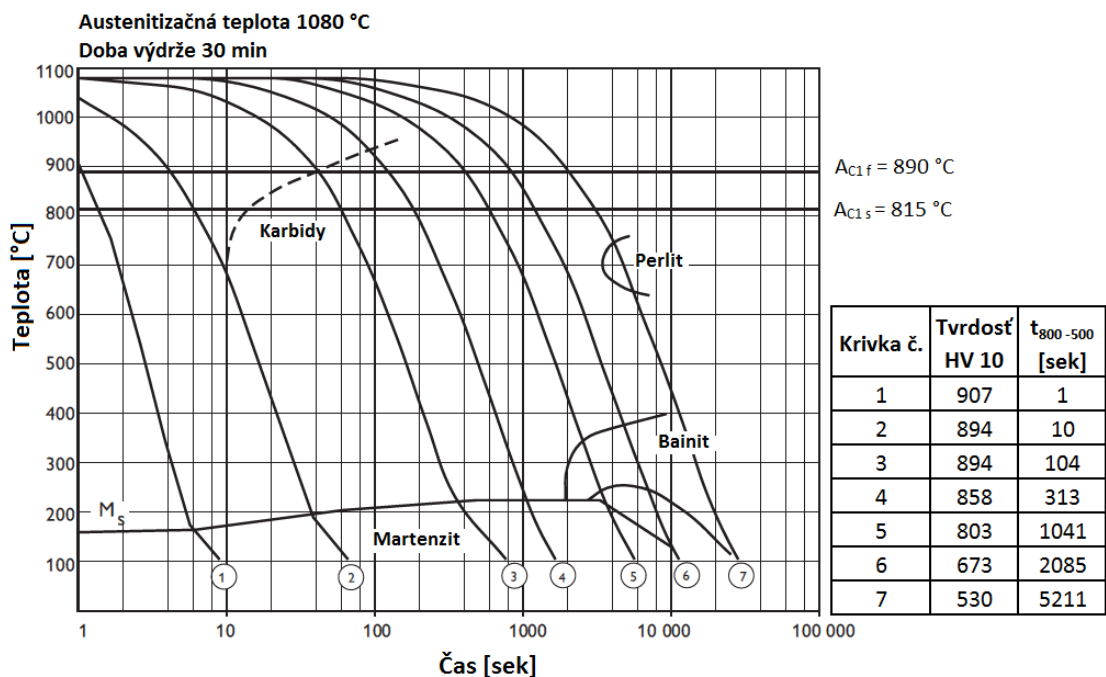
Obr. 14 Závislosť doby výdrže na austenitizačnej teplote pre materiály Vanadis 23 a Vanadis 30 [20][21]

Z Obr. 14 vyplýva, že výrobca odporúča pre oba materiály rovnaké doby výdrže pri zvolených teplotách austenitizácie a neberie do úvahy vplyv kobaltu vo Vanadise 30 na spomalenie difúzie uhlíka a legúr pri konštantnej teplote v porovnaní s Vanadisom 23. Na základe uvedeného Obr. 14 a teoretických poznatkov je možné predpokladať, že oba materiály sú rovnako odolné voči hrubnutiu austenitického zrna, čo je v súlade s úvahou v kapitole 2.5 tejto práce.

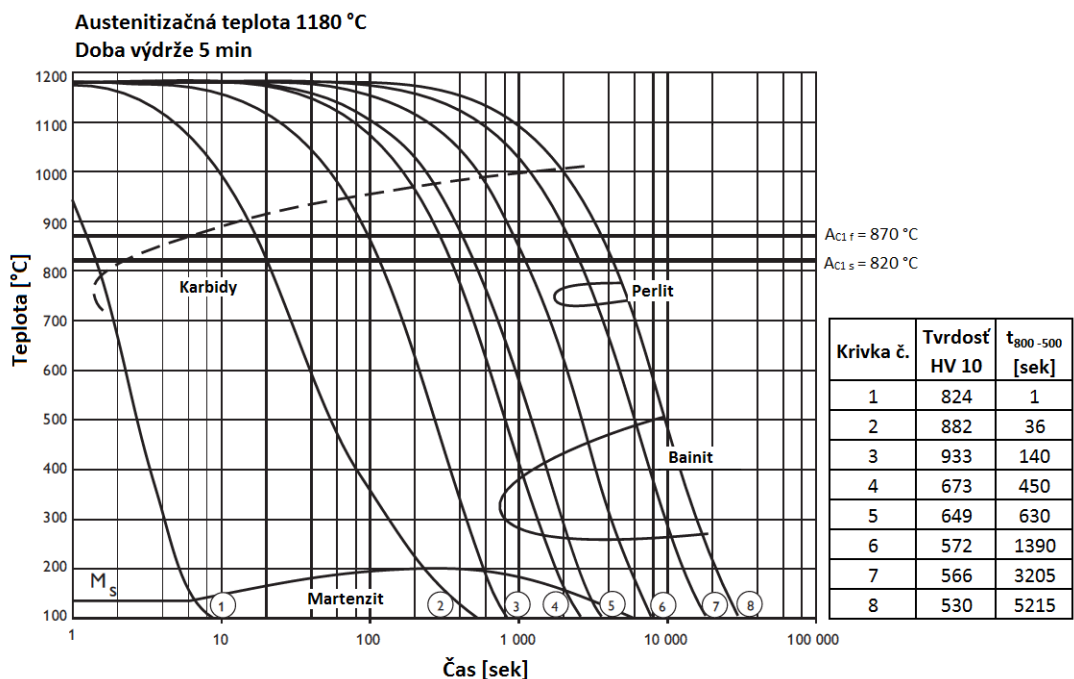
4.3.4. Kalenie

Pre kalenie materiálu Vanadis 23 výrobca odporúča kalenie vo vákuovej peci s prúdiacim plynom o pretlaku 2 – 5 bar, v soľnom kúpeli o teplote približne 550°C, alebo v prúdiacom vzduchu resp. plyne. V prípade požadovanej vysokej húževnatosti po kalení je odporúčané kalenie do soľného kúpeľa, alebo v peci s dostatočným pretlakom plynu. Pre kalenie materiálu Vanadis 30 je výrobcom odporúčané kalenie do temperujúceho kúpeľa o teplote 540 °C alebo vo vákuovej peci s prúdiacim plynom o pretlaku minimálne 2 bar. Pre dosiahnutie vysokej húževnatosti by mala byť ochladzovacia rýchlosť v jadre kaleného materiálu minimálne 10 °C/s. To platí pre ochladzovanie z teploty austenitizácie až do približne 540 °C. Po vyrovnaní teploty medzi povrchom a jadrom, môže byť použité pomalšie ochladzovanie rýchlosťou okolo 5 °C/s. Tento ochladzovací režim má za následok menšie deformácie a nižšie zvyškové napätia. U oboch materiálov by kalenie nemalo byť ukončené, kým ochladzovaný nástroj nedosiahne cca 50 °C. Po ochladení by malo bezodkladne nasledovať popúšťanie [20][21].

Na Obr. 15 – 16 sú zobrazené ARA diagramy oboch porovnávaných materiálov.



Obr. 15 ARA diagram materiálu Vanadis 23 [20]



Obr. 16 ARA diagram materiálu Vanadis 30 [21]

Je potrebné poukázať na skutočnosť, že aj keď výrobca udáva rovnakú závislosť doby výdrže na austenitizačnej teplote pre oba materiály, v materiálových listoch udáva ARA diagramy, ktoré sa vyznačujú výrazne odlišnou dobou výdrže na teplote austenitizácie (Obr. 15 – 16).

4.3.5. Zmrazovanie

V materiálovom liste Vanadis 23 sú uvedené aj odporúčané parametre pre plytké zmrazovanie, kým parametre týkajúce sa hlbokého zmrazovania nie sú uvedené. Akékoľvek údaje o zmrazovaní nie sú v materiálovom liste Vanadis 30 uvedené.

Výrobca odporúča nástroje pre maximálnu rozmerovú stabilitu plytko zmrazovať. Ihneď po kalení by malo nasledovať plytké zmrazovanie na teploty -70 až -80 °C s dobou výdrže 1 – 3 hodín, nasledované popúšťaním. Výrobca uvádza, že po takto prevedenom plytkom zmrazení môže nastať nárast tvrdosti o približne 1 HRC. Pri plytkom zmrazovaní nástrojov zložitých tvarov sa však môže objaviť praskanie [20][21].

4.3.6. Popúšťanie

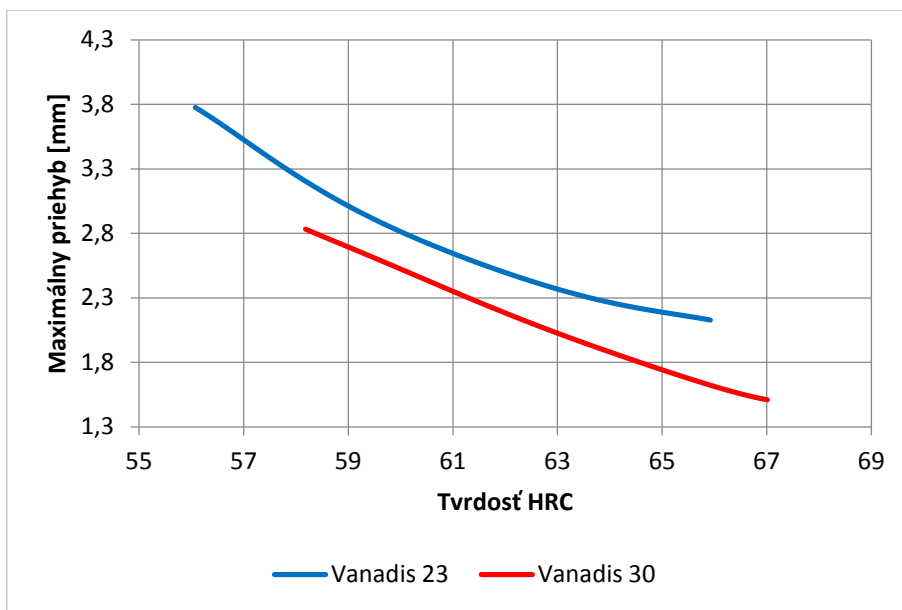
Odporúčané režimy popúšťania sa medzi oboma materiálmi nelíšia. Popúšťanie nástrojov pre aplikácie za studena by malo byť vždy vykonané pri 560 °C, bez ohľadu na austenitizačnú teplotu. Je odporúčané trojnásobné popúšťanie po dobu 1 hodiny. Nástroj by mal byť medzi jednotlivými cyklami ochladený na izbovú teplotu. Obsah zvyškového austenitu bude po takomto popúšťacom cykle menší ako 1 % [20][21].

Napriek tomu, že v práci [1] sa odporúča najmenej štvornásobné popúšťanie kobaltových ocelí, výrobca odporúča iba trojnásobné popúšťanie [20][21].

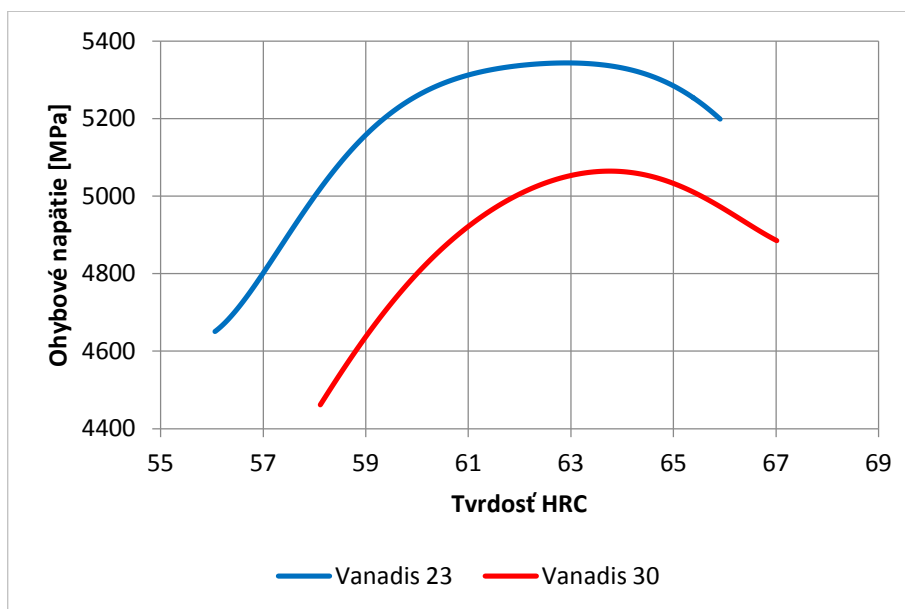
Výrobca často predpisuje totožné parametre tepelného spracovania pre oba študované materiály a neberie teda do úvahy teoretické poznatky o vplyve kobaltu na spomalenie difúzie, odolnosť voči popúšťaniu a pod. Môžeme predpokladať, že parametre tepelného spracovania sú mnohokrát totožné z toho dôvodu, že sa jedná o P/M rýchloreznú oceľ.

4.4. Pevnosť v ohybe

Výrobca v materiálových listoch udáva závislosti pevnosti v ohybe na tvrdosti a priehybe na tvrdosti. Jedná sa pevnosť v štvorbodovom ohybe. Skúšky boli robené na vzorkách s kruhovým prierezom o priemere 5 mm. Rýchlosť zaťažovania bola 5 mm/min. Vzorky Vanadis 23 boli austenitizované na teplotách 990 - 1180 °C, vzorky Vanadis 30 na teplotách 1050 - 1180 °C. Proces kalenia nie je bližšie špecifikovaný, avšak dá sa predpokladať, že bolo použité kalenie vo vákuovej peci, s kalením v pretlaku plynu. Nasledovalo trojnásobné popúšťanie počas jednej hodiny pri 560 °C s voľným ochladzovaním na vzduchu. Závislosti sú znázornené na Obr. 17 - 18 [20][21].



