



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING

ÚSTAV MATERIÁLOVÝCH VĚD A INŽENÝRSTVÍ

INSTITUTE OF MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING

**ZOTAVENÍ A REKRYSTALIZACE AUSTENITICKÉ OCELI
08CR18NI10T**

RECOVERY AND RECRYSTALLIZATION OF AUSTENITIC STEEL 08CR18NI10T

DIPLOMOVÁ PRÁCE

MASTER'S THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Bc. Jan Čech

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

prof. Ing. Rudolf Foret, CSc.

BRNO 2019

Zadání diplomové práce

Ústav: Ústav materiálových věd a inženýrství
Student: **Bc. Jan Čech**
Studijní program: Aplikované vědy v inženýrství
Studijní obor: Materiálové inženýrství
Vedoucí práce: **prof. Ing. Rudolf Foret, CSc.**
Akademický rok: 2018/19

Ředitel ústavu Vám v souladu se zákonem č. 111/1998 o vysokých školách a se Studijním a zkušebním řádem VUT v Brně určuje následující téma diplomové práce:

Zotavení a rekrytalizace austenitické oceli 08Cr18Ni10T

Stručná charakteristika problematiky úkolu:

Student se detailně seznámí s procesy zotavení a rekrytalizace (statické, dynamické) austenitických Cr-Ni ocelí. Výsledky studia poté aplikuje při hodnocení uvedených procesů při meziohřevu oceli 08Cr18Ni10 T během jejího kování, přičemž bude využívat naměřených hodnot velikosti subzrn a zrn. Experimentální část bude mít i část metodickou, zaměřenou na hodnocení velikosti zrn obrazovou analýzou.

Cíle diplomové práce:

- Vybrat vhodný software a následně vypracovat návod (metodiku) hodnocení velikosti zrn kovových materiálů.
- Vyhodnotit vliv velikosti odstupňované deformace, teplot a prodlev na těchto teplotách na velikost zrn a subzrn (aplikace vypracované metodiky, v omezeném rozsahu aplikovat EBSD).
- Navrhnout využití dosažených výsledků při meziohřevu během kování oceli 08Cr18Ni10.

Seznam doporučené literatury:

SEDLÁČEK, Vladimír. Zotavení a rekrytalizace. Praha: Academia, 1985.

HUMPHREYS, J. and M. HATHERLY. RECRYSTALLIZATION and Related Annealing Phenomena. Oxford: Elsevier Science Ltd., 1996. ISBN 008 0418848.

SCHINDLER, Ivo a Petr KAWULOK. Deformační chování materiálů. Ostrava: FMMI VŠB-TU Ostrava, 2013. ISBN 978-80-248-3361-3.

Termín odevzdání diplomové práce je stanoven časovým plánem akademického roku 2018/19.

V Brně, dne 26. 10. 2018



prof. Ing. Ivo Dlouhý, CSc.
ředitel ústavu

doc. Ing. Jaroslav Katolický, Ph.D.
děkan fakulty

Abstrakt

Tato diplomová práce se zabývá vlivy odstupňované deformace, teplot a prodlev na teplotách na velikost zrn a subzrn u oceli 08Cr18Ni10T. V rámci literárního rozboru jsou popsány statické a dynamické odpevňovací pochody, dále pak austenitické korozivzdorné oceli a vybrané druhy jejich zpracování. V praktické části je zkoumána velikost zrn na různě prokovaných vzorcích žíhaných v teplotním rozmezí 1050–1200 °C při prodlevách 10, 50 a 100 minut. K analýze přítomných strukturních jednotek byla použita metoda EBSD. Mimo to byla provedena analýza chemického složení přítomných vměstků a také zkouška tvrdosti. Z provedených měření vyplývá, že velikost zrna u zvolené oceli vykazuje citlivost na hodnoty všech 3 proměnných.

Abstract

This thesis deals with influences of graded deformations, temperatures and holding times on the grains and subgrains size in steel 08Cr18Ni10T. In literary part of the thesis there are described static and dynamic annealing treatments, then also austenitic stainless steels and some selected types of their processing. In experimental part there is studied grain size on differently deformed samples annealed in temperature range 1050–1200 °C for 10, 50 and 100 minutes. Analysis of present structures units was perform by EBSD. Except of that, there were realized chemical analysis of selected inclusions and also hardness test were realised. Achieved measurement shown, that grain size of chosen steel is depended on all 3 variable values.

Klíčová slova

Zotavení, rekrystalizace, austenitická korozivzdorná ocel, žíhání, zrno

Key words

Recovery, recrystallization, austenitic stainless steel, annealing, grain

Bibliografická citace

ČECH, Jan. *Zotavení a rekrytalizace austenické oceli 08Cr18Ni10T* [online]. Brno, 2019 [cit. 2019-05-23]. Dostupné z: <https://www.vutbr.cz/studenti/zav-prace/detail/112977>. Diplomová práce. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, Ústav materiálových věd a inženýrství. Vedoucí práce Rudolf Foret.

Prohlášení

Prohlašuji, že jsem diplomovou práci na téma *Zotavení a rekrytalizace austenitické oceli 08Cr18Ni10T* vypracoval samostatně s použitím literatury a pramenů uvedených v seznamu použité literatury.

V Brně dne 23.5.2019

.....
Jan Čech

Poděkování

Tímto bych chtěl poděkovat vedoucímu mé diplomové práce prof. Ing. Rudolfu Foretovi, CSc. za vedení a odborné rady při tvorbě této práce. Dále bych chtěl poděkovat Ing. Martinu Gregorovi z firmy ŽĐAS, a.s. za poskytnutí materiálu i cenných informací k provedení experimentu. Velký dík patří také zaměstnancům ÚMVI za pomoc při přípravných procedurách zpracování vzorků a za analýzy na elektronových mikroskopech. V neposlední řadě bych pak chtěl poděkovat mé rodině a přátelům za podporu během studia.

Obsah

1	Úvod.....	11
2	Literární rozbor	12
2.1	Odpeňovací pochody	12
2.2	Statické zotavení a statická rekrytalizace.....	14
2.3	Dynamické zotavení a dynamická rekrytalizace.....	17
2.4	Vlivy na průběh uzdravovacích procesů	18
2.6	Korozivzdorné austenitické oceli	21
2.7	Zpracování austenitických korozivzdorných ocelí	26
3	Použité metody.....	28
3.1	Materiál.....	28
3.2	Metalografie.....	34
3.3	Pozorování struktury.....	34
3.4	Metodika hodnocení velikosti zrn	35
3.5	Analýza chemického složení vměstků.....	36
3.6	Analýza EBSD.....	36
3.7	Měření tvrdosti	36
4	Hodnocení výsledků.....	37
4.1	Hodnocení velikosti zrn na světelném mikroskopu.....	37
4.2	EBSD	44
4.3	Měření tvrdosti	50
4.4	Kvalitativní hodnocení vměstků.....	53
5	Diskuze	54
6	Závěr	56
	Použitá literatura	57
	Seznam použitých zkratk a symbolů	60

1 Úvod

Již od okamžiku, kdy se lidstvo naučilo zpracovávat železnou rudu, se ocel stala naprosto nepostradatelnou součástí naší civilizace. Jeden z důvodů takové popularity této slitiny jistě tvoří velký rozsah dosažitelných vlastností, jenž se uskutečňuje kombinací přísadových prvků a způsobem mechanického i tepelného zpracování. Základní možností, jak lze dosáhnout takové změny mechanických vlastností je tvářením oceli.

V mnoha případech se materiály zpracovávají tvářením za tepla (kováním, válcováním). Principem těchto procesů je deformování materiálu v předepsaném intervalu vysokých teplot, přičemž pokud teplota poklesne pod tento interval, provádí se tzv. meziohřev za účelem ohřátí materiálu zpět na potřebné teploty. Důvodem tohoto počínání je snaha mít dostatečné množství plasticity, které by zaručilo úspěšné dokončení tvářecího procesu. To je zaručeno díky dynamickému odpevnění, jež využívá energii vkládanou tvářením do materiálu k tvorbě nových nedeformovaných zrn.

Při tvářením za studena podobné děje neprobíhají, jelikož v ocelích nejsou při nízkých teplotách vhodné podmínky pro nastartování odpevňovacího procesu. Vnášená energie proto není zpracovávána, ale ukládá se, což má za následek zpevnění tvářeného materiálu. Pokud je v takové situaci potřeba zlepšit tvárnost, a tedy snížit uloženou energii, využívá se metod statického odpevnění. To tvoří tzv. rekrytalizační žihání na teploty, při kterých je umožněn vznik nových zrn.

Teplotu pro správný průběh statického i dynamického odpevnění je potřeba volit s rozvahou, neboť příliš vysoká teplota a dlouhé časové prodlevy mohou způsobit nežádoucí zhrubnutí zrna, jež se projevuje zhoršením výsledných mechanických vlastností. Nová zrna totiž vznikají kvůli snaze materiálu vykazovat v daný okamžik strukturní uspořádání vykazující co nejnižší možnou energii. Odpevnění je tedy klasický termodynamický proces. Není proto vázáno pouze na některé vybrané druhy ocelí, ale vyskytuje se v celé škále těchto materiálů včetně ocelí legovaných.

Tato práce vznikla ve spolupráci s firmou ŽĎAS, a. s. v rámci řešení podprogramu Energetika a materiály, jenž spadá pod program Epsilon zaštitěný Technologickou agenturou ČR. Řešeným cílem jsou optimalizace technologických procesů při kování austenitických ocelí za tepla a následných tepelných zpracováních, které by zaručily požadované minimální mechanické vlastnosti.

2 Literární rozbor

2.1 Odpevňovací pochody

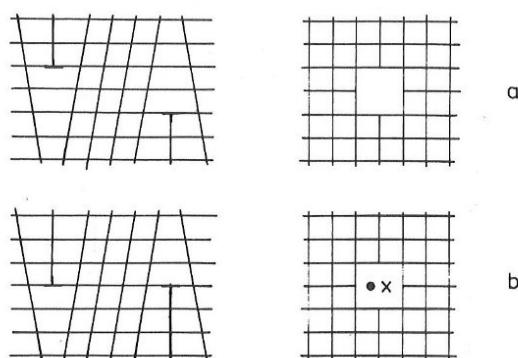
Jestliže se zabýváme pochodem tváření kovových materiálů z hlediska napětově-deformačního chování, můžeme vysledovat dva významné děje, jež mohou zásadním způsobem ulehčit či zkomplikovat naši snahu dát hmotě nový tvar a požadované vlastnosti. Nazýváme je:

- zpevnění,
- odpevnění.

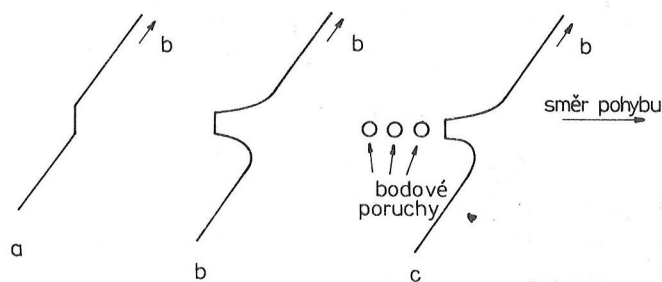
Jak již sám název napovídá, během zpevnění získává tvářené těleso postupně větší pevnost. Z toho důvodu je nutné v rámci technologických úkonů vynakládat stále větší síly, aby bylo dosaženo produktu o požadovaných parametrech. To však může v případě špatně naplánovaného výrobního procesu vést až k porušení materiálu.

Pro snadnější pochopení zpevňovacího děje si v tuto chvíli označme materiál tvářeného tělesa jako termodynamickou soustavu, jež vykazuje určitou vnitřní energii především ve formě volných povrchů, defektů krystalické mřížky a kmitů atomů. Jestliže probíhá tváření, je konána práce, což má za následek ukládání energie do materiálu. Termodynamická soustava však chce vykazovat co nejnižší volnou energii. Dodávaná energie je proto využívána k tvorbě tepla (zvýšení intenzity kmitů atomů), nových defektů mřížky či nových povrchů (vznik trhlin). Pokud pro tuto chvíli zanedbáme zahřívání materiálu a neuvážíme ani situaci vzniku nových trhlin po dosažení meze pevnosti, zbyde tvorba nových defektů jako hlavní materiálový proces, jenž může souviset se zpevněním.

Defekty krystalové mřížky jsou klasifikovány podle jejich prostorového uspořádání. Na nejmenší úrovni jsou bodové defekty (například vakance a intersticiální atomy). Jejich nehomogenní vznik během zpevnění popisují dvě teorie. První (teorie anihilace dislokačních dipólů) uvažuje dvě interagující hranové dislokace, které se nacházejí v sousedních rovinách a mají opačné znaménko (Obr. 2.1). Druhá teorie naproti tomu předpokládá napětím zatíženou šroubovou dislokaci obsahující výstupek hranového charakteru, který při svém pohybu vytváří v oblasti za sebou intersticiální atomy či vakance (Obr. 2.2). Bez ohledu na to, která teorie je přesnější, se koncentrace bodových poruch během tváření postupně dostává nad rovnovážnou koncentraci, což přispívá k změnám především fyzikálních vlastností. [1, 2]



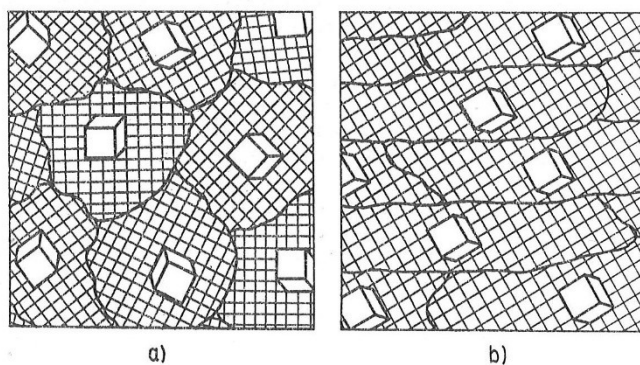
Obr. 2.1: Vznik vakance (a) a intersticiálního atomu (b) podle teorie anihilace dislokačních dipólů. [2]



Obr. 2.2: Tvorba vakancí a intersticiálních atomů pomocí pohybu šroubové dislokace s hranovým výstupkem. [2]

O rovnovážné koncentraci se ovšem nedá mluvit v případě čárových defektů – dislokací. Tyto defekty jsou z energetického hlediska v každém případě nerovnovážné a slouží jako největší akumulátor deformační energie. V případě znalosti krystalové mřížky tělesa můžeme úplně popsat jakoukoliv dislokaci v materiálu pomocí vektoru dislokační čáry \vec{d} a Burgersova vektoru (vektoru přemístění) \vec{b} . Pokud jsou vektory \vec{b} a \vec{d} rovnoběžné, hovoříme o šroubové dislokaci, v případě kolmého uspořádání mluvíme o hranové dislokaci a jakýkoliv jiný úhel představuje dislokaci smíšenou. Z těchto typů má výsadní postavení dislokace šroubová, neboť se může pohybovat příčným skluzem, což má zásadní vliv na deformační substrukturu. Dislokace se totiž nemohou dostat přes hranice zrn, a proto spolu vzájemně interagují, aby byly vůči sobě uspořádány v konfiguraci s co nejnižší energií. Interakce však neprobíhá pouze na úrovni čárových poruch, ale také s bodovými poruchami (například Cottrelvy atmosféry), vrstevnými chybami či hranicemi subzrn a zrn (2D a 3D defekty).

V polykrystalických materiálech jsou zrna různě natočena vzhledem k působícímu napětí, a tak zpočátku jen v některých z nich začnou vznikat a pohybovat se dislokace. Jelikož se tyto děje odehrávají uvnitř zrna – hranice zrna je pro dislokaci nepřekročitelná – kumulují se dislokace na hranici a vytvářejí pole napětí působící na zrno sousední. Jakmile velikost napětí působící na sousední zrno dosáhne požadované velikosti, nastane vznik a následný pohyb dislokací i v zrnu sousedním. Tento děj probíhá v celém materiálu a vede k postupné deformaci všech zrn. Ta mění tvar vzhledem k působícímu zatížení a vzniká tzv. deformační textura (Obr. 2.3). Během deformace navíc vznikají stále nové dislokace, které mají v důsledku již přítomných dislokací zhoršený pohyb, takže jejich tvorba je energeticky čím dál náročnější. Proto je stále obtížnější dosáhnout většího napětí na hranici zrna, čímž by se více zdeformovalo zrno sousední. Tím dochází z materiálového hlediska k ději, který se nazývá zpevnění. [1, 2]



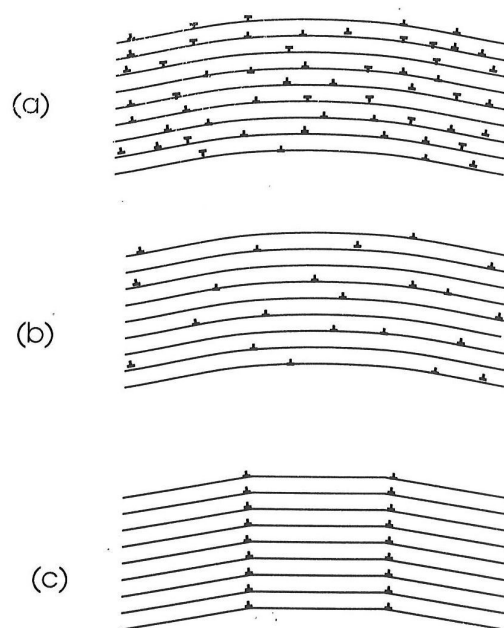
Obr. 2.3: Struktura materiálu před (a) a po tváření za studena (b). [3]

Výše zmíněný popis zpevnění napovídá, že materiál se během tváření dostává do termodynamicky nestabilního stavu. Pokud tedy dodáme materiálu teplo, aby mohly probíhat difuzní pochody, bude vložená energie sloužit jako hnací síla přeměn, pomocí kterých se materiál dostane do stavu s nižší energií. K tomuto účelu slouží pochody zotavení a rekrytalizace. Jejich vliv je zřejmý především u rekrytalizačního žhání a tváření za tepla, přičemž pro tyto pojmy používáme termíny odpevnění, uzdravování či změkčování. [4, 5]

2.2 Statické zotavení a statická rekrytalizace

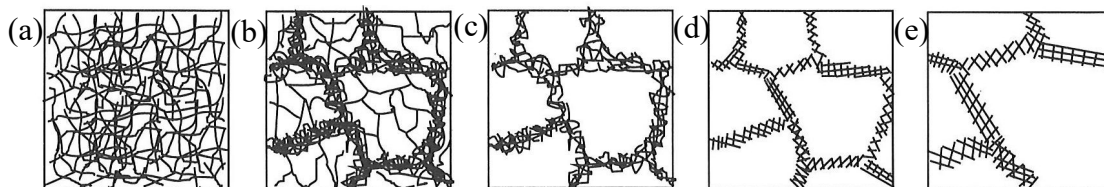
Termín statické zotavení představuje soubor dějů během žhání, při kterých dochází k snižování nahromaděné deformační energie a k obnově fyzikálních vlastností, aniž by vznikala nová zrna či se výrazně změnila mechanická vlastnosti. Pomyslným prvním krokem tohoto procesu je zotavení bodových poruch. Za pomoci difuzních pochodů probíhá snížení koncentrace bodových poruch a energie systému přeuspořádáním vakancí a intersticiálních atomů takovým způsobem, aby v celé struktuře byly tyto bodové poruchy rovnoměrně rozmístěny nebo aby interagovaly a zanikly. První možnost zániku představuje anihilace vakancí. Vakance se pohybuje krystalovou mříží (postupně si vyměňuje pozici s nejbližšími atomy) tak dlouho, až se dostane k místu (dislokaci, hranici zrna), v kterém anihiluje. To platí i v případě, kdy je hustota vakancí tak velká, že vznikají bivakance či větších seskupení vakancí. Druhou možností je rekombinace – děj, při kterém se v mřížce potká intersticiální atom a vakance, přičemž oba tyto defekty zaniknou, neboť původně intersticiální atom obsadí prázdné místo v uzlovém bodu.

Pokud je však dostatečně vysoká teplota a dlouhý čas, začne probíhat i zotavení dislokací. V závislosti na typu materiálu a deformace vznikají při tváření v zrnech oblasti vykazující formu buněk, které jsou ohraničené velkým množstvím dislokací, jež vytvářejí kolem buněk nepravidelné stěny. Během zotavení dislokací dochází v této struktuře k interakci a následnému zániku dislokací s opačným znaménkem (tzv. anihilace dislokačních dipólů) či k seskupování a tvorbě polygonizačních stěn dislokacemi se stejným znaménkem (tzv. polygonizace) (Obr. 2.4). [2, 4]



Obr. 2.4: Interakce dislokací v buněčné stěně a následný vznik polygonizačních stěn. [6]

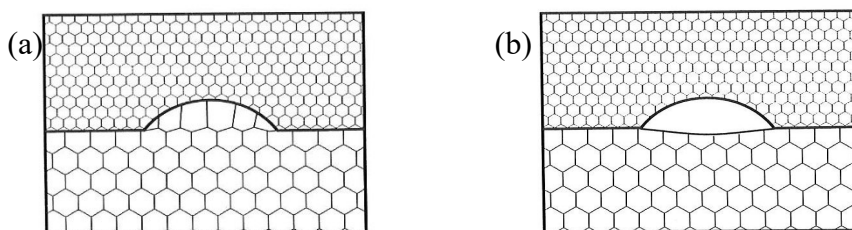
U polygonizačního procesu rozeznáváme dvě fáze, přičemž ani jedna nevykazuje inkubační dobu. První fáze je krátká, dochází k uspořádávání dislokací ve stěnách buněk vytvořených při deformaci, přičemž klíčovým mechanismem je šplh dislokací, neboť umožňuje uspořádání dislokací do pravidelných řad. Tím se vytvářejí stěny sloužící jako malouhlové hranice uvnitř původních deformovaných zrn, čímž vznikají útvary, které nazýváme subzrna (Obr. 2.5). Na tuto situaci navazuje druhá fáze, při níž probíhá růst subzrn a snižuje se zpevnění materiálu. To je chvíle, při které přestáváme hovořit o zotavení a začínáme popisovat rekrystalizaci. [2, 4]



Obr. 2.5: Průběh dislokačního zotavení. [6]

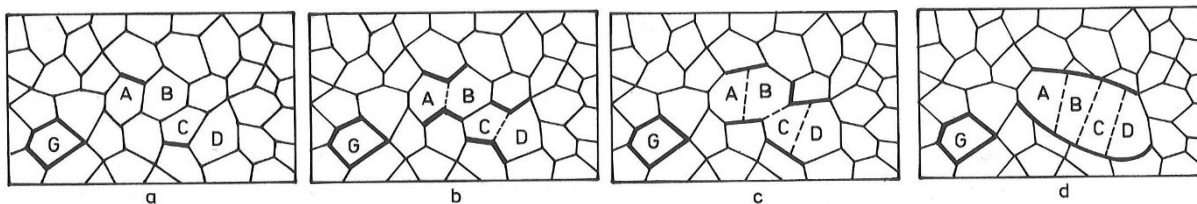
Jako rekrystalizaci uvažujeme proces, jenž využívá dodanou energii k tvorbě nových zrn, přičemž fáze nových i původních zrn musí být totožná. Pokud by se totiž počáteční a koncová fáze lišily, nebyla by studovaným problémem rekrystalizace, ale překrystalizace.

Na počátku rekrystalizačního děje probíhá nukleace zárodků. Stejně jako u krystalizace, můžeme i v tomto případě definovat inkubační dobu a určité pozice v materiálu, na kterých budou zárodky z energetických důvodů přednostně vznikat (hranice zrn, defekty, místa styku 3 zrn či například spleti dislokací). Zárodky však v tomto případě nejsou považovány za zcela nové nezávislé útvary. První možností, jak na ně můžeme nahlížet, jsou vyboulení již existujících hranic zrn a vznik autonomních oblastí bez dislokací, které dále rostou na úkor původních zrn (Obr. 2.6). Tato představa se nazývá deformací indukovaná (podmíněná) migrace hranic zrn (SIBM – strain induced grain boundary migration) a jejím charakteristickým rysem je podobná orientace deformovaných i rekrystalizovaných zrn. [2, 4, 5]



Obr. 2.6: Vyboulení původní hranice a vznik samostatné oblasti neobsahující dislokace. [6]

Jelikož však zárodky mohou vznikat i mimo hranice deformovaných zrn, je ve velké míře užíván „The preformed nucleus“ model, jenž dává do spojitosti vznik zárodku s růstem subzrn. V rámci tohoto modelu můžeme rozvinout 2 představy. V rámci první představy uvažujeme velká nedeformovaná polygonizovaná subzrna s výrazně odlišnou orientací vůči svému okolí, jejichž hranice migrují a při tom absorbují zbylé dislokace, které neanihovaly. Díky tomu se malouhlová hranice postupně stane velkouhlovou a tím de facto vznikne nové zrno. Tuto situaci nazýváme růst subzrn migrací hranic. Druhou situací je pak koalescence subzrn (Obr. 2.7). Při ní vznikají skupiny subzrn, které mají podobnou orientaci. Aby byla dosažena nižší energie, rozpadají se hranice oddělující subzrna, načež se jejich fragmenty stanou součástí velkouhlových hranic. Ty oddělují celou skupinu subzrn. Výsledkem je opět rekrystalizované zrno. V práci [2] je uvedeno, že obě uvedené představy mohou v praxi probíhat současně na stejné hladině pravděpodobnosti. [2, 4]



Obr. 2.7: Průběh koalescence subzrn A, B, C a D. [2]

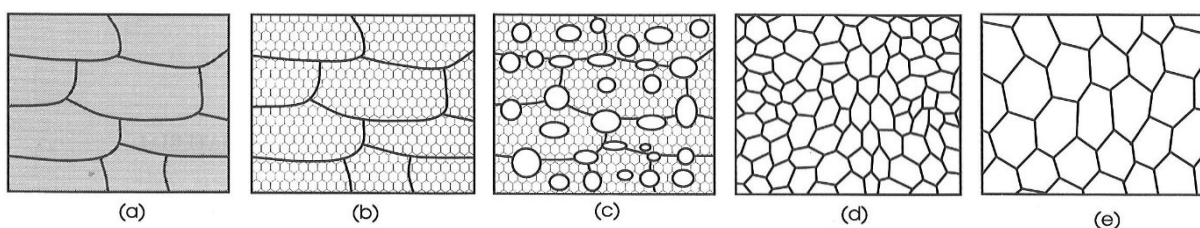
Z výše uvedeného textu plyne, že již během deformace je předurčována budoucí orientace zrn, přičemž nukleace a následné děje ji již nemění. Jedinou výjimkou tohoto pravidla je dvojčatění. To vzniká při rekrytalizačním žíhání především u kovů s plošně středěnou kubickou mřížkou (FCC) a vytváří charakteristické rovnoběžné lamely. Nové zrno totiž postupem času zvětšuje objem na úkor okolí, od kterého je odděleno rozhraním. Pokud však rozhraní vykazuje velmi vysoké povrchové napětí, může dojít v zájmu snížení celkové energie systému k částečnému přeuspořádání původní orientace nového zrna za vzniku dvojčatění. Tím se sníží energie hranic, což má za následek zvýšení jejich mobility. [4, 5, 7]

Po nukleaci nastává růst zrn (Obr. 2.8). Jeho působení je však limitováno geometrickými omezeními, neboť zrna nemohou růst do nekonečna, protože si po určité době začnou překážet. To navíc umocňují nečistoty, které omezují pohyb dislokací a hranic. Z toho důvodu mohou velkoúhlové hranice migrovat jen určitým směrem a vzniká lokální textura. Pokud bychom uvažovali proces izotermického žíhání, bylo by možné popsat kinetiku tohoto děje pomocí Avramiho rovnice

$$X_R = 1 - \exp(-K * t^n), \quad (2.1)$$

kde X_R množství rekrystalizované struktury (-),
 K termomechanický vliv tváření a žíhání (s^{-1}),
 t doba žíhání (s),
 n kinetický exponent (-).

Výsledkem je tzv. S křivka, jež může nabývat maximální hodnoty 1. Tím končí část označovaná termínem primární rekrystalizace. Jejím výsledkem jsou nová rovnoosá zrna a mechanické vlastnosti na úrovni před tvářením. [2, 4, 5]



Obr. 2.8: Možný průběh růstu zrn během rekrystalizačního procesu. [6]

Výše popsaný průběh rekrystalizace vysvětloval děje probíhající u čistých kovů. V praxi se však pracuje přinejmenším s jednofázovými slitinami. Mechanismus nukleace a růstu je v tomto případě sice podobný jako u čistých kovů, avšak přítomnost dalších prvků komplikuje rekrystalizační děje, přičemž míra ovlivnění se pro různé prvky liší. U mnoha materiálů navíc vznikají sekundární fáze, které, pokud jsou při rekrystalizaci již přítomné (fáze vzniklé až po žíhání již na uzdravovací procesy nemají vliv), zásadním způsobem zasahují do uzdravovacích procesů. Jestliže jsou sekundární fáze velké a vyskytují se v malém množství, usnadňují nukleaci (opačně působí malé částice ve velkém množství) a zároveň nehledě na velikost zpomalují růst zrn. To u některých materiálů vytváří předpoklady pro vznik velmi jemné struktury. [2, 5]

Situace je ještě složitější u dvoufázových slitin. Jednotlivé fáze totiž mohou při rekrytalizaci vykazovat různé morfologie (alotriomorfní, idiomorfní, atd.) či transformace (například martenzitickou). To zásadním způsobem ovlivňuje nejen chování materiálu, ale i uzdravovací procesy, neboť rozdílné uspořádání struktury má vliv na mechanické vlastnosti jednotlivých fází. Každá fáze tak bývá různě zdeformovaná, což se projeví různým stupněm rekrytalizace, neboť uzdravovací procesy obou fází probíhají nezávisle na sobě. [2]

Primární rekrytalizace však nemusí být koncovým stavem. U některých materiálů totiž na tento děj navazuje sekundární rekrytalizace. Ta obvykle není žádoucí, neboť zřetelně hrubne struktura, což má negativní vliv na pevnostní vlastnosti. Matematickým pojátkem mezi střední velikostí zrna a mezi kluzu je zde Hallův-Petchův vztah

$$R_{eL} = \sigma_0 + k_y \cdot d^{-\frac{1}{2}}, \quad (2.2)$$

kde R_{eL} dolní mez kluzu (MPa),
 σ_0 napětí potřebné pro pohyb dislokací (MPa),
 k_y materiállová konstanta ($N \cdot mm^{-3/2}$),
 d střední průměr zrna (mm). [1, 2, 4]

Počátečním stavem jsou rekrytalizovaná zrna s malou distribucí rozměrů. Po relativně dlouhé inkubační době za působení dostatečně vysoké teploty, začnou některá zrna růst (u tohoto děje neprobíhá proces nukleace), obzvláště ta, která vykazují větší velikost a dezorientaci než jejich sousedé. Jelikož však u ostatních zrn růst prakticky neprobíhá, a protože dochází k výše zmíněnému poklesu pevnostních vlastností, je sekundární rekrytalizace považována za nežádoucí. Jedinou výjimkou, kdy je sekundární rekrytalizace žádoucí, je výroba hrubozrnných materiálů. Ty se používají pro creepové aplikace nebo k výrobě monokrystalů. [2, 4, 5]

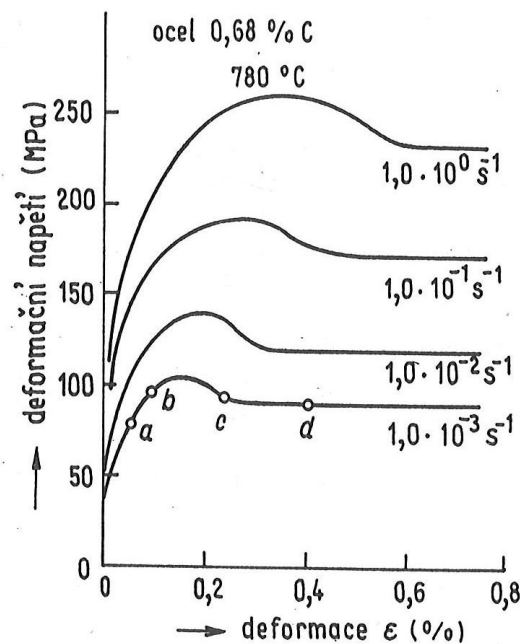
2.3 Dynamické zotavení a dynamická rekrytalizace

Výše charakterizované uzdravovací procesy popisují děje probíhající během procesů žhání. Ty se z časového hlediska nacházejí až za tvářecími operacemi. V praxi však existují podobné procesy, které probíhají již během tváření za tepla. Literatura je proto vymezuje pomocí přídavného jména dynamický. Jejich charakteristickým rysem je zanedbatelné zpevnění materiálu a mechanické vlastnosti na úrovni rekrytalizovaného stavu po téměř celou dobu tvářecího procesu.

Aby mohlo dynamické zotavení plně probíhat, musí být v materiálu přítomno dostatečné (mezí) množství akumulované deformace ϵ_m v důsledku vnějšího napětí. Tuto základní podmínku umocňuje fakt, že zotavení probíhá hlavně za nižších teplot a při menších deformacích materiálu. Podobně jako u statického zotavení, i v tomto případě jsou základními mechanismy pohybu vakancí, skluzu dislokací, anihilace, šplhání dislokací a tvorba subzrn – polygonizace. Celý děj však probíhá rychleji, neboť šroubové dislokace se mohou snáze pohybovat příčným skluzem, hranové dislokace rychleji šplhají i anihilují a snáze vzniká substruktura, jež je navíc výraznější. Již díky tomu dosahuje zpevnění při tváření za tepla nižších hodnot než u tváření za studena, kdy zotavení neprobíhá. Dynamické zotavení je možné pozorovat především u kovů (či jejich slitin) vykazujících velkou energii vrstevné chyby (například hliník či většina kovů s kubickou prostorově středěnou (BCC) mřížkou), neboť u nich dochází k rekrytalizačního procesu až s velmi výrazným zpožděním.

Jako dynamickou rekrytalizaci chápeme nepřetržitý koloběh deformace, tvorby nových zrn a jejich následné deformace, jež můžeme pozorovat především u materiálů s malou či střední energií vrstevné chyby (například měď či austenitická ocel). Tvářený materiál obsahuje oblasti, které vykazují různou úroveň zpevnění i odpevnění, a to v závislosti na orientaci zrn, způsobu zatěžování, či množství a typu nečistot i legujících prvků. Předpokladem vzniku

nových zrn, jenž v tomto případě probíhá především na hranicích původních zrn, je nakupení dostatečného množství energie ve formě deformace, která je vyšší než její kritický stupeň ε_r (Obr. 2.9). Během následného růstu přechází část deformací vygenerovaných dislokací do hranic vznikajících subzrn, zatímco zbylé dislokace zůstávají rozprostřeny v objemu a podílí se na jeho deformaci. V okamžiku, kdy hranice subzrna obsahuje nadkritické množství dislokací, začíná další rekrytalizace. Tento děj se však na rozdíl od statické rekrytalizace nemusí projevit v celém objemu. Při porovnání se statickou rekrytalizací můžeme vypořádat odlišnosti v deformaci (pro nastartování dynamické rekrytalizace je třeba větších deformací), ve vlivu původních zrn (ta u dynamických uzdravovacích procesů výrazně neovlivňují rozměry nových zrn), v rychlosti probíhajících změn (dynamické děje probíhají rychleji) a jejich průběhu (i zde rozlišujeme nukleaci a růst, nukleace však probíhá opakovaně a růst je omezen, čímž vzniká struktura s velmi jemným zrnem). [2, 3, 5, 8]



Obr. 2.9: Závislost napětí-deformace pro ocel AISI C 1060 pěstovaná při teplotě 780 °C, kde vrchol zobrazených křivek představuje ε_r . [3]

Dynamická a statická rekrytalizace nemusí probíhat ve velkých časových rozestupech. Jestliže jsou při deformaci aplikovány vysoké teploty a proces chlazení probíhá po dostatečně dlouhý časový úsek, mohou na dynamickou rekrytalizaci navázat statické uzdravovací procesy. Ve fázi mezi tvářením za tepla a statickými uzdravovacími procesy se ovšem nachází ještě mezistupeň – metadynamická rekrytalizace. Ta je charakterizována jako děj probíhající ještě za teploty, při které probíhala deformace, čehož využívají zárodky vygenerované na konci deformačního procesu k dodatečnému růstu. Podobně jako statický proces je metadynamická rekrytalizace zcela nezávislá na vnějších napětíových podmínkách, na druhou stranu však neprobíhá v celém objemu, ale jen v částech, kde jsou vhodné zárodky pro růst, což se ve výsledku projevuje neúplným odpevněním. [2, 3, 5, 8]

2.4 Vlivy na průběh uzdravovacích procesů

Pro uzdravovací pochody je typický, stejně jako pro jiné děje v materiálových vědách, výrazný vliv interních a externích faktorů. Jedněmi z nejvýraznějších faktorů majících vliv na rekrytalizaci jsou doba a teplota rekrytalizace. Teplota rekrytalizace je ovlivňována mnoha

proměnnými (například velikostí zrna, stupněm deformace nebo čistotou materiálu), a to v návaznosti na konkrétní materiál. Z toho důvodu nemůže být obecně chápána jako konstantní číselná hodnota. Pro účely zjednodušení se proto zavádí informativní interval, a to $(0,25-0,35) \cdot T_M$ pro čisté kovy, $(0,35-0,45) \cdot T_M$ pro kovové materiály o čistotě dosahované v průmyslové praxi a $(0,55-0,6) \cdot T_M$ pro slitiny, přičemž T_M zde představuje teplotu tání konkrétního materiálu. Konkrétní rekrytalizační teplotu zkoumaného materiálu při známých proměnných (viz výše) je možno nalézt pouze při určení nejnižší možné teploty, jež i při velmi dlouhé době zaručí úplnou rekrytalizaci. Příspěvek časového členu je zde tedy důležitý především kvůli vytvoření dostatečného okna pro průběh uzdravovacích dějů. Na druhou stranu však dlouhá časová prodleva může mít negativní vliv na velikost zrn po primární statické rekrytalizaci.

Při podobných úvahách se někdy zapomíná, že vliv teploty a času se projevuje již u ohřevu na rekrytalizační teploty a následném ochlazení. Během ohřevu totiž mohou začít probíhat některé uzdravovací procesy. Bylo zjištěno, že až do určité meze vzrůstající rychlost i teplota ohřevu způsobují zjemnění zrna. Nevýhodou je však progresse v oblasti distribuce velikosti zrn, tvorba vnitřních napětí, což má za následek nárůst koncentrace rekrytalizačních dvojčat, a vytvoření vhodných předpokladů pro nastartování sekundární rekrytalizace. Malá rychlost ohřevu má naopak negativní vliv na rekrytalizaci. Usnadňuje totiž zotavení, čímž odebírá energii potřebnou pro tvorbu nových zrn. V případě ochlazování je naopak nutné zajistit, aby nedošlo k opožděnému růstu některých zrn.

Z vnějších vlivů stojí také za zmínku stupeň deformace. Dle něj rozdělujeme výsledné přetvoření materiálu na malé, střední a velké. V případě malých deformací je výsledkem rekrytalizačního procesu abnormální zvětšení některých zrn. Nejvyšší velikost deformace, která nárůst způsobí, bývá označována přízviskem kritická. Kritickou deformaci není možné vyjádřit formou konstanty, neboť ji ovlivňují různé faktory – průběh deformace, typ materiálu, strukturní stav a jiné. Navíc, v důsledku rozdílné orientace zrn a tím pádem i jejich různé deformace, se v materiálu mohou vyskytovat oblasti s kritickou či podkritickou deformací. V práci [2] je uvedeno, že nebezpečí zhrubnutí zrna je možné částečně omezit vysokoteplotním zotavením před rekrytalizačním procesem, dostatečně rychlým ohřevem na rekrytalizační teplotu (alespoň $100 \text{ }^\circ\text{C/s}$), dostatečným zjemněním struktury před vlastní deformací nebo výběrem materiálu, jenž by obsahoval jemné stabilní částice. U středních a velkých deformací je oproti tomu dodáno do systému dostatečné množství energie, takže nukleace může probíhat snadněji a ve větší míře, což má za následek zjemnění zrna.

V případě uvažování vnitřních vlivů můžeme určit, že nejsnáze budou uzdravovací děje probíhat u čistých kovů a u nekomplikovaných slitin bez legujících prvků a precipitátů (vyšší obsahy prvků a jemnějších precipitátů jsou mnohdy na škodu, neboť omezují růst rekrytalizovaných zrn). Ku prospěchu popisovaného problému přispívají také menší rozměry zrn, neboť tím narůstá počet vhodných míst k uložení deformační energie a tedy k nukleaci zrn nových (tak se dají získat zrna o nejmenší velikosti $1-10 \text{ }\mu\text{m}$). [2, 3, 5]

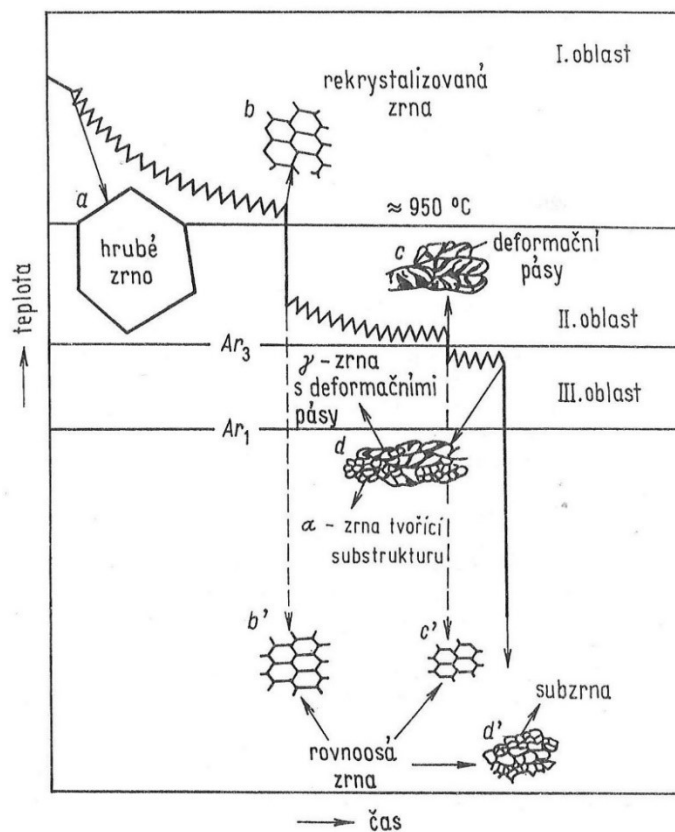
2.5 Využití při řízeném válcování

Jak vyplývá z textu výše, uzdravovací procesy nepředstavují nový fenomén. Průmyslová praxe jich dlouhodobě využívá k úpravě struktury s cílem dosáhnout během i po tváření vyhovujících mechanických vlastností. Například autor literatury [5] uvádí využití odpevňovacích procesů k opětovnému nabytí plasticity materiálu a mimo jiné i k omezení výskytu křehkého interkrystalického lomu. Toho se ve velké míře využívá u tvářecích operací, především v případě řízeného tváření.