Obr. 17 Závislosť maximálneho priehybu na tvrdosti [20][21]



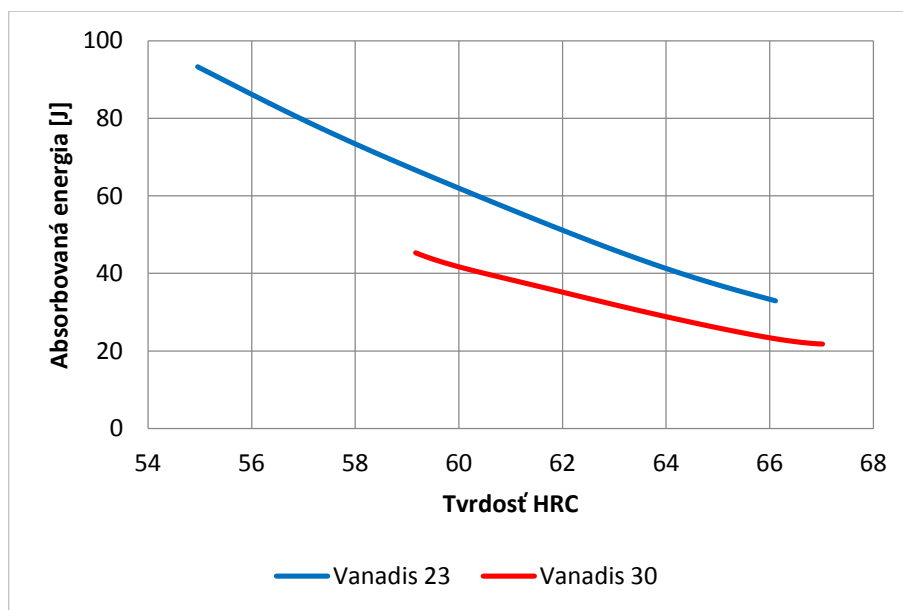
Obr. 18 Závislosť pevnosti v ohybe na tvrdosti [20][21]

Z Obr. 17 vyplýva, že za daných podmienok zaťažovania definovaných vzoriek, Vanadis 23 vykazuje vyššiu húževnosť, v porovnaní s Vanadisom 30. Na základe Obr. 18 je možné usúdiť, že Vanadis 23 je pevnejší ako Vanadis 30, a to pri širokej škále tvrdostí.

4.5. Rázová húževnosť

Materiálové listy uvádzajú aj závislosti absorbovanej energie na tvrdosti. Skúška prebiehala pri izbovej teplote na vzorkách bez vrubu o rozmere 7 x 10 x 55 mm. Vzorky boli austenitizované v závislosti na požadovanej tvrdosti a popúšťané 3 x 1 h pri 560 °C [20][21].

Závislosť absorbovanej energie na tvrdosti je zobrazená na Obr. 19.



Obr. 19 Závislosť absorbovanej energie na tvrdosti materiálov Vanadis 23 a Vanadis 30 [20][21]

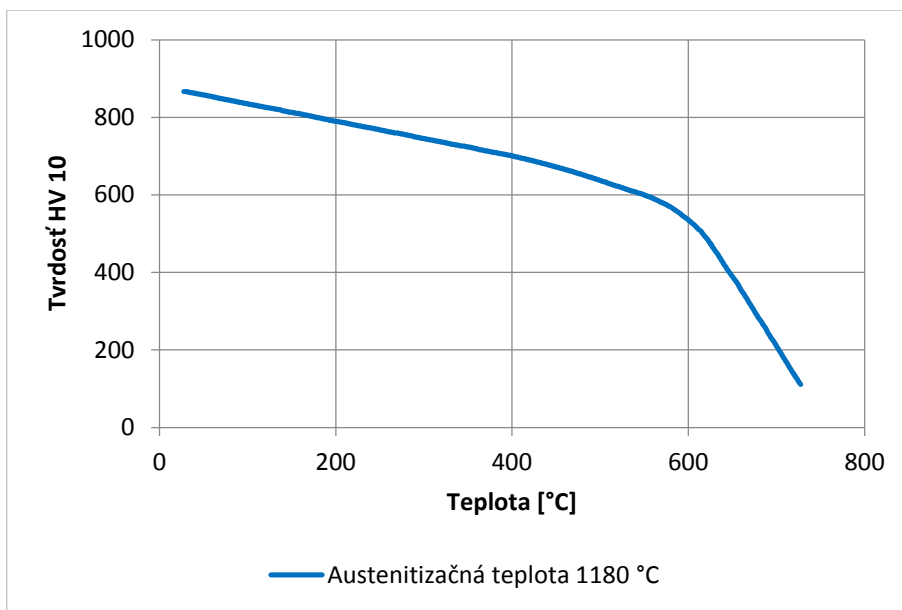
Z Obr. 19 vyplýva, že Vanadis 23 vykazuje vyššiu rázovú húževnatosť pri danej tvrdosti v porovnaní Vanadisom 30. S rastúcou tvrdosťou rázová húževnatosť klesá u oboch materiálov. Tieto výsledky sú v súlade s prácou [12], v ktorej je prezentovaný názor, že kobalt v rýchlorezných oceliach spôsobuje vyššiu krehkosť v porovnaní s bezkobaltovými oceľami.

Napriek tomu však práca [13] uvádza, že s rastúcim obsahom kobaltu u P/M oceli M2 dochádza k nárastu vrubovej húževnatosti. Žiaľ, autori tejto práce opäť túto skutočnosť bližšie neobjasňujú.

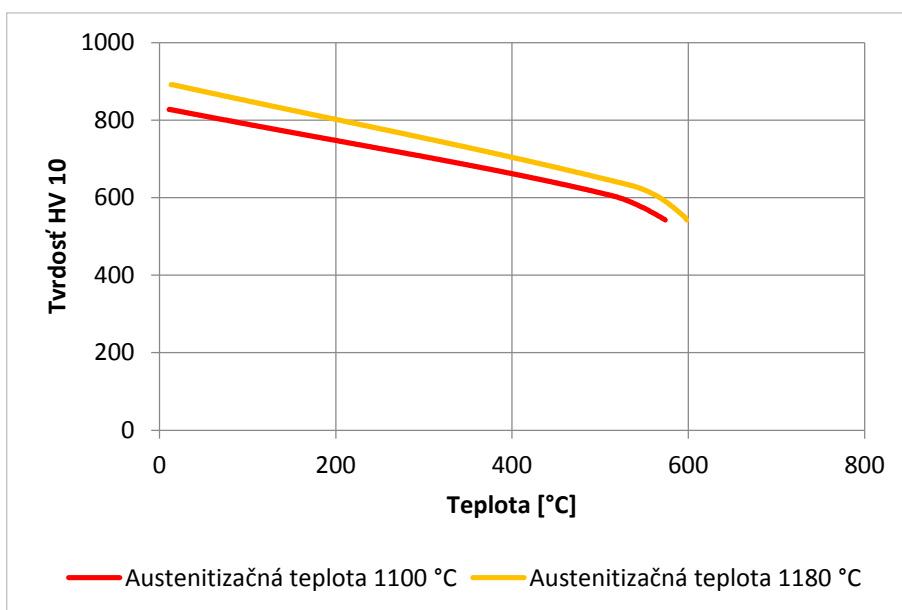
4.6. Tvrdosť za zvýšených teplôt

Výrobca v materiálových listoch uvádza aj závislosti tvrdosti na teplote. Závislosti sú zobrazené na Obr. 20 – 21. Z Obr. 20 je zrejmé, že postupný pokles tvrdosti s narastajúcou teplotou pre Vanadis 23 približne do teploty 580 °C. Ďalej nastáva skokovitý pokles tvrdosti. Na Obr. 21 je vidieť obdobný charakter závislosti tvrdosti na teplote pre oceľ Vanadis 30, ako je na Obr. 20 pre oceľ Vanadis 23. Z porovnania uvedených obrázkov nie je možné vyčítať rozdielne chovanie uvedených materiálov pri teplotách nad 580 °C. Napriek tomu práca [13] uvádza pre P/M oceľ M2 bez kobaltu pri 400 °C tvrdosť o 80 HV nižšiu v porovnaní s identickou oceľou s 8 % kobaltu.

Je potrebné upozorniť na skutočnosť, že v materiálových listoch je pre Vanadis 23 uvedená výdrž na skúšobnej teplote pri meraní tvrdosti, rovnaká informácia však nie je uvedená v materiálovom liste Vanadis 30.



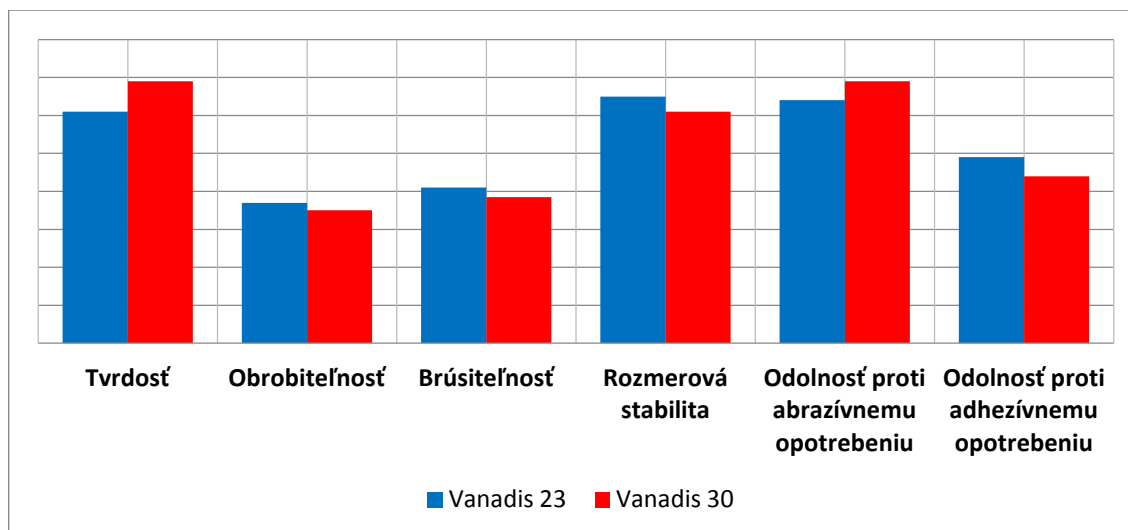
Obr. 20 Závislosť tvrdosti na teplote pre materiál Vanadis 23 [20]



Obr. 21 Závislosť tvrdosti na teplote pre materiál Vanadis 30 pre rôzne austenitizačné teploty [21]

4.7. Pomerné porovnanie materiálov

Materiálové listy oboch sledovaných ocelí obsahujú pomerné porovnanie viacerých materiálov zo sortimentu spoločnosti Uddeholm, pričom bližšie nie sú uvedené kritériá, na základe ktorých sú materiály zoradené. Pomerné porovnanie vybraných parametrov materiálov Vanadis 23 a Vanadis 30 na základe materiálových listov je uvedené na Obr. 23.



Obr. 22 Pomerné porovnanie Vanadis 23 a Vanadis 30 v jednotlivých kategóriách [20][21]

Na základe Obr. 21 sa dá usúdiť, že Vanadis 30 vykazuje vyššiu tvrdosť a odolnosť proti abrazívnemu opotrebeniu. Rozmerová stabilita, obrobiteľnosť a odolnosť proti adhezívnemu opotrebeniu sú lepšie u Vanadis 23. Vzhľadom na to, že v reálnych podmienkach sa obvykle uplatňujú rôzne mechanizmy opotrebenia, sa dá na základe údajov od výrobcu predpokladať, že pri vyššom adhezívnom opotrebení bude odolnosť proti opotrebeniu Vanadis 30 nižšia ako u Vanadis 23. Kým sa bude intenzívnejšie uplatňovať abrazívne opotrebenie, mala by odolnosť proti opotrebeniu byť u Vanadis 30 vyššia.

5. Experimentálny materiál a metodika experimentov

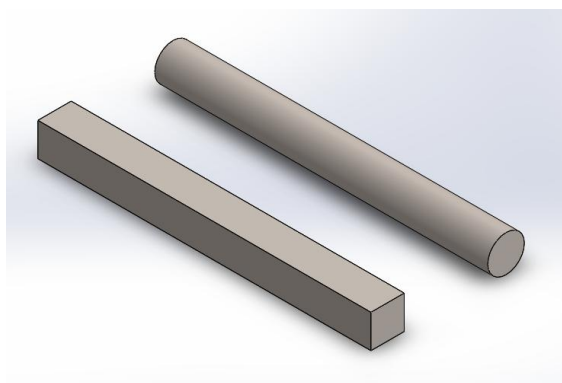
5.1. Dodaný materiál

Výrobcom materiálov Vanadis 23 a Vanadis 30 je spoločnosť Uddeholm, ktorá pre účely experimentov materiál dodala. Chemické zloženie oboch materiálov bolo uvedené v predchádzajúcej kapitole v Tab. 1. Počet dodaných vzoriek a ich rozmery sú uvedené v Tab. 2.

Tab. 2 Dodané vzorky experimentálneho materiálu

Materiál	Rozmery vzoriek [mm]	Celkový počet vzoriek
Vanadis 23	10x10x100	11
Vanadis 30	∅11x100	9

Vzorky jednotlivých materiálov sa od seba líšili prierezom, čo bolo spôsobené rozdielnou dostupnosťou materiálu. Na Obr. 23 sú znázornení zástupcovia vzoriek oboch materiálov.



Obr. 23 Zástupcovia vzoriek Vanadis 23 (vľavo) a Vanadis 30 (vpravo)

5.1.1. Tepelné spracovanie vzoriek

Dodané vzorky boli následne tepelné spracované. Tepelne spracovanie prebiehalo v spoločnosti PRIKNER - tepelné zpracování kovů, s.r.o. Zariadením pre tepelné spracovanie bola vákuová pec s horizontálnym zavázaním, núteným konvekčným ohrevom a kalením s viacsmerovým prúdením od firmy TAV, model FastJet TPF – 30/30/45. Pec je zobrazená na Obr. 24 [9].