Termínem řízené tváření je označován proces, u něhož jsou vnější parametry technologického procesu precizně řízeny za účelem získání strukturního stavu, který by zaručil požadované mechanické vlastnosti. Toho je možné dosáhnout vysokoteplotním či nízkoteplotním tepelně-mechanickým zpracováním. Kromě toho však existuje i třetí cesta, tzv. řízené válcování, jež kromě přeměny austenitu na ferit využívá rekrytalizační proces, který je v některých případech korigován mikrolegováním a řízenou precipitací.

První fázi řízeného válcování chápeme ohřev polotovaru (bramy...) na horní válcovací (kovací) teplotu. Během toho probíhá postupné rozpouštění precipitátů. To, že i po ohřevu zůstávají některé precipitáty v matici není na škodu, neboť omezují růst austenitického zrna a zároveň v důsledku výrazné koncentrace napětí ve svém okolí pozitivně ovlivňují průběh rekrytalizace. Na Obr. 2.10 je vidět, jak může proces řízeného válcování dále pokračovat. V I. oblasti probíhá řízená deformace umožňující zjemnění zrna způsobené dynamickou rekrytalizací. Jelikož však řízené válcování v I. oblasti zaručuje dosažení pouze určité minimální velikosti zrn, provádí se za účelem výraznějšího zjemnění zrn deformace i v II. oblasti. Velmi nápomocné tomu jsou prvky dodané mikrolegováním (především titan, niob, hliník či vanad), jež v důsledku deformace přecházejí z tuhého roztoku do formy jemných precipitátů. Ty, zvláště pokud vykazují průměr kolem 5–6 nm, zásadně zpomalují rekrytalizační proces na úkor zotavení. Díky tomu mohou vzniknout oblasti se zvýšenou koncentrací dislokací, na kterých je umožněna nukleaci zárodků feritu. Následné zhrubnutí precipitátů a tím pádem usnadnění rekrytalizace nevádí, neboť materiál již obsahuje velké množství zárodků, což se ve struktuře projeví výrazným zjemněním zrna.

Nakonec je možné provést deformaci ještě ve III. oblasti. Vyskytujícími se fázemi zde jsou austenit a ferit, který za dané teploty nerekrystalizuje, na druhou stranu ale ani nehrubne. To v kombinaci se zotavením zaručuje vznik nedeformovaných rovnoosých zrn a subzrn, jež vykazují zvýšené množství dislokací. [3, 5]

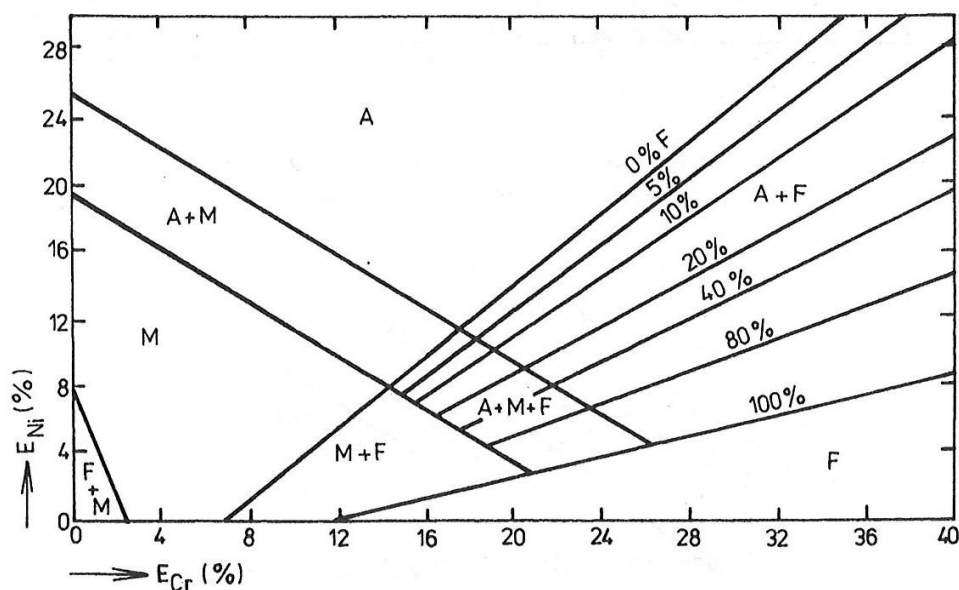


Obr. 2.10: Vliv průběhu řízeného válcování na strukturu materiálu. [3]

2.6 Korozivzdorné austenitické oceli

Z bezpečnostních, ekonomických i finančních důvodů je u některých výrobků požadována zvýšená odolnost vůči degradaci způsobené interakcí povrchu součásti s vnějším prostředím. V mnoha případech však není z hlediska konstrukce, technologie nebo požadované aplikace možná tvorba bariér pomocí vrstev nátěrů, kovů či nekovových látek. Proto se v mnoha aplikacích používají materiály, které sami o sobě vykazují zvýšenou odolnost vůči korozi. Z konvenčních materiálů jsou k tomuto účelu používány především tzv. korozivzdorné oceli. [9]

Aby bylo možné mluvit o korozní odolnosti u ocelí, musí být v tuhém roztoku přítomno nejméně 12,5 % chromu. Ten vytváří na povrchu materiálu pasivační vrstvu tvořenou oxidy na bázi chromu, jež omezují korozní proces. Kromě chromu jsou do ocelí přidávány i další prvky (nikl, titan, niob, molybden atd.), jejichž přítomnost výrazným způsobem ovlivňuje termodynamickou stabilitu jednotlivých struktur. V důsledku toho se může například přidáním 18 hm. % chromu a 8 hm. % niklu vyskytovat austenitická struktura i za pokojové teploty. Pro vyjasnění této problematiky byl vytvořen Schaefflerův diagram (Obr. 2.11), jenž graficky znázorňuje vliv příměsových prvků na výslednou strukturu. Osa x zde vyjadřuje vliv prvků podporujících vznik martenzitu či feritu - tzv. chromový ekvivalent (E_{Cr}), jehož definice je uvedena v rovnici 2.3. Osa y Schaefflerova diagramu představuje niklový ekvivalent (E_{Ni}) popisující účinek austenitotvorných prvků (rovnice 2.4). Z Obr. 2.11 je patrné, že výsledná struktura může být martenzitická, feritická, austenitická či smíšená (duplexní). Jelikož ocel použitá v této práci vykazuje austenitickou strukturu, budou v této práci dále rozebírány austenitické korozivzdorné oceli. [10, 11]



Obr. 2.11: Schaefflerův diagram. [12]

$$E_{Cr} = \%Cr + \%Mo + 1,5 * \%Si + 0,5 * \%Nb + 2 * Ti \quad (2.3)$$

$$E_{Ni} = \%Ni + 30 * (\%C + \%N) + 0,5 * (\%Mn + \%Cu + \%Co) \quad (2.4)$$

Množství a typ legujících prvků či výsledné mechanické vlastnosti jsou především ekonomickým kompromisem, protože legující prvky navyšují konečnou cenu výrobku. Nejdůležitější legující prvky u austenitických korozivzdorných ocelí jsou chrom (obvykle v rozmezí 18–20 %) a nikl (obsah přibližně 8–11 %). Chrom zajišťuje korozivzdornost, nikl pak výrazně posiluje žáruvzdornost a slouží jako hlavní austenitotvorný prvek (Obr. 2.11). Další používané prvky jsou: Mangan (1–2 %), jenž se přidává pro zvýšení pevnosti tuhého roztoku a

také jako náhrada za drahý nikl. Má pozitivní vliv na rozpustnost dusíku v matici. Dále molybden, jehož úkolem je zlepšení odolnosti vůči šterbinové i bodové korozi v prostředí obsahujícím chloridy [13]. Na druhou stranu však podporuje precipitaci karbidů (Lavesovy fáze a sigma fáze). Kromě toho je silně feritotvorný, takže austenitické oceli legované molybdenem musejí obsahovat více niklu, aby byla zaručena přítomnost austenitické fáze. Za zmínku stojí také titan, niob a vanad, které se používají z důvodu stabilizace oceli a také ke zlepšení pevnostních vlastností za vysokých teplot. Ve vysokých koncentracích však mají negativní vliv na creepovou houževnatost. Uhlík se stejně jako u ostatních typů ocelí používá především k zvýšení pevnosti. V matici je rozpustný do koncentrace 0,03 %, ale většinou interaguje s karbidotvornými prvky (Cr, Mo, Ti, Nb, V atd.) a vytváří karbidy či karbonitridy. Dusík je austenitotvorný prvek, který má pozitivní vliv na zpevnění tuhého roztoku a celkovou životnost materiálu za vysokých teplot. Pokud má možnost, interaguje s Ti a Nb za vzniku nitridů. Síra a fosfor se u austenitických korozivzdorných ocelí vyskytují maximálně v koncentracích 0,010–0,015 % v případě síry a 0,025–0,045 % u fosforu.

Ačkoliv jsou mnohé austenitické oceli vyráběné s cílem tvorby jednofázové struktury, může při tváření za studena, v důsledku chemické heterogenity nebo během rychlého ochlazení na nízké teploty vzniknout martenzit. Počáteční teplotu vzniku martenzitické struktury v důsledku ochlazování (M_s) je podle autora práce [12] možné v závislosti na legujících prvcích přibližně určit jako

$$M_s = 1350 - [1665 * (\% C + \% N) + 28 * \% Si + 33 * \% Mn + 42 * \% Cr + 61 * \% Ni], \quad (2.5)$$

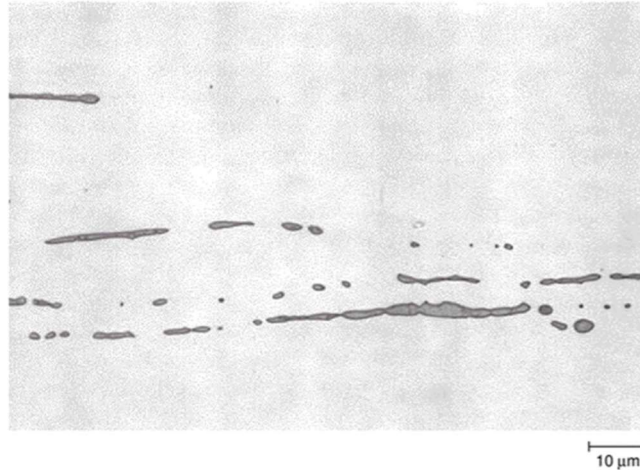
kde M_s je v stupních Celsia. Z rovnice je patrné, že tepelně aktivovaný vznik martenzitu ovlivňují především uhlík a dusík. Praktickým důkazem toho je tvorba martenzitu na hranicích austenitických zrn, čemuž napomáhá lokální pokles koncentrace uhlíku i chromu při vzniku karbidů (především $M_{23}C_6$). Výsledný martenzit se může vyskytovat s těsně uspořádanou hexagonální mřížku (HCP) – tzv. epsilon martenzit (ϵ), nebo s BCC mřížku – tzv. alfa primární martenzit (α').

Martenzit vzniklý v důsledku deformace má při tváření za studena výrazný podíl na výsledném zpevnění materiálu. V tomto případě je možné určit počáteční teplotu vzniku určitého množství martenzitické struktury vztahem

$$M_{D30} = 413 - 462 * (\% C + \% N) - 9,2 * \% Si - 8,1 * \% Mn - 13,7 * \% Cr - 9,5 * \% Ni - 18,5 * \% Mo, \quad (2.6)$$

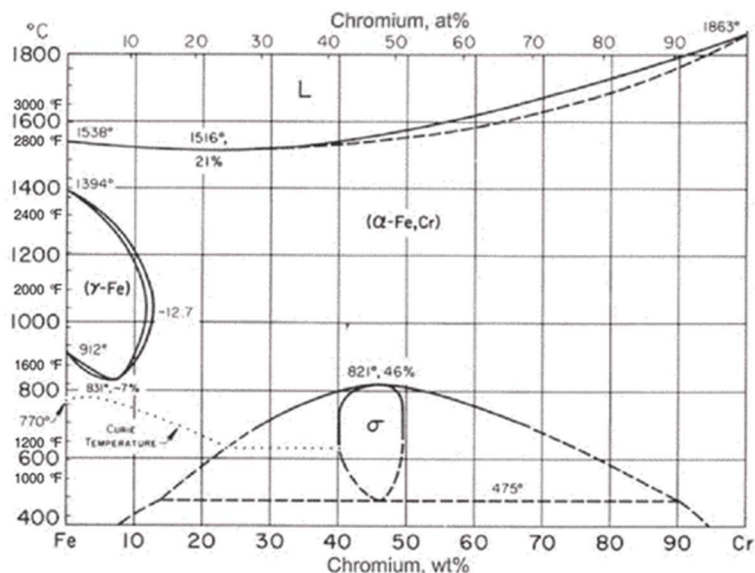
kde M_{D30} je teplota v stupních Celsia, při které se bude v struktuře v důsledku 30% skutečné deformace vyskytovat 50 % martenzitu.

Kromě martenzitu se v důsledku segregace feritotvorných prvků může v struktuře austenitických korozivzdorných ocelí (především u velkých odlitků či u svařenců) vyskytovat i delta (δ) ferit (Obr. 2.12). Ten je v struktuře snadno rozeznatelný, neboť na rozdíl od austenitické fáze nevykazuje charakteristická žíhací dvojčata. Přítomnost delta feritu není na jednu stranu považována za úplně nežádoucí, neboť omezuje vznik trhlin za tepla (například při svařování). Naproti tomu je důležité počítat s tím, že delta ferit může u austenitických ocelí usnadnit tvorbu sigma fáze. [10, 11, 14]



Obr. 2.12: Částice feritu v austenitické korozivzdorné oceli AISI 304L pozorovaná na světelném mikroskopu. [10]

Pro hlubší pochopení sigma fáze se používá rovnovážný diagram železo-chrom (Obr. 2.13). Z něj je možné vyčíst, že se jedná o intermetalickou fázi tvořenou železem, chromem a mnohdy i dalších příměsovými prvky (například molybdenem). Základní stavební buňku sigma fáze obvykle tvoří až 30 atomů, jež jsou uspořádány do komplikované tetragonální konfigurace. Jelikož je formování takovéto struktury velmi náročné, bývá sigma fáze obvykle pozorována až na použitých strojních dílech, které pracovaly za teplot 500–700 °C. Nukleace a růst většinou probíhají buď uvnitř feritických zrn (v takovém případě je vliv sigma fáze na výsledné vlastnosti zanedbatelný) nebo na rozhraní ferit-austenit, což má velmi negativní vliv na houževnatost, korozní odolnost a pevnost austenitických korozivzdorných ocelí za vysokých teplot. [10, 14]



Obr 2.13: Rovnovážný diagram Fe-Cr. [10]

Kromě sigma fáze se v austenitických korozivzdorných ocelích může vyskytovat ještě další intermetalická fáze – tzv. Lavesova (η) fáze. Ta se většinou vyskytuje ve formě rovnoosých částic s HCP mřížkou (například Fe_2Nb či Fe_2Ti), jež se nacházejí uvnitř zrn. Lavesova fáze může být nejčastěji pozorována v niobem stabilizovaných ocelích, kde napomáhá vzniku karbidů M_6C .

Karbid M_6C se vyskytuje v ocelích vystavených vyšším teplotám po dlouhý časový úsek. Má FCC mřížku a vyskytuje se v různých formách. V závislosti na chemickém složení oceli může být tvořen Fe_3Nb_3C či například M_5SiC , jenž po dlouhé době přechází do formy Cr_3Ni_2SiC . M_6C je často zaměňován s G fází.

G fáze je relativně stabilní sloučenina s FCC mřížkou, jež vzniká za vyšších teplot (u ocelí obsahujících niob je to přibližně 500–850 °C). Její obecný vzorec je $X_{16}Y_6Z_7$, kde X i Y jsou přechodné kovy (X je většinou nikl, na pozici Y bývá titan či niob, ale mohou to být v malých množstvích i chrom a železo) a Z jsou prvky ze IV. skupiny (uhlík, křemík). Vyskytuje se na hranicích zrn u ocelí stabilizovaných titanem či niobem. [14]

Jak již bylo napsáno výše, pro dosažení korozivzdornosti je potřeba, aby bylo v matici rozpuštěno alespoň 12,5 % chromu. Chrom je však karbidotvorný prvek, a proto přednostně reaguje s uhlíkem za vzniku karbidů či karbonitridů. V důsledku toho může v okolí karbidu poklesnout koncentrace chromu pod požadovanou mez, což má za následek nastartování korozních dějů. Aby tomu bylo zabráněno, přidávají se do oceli prvky s vyšší afinitou k uhlíku, než má chrom. Tyto prvky (obvykle titan či niob) vyvazují uhlík, takže podmínka korozivzdornosti zůstane splněna. Kromě toho je možné omezit vznik nežádoucích karbidů snížením obsahu uhlíku nebo provést stabilizační žíhání. To probíhá za teplot přibližně 840–900 °C a vytváří lepší uspořádání karbidů díky procesu rozpouštění a následnému vylučování karbidů. Při výrazně vyšších teplotách (například během svařování) se rozpouští i karbidy titanu a niobu, což má za následek vznik karbidu $M_{23}C_6$. [10, 11, 15]

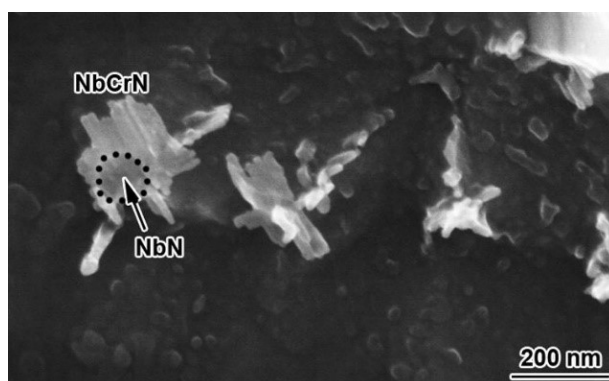
Velmi často se již od počátku precipitačních dějů (obzvláště pokud je v oceli přítomno více bóru) formuje karbid $M_{23}C_6$. Jeho FCC strukturu tvoří nejčastěji chrom, přičemž občas mohou sloužit jako substituční náhrady železo, nikl či molybden. Nevýhoda tohoto karbidu spočívá v jeho častém formování na hranicích zrn (Obr. 2.14), ze kterých odebírá přítomný chrom. To následně vede k poklesu chromu na hranicích zrn pod 12,5 %, což má za následek velmi nebezpečný jev – mezikrystalovou korozi. Aby tomu bylo zabráněno, provádí se u většiny k mezikrystalové korozi náchylných ocelí stabilizační žíhání (popsáno v předchozím odstavci) nebo rozpouštěcí žíhání. To se skládá z ohřevu na teploty 1040–1150 °C (konkrétní teplota výdrže je určována s ohledem na koncentraci uhlíku v oceli) a velmi rychlého ochlazení. [11, 14, 15]



Obr. 2.14: Austenitická zrna s karbidy chromu na hranicích zrn. Ocel AISI 304, SEM. [10]

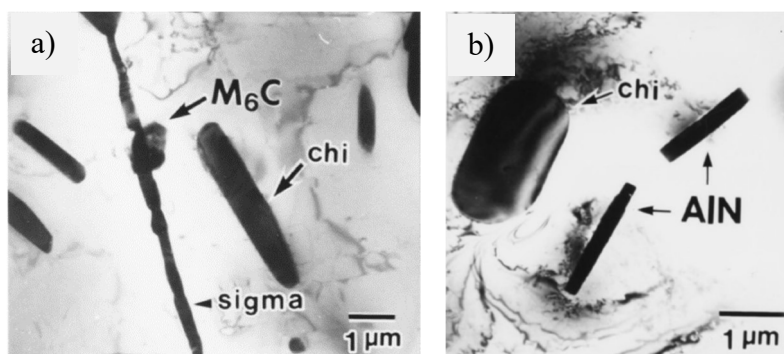
MX precipitáty se vyskytují v austenitických ocelích obsahujících velmi silné karbidotvorné či nitridotvorné prvky (titan, niob, vanad, tantal, aj.). Vznikají tak karbidy či nitridy titanu nebo niobu. Všechny mají FCC mřížku a formují se většinou uvnitř zrn, na hranicích dvojčat, či na vrstevných chybách. Z hlediska geometrie vytvářejí objekty krychlového tvaru.

Komplikovanějším karbonitridem je Z fáze. Vyskytuje se zřídka v stabilizovaných ocelích, které mají dostatečně vysoký obsah dusíku. Má tetragonální buňku složenou nejčastěji z Nb, Cr a N. Vzniká a je obzvláště stabilní za vyšších teplot, přičemž vytváří disperzi částic kvádrového či tyčinkovitého tvaru (Obr. 2.15). [14]



Obr. 2.15: Částice Z fáze v austenitické oceli. [16]

Kromě výše uvedeného výčtu se mohou v austenitických korozivzdorných ocelích vyskytovat i jiné fáze, například karbidy $M_{18}C$ (χ fáze – Obr. 2.16) a M_7C_3 , Ni_3Ti precipitáty, precipitáty mědi, Cr_2N částice, fosfidy chromu či například karbosulfidy manganu. [14]



Obr. 2.16: Karbid M_6C , χ a sigma fáze (a), χ a AlN částice (b) v austenitické oceli. [17]

Vyjmá výše popsaných austenitických korozivzdorných ocelí (tzv. chromniklových) se používají také chromniklmanganové austenitické korozivzdorné oceli. Nikl je zde z ekonomických důvodů nahrazován v určité míře manganem, přičemž nižší cena je vyvážena částečným zhoršením korozní odolnosti. Chemické složení bývá 12–22 % chromu, 3–8 % niklu, 5–12 % manganu a 0,02–0,15 % uhlíku. Stabilita austenitu je zde kromě některých hlavních legujících prvků podporována přísadami dusíku a mědi. Největší výhodou těchto ocelí je dobrá svařitelnost, za zmínku také stojí přijatelné mechanické a korozní vlastnosti. [12, 18]

Speciálním případem jsou manganové austenitické oceli, z nichž nejznámější je Hadfieldova ocel. Kombinace většinou austenitotvorných prvků v netradičním poměru a tepelného zpracování (ohřev na teploty kolem 1000 °C s následným ochlazením do vody) vytváří materiál s vysokou kujností, velkou kapacitou zpevnění, výbornou pevností (800–900 MPa), tažností (35–50 %) a odolností proti oťeru. Její nevýhodou je relativně nízká mez kluzu (345–415 MPa) a špatná obrobiteľnosť. Hadfieldova ocel je charakteristická obsahy 12–15 % manganu a 1,2–1,5 % uhlíku. Kromě toho se v ní vyskytují řádově jednotky % mědi a niklu z důvodu stabilizace austenitu, maximálně 2 % molybdenu, jenž omezuje praskání a navyšuje pevnost, a jednotkově i vyšší % chromu). Uplatňuje se především v těžebním, ocelářském i stavebním průmyslu a také v železniční dopravě. [11, 19]

2.7 Zpracování austenitických korozivzdorných ocelí

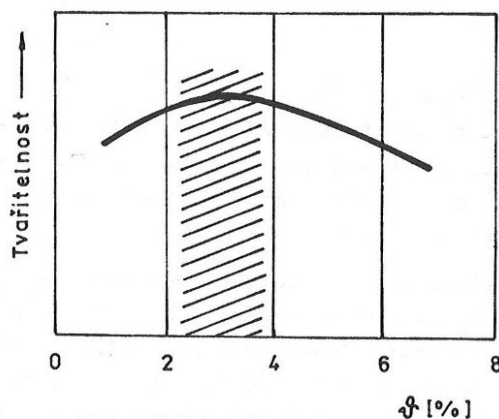
Často používanou technologií zpracování u ocelí uvažovaných v této práci je tváření za tepla. Pro optimální průběh tvářecích dějů je již při logistické přípravě tohoto procesu nutné respektovat špatnou tepelnou vodivost a vysoký deformační odpor těchto ocelí. Ten sice s rostoucí teplotou klesá, vyšší teploty však na druhou stranu vytvářejí předpoklady pro nežádoucí růst zrna. Tváření za vysokých teplot se proto provádí jen minimálně. Na počátku tvářecího procesu je materiál nejprve ohříván na teploty kolem 800 °C. Je potřeba, aby už v této fázi byl povrch zpracovávaného tělesa očištěný od olejů a maziv, které by v důsledku zvýšené absorpce uhlíku austenitickou fází mohly způsobit nežádoucí nauhličení povrchových vrstev oceli. Po dostatečné prodlevě, která zaručí rovnoměrné prohřátí povrchu i středu výrobku, následuje další ohřev. Nad 900 °C je tepelná vodivost korozivzdorných ocelí již na dostatečně vysoké úrovni, takže ohřev na horní tvářecí teplotu může být rychlejší. Pro homogenní teplotu celého výrobku se před hlavními technologickými operacemi provádí ještě 15 až 30minutová prodleva. Ohřev a následné tváření může probíhat v slabě oxidační atmosféře, jelikož austenitické korozivzdorné oceli jsou dostatečně odolné vůči opalu.

Tváření za tepla začíná obvykle na teplotách 1150–1250 °C. Nejvhodnějším způsobem je v tomto případě lisování (nejméně při něm probíhá rekrystalizace), ale často se používá i válcování, jež je částečně popsáno v rámci kapitoly uzdravovacích procesů, a kování. Při volném kování bývají první prováděné úběry mírnější, načež jejich intenzita postupně narůstá. Cílem je plastické deformace celého objemu kovaného tělesa. V průběhu deformace by se teplota měla pohybovat v rozmezí přibližně 1150–900 °C. Pokud teplota během tváření klesne na dolní mez (v závislosti na složení oceli je to obvykle 870–930 °C), je nutné tvářené těleso znova ohřát. Technologií volného kování lze získat jen jednoduché tvary, jelikož austenitické oceli při tváření za tepla částečně zpevňují.

Na průběh tvářecích procesů má také vliv struktura a chemické složení oceli. Tvařitelnost v určitých mezích napomáhá delta ferit (Obr. 2.17), naopak negativní vliv má mikrosegregace, jež může mít za následek vznik trhlin v materiálu, a vměstky na hranicích zrn. Ty tak mohou být oslabeny přítomností karbidů, oxidů, sulfidů či fosfidů. Kromě segregace a vměstků negativně ovlivňují tvařitelnost za tepla nečistoty. Jejich vliv je vyjádřen ekvivalentem olova (E_{Pb}) pomocí rovnice

$$E_{Pb} = Pb + 4Bi + 0,015Sn + 0,02Sb + 0,007As, \quad (2.7)$$

kde E_{Pb} i obsahy prvků jsou v hmotnostních procentech. Tak či onak, dobrá tvařitelnost je podmíněna hodnotami E_{Pb} pod 0,005 %. Pozitivní vliv na tvařitelnost má v rozmezí 20–40 ppm bór (při vyšších obsazích však zhoršuje tažnost za tepla). [12, 18]



Obr. 2.17: Vliv množství δ feritu (%) v austenitické oceli na tvařitelnost. [18]

Pro konečné vlastnosti ocelí bývají zpravidla rozhodující provedená tepelná zpracování (TZ). Kromě rekrystalizačního žíhání, jehož cílem jsou v minulé kapitole popsané děje statického zotavení a rekrystalizace, se u austenitických korozivzdorných ocelí provádí i rozpouštěcí žíhání. V případě nestabilizovaných ocelí spočívá v ohřevu na teploty 1050–1100 °C, výdrži po dobu až půl hodiny (je potřeba přibližně 1,5 minuty pro prohřev 1 mm tloušťky materiálu) a následným rychlým ochlazením ve vodě či na vzduchu. Způsob ochlazování se volí v závislosti na tloušťce žíhaného objektu, přičemž podmínkou je taková rychlost ochlazování, která zaručí nevytvoření karbidů po hranicích zrn. U stabilizovaných ocelí se navíc jako pojistka vůči mezikrystalové korozi aplikuje žíhání na 850–900 °C po dobu 2 hodin (tzv. stabilizační žíhání). Pokud je potřeba, používají se při TZ ochranné atmosféry. Nejčastěji jsou to vodík, směsi vodíku a dusíku, krakovaný amoniak a vzácně i směs dusíku a argonu.

Z hlavních způsobů chemicko-tepelného zpracování (CHTZ) se nejčastěji provádí nitridování. Jeho použití je však omezené, protože se u legovaných ocelí provádí velmi obtížně a také proto, že snižuje odolnost vůči korozi, neboť chrom rozpuštěný v tuhém roztoku reaguje s dusíkem za vzniku nitridů. Nejčastějším účelem nitridace je zvýšení odolnosti vůči otěru. [11, 12, 15, 18]

3 Použité metody

3.1 Materiál

V experimentální části této práce byla použita austenitická chromniklová korozivzdorná ocel, jež je podle ruské národní normy GOST označena zkratkou 08Ch18N10T. Prameny [20, 21] nezávisle na sobě uvádějí, že jako ekvivalentní je možné uvažovat značení 17248 v případě ČSN normy, 1.4541 v normě DIN, X6CrNiTi1810 podle EN a AISI 321 při práci s americkou normou ASTM. S touto ocelí se můžeme potkat v automobilovém, leteckém, chemickém, papírenském i energetickém průmyslu. [13, 20, 22]

Podle GOST(u) 563-72 je přítomnost některých prvků v oceli limitována hodnotami uvedenými v Tab. 1. Požadované množství titanu není konstantní, ale závisí na koncentraci uhlíku (jedná se o tzv. stabilizovanou ocel). Tím se v kombinaci s požadavkem nízkého obsahu uhlíku zaručuje, že v oceli nebudou vznikat nežádoucí karbidy $M_{23}C_6$ na hranicích zrn. Chromu tak zaručeně zůstává více jak 12,5 % v matici, čímž je splněna podmínka korozivzdornosti a odolnosti vůči mezikrystalové korozi.

Tab. 1: Obsah legujících prvků oceli 08Ch18N10T podle GOST(u) 563-72. [23]

prvek	C	Si	Mn	Cr	Ni	Ti
množství (%)	<0,08	<0,08	<2	17–19	9–11	5*C

Chemické složení oceli použité v této práci je uvedeno v Tabulce 2. Pomocí rovnic 2.3 a 2.4 se dá z Tab. 2 určit, že $E_{Cr} = 19$ a $E_{Ni} = 13$. Podle Schaefflerova diagramu by tedy použitá ocel skutečně měla vykazovat austenitickou strukturu. V závislosti na lokálních odchylkách chemického složení se však může místy vyskytovat malé množství delta feritu.

Tab. 2: Chemické složení použité oceli (hm. %), (H v ppm).

C	Mn	Si	P	S	Cr	Ni	Mo	V	W	Nb
0,05	1,43	0,54	0,022	0,002	17,6	10,0	0,11	0,08	0,03	0,01

Ti	Cu	Al	Sn	As	N	O	H	Co	B	Fe
0,349	0,07	0,056	<0,005	<0,005	0,0113	0,0027	0,5	0,02	0,0045	zbytek

Při studiu austenitické oceli 08Ch18N10T se můžeme často setkat s různými typy tepelného zpracování. Kromě žihání, jehož cílem jsou statické uzdravovací procesy, se často provádí i žihání rozpouštěcí a stabilizační. Rozpouštěcí žihání probíhá za teplot 955–1120 °C. Poté sice nemusí nutně následovat ochlazení do vody, doporučuje se však především u součástí s tloušťkou přesahující 6,4 mm, aby bylo dosaženo maximálního množství austenitu v matici. Oproti tomu stabilizační žihání probíhá za nižších teplot. Chandler i Mahmoudi et al. [24, 25] uvádějí, že za teplot 854–900 °C, respektive 900 °C po dobu 5 hodin je možné dosáhnout nejlepšího stabilizačního efektu, což se projeví nepřítomností či omezenou přítomností nežádoucích karbidů, a tedy lepší korozní odolností. [24]

Z mechanických vlastností bývají často uváděny mez kluzu ($R_{p0,2}$), jež obvykle dosahuje 200 MPa, mez pevnosti (hodnota kolem 530 MPa) a tvrdost vyžíhaného materiálu s velikostí přibližně 180 HB. Pro dosažení požadovaného tvaru se oceli 08Ch18N10T nejčastěji zpracovávají svařováním a tvářením. Doporučená horní kovací teplota se nachází v rozmezí hodnot 1150 až 1260 °C, celý kovací proces by poté měl probíhat nad teplotou 925 °C. [20, 24]

Materiál použitý v této práci byl nejprve zpracován firmou ŽĎAS a.s. Vstupní polotovár byl ohříván po dobu 5 hodin za účelem prohřátí celého průřezu na horní kovací teplotu 1200 °C. Poté byl překován z kvádrů o rozměrech 200×300×1000 mm na kvádr o průřezu 200×200 mm. Jelikož teplota materiálu při kování na vzduchu postupně klesala, bylo nutné provést mezhřev na cílovou teplotu 1200 °C při výdrži po 1 hodinu. Po mezhřevu následovaly v technologickém postupu další operace. Během nich byl materiál překován na konečné rozměry (Tab. 3), jež jsou charakterizovány prokováním (rozdílem mezi velikostí počáteční a koncové plochy průřezů výkovku), a následně ochlazen na vzduchu. Z vychladlých výkovků bylo poté nařezáno 5 kotoučů o tloušťce 25 mm (Obr. 3.1).

Tab. 3: Rozměry a procesní informace konečných výkovků.

průměr (mm)	délka (mm)	doba prokování (minuty)	dokovací teplota (°C)	prokování (-)
150	300	4	1080	3,4
100	300	4	1050	7,64
70	300	4	950	15,6

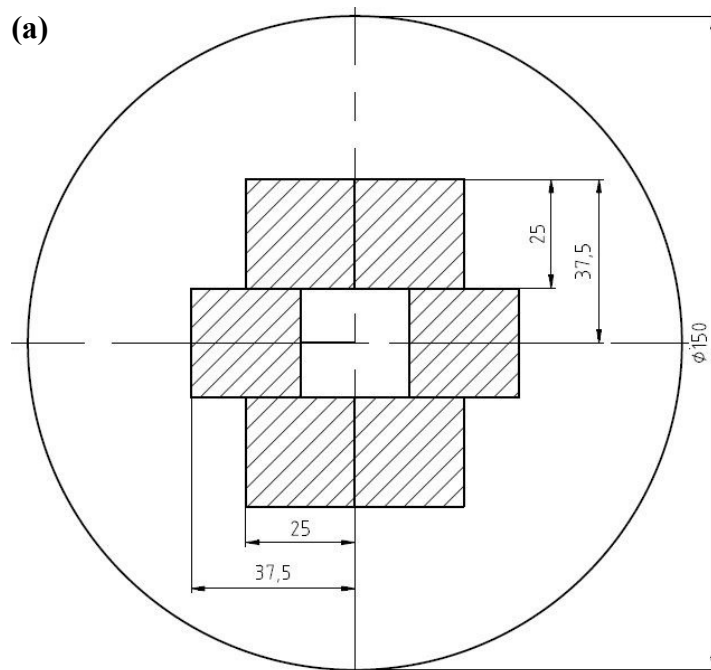


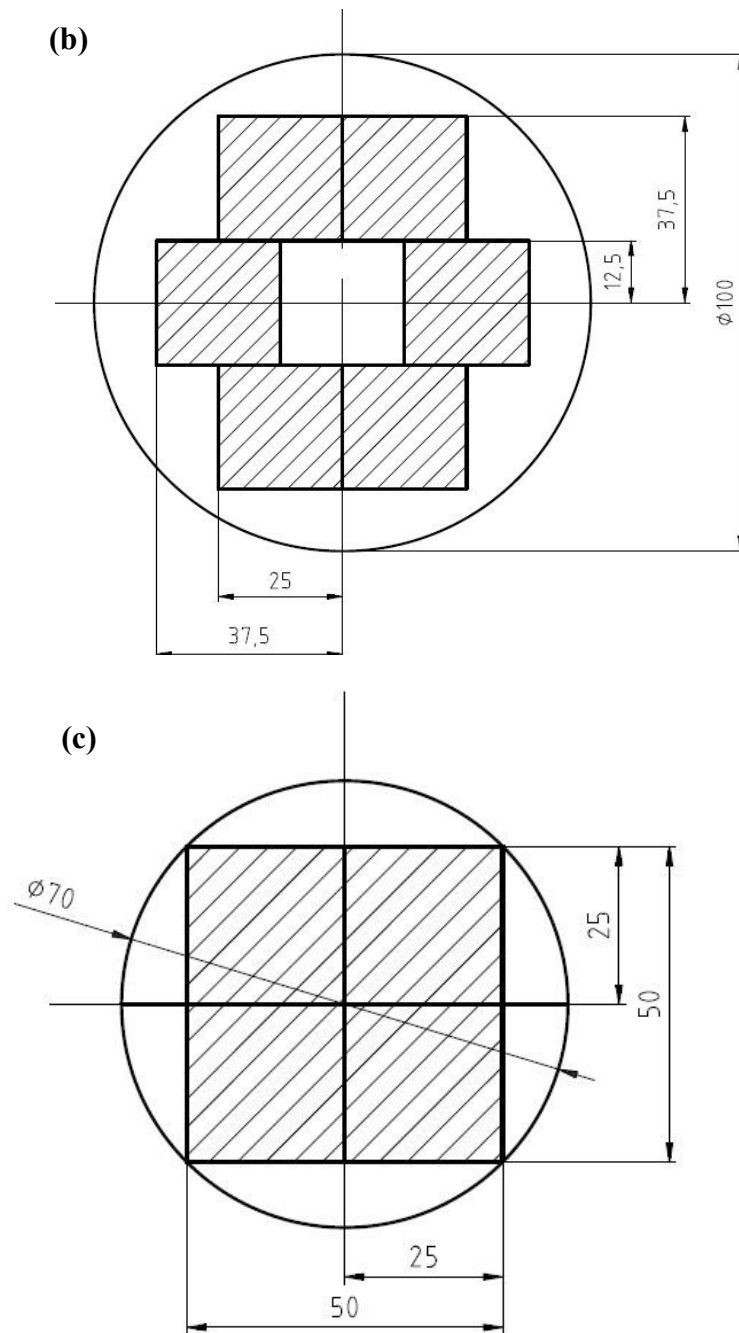


Obr. 3.1: Dodané kotouče s průměrem 150 (a), 100 (b) a 70 mm (c).

Celkem bylo tedy vytvořeno 15 kotoučů s 3 různými průměry. Pro použití v této práci však bylo nutné kotouče dále zpracovat na vzorky. Z toho důvodu byly navrženy rozřezové plány určující vhodné pozice pro odběr materiálu na vzorky o rozměrech 25×25×25 mm. Snahou bylo vybrat místa, jež se nacházejí přibližně stejně daleko od středu, čímž by byla zaručena reprezentativnost všech vzorků (Obr. 3.2).

Pomocí pásové pily byly ze zkušebního materiálu vyříznuty kvádry, jež byly následně za použití rozbrušovací pily Discotom-2 od firmy Struers zpracovány na jednotlivé vzorky.





Obr. 3.2: Místa odběru vzorků z kotoučů o průměru 150 (a), 100 (b) a 70 mm (c).

V rámci této práce bylo provedeno žíhání za účelem pozorování vlivu deformace vložené kováním, teploty i výdrže ohřevu na tvrdost a strukturu materiálu. U vzorků ze všech 3 průměrů materiálu byly aplikovány 4 teplotní režimy s 3 různými časovými prodlevami.

Protože by v daném množství mohlo dojít k neúmyslné záměně jednotlivých vzorků, byl pro lepší orientaci navrhnut systém symbolů, který každému vzorku uděluje jedinečné označení (Obr. 3.3). To tvoří 3 symboly (Tab. 4). Na 1. místě se nachází písmena, sloužící k identifikaci teploty žíhání, zatímco písmena A až C na 2. místě vyjadřují průměr kotouče, ze kterého byl vzorek odebrán, a tedy míru vložené deformace (velikost prokování) materiálu. Nakonec jsou značky zakončeny číslem, které symbolizuje délku prodlevy (Tab. 5, 6 a 7).