Obr. 24 Vákuová pec TAV FastJet TPF - 30/30/45 [9]

Austenitizácia materiálu prebiehala vo vákuu a kalenie v dusíkovej atmosfére s viacsmerovým prúdením o pretlaku 5 bar. Zmrazovanie medzi kalením a popúšťaním prebehlo bezprostredne po ochladení materiálu na izbovú teplotu. Hlboké zmrazovanie sa realizovalo v kontajneri, do ktorého bol potrubím privádzaný tekutý dusík o teplote $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$. To, že vzorky boli zmrazované počas 4 hodín pri teplote $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$ bolo zabezpečené skutočnosťou, že boli celý čas ponorené v kvapalnej fáze. Rýchlosť ochladzovania bola v tomto prostredí meraná termočlánkom a stanovená na $14\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ [9].

Popúšťanie prebiehalo bezprostredne po zmrazovaní. Jednotlivé spôsoby tepelného spracovania pre konkrétne materiály sú znázornené v Tab. 3

Tab. 3 Spôsoby tepelného spracovania experimentálneho materiálu

Materiál	Austenitizácia	Hlboké zmrazovanie	Popúšťanie	Označenie tepelného spracovania	Počet vzoriek
Vanadis 23	$1050\text{ }^{\circ}\text{C} / 5\text{ min}$	-	$3 \times 560\text{ }^{\circ}\text{C} / 1\text{ h}$	CHT	5
Vanadis 23	$1050\text{ }^{\circ}\text{C} / 5\text{ min}$	$-196\text{ }^{\circ}\text{C} / 4\text{ h}$	$3 \times 560\text{ }^{\circ}\text{C} / 1\text{ h}$	DCT	6
Vanadis 30	$1100\text{ }^{\circ}\text{C} / 5\text{ min}$	-	$3 \times 560\text{ }^{\circ}\text{C} / 1\text{ h}$	CHT	4
Vanadis 30	$1100\text{ }^{\circ}\text{C} / 5\text{ min}$	$-196\text{ }^{\circ}\text{C} / 4\text{ h}$	$3 \times 560\text{ }^{\circ}\text{C} / 1\text{ h}$	DCT	5

Parametre konvenčného tepelného spracovania boli zvolené na základe skúseností spoločnosti PRIKNER - tepelné zpracování kovů, s.r.o. s tepelným spracovaním týchto materiálov. Experimentálny materiál po tepelnom spracovaní tvorili 4 skupiny vzoriek. Ďalej v práci sú používané pod označením Vanadis 23 CHT, Vanadis 23 DCT, Vanadis 30 CHT a Vanadis 30 DCT.

5.1.2. Použitie vzoriek

Keďže sa jedná o relatívne drahé materiály, pri experimentoch je potrebné brať ohľad na ekonomické využitie materiálu vzoriek.

Vzorky Vanadis 23

Na vzorkách Vanadis 23 bola najprv nameraná tvrdosť. Merania boli robené na okrajových častiach vzorky tak, aby neovplyvnili výsledky pri skúšaní pevnosti v ohybe. Nasledovala skúša v trojbodovom ohybe. Neporušené koncové časti pôvodnej vzorky boli použité pre metalografickú analýzu a pre skúšky odolnosti proti opotrebeniu pre paralelne prebiehajúcu diplomovú prácu [24].

Vzorky Vanadis 30

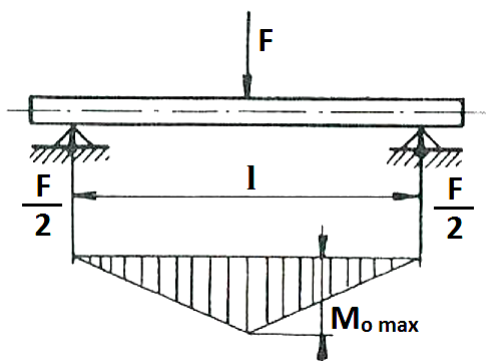
Keďže sa vzorky Vanadis 30 vyznačovali iným prierezom, postup úkonov pri skúškach bol trochu odlišný. Vzorky v prvej fáze podstúpili skúšku trojbodovým ohybom. Zo zvyšných, neporušených, častí pôvodnej vzorky boli odrezané koncové časti tvaru kotúča o rozmeroch $\varnothing 11 \times 10$ mm. Na kotúčoch bola meraná tvrdosť. Po meraní tvrdosti boli disky použité pre metalografickú analýzu.

5.2. Meranie tvrdosti

Tvrdosť materiálov bola meraná metódou podľa Rockwella – stupnicou C. Skúška je popísaná normou ČSN EN ISO 6508-1 [25]. Jedná sa o vnikáciu skúšku tvrdosti. Indentorom je diamantový kužeľ s vrcholovým uhlom 120° a polomerom zaoblenia špičky 0,2 mm. Meranie tvrdosti prebiehalo na tvrdomeri EMCOTEST M4C. Predbežné zaťaženie 98,41 N pôsobilo počas 1 s a finálne zaťaženie 1,373 kN počas 4 s. Na vzorkách oboch materiálov bolo vykonaných 25 meraní tvrdosti. Z nameraných hodnôt bola stanovená priemerná hodnota a smerodajná odchýlka.

5.3. Skúška pevnosti v trojbodovom ohybe

U ocelí s nízkou húževnatosťou, akými sú rýchlorezné ocele sa na hodnotenie húževnatosti používa skúška trojbodovým ohybom [2][5]. Schéma skúšky je zobrazená na Obr. 25.



Obr. 25 Schéma skúšky trojbodovým ohybom [26]

Skúška pevnosti v trojbodovom ohybe je stanovená normou ČSN EN ISO 7438 [27], ktorá úplne nepredpisuje tvar a ani rozmer vzorky pre túto skúšku. Táto norma definuje iba metodiku pre trojbodový a štvorbodový ohyb. V našom prípade bola skúška trojbodovým ohybom realizovaná na zariadení Instron 5582. Vzďialenosť podpier bola 80 mm a rýchlosť zaťažovania 1 mm/min. Z meraní boli vypočítané priemerné hodnoty pevnosti v ohybe a priemerné hodnoty maximálneho priehybu, spolu s príslušnými smerodajnými odchýlkami.

Namerané hodnoty zo skúšky trojbodovým ohybom môže značne ovplyvniť kvalita povrchu vzoriek. V práci [28] bol skúmaný vplyv povrchovej drsnosti a povlakovania na pevnosť v ohybe materiálu Vanadis 6. Výsledky preukázali, že so zvyšujúcou sa drsnosťou povrchu klesá pevnosť v ohybe. Vplyv povlakovania nie je jednoznačný, výsledky totiž závisia na konkrétnom type povlaku. Napríklad, po nitridácii vzoriek síce dochádza k zníženiu drsnosti povrchu, ale pevnosť v ohybe napriek tomu značne klesá. Dá sa predpokladať, že táto skutočnosť je spôsobená vyššou povrchovou tvrdosťou, ktorá môže podporovať mieru krehkolomového chovania.

5.4. Svetelná mikroskopia (LM)

Svetelná mikroskopia je základnou metódou pre hodnotenie štruktúry technických materiálov, pričom na pozorovanie používa svetelný lúč [29].

Ako už bolo spomenuté v kapitole 5.2., zo vzoriek bol oddelený element o rozmeroch 10x10x10 mm resp. $\varnothing 11 \times 10$ mm. Vzorky boli pripravované konvenčným spôsobom, tzn. že úprava pozostávala zo zalisovania, brúsenia, leštenia a leptania. Vzorka bola zalisovaná do zeleného bakelitu, z dôvodu lepšej manipulácie so vzorkou. Brúsenie zalisovaných vzoriek prebiehalo za mokra na metalografickej brúske. Na leštenie bola použitá diamantová suspenzia s veľkosťou

zrna 5 μm . Ako leptadlo bol použitý 2% roztok kyseliny dusičnej v etanole (Nital). Pozorovanie pripravených vzoriek prebiehalo na svetelnom mikroskope NEOPHOT 32 pri zväčšeniach 200x a 500x.

5.5. Elektrónová mikroskopia (EM)

V elektrónovej mikroskopii sa namiesto zväzku svetelných lúčov na pozorovanie používa elektrónový lúč. Ten má menšiu vlnovú dĺžku ako viditeľné svetlo a umožňuje vyššiu rozlišovaciu schopnosť mikroskopu a väčšie zväčšenie. Keďže elektróny sú nositeľmi záporného náboja, je potrebné zaistiť vodivosť vzorky. Umožní to lepšie usmernenie elektrónového lúča [29]. Pozorovanie materiálov prebiehalo na riadkovacom elektrónovom mikroskope JEOL 7600F, pri urýchľovacom napätí 15 kV a pracovnej vzdialenosti 7,9 – 8,7 mm. Boli použité zväčšenia 1000x, 5000x a 15000x.

5.5.1. Riadkovacia elektrónová mikroskopia (SEM)

Pozorovanie vzoriek pomocou elektrónového lúča sa môže realizovať rôznymi metódami. Jedným z hlavných spôsobov pozorovania je riadkovacia metóda, pri ktorej sa zväzok elektrónov koordinovane pohybuje po povrchu vzorky. Táto metóda sa nazýva riadkovacia elektrónová mikroskopia a označuje sa SEM, z anglického „Scanning electron microscopy“. Zdrojom primárnych elektrónov býva najčastejšie volfrámová katóda. Na tvorbu obrazu sa najčastejšie používajú odrazené elektróny, alebo sekundárne emitované elektróny. Na zachytenie týchto elektrónov a samotnú tvorbu obrazu slúžia detektory. Sekundárne elektróny SE (secondary electrons) majú nízku energiu do 50 eV, pochádzajú z malej hĺbky pod povrchom a podávajú informáciu o morfológií povrchu. Na ich detekciu sa používa detektor umiestnený vedľa objektívu. Odrazené elektróny BSE (backscattered electrons) sú emitované následkom dopadu primárneho zväzku približne z hĺbky 0,1 μm . Vďaka svojej energii sa pohybujú rýchlo a priamočiaro. Jedným z najdôležitejších aspektov pri vzniku spätne odrazených elektrónov je, že počet odrazených elektrónov je priamo úmerný atómovému číslu. Prvky s vyšším atómovým číslom majú väčší efektívny priemer a preto odrážajú väčší počet elektrónov ako prvky s nižším protónovým číslom. Svetlé miesta na snímkach využívajúce odrazené elektróny sú tvorené prvkami s väčším protónovým číslom než tmavšie miesta, kde sa nachádzajú prvky s nižším protónovým číslom [29].

5.5.2. EDS analýza

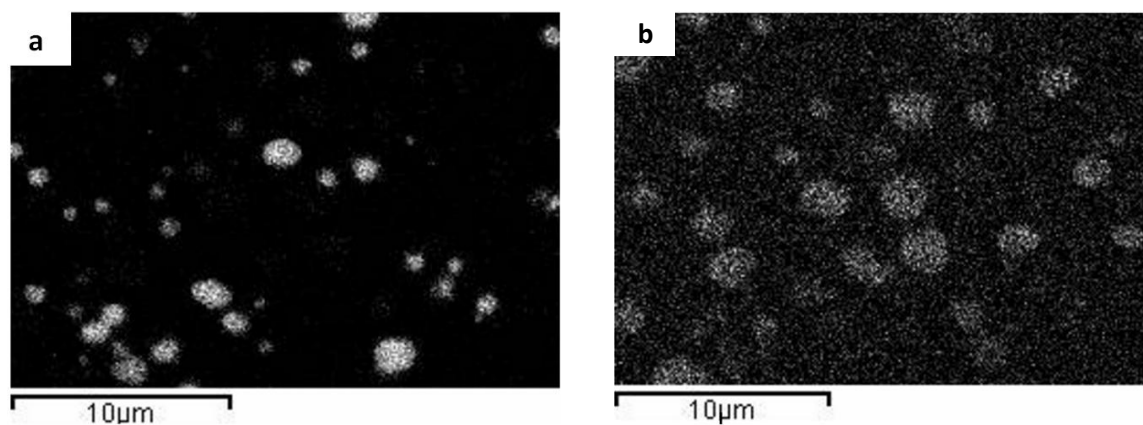
Stanovenie chemického zloženia pozorovaného objektu sa na rastrovom elektrónovom mikroskope dá uskutočniť EDS analýzou (z anglického Energy Dispersive System). Na určenie prítomnosti jednotlivých chemických prvkov sa využíva ich charakteristické röntgenové žiarenie.

Pri prechode primárnych elektrónov materiálom dochádza k ich brzdeniu a z materiálu uniká tzv. brzdné röntgenové žiarenie. Pri dostatočnom urýchľovacom napätí môžu dopadajúce elektróny vyraziť elektrón atómu skúmaného materiálu. Vďaka vzniknutej elektrónovej vakancii je atóm uvedený do nerovnovážneho stavu. Túto vakanciu následne zaplní elektrón z vyšších energetických hladín. Atóm zníži svoju energiu a vyžiari fotón charakteristického röntgenového žiarenia. Toto žiarenie je charakteristické pre každý prvok, vďaka čomu môžeme určiť chemické zloženie materiálu. V rámci EDS analýzy je charakteristické röntgenové žiarenie zachytávané detektorom, umiestneným čo najbližšie vzorky. V detektore sa premení energia žiarenia na elektrický impulz. Tento pulz sa v spektre priradí určitej hodnote na ose x. Spektrum má na ose x energiu žiarenia, na y ose ich intenzitu. Spektrum je tvorené peakmi charakteristického žiarenia prvkov prítomných v materiáli a pozadím tvoreným brzdným žiarením. Výstup EDS analýzy nemusí byť iba spektrum, ale aj EDS mapy rozloženia chemických prvkov na určitej ploche. Táto metóda sa nazýva EDS mapovanie, resp. EDS mapping [29].

Na každej zo štyroch vzoriek reprezentujúcich 4 skupiny experimentálneho materiálu bolo urobené EDS mapovanie Fe, C, Cr, Mo, W, V a Co. Na každej vzorke bolo urobených 5 mapovaní. Na vzorke Vanadis 23 po konvenčnom tepelnom spracovaní bolo EDS mapovanie doplnené o bodové EDS analýzy karbidických častíc.