Tab. 4: Seznam symbolů použitých pro označení vzorků.

teplota TZ		Průměr kotouče		délka TZ	
hodnota (°C)	symbol	hodnota (mm)	symbol	hodnota (min)	symbol
0	0	150	A	0	0
1050	J	100	B	10	1
1100	K	70	C	50	5
1140	L	-	-	100	9
1200	M	-	-	-	-

Tab. 5: Značení vzorků vytvořených z kotoučů o průměru 150 mm.

teplota TZ (°C)	délka TZ (min)		
-	10	50	100
1050	JA1	JA5	JA9
1100	KA1	KA5	KA9
1140	LA1	LA5	LA9
1200	MA1	MA5	MA9
bez TZ	0A0		

Tab. 6: Značení vzorků vytvořených z kotoučů o průměru 100 mm.

teplota TZ (°C)	délka TZ (min)		
-	10	50	100
1050	JB1	JB5	JB9
1100	KB1	KB5	KB9
1140	LB1	LB5	LB9
1200	MB1	MB5	MB9
bez TZ	0B0		

Tab. 7: Značení vzorků vytvořených z kotoučů o průměru 70 mm.

teplota TZ (°C)	délka TZ (min)		
-	10	50	100
1050	JC1	JC5	JC9
1100	KC1	KC5	KC9
1140	LC1	LC5	LC9
1200	MC1	MC5	MC9
bez TZ	0C0		



Obr. 3.3: Označené a rozřezané vzorky.

Do několika nevyužitých vzorků byly navrtány díry o průměru 3,5 mm. Důvodem tohoto konání bylo použití termočlánku OMEGA s cílem potvrzení přesnosti regulátoru Mikrotherm® 825, jenž reguloval teplotu v laboratorní komorové peci LAC L 09 V. Dále bylo nutné určit dobu, za kterou bude vzorek i ve svém středu ohřátý na požadovanou teplotu. Protože funkčnost regulátoru byla potvrzena a také byl určen časový interval dostatečně dlouhý pro úplný ohřev (8 minut), mohla být provedena žíhání v souladu s hodnotami uvedenými v Tabulkách 4, 5 a 6, jež byla zakončena chladnutím na vzduchu (Obr. 3.4).



Obr. 3.4: Chladnutí vzorků po tepelném zpracování.

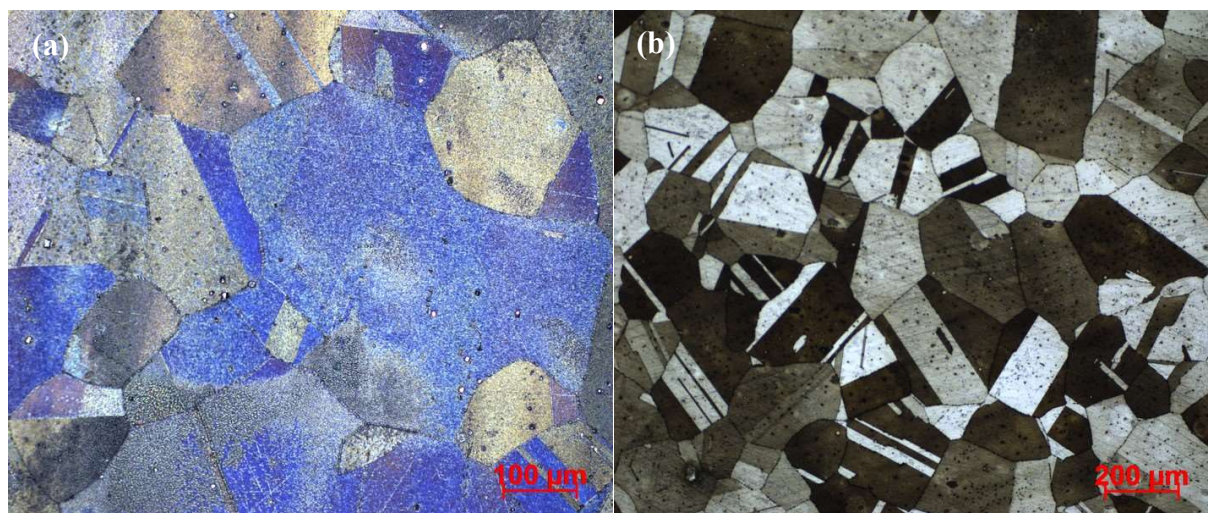
3.2 Metalografie

Po žihání byla tloušťka vzorků zmenšena na polovinu (Obr. 3.3) kvůli eliminaci oduhličení. Proces zalisování byl proveden na přístroji LECO PR-4X. Zalisované vzorky byly poté broušeny za mokra na přístroji Leco GPX 300 pomocí brusných papírů s vyznačenými 200, 350, 500, 1000 a 2000 zrnitostmi, přičemž jednotlivé intervaly broušení měly délku přibližně 5 minut. Po broušení následovalo leštění. To se uskutečnilo za využití leštících pláten, na kterých byly nanесeny pasty, jež obsahovaly diamantové částice o rozměrech 3 a 1 μm . Jako smáčedlo sloužil etanol.

Posledním krokem přípravy vzorku pro pozorování bylo chemické leptání. Na počátku bylo odzkoušeno několik typů leptadel (Tab. 8). Leptadlo V2A, stejně jako Beraha II, sice hranice zrn naleptalo, avšak u jemnozrnných vzorků nedostatečně. Použití leptadel „Vyklický“ i Marble mělo za následek zvýraznění delta feritu i některých vměstků, avšak na hranice zrn nemělo výrazný vliv. Nejlépe hranice zrn naleptaly Beraha II a Aqua regina (Lučavka královská). Po konečném porovnání účinnosti leptadel (Obr. 3.5), byla navzdory barevnému kontrastu Beraha II vybrána jako hlavní leptadlo Lučavka královská.

Tab. 8: použitá leptadla.

leptadlo	chemické složení
V2A	H ₂ O (100 ml), 32% HCl (100 ml), 65% HNO ₃ (10 ml), smáčedlo (0,3 ml)
„Vyklický I“	HCl (92 ml), H ₂ SO ₄ (5 ml), HNO ₃ (3ml)
„Vyklický II“	FeCl ₃ (8,5 g), CuCl ₂ (2,4 g), HCl (122 ml), HNO ₃ (6 ml), etanol (122 ml)
Marble	CuSO ₄ (10 g), HCl (50ml), voda či líh (50 ml)
Beraha II	H ₂ O (100 ml), HCl (30 ml), NH ₄ FHF (6 g), K ₂ S ₂ O ₅ (1 g)
Aqua regina	HCl a HNO ₃ (poměr objemů 3:1)



Obr. 3.5: Povrch vzorku LC9 po naleptání Berahou II (a) a Lučavkou královskou (b)

3.3 Pozorování struktury

Za účelem pozorování hranic zrn byl v této práci použit světelný mikroskop Zeiss Axio Observer Z1m.

3.4 Metodika hodnocení velikosti zrn

Měření velikosti zrn kovových materiálů je v současnosti ošetřeno normou ČSN EN ISO 643. Pro měření byl žádoucí odběr vzorků z oblastí, které mohou být považovány za reprezentativní vzhledem k okolnímu materiálu. Proto bylo potřeba vyhnout se povrchům nebo oblastem, v jejichž blízkosti by mohlo být naakumulováno nadprůměrné množství deformační energie. Kromě toho bylo třeba při hodnocení struktury vzít na vědomí, že austenitické oceli mohou vykazovat žíhací dvojčata, jež se nacházejí uvnitř zrn a mezi hranice zrn se podle použité normy nepočítají.

Hlavní část použité normy tvoří seznam metod, jež popisují možné způsoby určení velikosti zrn. Jsou to metody lineární, průsečiková, planimetrická a srovnávací. Jako nejjednodušší způsob určování rozměrů zrn je možné uvažovat metodu porovnávací. Její základ představuje seznam normovaných obrázků-etalonů, na kterých je zobrazena struktura označená číslem velikosti zrna (G), jež nabývá hodnot 00 (hrubé zrno) až 10 (velmi jemné zrno). S těmito etalony je porovnán pozorovaný naleptaný výbrus, jemuž je posléze přiděleno G toho etalonu, jehož vzhledu se nejvíce podobá. Číslo velikosti zrna a počet zrn dává do souvislosti rovnice

$$m = 8 * 2^G, \quad (3.1)$$

kde m počet zrn na jednotce plochy o velikosti 1 mm²,
G číslo velikosti zrna.

Tento vztah platí při použití 100násobného zvětšení. Při aplikaci jiných zvětšení je nutné k výsledku této rovnice přičíst potřebný korelační koeficient.

Jelikož velikost G se špatně kvantifikuje – představuje spíše rozsah hodnot než 1 konkrétní hodnotu – bývají v případě potřeby používány jiné metody. Velmi často se používá průsečiková lineární metoda. Využívá přímek nebo soustředných kružnic, na kterých se počítá množství zachycených úseků (N) nebo množství protnutých hranic zrn (P). Pro maximální přesnost je požadováno, aby při vyhodnocení bylo zachyceno alespoň 50 úseků zrn. Norma ČSN EN ISO 643 uvádí jako možnost také stanovení průměrné délky zachyceného úseku. Pro rychlejší převody mezi jednotlivými parametry pro stanovení velikosti zrn je možné použít tabulku, která se nachází na konci normy. [26]

Jak bylo napsáno výše, v případě použití lineární průsečikové metody norma ČSN EN ISO 643 požaduje, aby u každého vzorku bylo zachyceno alespoň 50 úseků. Navíc pro ruční zpracování mikrostruktury 39 vzorků pozorovaných v experimentální části této práce by bylo nutné ohodnotit zrna na 156 fotografiích. Proto bylo snahou nalézt co nejideálnější software, který by proces stanovení velikosti zrn usnadnil.

Z nalezených softwarů byl jako 1. zkoušen program ImageJ. Jeho nespornou výhodou bylo velké množství nástrojů pro obrazovou analýzu a stejně tak mnoho nadstavbových funkcí, které bylo možné doinstalovat. Při hodnocení velikosti zrn však vyvstaly některé problémy. Pro správné výpočty bylo totiž nutné, aby obraz vykazoval výrazný gradient mezi jednotlivými hranicemi a zrny. Negativní vliv měly také vměstky a hranice dvojčatění, jež byly softwarem chápány jako hranice zrn. Tomu se dalo zabránit pomocí některých grafických nástrojů, avšak při zpracovávání velkých množství vzorků by se měření výrazně zpomalilo.

Dalším použitým programem byl Gwyddion. Oproti ImageJ nabízí uživatelské rozhraní i v českém jazyce, což práci s ním velmi usnadnilo. Navíc i zde se nacházelo velké množství funkcí, a to včetně nástrojů pro stanovení velikosti zrn. Kvůli přítomnosti dvojčat se však nepodařilo upravit obraz takovým způsobem, aby hranice zrn zůstaly v rozumné míře zachovány. Z toho důvodu nebyl vybrán ani tento program.

Jako poslední byl vyzkoušen i program Lince Linear Intercept 2.4.2 β [®] (dále Lince). Ačkoliv podle popisku v softwaru byl program patrně určen především pro nekovové anorganické materiály, pracoval velmi dobře i s materiály kovovými. Velikost zrna zde byla určována lineární průsečikovou metodou, přičemž pozice hranic zrn byla určována manuálně. Výsledkem měření byla při uvažování normy ČSN EN ISO 643 střední délka zachyceného úseku. Kromě měření program nabízel nástroje pro základní manipulaci s obrázkem.

Při práci s tímto programem je prvním důležitým krokem použití kompatibilního obrázku. Proto je vhodné provést převedení například do formátu jpg, jelikož se práce s formátem tiff ukazuje v některých případech jako problematická. Po úspěšném otevření slouží pro přípravu obrázku na měření tlačítko "Calibrate". Jako "délku v pixelech" je nejvhodnější pomocí kurzoru vybrat délku měřítka a následně do "skutečné délky" zapsat hodnotu uvedenou pod měřítkem. Pakliže není požadován nějaký násobek výsledku měření, je vhodné upravit "konverzní faktor" z čísla 1,56 na 1,00.

Pro měření se vedle kalibrovacího tlačítka nacházejí 3 základní pomůcky – přidání měřicí přímky, označení průsečiku přímky se zrnem a odstranění průsečiku, který byl zadán chybně. Měřících přímek je možné vytvořit libovolné množství, podle normy je však nutné označit alespoň 50 průsečíků se zrnem, na což sám program upozorňuje. Při zkoušení tohoto programu se na jednoduchých obrázcích osvědčilo umístování počátku i konce přímky do hranic zrn, přičemž počátek byl označen jako průsečík s hranicí zrna, zatímco konec ne, čímž bylo dosaženo správných výsledků.

Během i po měření je možné v záložce "Window", část "Sheet" nalézt výsledky měření. Pro uživatele jsou nejdůležitějšími výstupními hodnotami "Cal. length" a "Cal. size", jelikož představují celkovou délku přímky ("Length") a střední průměr zachyceného úseku ("Grain size") převedené podle vstupních kalibračních parametrů na jednotky použité v měřítku.

3.5 Analýza chemického složení vměstků

V rámci této práce bylo také hodnoceno chemického složení vměstků v materiálu metodou EDS. K tomuto účelu byl použit elektronový mikroskop Phillips XL30 s detektorem od firmy EDAX. Měření bylo provedeno na vybraných místech vzorku KA1.

3.6 Analýza EBSD

Pro hodnocení stavu zrn a subzrn byla provedena analýza metodou EBSD na rastrovacím elektronovém mikroskopu Zeiss Ultra Plus. Měření bylo provedeno za použití analyzátoru Nordlys Nano vyrobeném společností Oxford Instruments. Velikost použité apertury byla 120 μm . Urychlovací napětí mělo velikost 20 kV. Uvažovány byly pouze strukturní jednotky jejichž dezorientace byla větší než 10°.

3.7 Měření tvrdosti

Z mechanických zkoušek bylo v této práci provedeno pouze měření tvrdosti HV10. K tomuto účelu byl použit tvrdoměr Vickers LV-700L od firmy Leco. Na každém vzorku bylo provedeno 5 měření, přičemž zatížení bylo 10 kp po dobu 10 s.

4 Hodnocení výsledků

4.1 Hodnocení velikosti zrn na světelném mikroskopu

Tab. 9: Hodnoty velikosti zrn (μm).

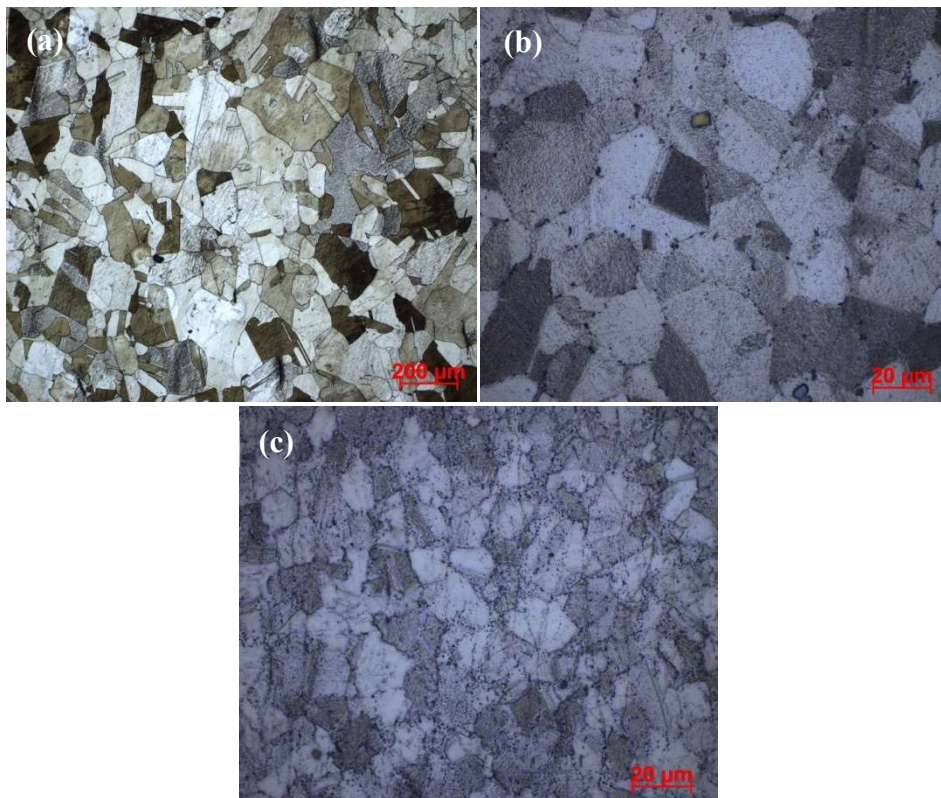
	1. měření	2. měření	3. měření	4. měření	\bar{x}	\tilde{x}	σ	min	max
0A0	88	81	107	104	95	96	13	81	107
JA1	89	102	76	99	91	94	12	76	102
JA5	87	80	80	80	82	80	4	80	87
JA9	74	78	77	84	78	77	4	74	84
KA1	67	66	62	58	63	64	4	58	67
KA5	79	71	60	80	73	75	9	60	80
KA9	99	116	109	92	104	104	11	92	116
LA1	113	102	135	112	116	112	14	102	135
LA5	114	117	127	123	120	120	6	114	127
LA9	109	115	122	131	119	118	10	109	131
MA1	179	127	169	222	174	174	39	127	222
MA5	212	208	199	255	218	210	25	199	255
MA9	206	226	268	247	237	237	27	206	268

	1. měření	2. měření	3. měření	4. měření	\bar{x}	\tilde{x}	σ	min	max
0B0	21	25	21	19	21	21	2	19	25
JB1	20	22	22	23	22	22	1	20	23
JB5	21	22	20	20	21	20	1	20	22
JB9	33	25	28	28	28	28	3	25	33
KB1	44	46	50	59	50	48	6	44	59
KB5	32	38	43	41	39	40	5	32	43
KB9	44	52	42	42	45	43	5	42	52
LB1	115	94	93	89	98	94	12	89	115
LB5	108	111	97	95	103	102	8	95	111
LB9	135	140	166	132	143	137	15	132	166
MB1	218	166	172	170	181	171	24	166	218
MB5	225	178	188	173	191	183	23	173	225
MB9	188	186	204	212	198	196	13	186	212

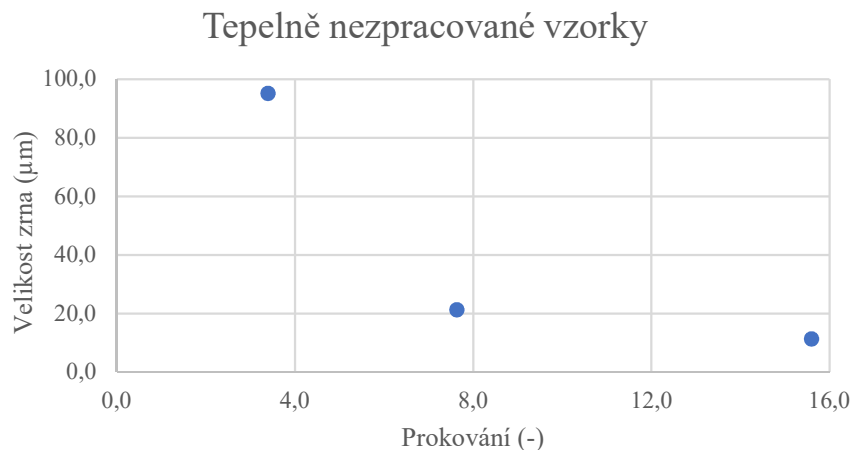
	1. měření	2. měření	3. měření	4. měření	\bar{x}	\tilde{x}	σ	min	max
0C0	11	10	14	11	11	11	2	10	14
JC1	16	13	16	16	15	16	1	13	16
JC5	20	19	18	18	19	18	1	18	20
JC9	24	19	22	22	22	22	2	19	24
KC1	24	31	30	28	28	29	3	24	31
KC5	58	42	56	37	48	49	10	37	58
KC9	45	40	33	34	38	37	6	33	45
LC1	112	112	113	106	111	112	3	106	113
LC5	168	191	189	181	182	185	11	168	191
LC9	177	172	182	188	180	180	7	172	188
MC1	176	191	176	181	181	178	7	176	191
MC5	210	238	239	226	228	232	14	210	239
MC9	249	245	350	255	275	252	50	245	350

Pomocí programu Lince byly zpracovány 4 fotografie pro každý vzorek (měření 1–4, viz Tab. 9). Ze získaných hodnot byly následně stanoveny: průměr (\bar{x}), medián (\tilde{x}), směrodatná odchylka (σ) a minimální (min) i maximální (max) hodnoty množiny výsledku (Tab. 9). Označení vzorků vychází z Tab. 5–7, zatímco naměřené hodnoty představují střední délku zachyceného úseku v μm (dále je v této práci pro tuto veličinu používán pojem velikost zrna).

Pro názornější interpretaci dosažených výsledků byly sestrojeny grafy, přičemž jako 1. byly zobrazeny hodnoty z tepelně nezpracovaných vzorků (Obr. 4.1). Pro přesnější charakteristiku dosažených výsledků byly dále v práci místo označení průměrů kotoučů použity hodnoty prokování uvedené v Tab. 3 (u vzorku 0A0 bylo prokování 3,4, u vzorku 0B0 dosahovalo velikosti 7,64 a velikosti 15,6 dosahovalo v případě vzorku 0C0). Z Obr. 4.1 je patrné, že s rostoucím prokováním materiálu do hodnoty 7,64 výrazně klesala velikost zrna. Od této hodnoty probíhalo zmenšování zrna výrazně pomaleji (Obr. 4.2).