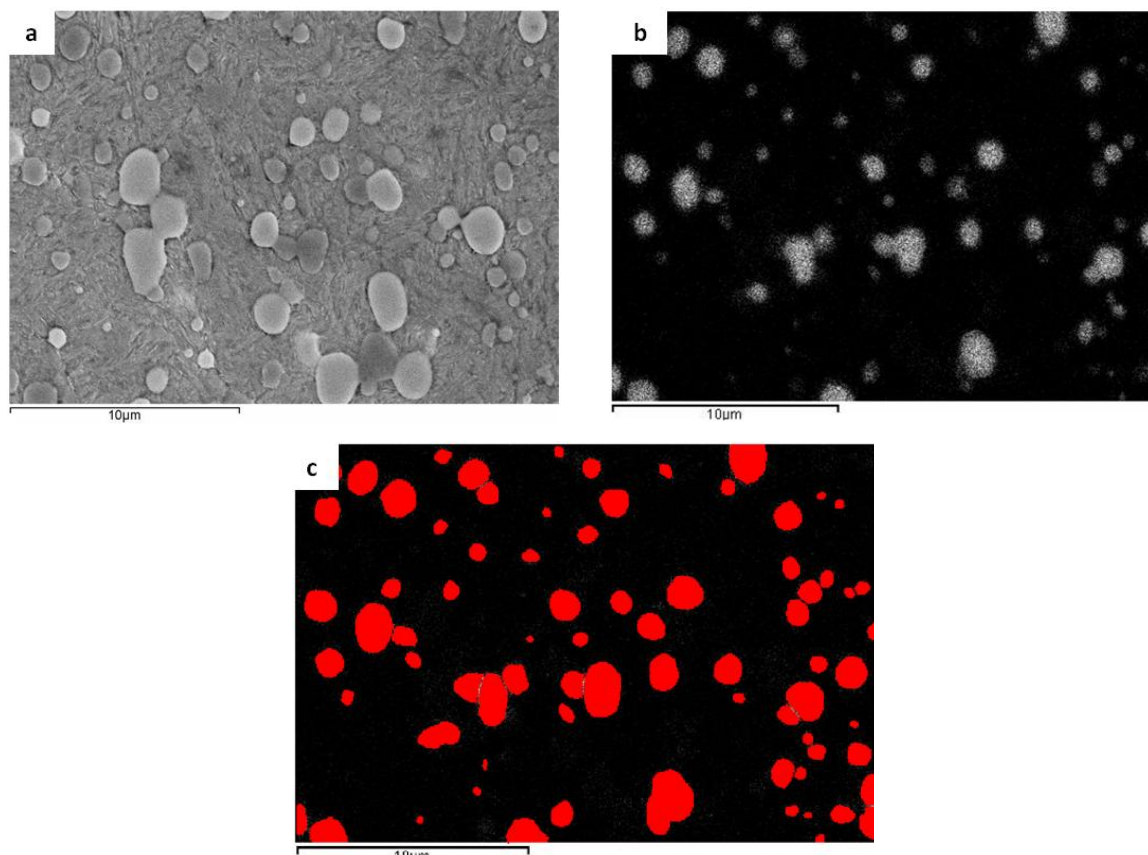
5.6. Analýza karbidických častíc

Analýza karbidických častíc prebiehala na základe EDS máp vanádu a volfrámu s pomocou softvéru NIS Elements [30]. Jednou z úloh softvéru je vyhodnotenie počtu a plochy označených častíc, pričom označovanie prebiehalo dvomi spôsobmi. Prvý spôsob vyhodnocovania spočíval v manuálnom označovaní jednotlivých karbidických častíc. Druhý spôsob spočíval v prahovaní častíc s pomocou samotného softvéru NIS elements. Prahovanie je najjednoduchšia metóda segmentácie obrazu. Je založená na hodnotení jasú každého pixelu. Princípom prahovania je nájdenie takej hodnoty (prahu), pre ktorú bude platiť, že všetky hodnoty jasú nižšie ako prah odpovedajú pozadiu, kým všetky hodnoty vyššie ako prah odpovedajú poprediu. Častice na mapách volfrámu boli vyhodnotené iba na základe manuálneho označovania častíc. Prahovanie nebolo v tomto prípade použiteľné z dôvodu nízkeho kontrastu, spôsobeného prítomnosťou molybdénu v časticiach spolu s volfrámom. Častice na mapách vanádu boli vyhodnotené obidvomi metódami, keďže vanádové častice poskytli dosť vysoký kontrast na použitie prahovania. Tieto skutočnosti dokladá Obr. 26.



Obr. 26 Ukážka EDS máp z jedného miesta vzorky Vanadis 23 CHT,
a) EDS mapa vanádu b) EDS mapa volfrámu

Na Obr. 27a je ukážka snímky štruktúry Vanadis 23 DCT, na Obr. 27b je odpovedajúca EDS mapa vanádu a na Obr. 27c výsledok po manuálnom označovaní karbidov. Zo snímky na Obr. 27c potom bolo pomocou obrazového analyzátoru NIS Elements stanovené veľkostné rozloženie karbidov, ktoré odpovedajú Obr. 27a. Ako už bolo uvedené, na každej vzorke bolo vykonané EDS mapovanie na piatich miestach.

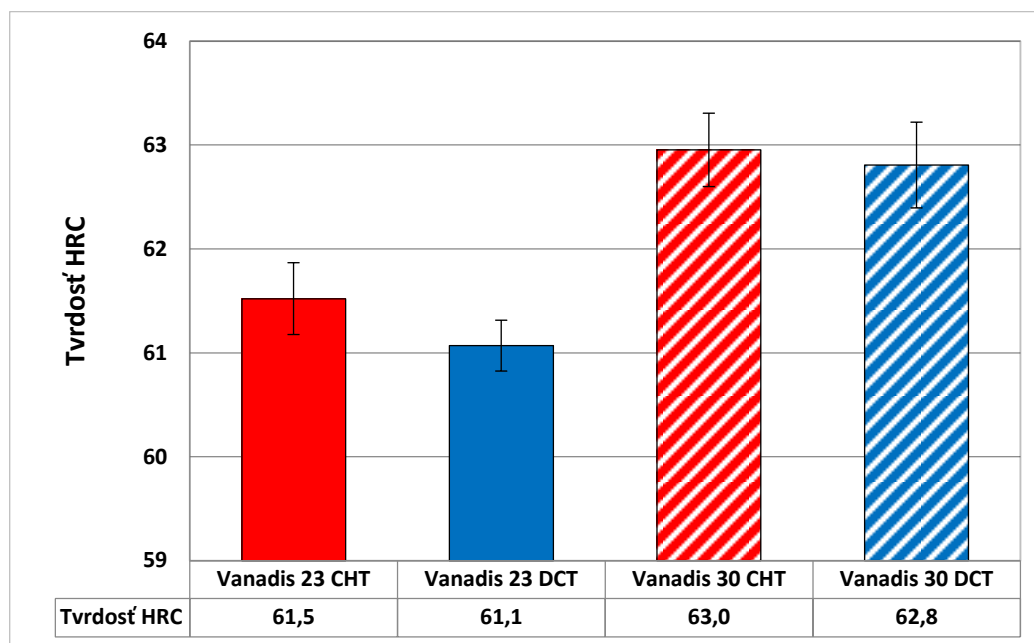


Obr. 27 Ukážka manuálneho označovania karbidických častíc na báze vanádu vo Vanadise 23 DCT,
a) referenčná snímka b) EDS mapa vanádu c) EDS mapa vanádu po označení častíc

6. Výsledky experimentov a ich diskusia

6.1. Meranie tvrdosti

Priemerné hodnoty tvrdosti sú pre jednotlivé skupiny vzoriek graficky znázornené na Obr. 28. Chybové úsečky predstavujú smerodajnú odchýlku meraní.



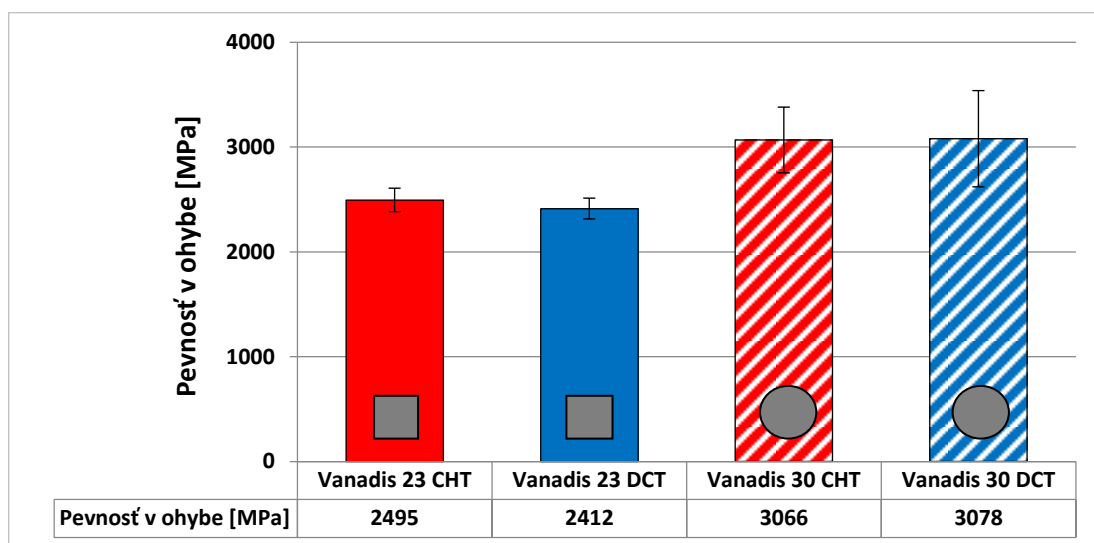
Obr. 28 Tvrdosti experimentálneho materiálu

Z Obr. 28 vyplýva, že oba stavy tepelného spracovania Vanadis 30 svojimi priemernými hodnotami tvrdosti prevyšujú obidva stavy tepelného spracovania Vanadis 23. Vyššia tvrdosť Vanadis 30 je spôsobená legovaním kobaltom. Jeho podiel na zvýšení tvrdosti, podľa práce [13], spočíva v substitučnom spevnení matrice a ovplyvnení vylúčenia karbidických fáz. Tie sú v matrici rozložené rovnomernejšie, pričom sa zvýši ich počet a množstvo. Z Obr. 28 je tiež možné usúdiť, že zmrazovanie spôsobuje mierny pokles tvrdosti. Tento jav je možné na základe práce [7] vysvetliť posunom peaku sekundárnej tvrdosti k vyšším popúšťacím teplotám. Táto domnienka by mala byť overená v nasledujúcej práci. Nami namerané hodnoty tvrdosti vzoriek, ktoré boli konvenčne tepelne spracované, korešpondujú s hodnotami tvrdosti udávanými výrobcom pre dané austenitizačné teploty a daný režim popúšťania (Obr. 12 – 13).

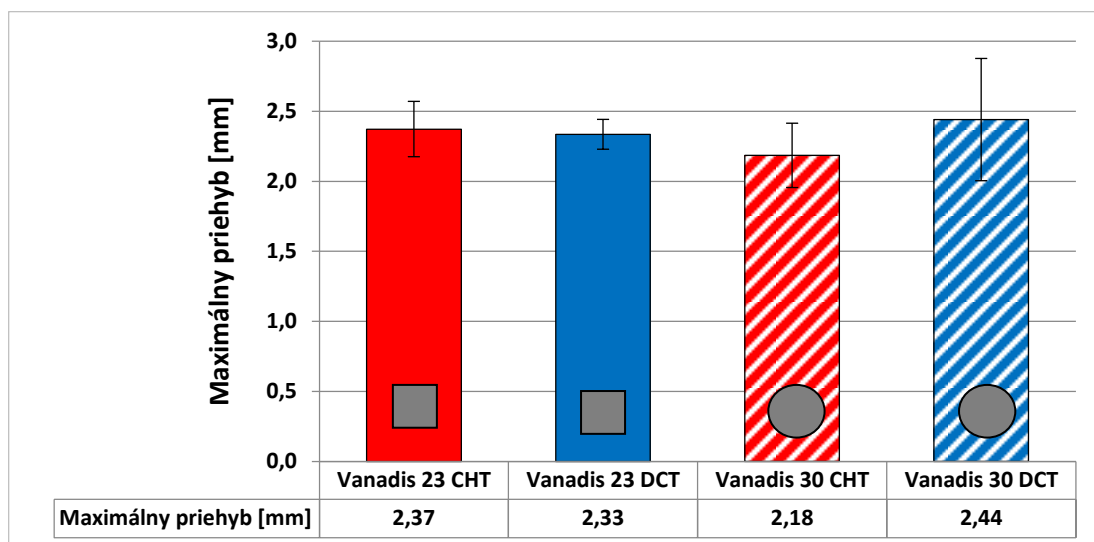
6.2. Skúška pevnosti v trojbodovom ohybe

Vzorky Vanadis 23 a Vanadis 30 pre skúšku pevnosti v trojbodovom ohybe sa líšili prierezom a pravdepodobne aj povrchovou drsnosťou. Z toho dôvodu je možné iba relatívne porovnanie výsledkov v rámci skupín vzoriek jednotlivých materiálov.

Priemerné hodnoty pevnosti v ohybe sú zobrazené na Obr. 29, priemerné hodnoty maximálneho priehybu sú zobrazené na Obr. 30. Chybové úsečky reprezentujú smerodajnú odchýlku meraní. Pre prehľadnosť sú v stĺpcoch na Obr. 29 – 30 symbolmi označené prierezy príslušných vzoriek.



Obr. 29 Pevnosti v ohybe experimentálneho materiálu

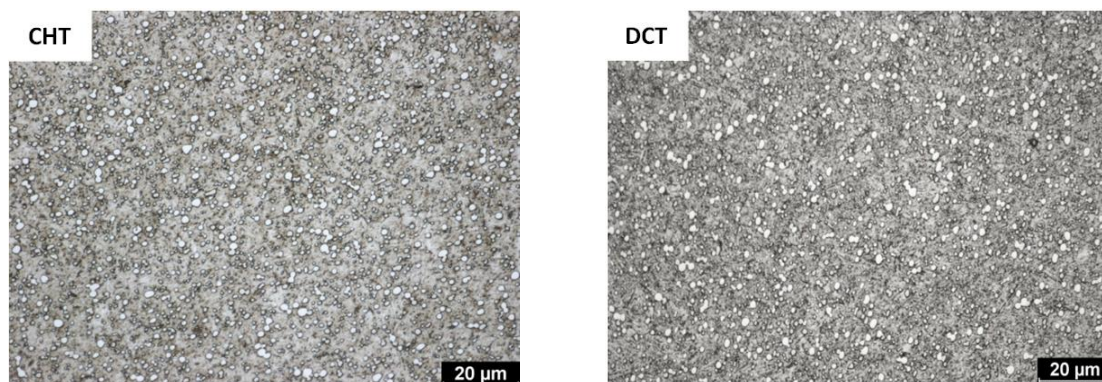


Obr. 30 Maximálny priehyb vzoriek experimentálneho materiálu

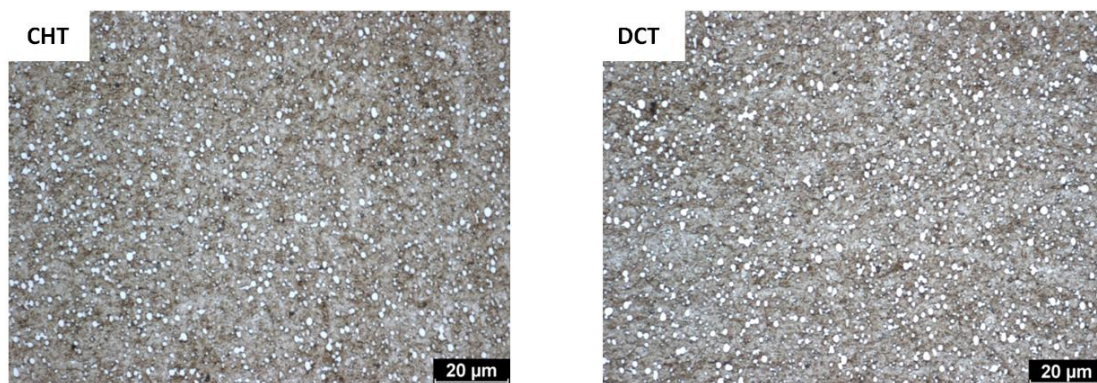
Na základe Obr. 29 môžeme s určitou povedať, že hlboké zmrazovanie nemá u oboch materiálov vplyv na pevnosť v ohybe. Smerodajná odchýlka je u vzoriek Vanadis 30 najvyššia. Z Obr. 30 vyplýva, že hlboké zmrazovanie nemá vplyv na priemerné hodnoty maximálneho priehybu vzoriek Vanadis 23. Po hlbokom zmrazovaní Vanadis 30 dochádza k miernemu nárastu priemernej hodnoty maximálneho priehybu, pričom opäť práve u tohto typu vzoriek bola stanovená najväčšia smerodajná odchýlka. Na základe Obr. 18 je možné povedať, že Vanadis 23 vykazuje vyššie pevnosti v ohybe ako Vanadis 30. S ohľadom na skutočnosť, že skúškou v pevnosti v trojbodovom ohybe je možné namerať vyššie hodnoty pevnosti ako skúškou pevnosti vo štvorbodovom ohybe [28], je možné povedať, že rozdielne podmienky skúšky a charakter povrchu vzoriek spôsobili opačný trend výsledkov získaných v tejto práci (Obr. 29). Pre ďalšiu prácu je odporúčané túto časť experimentu opakovať na identických vzorkách z hľadiska prierezu a integrity povrchu.

6.3. Svetelná mikroskopia (LM)

Štruktúry sledovaných rýchlorezných ocelí pri použití svetelnej mikroskopie dokumentujú Obr. 31 – 32.



Obr. 31 Vplyv parametrov tepelného spracovania na štruktúru ocele Vanadis 23, zv. 500x, leptadlo 2% Nital, LM

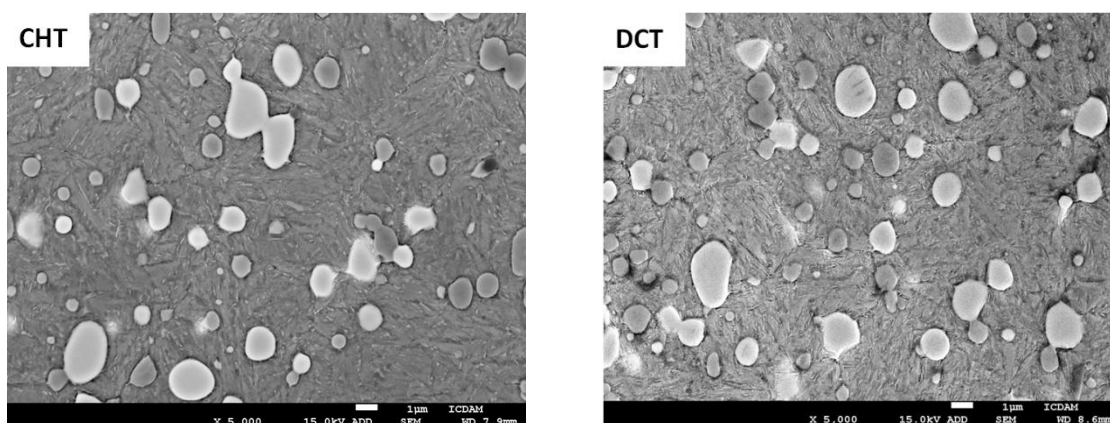


Obr. 32 Vplyv parametrov tepelného spracovania na štruktúru ocele Vanadis 30, zv. 500x, leptadlo 2% Nital, LM

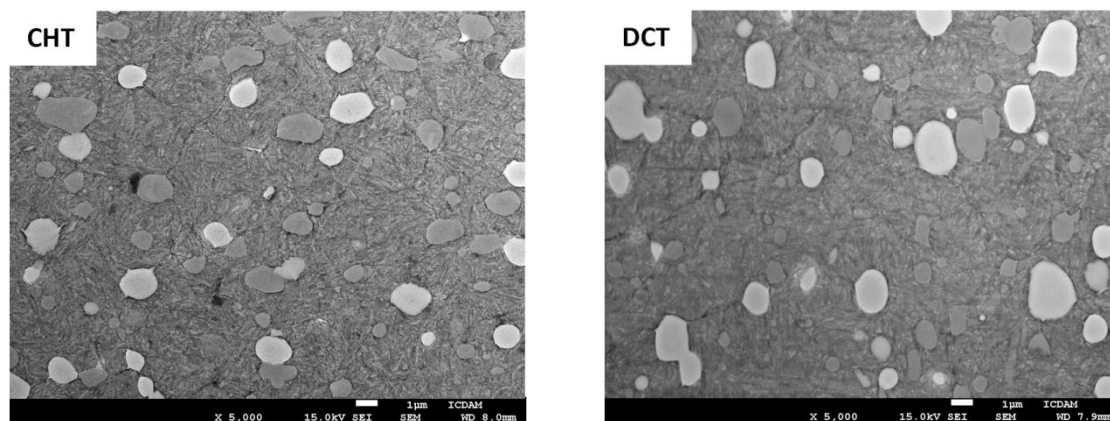
Nakoľko sa jedná o kalenú a popúšťanú oceľ, je štruktúra tvorená popusteným martenzitom a karbidmi. V štruktúrach sa s najväčšou pravdepodobnosťou bude nachádzať aj malé množstvo zvyškového austenitu, ktorý svetelnou mikroskopiou nie je identifikovateľný. Dá sa očakávať, že u vzoriek konvenčne tepelne spracovaných bude toto množstvo o niečo vyššie ako u zmrazovaných vzoriek. Štruktúry ocelí Vanadis 23 a Vanadis 30 sa pri pozorovaní svetelnou mikroskopiou nelíšia. Bližší pohľad na štruktúry poskytne elektrónová mikroskopia.

6.4. SEM

Zábery štruktúr ocelí Vanadis 23 a Vanadis 30 zo SEM sú na Obr. 33 – 34.



Obr. 33 Mikroštruktúry ocele Vanadis 23, zv. 5000x, leptadlo 2% Nital, SEM, detektor ADD



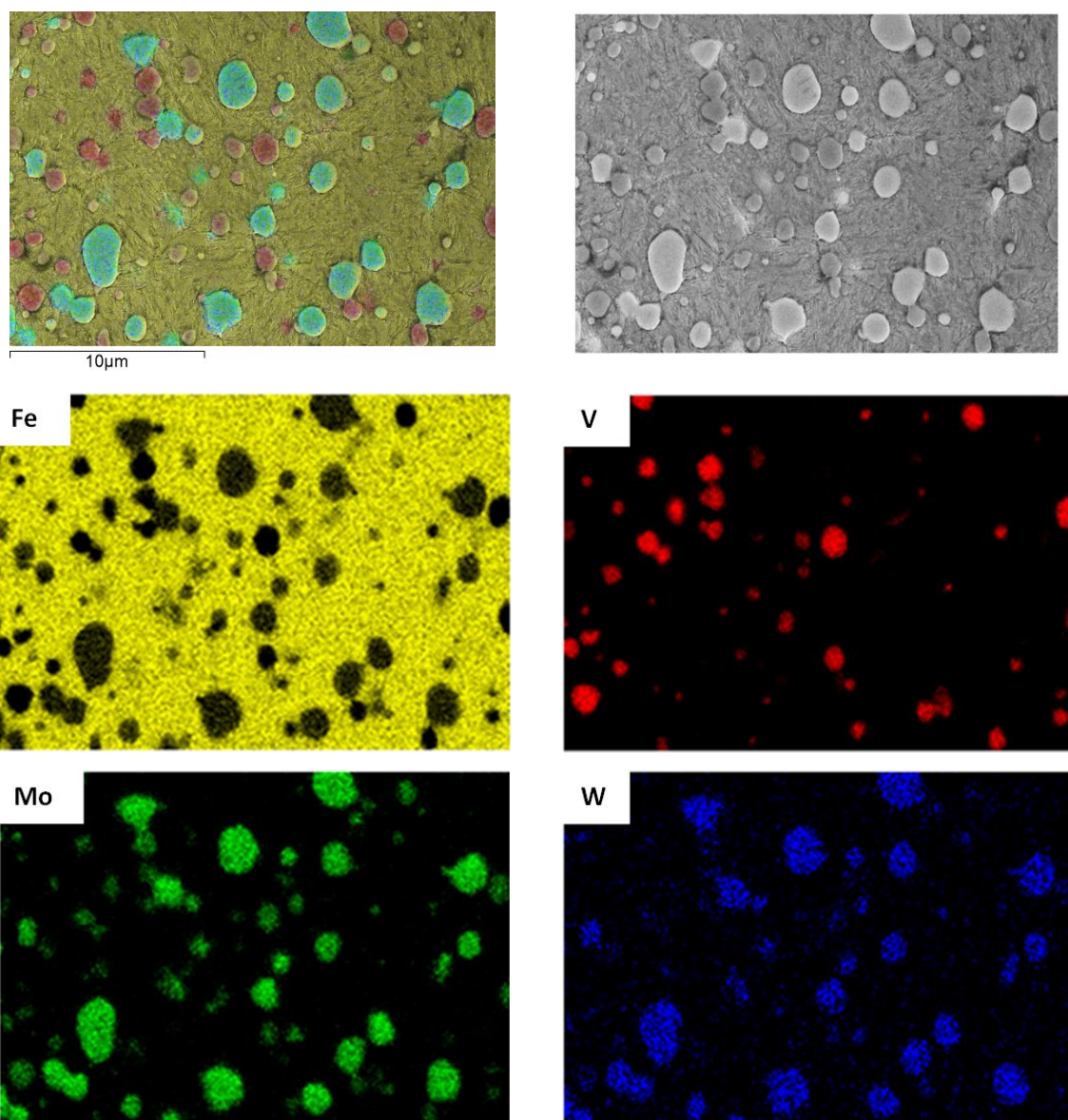
Obr. 34 Štruktúry ocele Vanadis 30, zv. 5000x, leptadlo 2% Nital, SEM, detektor SEI

Pri pozorovaní štruktúr pomocou SEM boli použité rôzne detektory v snahe nájsť najvhodnejšie zobrazenie hodnotených karbidických častíc. Z Obr. 33 – 34 je vidieť, že v štruktúre sa okrem popusteného martenzitu nachádzajú dva typy karbidov. Svetlé karbidy budú karbidy prvkov s vyšším atómovým číslom, z hľadiska chemického zloženia sledovaných ocelí to budú prevažne karbidické častice na báze volfrámu s molybdénom. Tmavšie častice potom budú karbidické častice na báze vanádu (kapitola 5.5.1).

6.5. EDS analýza

6.5.1. EDS mapy

K referenčným snímkam zo SEM boli vyhotovené EDS mapy jednotlivých chemických prvkov. Mapy boli pre lepšiu prehľadnosť farebne odlišené. Kombináciou EDS máp železa, vanádu, molybdénu, volfrámu vznikla farebná verzia referenčnej snímky zo SEM, ďalej nazývaná ako Mix. Na Obr. 35 je zobrazený príklad sady snímkov zobrazujúcich štruktúru Vanadis 23 po hlbokom zmrazovaní. Sada snímkov zahŕňa Mix, referenčný snímok zo SEM a EDS mapy železa, vanádu, molybdénu a volfrámu.

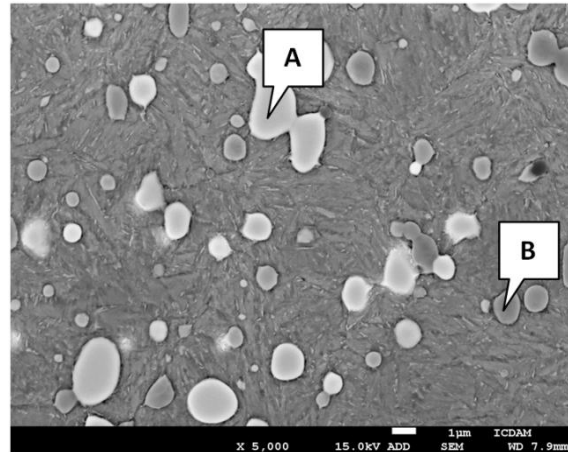


Obr. 35 Mix, referenčná snímka a EDS mapy Fe, V, Mo a W štruktúry Vanadis 23 po hlbokom zmrazovaní

EDS mapy potvrdzujú, že tmavšie karbidické častice sú prevažne vanádové. Svetlejšie karbidické častice obsahujú volfrám a molybdén.