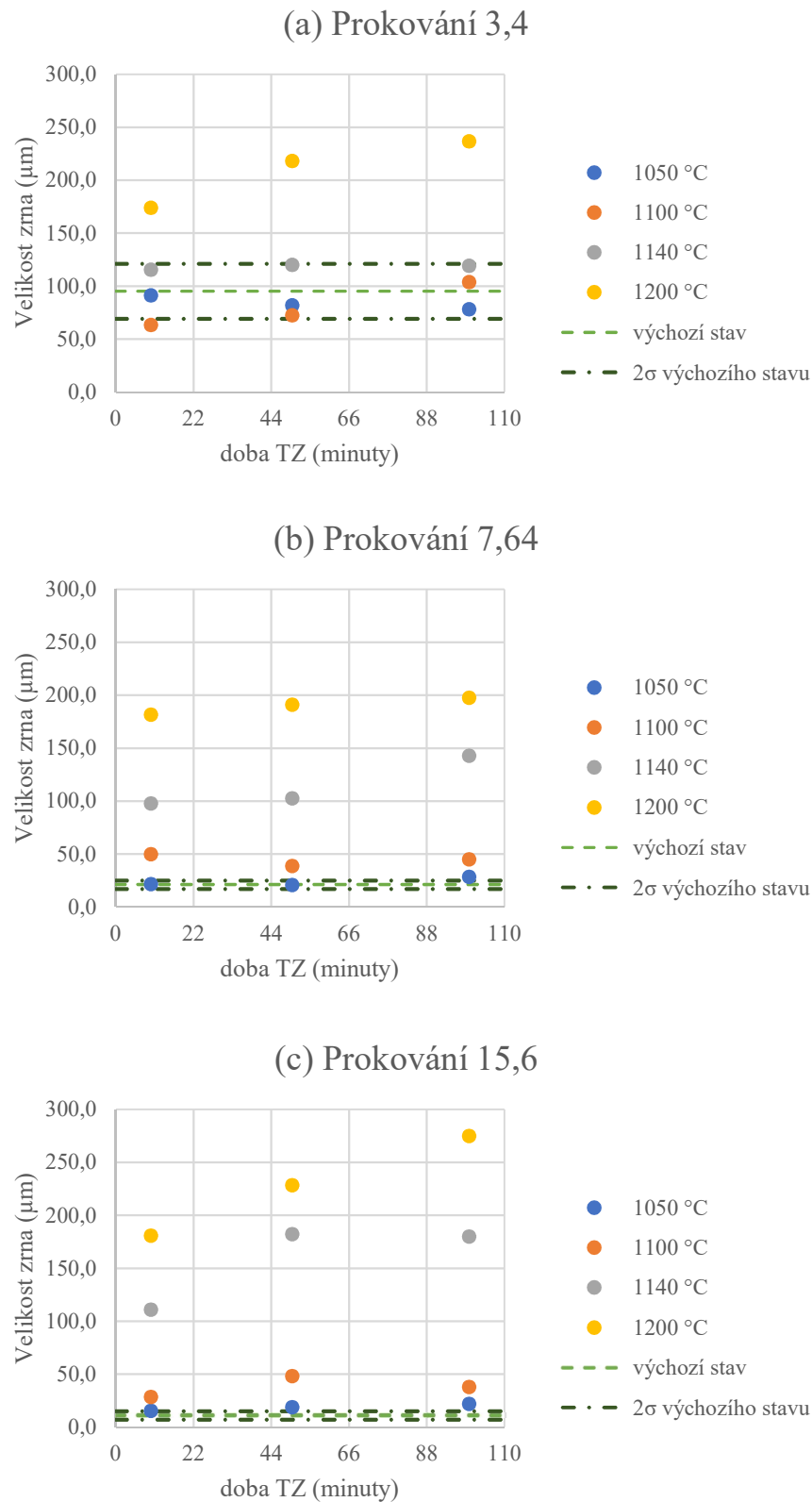


Obr. 4.1: Mikrostruktura vzorků 0A0 (a), 0B0 (b) a 0C0 (c).



Obr. 4.2: Vliv prokování na velikost zrna u vzorků bez aplikace TZ.

U tepelně zpracovaných vzorků byly porovnávány hodnoty za konstantního prokování. V případě Obr. 4.3 byl u jednotlivých stupňů prokování porovnáván vliv doby TZ na velikosti zrna pro aplikované teploty.

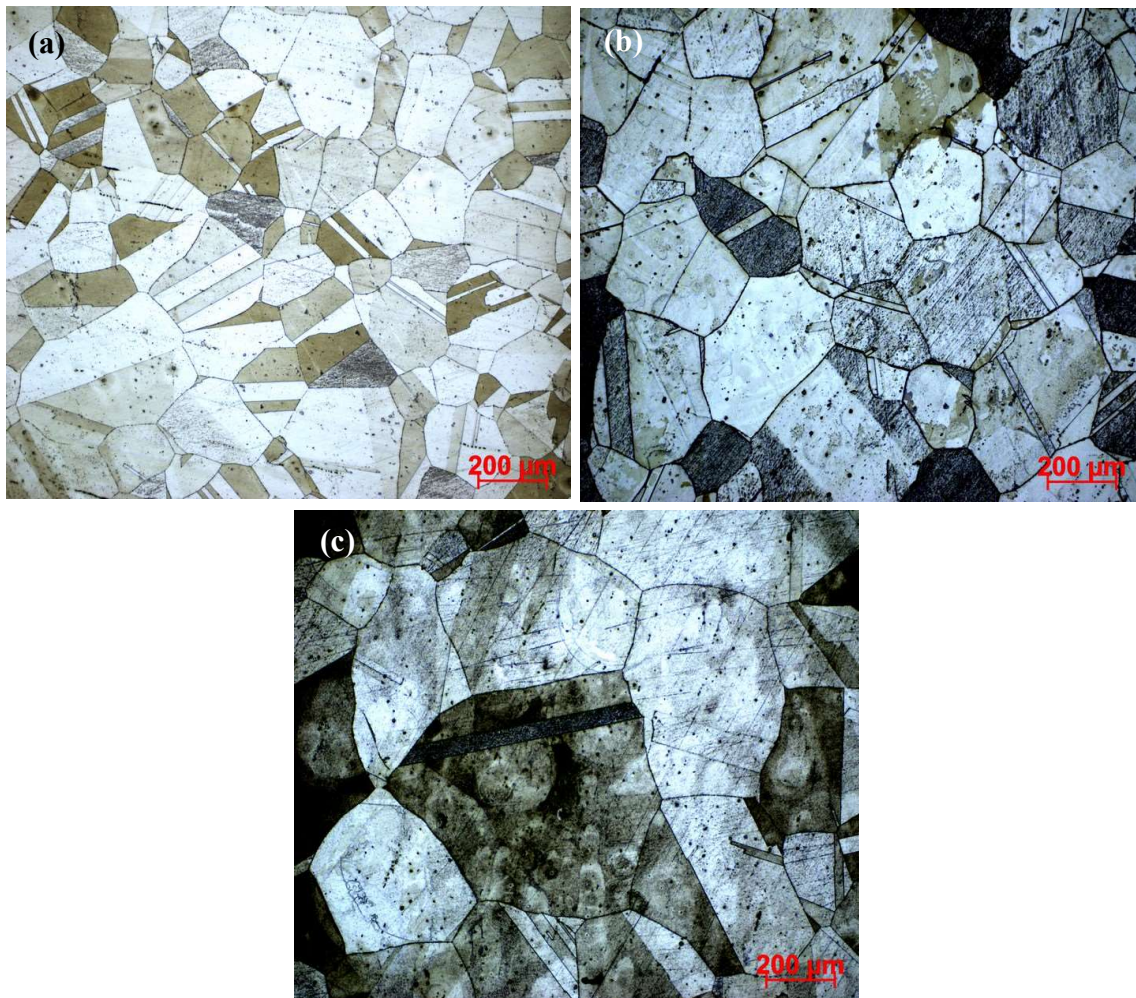


Obr. 4.3: Závislost velikosti zrna na době TZ pro prokování o velikosti 3,4 (a), 7,64 (b) a 15,6 (c).

Z výsledků uvedených na Obr. 4.3a plyne, že u vzorků s prokováním 3,4 se pozorované výdrže na teplotě 1050 °C projevily pouze zanedbatelným zmenšením rozměrů zrn. Žihání na 1100 °C způsobilo při prodlevě 10 minut pokles velikosti zrn, avšak u prodlev 50 a 100 minut již zrna vykazovala v rámci 2σ stejnou velikost jako výchozí stav. Aplikace teploty 1140 °C neměla při uvážení normálního rozdělení vliv na velikost zrna. Vzorky vystavené teplotě 1200 °C měly v průměru taktéž větší zrna, přičemž jejich velikost již závisela na délce prodlevy.

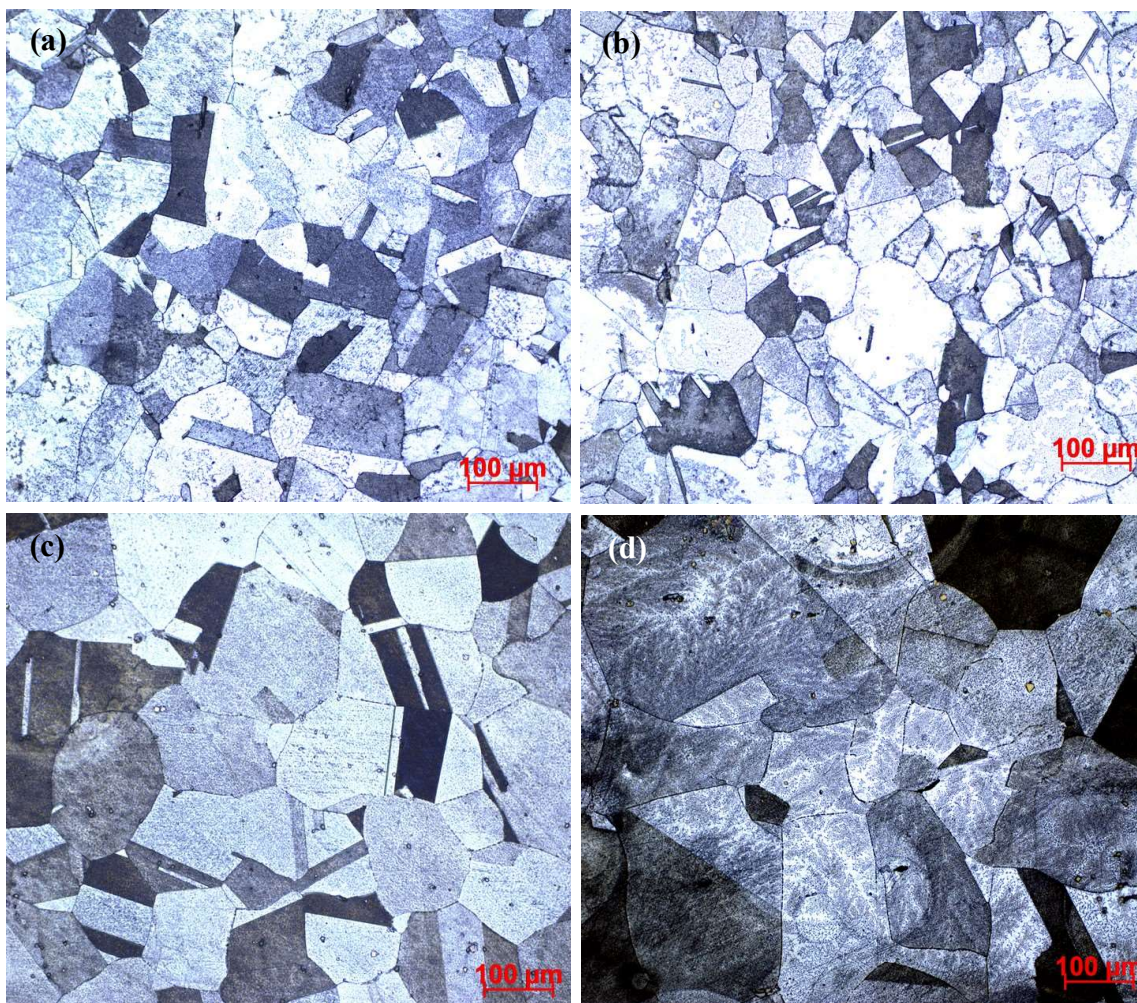
Při porovnání vzorků s prokováním o velikosti 7,64 na Obrázku 4.3b nenastalo na měřených prodlevách při teplotě 1050 °C výraznější zjemnění či zhrubnutí zrna. Totéž až na malý pokles při prodlevě 50 minut platí, bylo-li zvoleno za procesní teplotu 1100 °C. Za této teploty však bylo zrno ve všech případech větší oproti výchozímu stavu. U vzorků vystavených teplotám 1140 a 1200 °C zrno hrublo, přičemž délka prodlevy měla na rozměry zrn vliv.

Kromě toho byly na Obrázku 4.3c porovnány vzorky s prokováním 15,6. Při žihání na teplotě 1050 °C vykazovala délka prodlevy minimální vliv na velikost zrna. Podobné chování bylo až na odchylku při 50minutové prodlevě možné pozorovat u vzorků vystavených teplotě 1100 °C. Při použití teplot 1140 a 1200 °C se rozměry zrn zvyšovaly. Délka prodlevy měla s výjimkou rozmezí 50–100 minut na 1140 °C vliv na výslednou velikost zrna (Obr. 4.4).

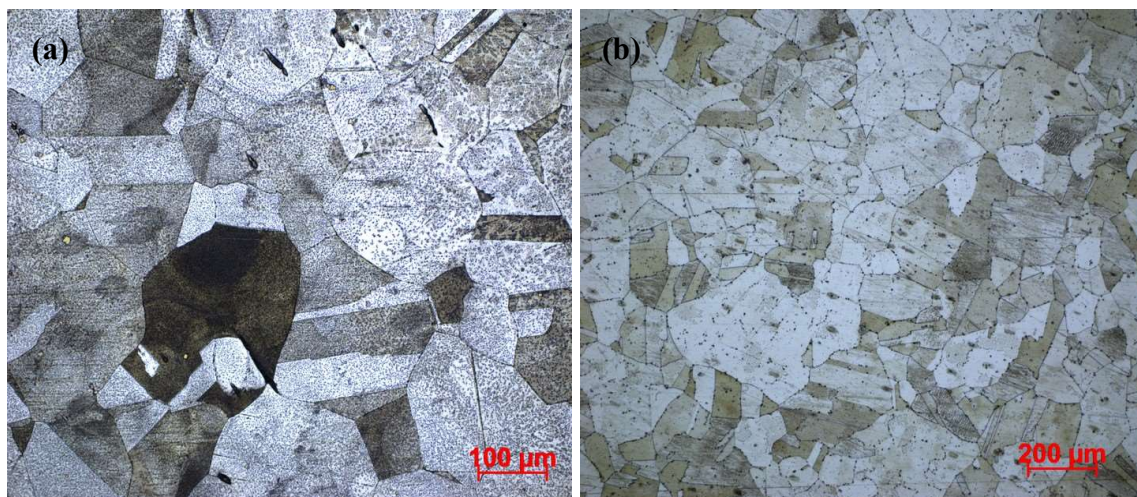


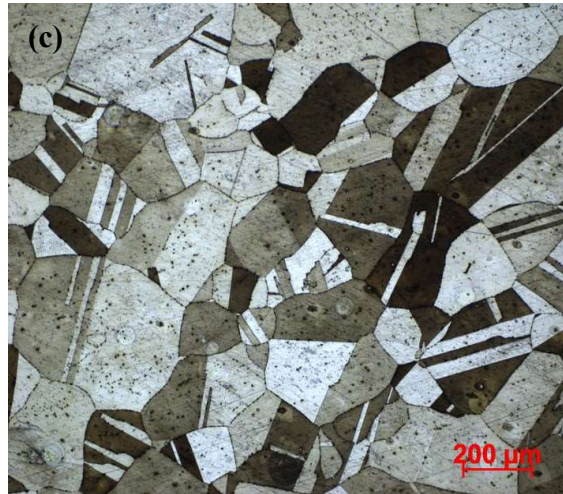
Obr. 4.4: Zrna vzorků MC1 (a), MC5 (b) a MC9 (c).

Až na vzorky s prokováním 3,4 (Obr. 4.5) byl z Obrázku 4.3 patrný nárůst velikosti zrna s narůstající teplotou. Z totožného obrázku je také zřejmý určitý rozdíl mezi jednotlivými velikostmi prokování (Obr. 4.6).



Obr. 4.5: Zrna vzorků JA1 (a), KA1 (b), LA1 (c) a MA1 (d).





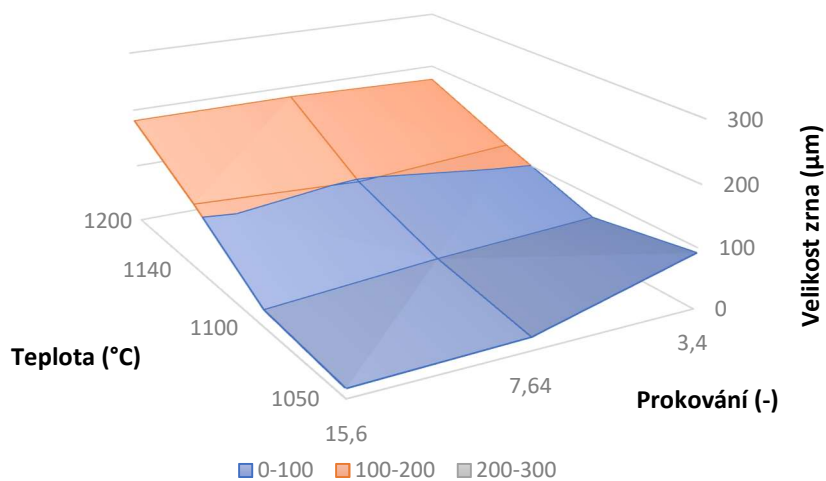
Obr. 4.6: Zrna vzorků LA9 (a), LB9 (b) a LC9 (c).

Ze získaných dat byly také sestaveny závislosti velikostí zrna na prokováních a na žíhacích teplotách (tzv. rekrystalizační diagramy – Obr. 4.7). Z nich vyplývá možnost zhrubnutí zrna při meziohřevu během kování. Aby se tomu předešlo, je podle výsledků měření vhodné nadkritické prokování oceli. V případě zvolení spodní meze intervalu horních kovacích teplot 1150–1260 °C [24] by po poklesu pod oblast kovacích teplot bylo nejvhodnější provést stupňovitý ohřev. Skládal by se z ohřevu na teploty kolem 1100 °C, prodlevy zaručující úplné prohřátí materiálu a z ohřevu na horní kovací teplotu v co nejkratším časovém úseku. Výsledkem tohoto postupu by podle provedeného experimentu mělo být v nejhorším případě lehce zhrublé zrna.

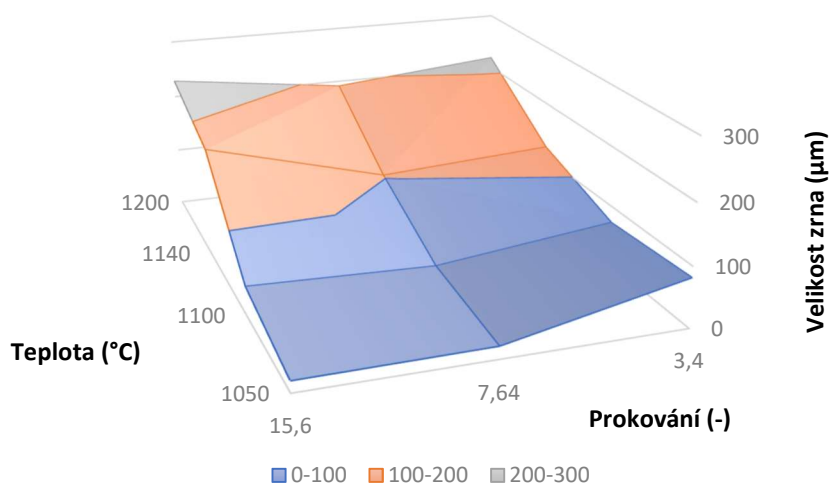
V některých případech může být zvoleno za horní kovací teplotu 1200 °C. Přijatelným řešením se při uvážení naměřených výsledků zdá opět stupňovitý ohřev. Skládal by se z ohřevu a výdrže na teplotě nanejvýš 1140 °C. Úplně prohřátý materiál by pak mohl být dohřát na 1200 °C. Na této teplotě je však třeba zdržet se co nejkratší dobu, jelikož s narůstající délkou výdrže zrna výrazně hrubne.

Pokud by z provozních důvodů nebylo možné použít výše popsané stupňovité ohřevy na horní kovací teplotu 1200 °C, bylo by jedinou možností, jak zabránit zhrubnutí zrna, snížení horní kovací teploty na přibližně 1100 °C. Nevýhodou této volby by však byla potřeba častějších meziohřevů.