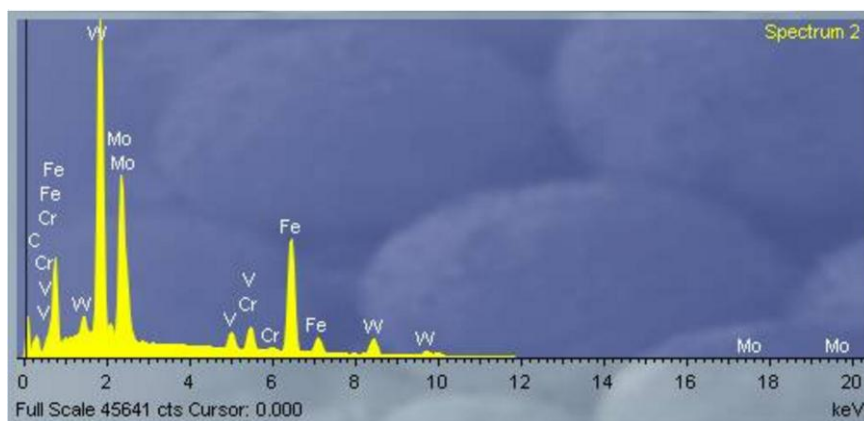
6.5.2. Bodová EDS analýza

EDS mapovanie bolo doplnené o bodovú EDS analýzu karbidických častíc. Na Obr. 36 je zobrazená snímka zo SEM s vyznačenými miestami, na ktorých bola urobená bodová EDS analýza.

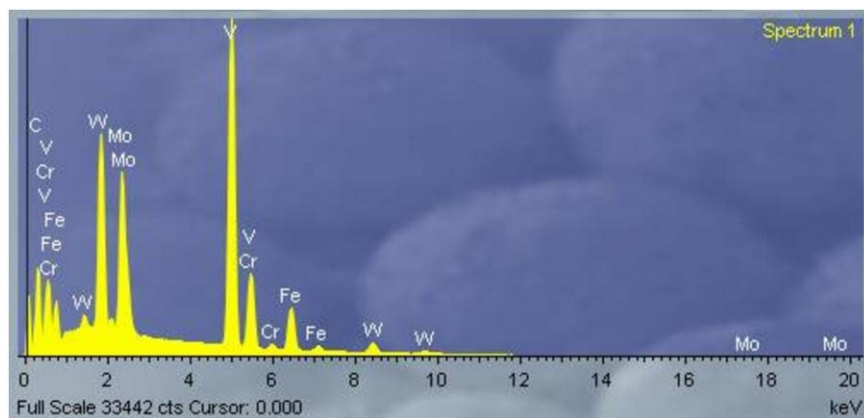


Obr. 36 Štruktúra vzorky Vanadis 23 CHT, SEM, zv. 5000x, lept. 2% Nital, detektor ADD

Spektrá bodovej EDS analýzy sú zobrazené na Obr. 37 – 38.



Obr. 37 Bodová EDS analýza karbidickej častice z miesta A



Obr. 38 Bodová EDS analýza karbidickej častice z miesta B

Výsledky bodových analýz sú v súlade s predchádzajúcimi EDS mapami. Na základe Obr. 37 – 38 a EDS máp z Obr. 36 je možné povedať, že volfrám vytvára karbidy spoločne s molybdénom, v ktorých je taktiež zastúpený menší podiel železa a chrómu. V karbidoch s majoritným zastúpením vanádu sa rovnako nachádza aj volfrám, molybdén, malé množstvo chrómu a železa.

Tento výsledok je v dobrom súlade s prácou [31], kde autori charakterizovali karbidické fázy v P/M rýchloreznej oceli S390 (1,6 % C; 5,0 % Cr; 2,0 % Mo; 10,5 % W; 5,0 % V; 8,0 % Co). Táto oceľ má v porovnaní s v tejto práci sledovanými oceľami približne rovnaký obsah uhlíka a chrómu. Ďalej má výrazne nižší obsah molybdénu a vyšší obsah volfrámu a vanádu. Jedná sa o kobaltovú oceľ, ktorá má porovnateľný obsah kobaltu s oceľou Vanadis 30. Autori uvedenej práce v súlade s rozdielmi v chemickom zložení ocele S390 a Vanadis 23 a Vanadis 30 charakterizovali karbidické častice s mierne odlišným zložením ako, sú charakterizované v predloženej diplomovej práci v oceli Vanadis 23 a Vanadis 30.

6.6. Veľkostné rozloženie karbidických častíc

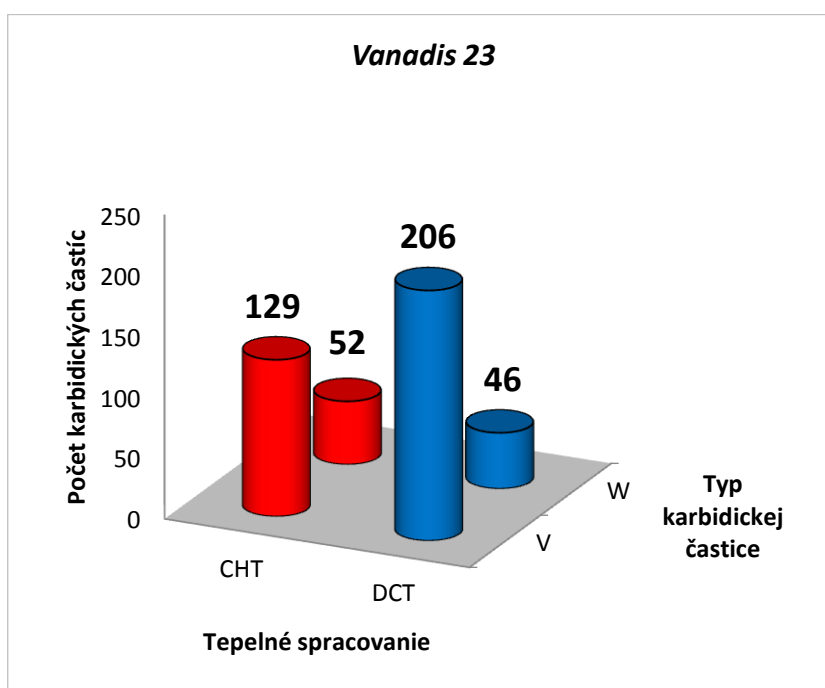
S pomocou softvéru NIS Elements [30] boli jednotlivé karbidické častice na báze vanádu a volfrámu s molybdénom roztriedené do veľkostných tried na základe ich plochy. Autor predloženej práce najprv vyhodnocoval karbidické častice na báze vanádu prahovaním na príslušných EDS mapách. Pri následnom pokuse o prahovanie karbidických častíc na báze volfrámu s molybdénom sa ukázalo, že z dôvodu, ktorý už bol uvedený, nie je možné použiť túto metodiku na vyhodnocovanie karbidických častíc na báze volfrámu s molybdénom. Preto autor pristúpil k vyhodnocovaniu všetkých karbidických častíc na príslušných EDS mapách metódou manuálneho označovania karbidických častíc. Ďalej sú uvedené a diskutované iba výsledky získané pomocou tejto metodiky. V diskusií výsledkov sú na grafických závislostiach karbidické častice na báze vanádu označené ako V a karbidické častice na báze volfrámu s molybdénom označené ako W. Grafické závislosti veľkostného rozdelenia vyhodnocovaných karbidických častíc sú uvedené v prílohe A.

Literatúra [8][32] uvádza, že hlboké zmrazovanie by malo spôsobiť v štruktúre nástrojových ocelí nárast drobných karbidických častíc v porovnaní so štruktúrou po konvenčnom tepelnom spracovaní. Z tohto dôvodu sú ďalej na Obr. 39 – 41, vytvorených z hodnôt (príloha A), použité iba počty karbidov do veľkosti $1 \mu\text{m}^2$.

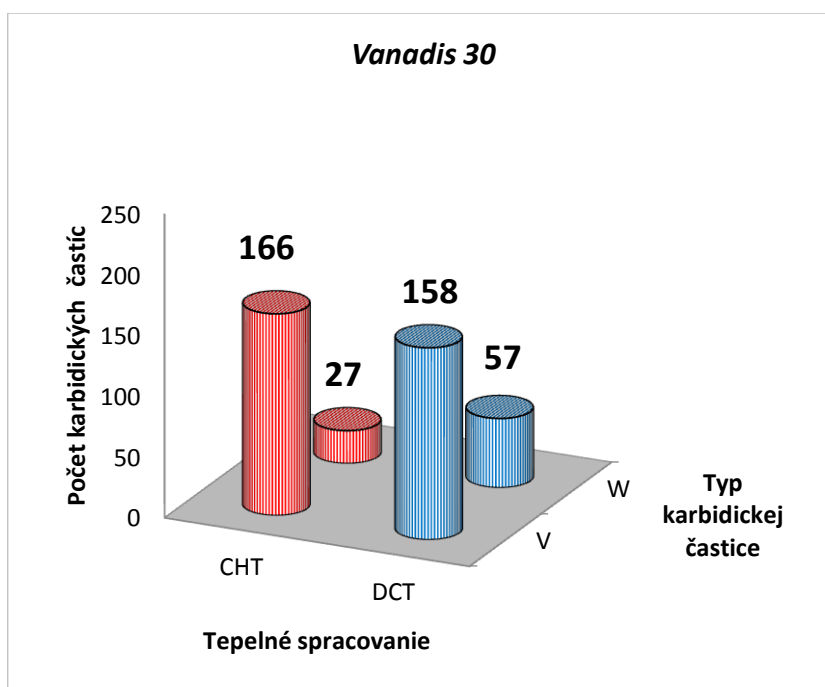
Obr. 39 – 40 uvádzajú množstvo karbidických častíc v štruktúre sledovaných ocelí do veľkosti $1 \mu\text{m}^2$ v závislosti na tepelnom spracovaní. Obr. 41 dokumentuje celkový počet sledovaných karbidických častíc (V+W) do veľkosti $1 \mu\text{m}^2$ v závislosti na tepelnom spracovaní v štruktúrach P/M rýchlorezných ocelí Vanadis 23 a Vanadis 30.

V prílohe A na Obr. P1 je uvedené veľkostné rozdelenie karbidických častíc na báze vanádu vo Vanadise 23 po oboch sledovaných spôsoboch tepelného spracovania. Z Obr. P1 je zrejmé že hlboké zmrazovanie spôsobí nárast počtu jemných karbidických častíc (do veľkosti $1 \mu\text{m}^2$) na báze vanádu v porovnaní s konvenčným tepelným spracovaním. Túto skutočnosť znázorňuje aj Obr. 39. V porovnaní s tým u Vanadis 30 (Obr. P2) dochádza k tiež k nárastu počtu jemných karbidických častíc na báze vanádu (do veľkosti $0,5 \mu\text{m}^2$) po hlbokom zmrazovaní v porovnaní s konvenčným tepelným spracovaním. Tento nárast je však výrazne menší ako u ocele Vanadis 23. Je možné konštatovať, že hlboké zmrazovanie spôsobuje v sledovaných oceliach nárast jemných karbidických častíc na báze vanádu, pričom vo Vanadise 23 je tento efekt výrazne väčší ako v oceli Vanadis 30.

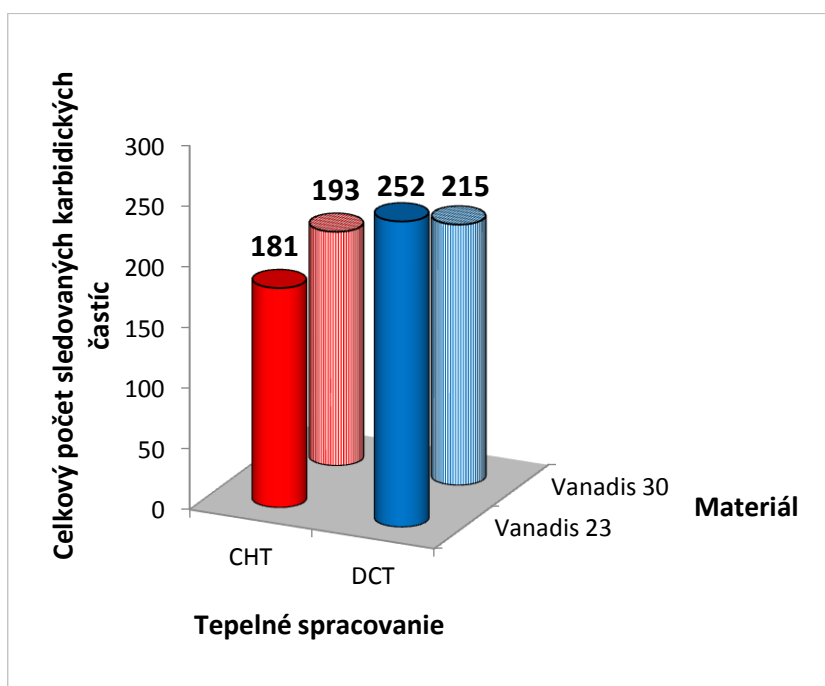
Z Obr. P3 a Obr. P4 je zrejmé, že u oboch sledovaných materiálov sa žiadny výrazný rozdiel v počte karbidických častíc na báze volfrámu s molybdénom, v závislosti na tepelnom spracovaní neprejavuje. Výnimku tvoria karbidy W (do $0,5 \mu\text{m}^2$) u oceli Vanadis 30, ktoré neboli detekované po CHT ale v stave po DCT sú jednoznačne zastúpené. Túto skutočnosť znázorňujú aj Obr. 39 – 40. Vzhľadom k malému rozmeru uvedených karbidických častíc W vo Vanadise 30 bude potrebné s ohľadom na presnosť merania tento výsledok v nasledujúcej práci overiť.



Obr. 39 Početnosť sledovaných karbidických častíc do veľkosti $1 \mu\text{m}^2$ v závislosti na tepelnom spracovaní v štruktúre P/M rýchloreznej ocele Vanadis 23



Obr. 40 Početnosť sledovaných karbidických částic do veľkosti $1 \mu\text{m}^2$ v závislosti na tepelnom spracovaní v štruktúre P/M rýchloreznej ocele Vanadis 30



Obr. 41 Celkový počet sledovaných karbidických částic ($V+W$) do veľkosti $1 \mu\text{m}^2$ v závislosti na tepelnom spracovaní v štruktúrach P/M rýchlorezných ocelí Vanadis 23 a Vanadis 30

Obr. 41 je možné použiť pre hodnotenie miery precipitácie jemných karbidických částic u sledovaných ocelí v závislosti na použitom tepelnom spracovaní a obsahu kobaltu. Je zrejmé, že použitie hlbokého zmrazovania v štruktúre ocele Vanadis 23 zvyšuje celkový počet jemných karbidických částic (do veľkosti $1 \mu\text{m}^2$) o 39 % v porovnaní so stavom po konvenčnom tepelnom

spracovaní. Naopak pre kobaltovú verziu tejto rýchloreznej ocele Vanadis 30 sa dá konštatovať, že v rámci presnosti merania nedochádza k výraznej zmene celkového počtu jemných karbidických častíc po hlbokom zmrazovaní. Z hľadiska vplyvu kobaltu na intenzitu precipitácie sa dá usúdiť, že vplyv kobaltu sa neprejavil u sledovanej ocele Vanadis 30 po konvenčnom tepelnom spracovaní. Tento výsledok je v dobrom súlade s prácou [7], v ktorej autori uvádzajú, že 5% obsah kobaltu nemá vplyv na štruktúru sledovaných rýchlorezných ocelí v porovnaní s ich bezkobaltovou variantou. Ďalej je z Obr. 41 zrejmé, že po hlbokom zmrazovaní sa u ocele Vanadis 30 mierne prejavil brzdiaci efekt kobaltu. Aj keď sa kobalt u rýchlorezných ocelí vyskytuje prevažne v matrici [7], z výsledkov diplomovej práce je zrejmé, že vplyv jeho obsahu na precipitačné javy v rýchlorezných P/M oceliach zrejme závisí na obsahu legujúcich prvkov. Napríklad autori práce [13] došli k záveru, že rastúci obsah kobaltu zapríčiňuje vo všeobecnosti menší podiel karbidických precipitátov v štruktúre. Tento efekt bol v uvedenej práci zaznamenaný u P/M rýchloreznej oceli M2 s 8 % kobaltu, pričom u rovnakej P/M ocele s iba 5 % kobaltu bol tento efekt menej výrazný.

Zo získaných výsledkov je možné konštatovať, že použitie hlbokého zmrazovania sa prejavilo precipitáciou väčšieho počtu jemných karbidických častíc u bezkobaltovej rýchloreznej P/M oceli Vanadis 23, ale nemá vplyv na kobaltovú rýchloreznú P/M oceľ Vanadis 30. Dá sa predpokladať, že táto skutočnosť by mohla, v súlade s teoretickými predpokladmi [4][17][33], viesť k zlepšeniu odolnosti proti opotrebeniu ocele Vanadis 23 v porovnaní so stavom po konvenčnom tepelnom spracovaní.

Záver

Bolo prevedené hodnotenie vplyvu parametrov tepelného spracovania a obsahu kobaltu na vlastnosti a štruktúru rýchloreznej P/M bezkobaltovej oceli Vanadis 23 a kobaltovej verzii tejto ocele Vanadis 30. Na základe nameraných výsledkov je možné konštatovať nasledujúce závery:

1. Tvrdosť Vanadis 30 je väčšia ako tvrdosť Vanadis 23.
2. Hlboké zmrazovanie spôsobuje mierny pokles tvrdosti oboch sledovaných materiálov v porovnaní s konvenčným tepelným spracovaním.
3. Hlboké zmrazovanie sa neprejavilo na hodnotách pevnosti v trojbodovom ohybe u oboch sledovaných materiálov.
4. U sledovaných materiálov s použitím svetelnej mikroskopie nie je možné identifikovať rozdiely v štruktúre v závislosti na tepelnom spracovaní a chemickom zložení.
5. Pomocou riadkovej elektrónovej mikroskopie bola pre všetky sledované stavy realizovaná identifikácia karbidických častíc a ich kvantitatívna analýza.
6. V štruktúre všetkých sledovaných stavov je možné na základe zafarbenia a chemickej analýzy identifikovať dva typy karbidických častíc.
7. Svetlé karbidické častice sú na báze volfrámu v ktorých je výrazne zastúpený molybdén. Tmavšie karbidické častice sú na báze vanádu.
8. Hlboké zmrazovanie spôsobí nárast počtu jemných karbidických častíc na báze vanádu do veľkosti $1 \mu\text{m}^2$ u ocele Vanadis 23 v porovnaní s konvenčným tepelným spracovaním. U oceli Vanadis 30 tento efekt nebol pozorovaný.
9. Hlboké zmrazovanie neovplyvní počet jemných karbidických častíc na báze volfrámu s molybdénom do veľkosti $1 \mu\text{m}^2$ u ocele Vanadis 23 v porovnaní s konvenčným tepelným spracovaním. U oceli Vanadis 30 je možné konštatovať mierny nárast týchto častíc po hlbokom zmrazovaní v porovnaní s konvenčným tepelným spracovaním.
10. Použitie hlbokého zmrazovania u oceli Vanadis 23 zvyšuje celkový počet jemných karbidických častíc o 39 % v porovnaní s konvenčným tepelným spracovaním.
11. Pre kobaltovú rýchloreznú oceľ Vanadis 30 v rámci presnosti merania nedochádza k výraznej zmene celkového počtu jemných karbidických častíc po hlbokom zmrazovaní v porovnaní s konvenčným tepelným spracovaním.
12. Obsah kobaltu sa neprejavil na intenzite precipitácie u oceli Vanadis 30 po konvenčnom tepelnom spracovaní.
13. Po hlbokom zmrazovaní sa u oceli Vanadis 30 prejavil mierny brzdiaci efekt kobaltu na intenzitu precipitácie.
14. Ciele diplomovej práce boli splnené.

Zoznam použitej literatúry

- [1] MACEK, Karel. Kovové materiály. Vyd. 1. V Praze: Nakladatelství ČVUT, 2006, 164 s. ISBN 8001035131.
- [2] PŘIBIL, E., A. ENGST a V. EICHLER Nástrojové oceli Poldi a jejich použití I. díl. 1. vydání. Praha: SNTL - Nakladatelství technické literatury, Praha, 1986.
- [3] PTÁČEK, L. *Nauka o materiálu II*. Brno: Akademické nakladatelství CERM, s.r.o., 1999. ISBN 80-7204-130-4.
- [4] BALDISSERA, P. a C. DELPRETE Deep Cryogenic Treatment: A Bibliographic Review [online]. 2008, , 1-11 [cit. 2016-07-09]. Dostupné z:
<http://benthamopen.com/contents/pdf/TOMEJ/TOMEJ-2-1.pdf>
- [5] JURČI, Peter. *Nástrojové oceli ledeburitického typu*. Vyd. 1: Praha: České vysoké učení technické v Praze, 2009. ISBN 978-80-01-04439-1.
- [6] JURČI, Peter. Tepelné zpracování nástrojových ocelí: Heat treatment of tool steels. V Praze: České vysoké učení technické, 2005, 22 s. ISBN 8001033708.
- [7] OPPENKOWSKI, A., S. WEBER a W. THEISEN Evaluation of factors influencing deep cryogenic treatment that affect the properties of tool steels. b.r.. DOI:
10.1016/j.jmatprotec.2010.07.007. Dostupné také z:
<http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0924013610002013>
- [8] SOBOTOVA, Jana, Petr JURCI a Ivo DLOUHY. The effect of subzero treatment on microstructure, fracture toughness, and wear resistance of Vanadis 6 tool steel. *Materials Science and Engineering: A* [online]. 2016, **652**, 192-204 [cit. 2016-07-10]. DOI:
10.1016/j.msea.2015.11.078. ISSN 09215093. Dostupné z:
<http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0921509315306675>
- [9] KUŘÍK, M. Vliv tepelného zpracování na strukturu a mechanické vlastnosti P/M rychlořezné oceli Vanadis 30. Praha, 2014. *Diplomová práce*. České vysoké učení technické v Praze. Vedoucí práce Ing. Jana Sobotová, Ph.D.
- [10] JANOVEC, J., J. CEJP a J. STEIDL *Perspektivní materiály*. 3. vydání. Praha: ČVUT, 2008. ISBN 979-80-01-04167-3.

- [11] KRAUS, Václav. Tepelné zpracování a slinování. 2. vyd. *Plzeň*: Západočeská univerzita, 2000. ISBN 80-708-2582-0.
- [12] High - speed tool steels. BAYER, A. M., B. A. BECHERER a T. VACSO *Machining: Volume 16 - Machining*. 9. ed. Metals Park, Ohio: American Society for Metals, 1989, s. 51-59. ISBN 9780871700223.
- [13] JAKUBÉCZYOVÁ, D., M. FÁBEROVÁ a R. BUREŠ *Mechanické vlastnosti práškových kobaltových rychlorezných ocelí* [online]. Košice, 2002 [cit. 2016-05-20]. Dostupné z: http://konsys-t.tanger.cz/files/proceedings/metal_02/papers/46.pdf
- [14] DOBRZAŃSKI, L. A. a W. KASPRZAK The influence of 5% cobalt addition on structure and working properties of the 9-2-2-5, 11-2-2-5 and 11-0-2-5 high-speed steels. *Journal of Materials Processing Technology* [online]. 2001, , 52-64 [cit. 2016-07-08]. Dostupné z: <http://80.www.sciencedirect.com/dialog/cvut.cz/science/article/pii/S0924013600007755>
- [15] BÍLEK, P. Kvantifikace strukturních změn v chrom-vanadové ledeburitické oceli v závislosti na teplotě austenitizace. Praha, 2011. Diplomová práce. České vysoké učení technické v Praze. Vedoucí práce J. SOBOTOVÁ.
- [16] PLUHAŘ, J. a J. KORRITA *Strojírenské materiály. STNL/ALFA*. Praha: Dům techniky, 1981, 562 s.
- [17] DAS, Debdulal, Rajdeep SARKAR, Apurba Kishore DUTTA a *Kalyan Kumar RAY*. Influence of sub-zero treatments on fracture toughness of AISI D2 steel. *Materials Science and Engineering: A* [online]. 2010, **528**(2), 589-603 [cit. 2016-07-14]. DOI: 10.1016/j.msea.2010.09.057. ISSN 09215093. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0921509310010877>
- [18] FÁBEROVÁ, M., D. JAKUBÉCZYOVÁ a M. SELECKÁ *Technologické a mikroštruktúrne vlastnosti rýchlo solidifikovaných práškov z rýchloreznej ocele dolegovanej kobaltom* [online]. Košice: Ústav materiálového výskumu, SAV Košice, 2008 [cit. 2016-05-20]. Dostupné z: http://www.ams.tuke.sk/data/ams_online/2008/number1/mag02/mag02.pdf
- [19] Uddeholm Vanadis 6 SuperClean [online]. Uddeholm, 2014 [cit. 2016-07-12]. Dostupné z: http://www.bucorp.com/media/vanadis_6_superclean_datasheet.pdf