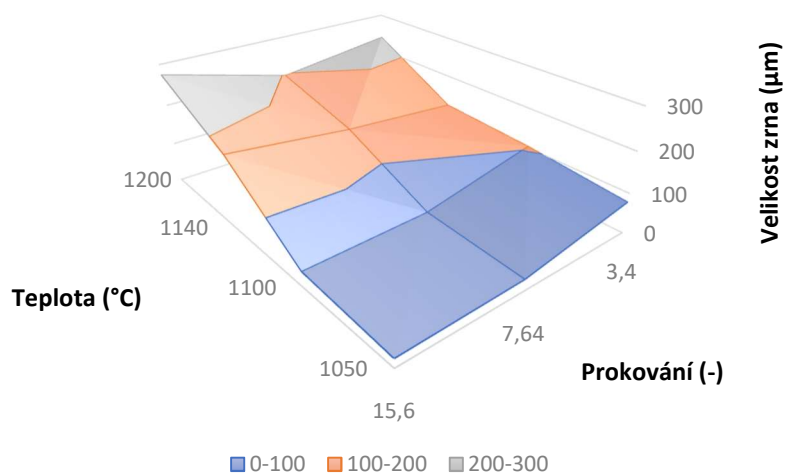
(a) Doba žíhání – 10 minut



(b) Doba žíhání – 50 minut



(c) Doba žíhání – 100 minut



Obr. 4.7: Rekrytalizační diagramy pro prodlevy 10 (a), 50 (b) a 100 minut (c).

4.2 EBSD

Jak již bylo uvedeno v úvodu, DP je použitelná při řešení projektu Epsilon, který financuje Technologická agentura ČR. Jedním z mnoha cílů projektu je optimalizovat technologii výroby oceli 08Cr18Ni10T (metalurgie, kování) z hlediska spolehlivého dosahování požadovaných mechanických vlastností, zejména meze kluzu.

Vliv velikosti zrn na hodnoty meze kluzu austenitických ocelí není jednoznačně prokázán. Z rozsáhlého souboru výsledků tahových zkoušek byly poskytnuty 4 přetržené tahové zkušební tyče s naměřenými „extrémními“ hodnotami uvedenými v Tab. 10.

Tab. 10: Výsledky tahových zkoušek (poskytnuté hodnoty).

Označení vzorku	zkušební teplota: 20 °C				zkušební teplota: 350 °C			
	R _{p0,2} (MPa)	R _m (MPa)	A (%)	Z (%)	R _{p0,2} (MPa)	R _m (MPa)	A (%)	Z (%)
1	183	507	70	75	115	370	44	74
2	202	480	65	77	137	343	34	61
3	442	602	66	80	366	447	22	69
4	266	612	56	70	194	444	37	71

Žlutě označené hodnoty v Tab. 10 jsou nižší než minimální hodnoty stanovené přijímanými podmínkami v podniku ŽDAS, a. s. Z uvedeného hlediska vzorky 1 a 2 představují extrém nevyhovujících vzorků, vzorek 3 vykazuje vysoké hodnoty pevnostních charakteristik a vzorek 4 vyhovuje ve všech sledovaných parametrech, nejen mechanických vlastnostech.

Na uvedených vzorcích byla rovněž stanovena velikost austenitického zrna, naměřené hodnoty jsou uvedeny v Tab. 11.

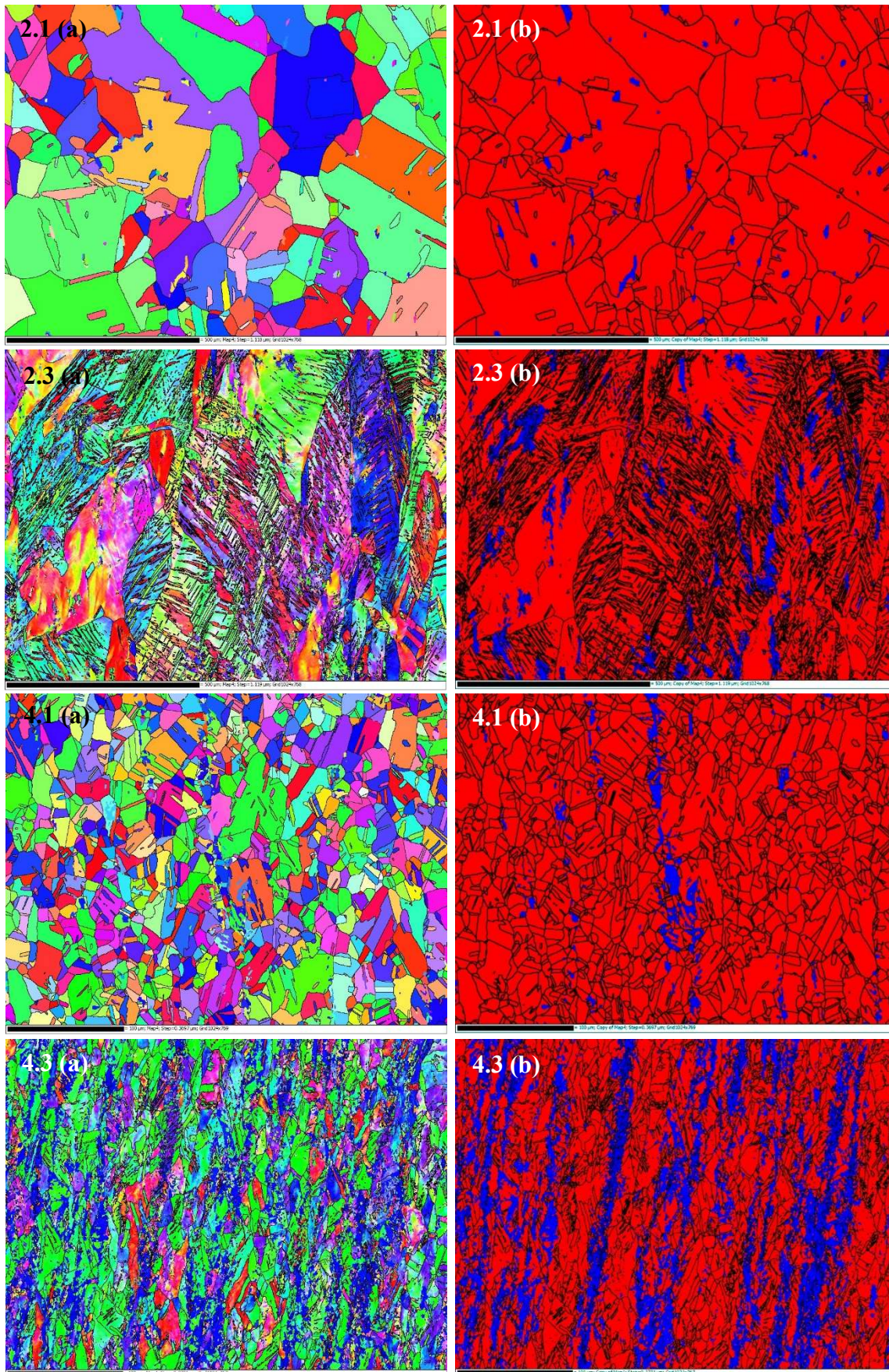
Tab. 11: Hodnoty velikosti zrn.

vzorek	Velikost zrna (μm)	σ (μm)
1	109	21
2	116	20
3	20	20
4	16	3

Z porovnání hodnot uvedených v Tab. 10 s hodnotami velikosti zrn v Tab. 11 vyplývají tyto poznatky:

- Hodnoty meze kluzu a zejména pevnosti v tahu jsou nepřímo úměrné velikosti zrn, a to při pokojové teplotě i teplotě 350 °C.
- Hodnoty charakteristik plasticity se s klesající velikostí zrn nemění, s výjimkou hodnoty tažnosti u vzorku 3 při teplotě 350 °C. Podstatně detailnější informace o „velikosti“ struktury poskytly výsledky EBSD analýzy na vzorcích 2 a 4 (označení 2.1 a 4.1 představuje vzorky odebrané z hlavy tahových tyčí, zatímco vzorky 2.3 a 4.3 byly odebrány z oblasti měrné délky).

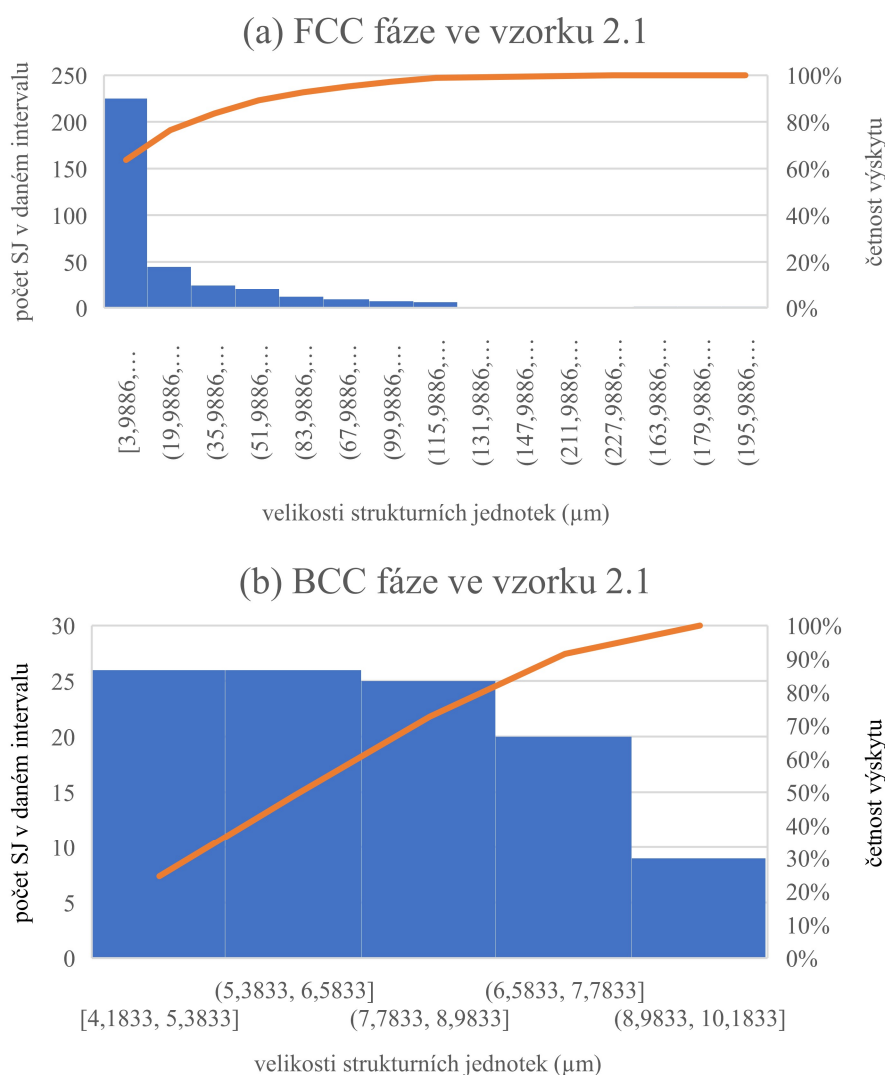
Grafické znázornění orientace a velikosti jednotlivých strukturních jednotek je patrné z Obr. 4.8 (levý sloupec). Strukturními jednotkami (SJ) jsou v daném případě zrna, subzrna, žíhací dvojčata. Z obrázků je zřetelně patrné, že struktura vzorku č. 4 je podstatně jemnější v porovnání se vzorkem 2. Ve vzorcích odebraných z měrné délky zkušebních tyčí je patrné protažení zrn a výskyt skluzových pásů.

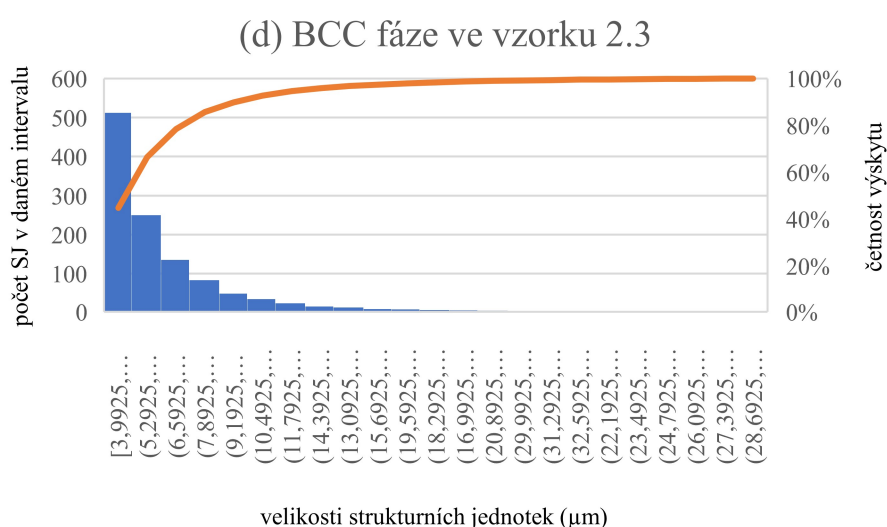
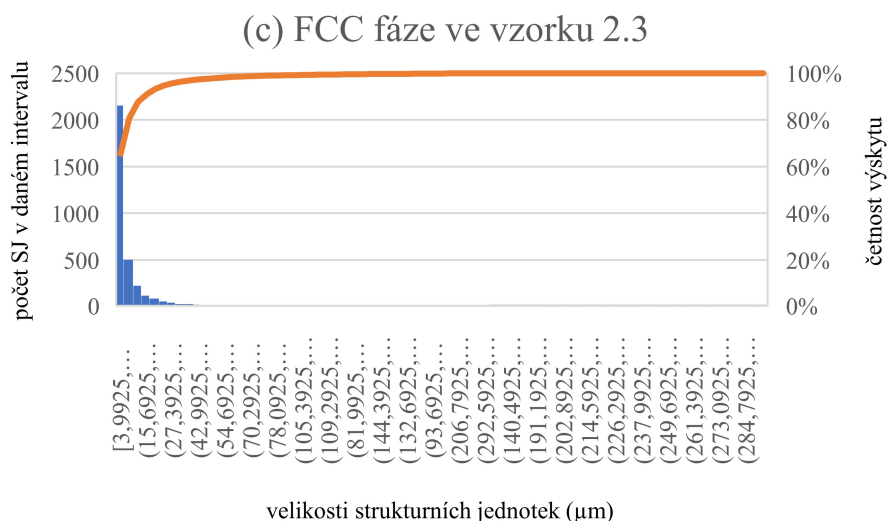


Obr. 4.8: Výsledky EBSD, zobrazení strukturálních jednotek – SJ (a) a fázového složení (b) na zkoumaných vzorcích (odlišné zvětšení – zvětšení u vzorků 4.1 a 4.3 je 3x větší)

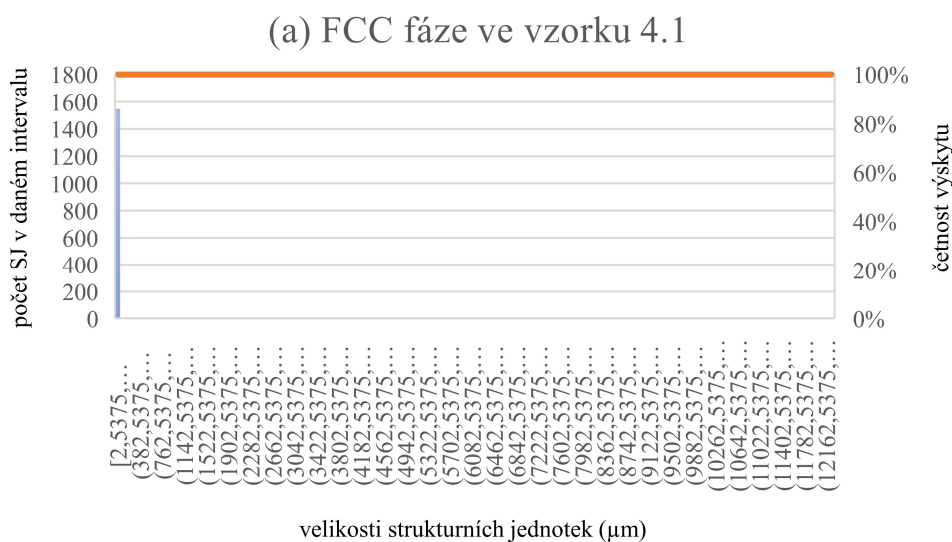
V pravém sloupci Obr. 4.8 je zobrazeno fázové složení hodnocené plochy, přičemž červená barva odpovídá FCC matici a modrá barva koresponduje s BCC strukturou. BCC struktura ve hlavách zkušebních tyčí odpovídá δ feritu, jehož obsah ve vzorku 2 činí 0,7 % a ve vzorku 4 2,5 %. Vlivem deformace se obsah BCC fáze výrazně zvýšil, a to na 5 % respektive 11 %. Zda je nárůst BCC fáze vlivem plastické deformace způsoben přeměnou austenit \rightarrow ferit, či zda je vyvolán deformačně indukovanou martenzitickou přeměnou nebylo v této práci zkoumáno, nicméně přeměna austenitu na martenzit v důsledku deformace se zdá pravděpodobnější. V obou případech však výskyt BCC ovlivnil hodnoty pevnosti v tahu (viz Tab. 10).

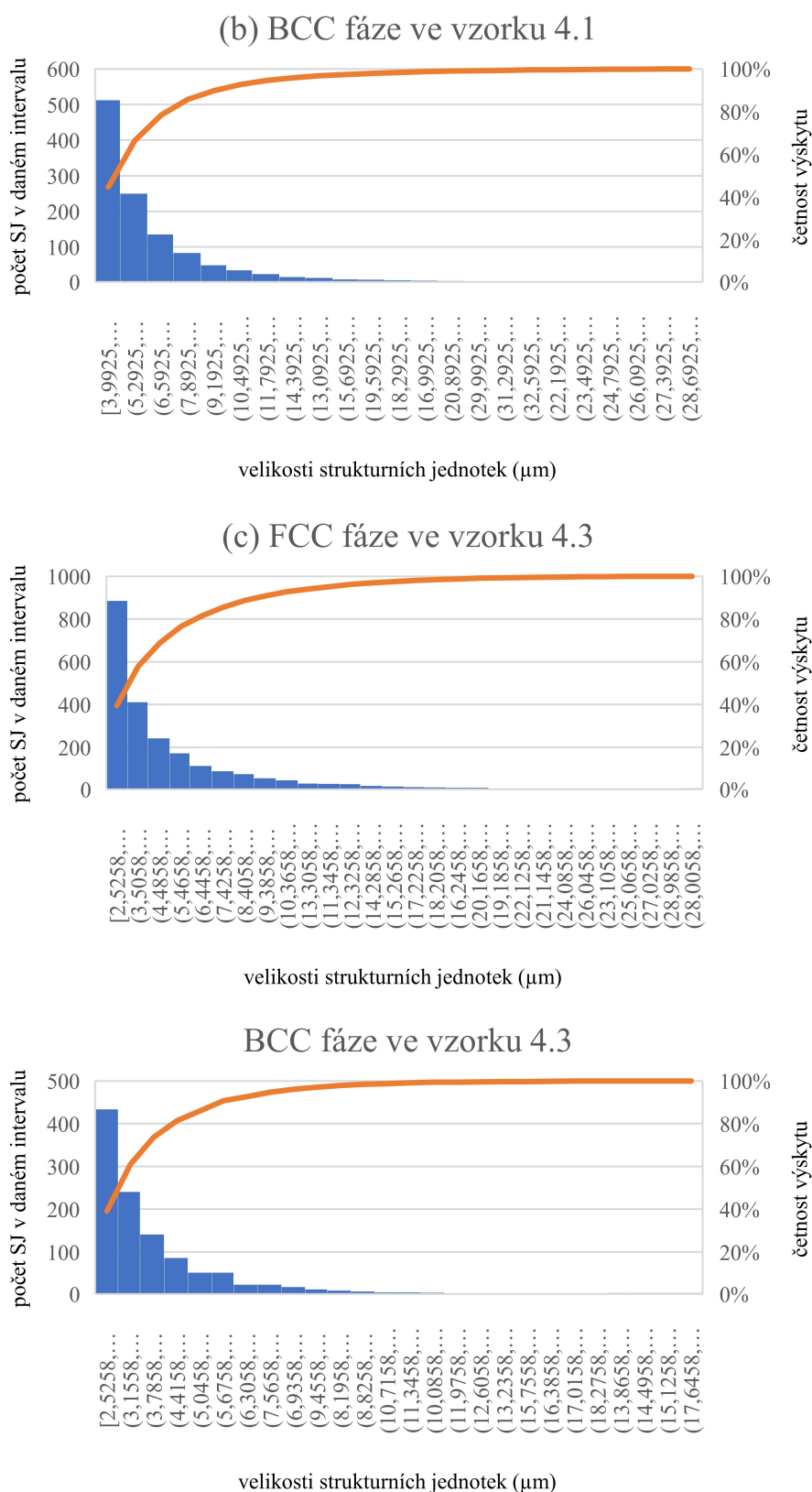
Kromě grafických výstupů EBSD analýza poskytuje mj. i numerické údaje o plochách a rozměrech jednotlivých strukturních jednotek. Na Obr. 4.9 a 4.10 jsou uvedeny počty a četnosti výskytu strukturních jednotek v jednotlivých intervalech velikosti zvláště pro FCC a BCC fáze. V Tab. 12 jsou uvedeny rozsahy velikostí SJ, které tvoří 90 % jejich počtu.