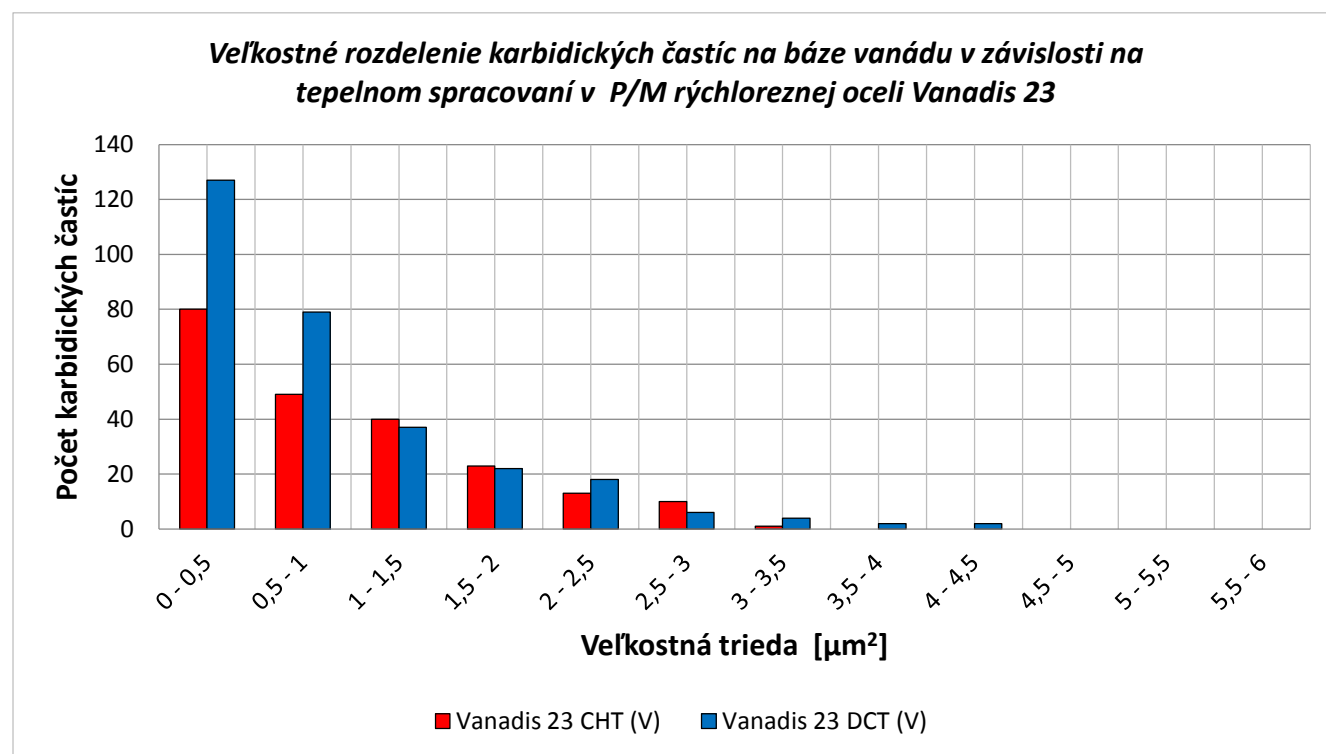
- [20] UDDEHOLM. Uddeholm Vanadis 23 SuperClean [online]. 2013 [cit. 2016-05-20]. Dostupné z: http://www.uddeholm.com/files/PB_Uddeholm_vanadis_23_english.pdf
- [21] UDDEHOLM. Uddeholm Vanadis 30 SuperClean [online]. 2013 [cit. 2016-05-05]. Dostupné z: <http://www.uddeholm.com/products/uddeholm-vanadis-30-superclean.php>
- [22] KESL, M. Vliv technologie tepelného zpracování na řezivost RO *nářadí*. In: Strojírenská technologie [online]. Plzeň: Západočeská univerzita v Plzni. Fakulta strojní. Katedra *technologie obrábění, 2015, s. 94-106* [cit. 2016-07-12]. ISBN 978-80-261-0304-2.
- [23] FREMUNT, P., J. KREJČÍK a T. PODRÁBSKÝ *Nástrojové oceli*. 1. vyd. Brno: *Dům techniky, 1994*.
- [24] VLACH, T. Vliv způsobu tepelného zpracování PM rychlořezných ocelí *Vanadis 23* a *Vanadis 30* na odolnost proti opotřebení při teplotě 500 °C. Praha, 2016. Diplomová práce. České vysoké učení technické v Praze. Vedoucí práce Ing. Jana Sobotová, Ph.D.
- [25] ČSN EN ISO 6508-1 *Kovové materiály - Zkouška tvrdosti podle Rockwella: Část 1.: Zkušební metoda*. Praha: CEN, 2015.
- [26] VELES, P. *Mechanické vlastnosti a skúšanie kovov*. 2. vydanie. Bratislava: SNTL, 1989.
- [27] ČSN EN ISO 7438:2005. *Kovové materiály - Zkouška ohybem*. Praha: Český normalizační institut, 2005.
- [28] ŠAFÁŘ, M. Vliv povlakování na lomové chování ledeburitické oceli. *Brno, 2010*. Diplomová práce. Vysoké učení technické v Brně. Vedoucí práce Ing. Hynek hadraba, Ph.D.
- [29] MACEK, K., F. HNILICA a V. STARÝ *Experimentální metody v materiálovém inženýrství*. Vyd. 1. Praha: Nakladatelství ČVUT, 2008. ISBN 978-80-01-03934-2.
- [30] Výrobky. Software [online]. Nikon Instruments Europe B.V., 2001 [cit. 2016-06-27]. Dostupné z: <https://www.nikoninstruments.com/cz/CZ/Vyrobky/Software>
- [31] GODEC, Matjaž, Barbara Šetina BATIČ, Djordje MANDRINO, Aleš NAGODE, Vojteh LESKOVŠEK, Srečo D. ŠKAPIN a Monika JENKO. Characterization of the carbides and the martensite phase in powder-metallurgy high-speed steel. *Materials Characterization* [online]. 2010, **61**(4), 452-458 [cit. 2016-07-09]. DOI: 10.1016/j.matchar.2010.02.003. ISSN 10445803. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S1044580310000343>

- [32] DAS, Debdulal, Apurba Kishore DUTTA a Kalyan Kumar RAY. *Sub-zero treatments of AISI D2 steel: Part I. Microstructure and hardness*. Materials Science and Engineering: A [online]. 2010, 527(9), 2182-2193 [cit. 2016-07-20]. DOI: 10.1016/j.msea.2009.10.070. ISSN 09215093. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S092150930901199X>
- [33] PODGORNIK, B., I. PAULIN, B. ZAJEC, S. JACOBSON a V. LESKOVŠEK Deep cryogenic treatment of tool steels. Journal of Materials Processing Technology [online]. 2016, 229, 398-406 [cit. 2016-07-09]. DOI: 10.1016/j.jmatprotec.2015.09.045. ISSN 09240136. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0924013615301515>

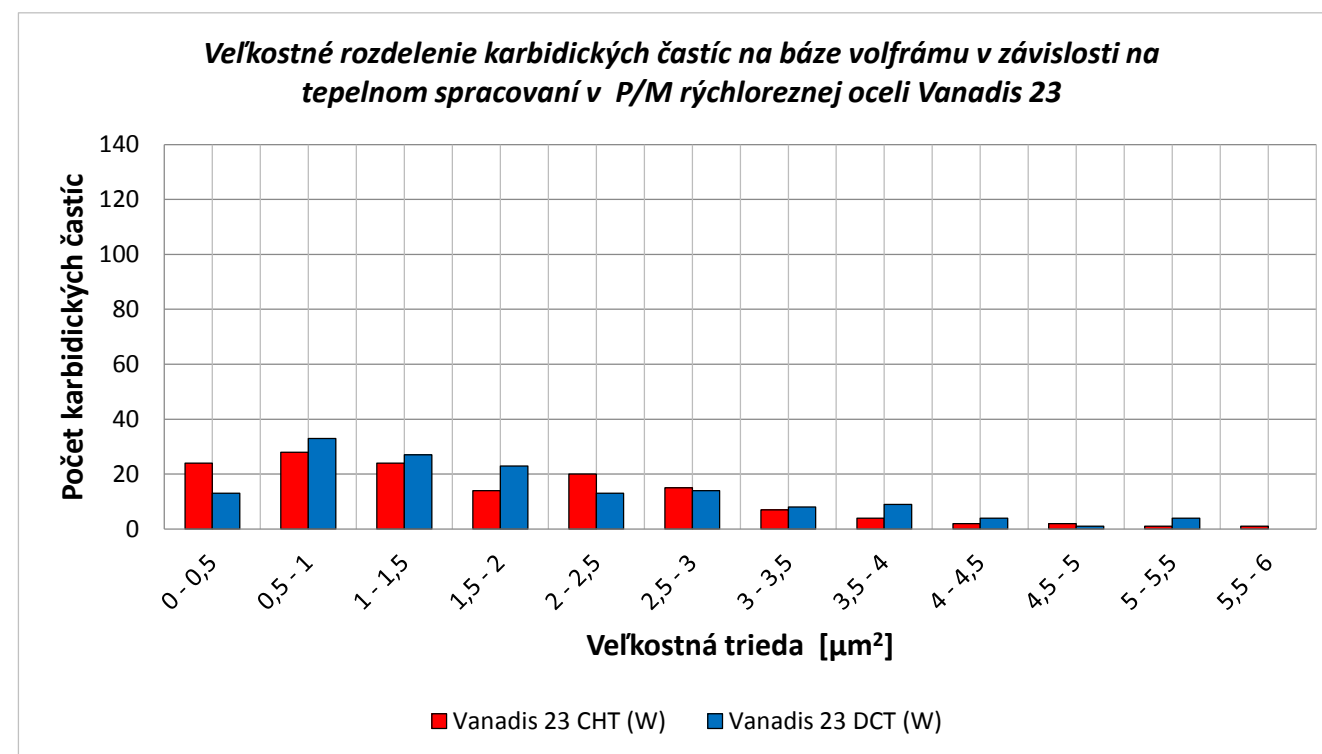
Prílohy

- Príloha A: Veľkostné rozdelenie karbidických častíc v závislosti na tepelnom spracovaní P/M rýchlorezných ocelí Vanadis 23 a Vanadis 30
- Príloha B: CD médium – diplomová práca v elektronickej podobe

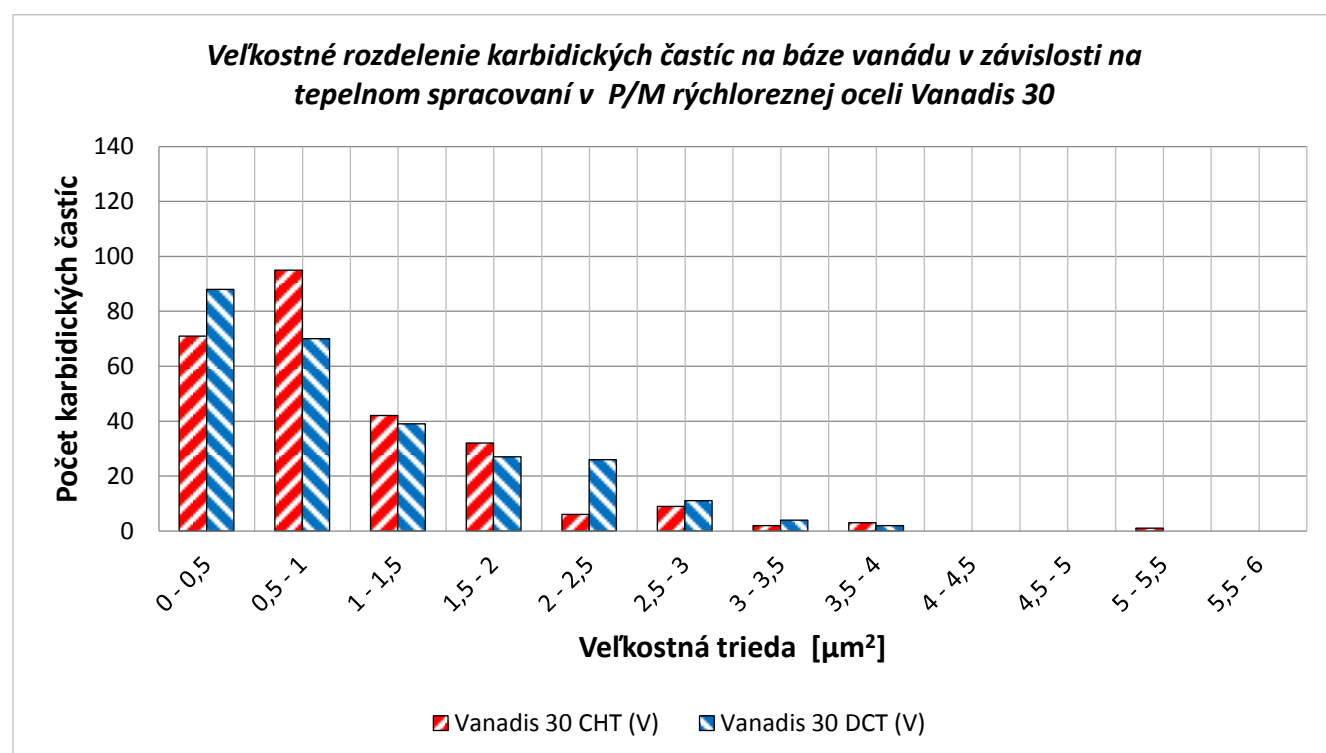
Príloha A: Veľkostné rozdelenie karbidických častíc v závislosti na tepelnom spracovaní P/M rýchloreznych ocelí Vanadis 23 a Vanadis 30



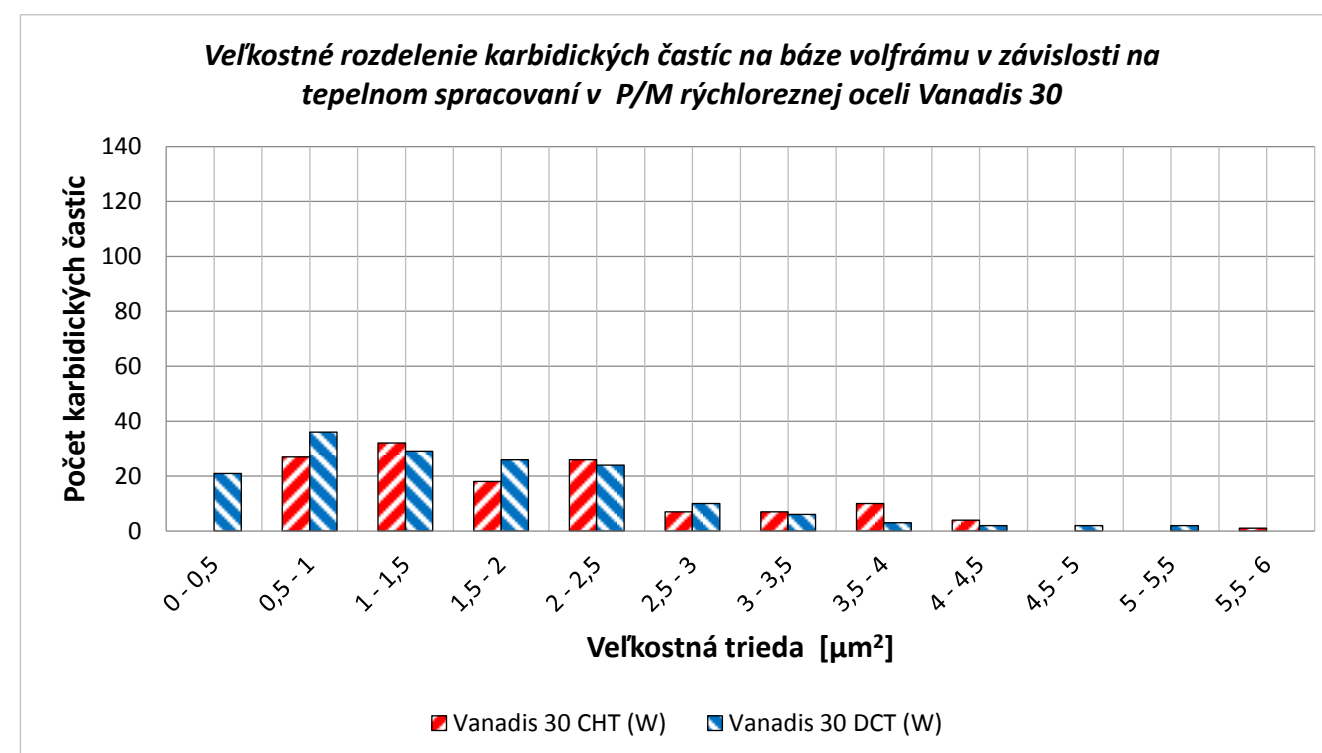
Obr. P1



Obr. P3



Obr. P2



Obr. P4