Obr. 4.9: Počet a četnost výskytu velikostí SJ v jednotlivých intervalech velikosti pro FCC a BCC fáze ve vzorcích 2.1 a 2.3.





Obr. 4.10: Počet a četnost výskytu velikostí SJ v jednotlivých intervalech velikosti pro FCC a BCC fáze ve vzorcích 4.1 a 4.3.

Tab. 12: Velikost SJ (90% podíl jejich počtu) a zrn austenitu.

Vzorek	Fáze	Rozsah velikostí (μm)	velikost austenitického zrna (μm)	četnost výskytu
2.1	FCC	4–83	116	max. 1 %
	BCC	4–7	-	-
2.3	FCC	4–20	-	-
	BCC	4–12	-	-
4.1	FCC	4–6	16	max. 1 %
	BCC	4–10	-	-
4.3	FCC	4–10	-	-
	BCC	4–6	-	-

FCC fáze:

- Strukturální jednotky v deformaci neovlivněném stavu jsou výrazně hrubší ve vzorku 2 ve srovnání se vzorkem 4. Plastická deformace ve vzorku 2 vedla ke zmenšení velikosti SJ, zatímco ve vzorku 4 plastická deformace neměla na velikost SJ výrazný vliv.

BCC fáze:

- SJ BCC fáze mají v obou vzorcích srovnatelnou velikost, tato velikost se nemění s aplikovanou deformací.

Z hlediska hrubosti struktury výsledky EBSD analýzy souhlasí se standartním měřením velikosti zrn. Zda jsou detekované strukturální jednotky subzrna, nebo zrna jako taková (dezorientace 10° a více), zůstává otevřenou otázkou. Jestli existuje korelace velikostí SJ s mechanickými vlastnostmi by bylo nutné ověřit na větším souboru dat (otázkou by však byla finanční náročnost takového experimentu). Dalším výsledkem provedené EBSD analýzy je tedy zjištění, že plastická deformace vede k výraznému zvýšení výskytu BCC fáze, což může podstatně ovlivnit hodnoty pevnosti v tahu.

4.3 Měření tvrdosti

Tab. 13: Výsledky měření tvrdosti (HV10).

	1. měření	2. měření	3. měření	4. měření	5. měření	\bar{x}	\tilde{x}	σ	min	max
0A0	135	125	126	135	125	129	126	5	125	135
JA1	125	127	124	126	124	125	125	1	124	127
JA5	126	123	125	126	125	125	125	1	123	126
JA9	121	126	130	124	123	125	124	3	121	130
KA1	139	134	126	129	130	132	130	5	126	139
KA5	130	126	134	128	130	130	130	3	126	134
KA9	125	127	123	126	123	125	125	2	123	127
LA1	114	119	118	119	119	118	119	2	114	119
LA5	118	118	122	124	115	119	118	4	115	124
LA9	119	123	113	116	116	117	116	4	113	123
MA1	130	122	119	125	130	125	125	5	119	130
MA5	114	120	116	123	125	120	120	5	114	125
LA9	117	111	119	119	116	116	117	3	111	119

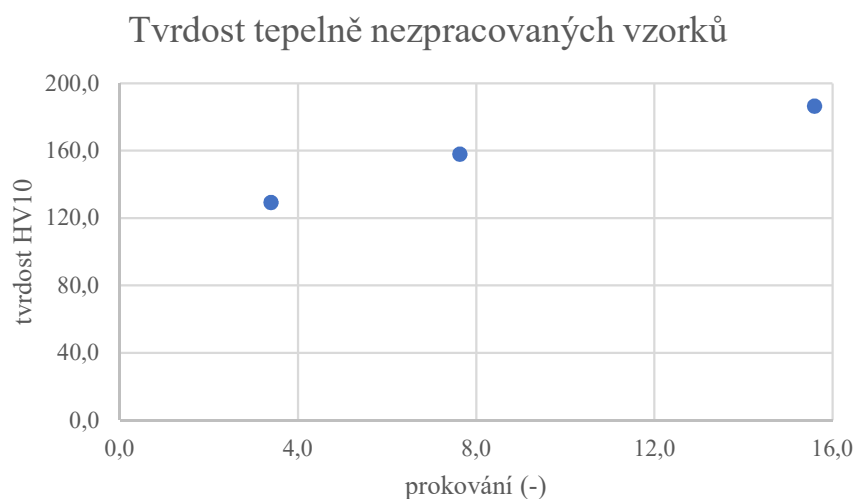
	1. měření	2. měření	3. měření	4. měření	5. měření	\bar{x}	\tilde{x}	σ	min	max
0B0	152	166	159	156	157	158	157	5	152	166
JB1	159	155	148	155	154	154	155	4	148	159
JB5	160	143	142	153	157	151	153	8	142	160
JB9	132	133	126	135	140	133	133	5	126	140
KB1	131	131	134	135	134	133	134	2	131	135
KB5	125	126	136	128	133	130	128	5	125	136
KB9	129	136	133	123	127	130	129	5	123	136
LB1	117	119	124	122	124	121	122	3	117	124
LB5	124	127	124	118	119	122	124	4	118	127
LB9	111	124	117	116	117	117	117	5	111	124
MB1	125	120	132	127	127	126	127	4	120	132
MB5	118	116	120	118	118	118	118	1	116	120
MB9	110	124	120	112	119	117	119	6	110	124

	1. měření	2. měření	3. měření	4. měření	5. měření	\bar{x}	\tilde{x}	σ	min	max
0C0	187	176	192	193	185	187	187	7	176	193
JC1	139	140	132	137	138	137	138	3	132	140
JC5	151	160	158	153	148	154	153	5	148	160
JC9	146	136	150	149	139	144	146	6	136	150
KC1	142	143	138	142	143	142	142	2	138	143
KC5	137	142	135	145	140	140	140	4	135	145
KC9	130	133	138	140	134	135	134	4	130	140
LC1	124	132	131	136	130	131	131	4	124	136
LC5	134	143	130	130	127	133	130	6	127	143
LC9	133	134	125	124	120	127	125	6	120	134
MC1	122	115	114	121	120	118	120	4	114	122
MC5	127	123	112	117	118	119	118	6	112	127
MC9	133	132	128	120	124	127	128	5	120	133

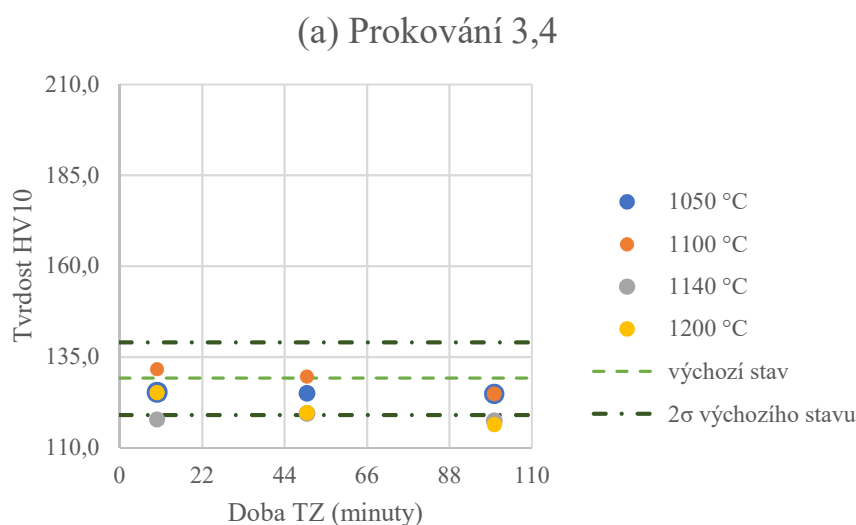
Na každém vzorku byla tvrdost měřena 5x (Tab. 13). Z provedených měření byly poté stanoveny: \bar{x} , \tilde{x} , σ , min a max. Naměřené hodnoty tvrdosti jsou v HV10.

Z Obr. 4.11 je patrné, že s narůstající velikostí prokování rostla u tepelně nezpracovaných vzorků tvrdost z důvodu deformačního zpevnění. Obrázek 4.12 pak ukazuje, že u vzorků s prokováním 3,4 zůstává tvrdost při teplotách 1050 a 1100 °C prakticky nezměněna. Při 1140 °C je tvrdost nepatrně menší, ale konstantní, zatímco při 1200 °C nastává s narůstající délkou prodlevy postupný pokles tvrdosti. Při prokováních o velikosti 7,64 byla kromě vzorků vystavených teplotě 1050 °C po 10 a 50 minut tvrdost menší oproti výchozímu stavu. Kromě toho vzorky zpracované za teplot 1100 a 1140 °C nevykazovaly při uvážení směrodatné odchylky u výsledků měření změnu tvrdosti, zatímco v případě zbylých dvou teplot ano. V případě největšího použitého prokování byly všechny velikosti tvrdosti menší vzhledem k výchozímu stavu, přičemž při uvážení intervalů spolehlivosti vykazovaly tvrdosti konstantní až nepatrně rostoucí průběh.

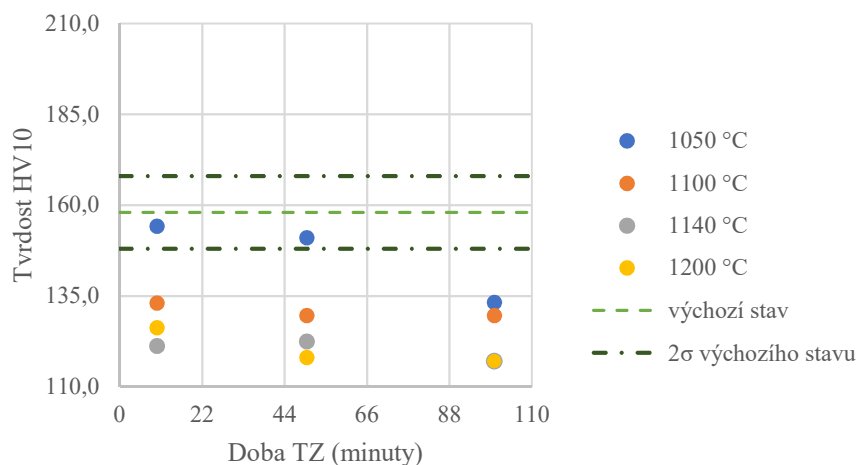
Jelikož byla u každého vzorku určena velikost zrna (Tab. 9) i tvrdost (Tab. 13), byly tyto hodnoty dány do souvislosti v podobě Obr. 4.13. Z Obr. 4.13 vyplývá, že u pozorovaných vzorků s narůstající velikostí zrna do 50 μm klesala tvrdost. S dalším nárůstem velikosti zrna se její velikost již výrazně neměnila.



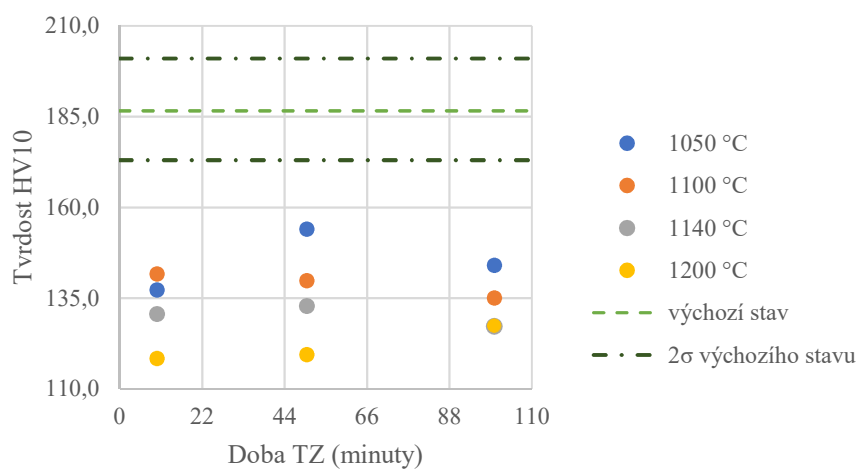
Obr. 4.11: Vliv prokování na tvrdost u tepelně nezpracovaných vzorků.



(b) Prokování 7,64

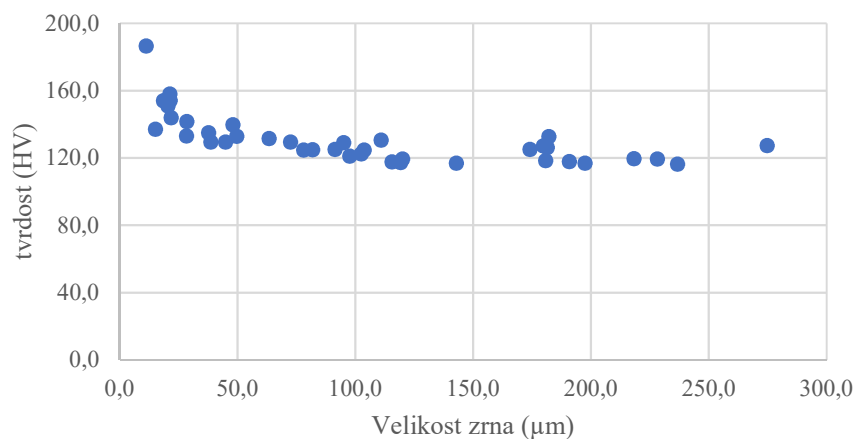


(c) Prokování 15,6



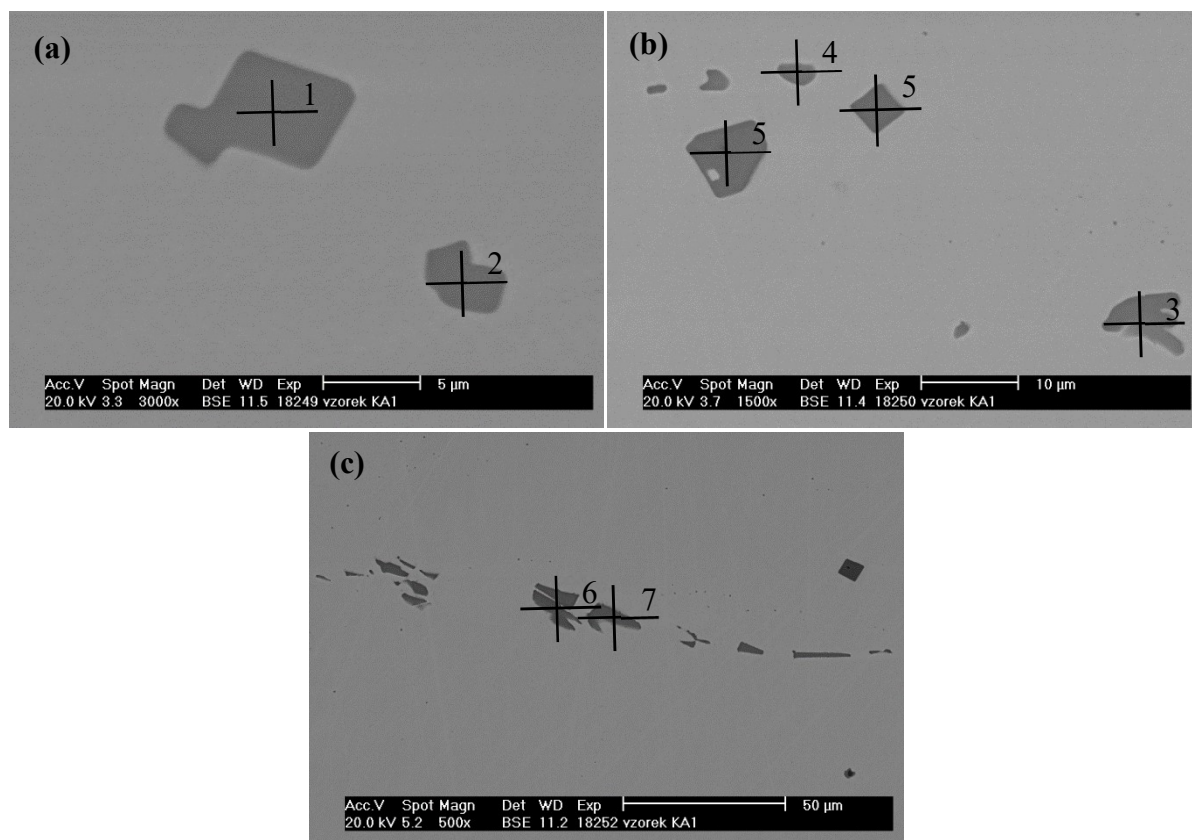
Obr. 4.12: Závislost tvrdosti na době TZ pro prokování o velikosti 3,4 (a), 7,64 (b) a 15,6 (c).

Závislost velikosti zrna a tvrdosti



Obr. 4.13: Závislost tvrdosti na velikosti zrna.

4.4 Kvalitativní hodnocení vměstků



Obr. 4.14: Vzhled vměstků a místa odběru pro určení chemické analýzy.

Na vybraných vměstcích byla provedena chemická analýza (Obr. 4.14), jejíž výsledek je uveden v Tab. 14. Vyplývá z něj, že hrubé, náhodně distribuované vměstky na pozicích 1, 2 a 5 jsou nitridy titanu, zatímco na místech 3, 4, 6 a 7 jsou to sulfidy a sulfonitridy Ti (Nb) a i dalších příměsových prvků. Je také nutné vzít na vědomí, že přítomnost některých příměsových prvků i železa ve výstupu z měření je způsobena ovlivněním měření, kde „penetrační hruška“ zasahovala do větší hloubky, než byl samotný vměstek.

Tab. 14: Chemická analýza vměstků.

Místo odběru	N	Ti	Nb	Zr	S	Fe	Cr	Ni	Hodnocení
1	46,6	53,4	-	-	-	-	-	-	Hranaté vměstky, nitridy Ti
2	44,2	54,1	-	-	-	1,7	-	-	Hranaté vměstky, nitridy Ti, Fe – pozadí
3	9,0	61,1	1,8	1,4	11,0	10,5	3,7	1,6	Nepřavidelný tvar, velikostí srovnatelné s TiN, sulfonitridy Ti a Nb;
3	8,8	62,2	2,1	-	10,7	10,8	3,7	1,6	Fe, Cr, Ni – prvky matrice
4	-	50,8	1,6	1,4	25,4	13,8	4,8	2,3	Oválný tvar, částice drobné a v řádcích;
4	-	51,6	2,1	-	25	14,1	4,9	2,3	sulfidy Ti, Nb nebo (Ti,Nb) ₂ S, zbytek prvky matrice
5	49,4	50,6	-	-	-	-	-	-	Hranaté vměstky, nitridy Ti
6	-	50,8	-	-	26	13,4	4,9	2,1	Oválný tvar, částice drobné a v řádcích;
7	-	52	2,4	2,8	28,1	9,7	3,6	1,4	sulfidy Ti, Nb nebo (Ti,Nb) ₂ S, zbytek prvky matrice
7	-	54,4	2,6	-	27,4	10,3	3,8	1,5	

5 Diskuze

Jednou z veličin, jejíž vliv na průběh uzdravovacích procesů byl v této práci zkoumán, byla velikost přetvoření. Při hodnocení výsledků u tepelně zpracovaných vzorků bylo patrné, že s narůstajícím prokováním, a tedy zmenšující se výchozí velikostí zrna, hrubla za nižších teplot nově vzniklá zrna při kratších časových intervalech a rychleji. To je v souladu s pracemi [2, 3, a 5], ve kterých je uvedena nepřímá závislost mezi rychlostí odpevňovacích procesů a počáteční velikostí zrna.

Židek [3] dále uvádí, že nárůst žíhacích teplot má u uzdravovacích dějů za následek zkrácení inkubační doby a zároveň migrační schopnosti hranic zrn. Z toho důvodu vliv původní velikosti zrna na průběh rekrystalizačního procesu s rostoucí teplotou postupně klesá. S tím souhlasí provedený experiment, kde při aplikaci 1140 a obzvláště 1200 °C byla po 10minutové prodlevě velikost zrna u všech uvažovaných prokování prakticky stejná. Při delších prodlevách sice byla patrná určitá odchylka, avšak vzhledem k rozptylu výsledků měření nebyla tak velká, jak by se mohlo na 1. pohled zdát.

Jak tvrdí autoři [2, 3 a 5], pro úspěšnou rekrystalizaci je nezbytná určitá minimální teplota a odpovídající časová prodleva. S rostoucí použitou teplotou probíhají uzdravovací děje rychleji, na druhou stranu však aplikace příliš vysokých teplot a dlouhých prodlev může způsobit růst některých zrn, což má za následek vyšší distribuci rozměrů zrn (strukturní heterogenitu), a z toho plynoucí zhoršení mechanických vlastností (viz kapitola 2.4). S tím souhlasí výsledky měření v této práci, kde se zvyšující se teplotou TZ (obzvláště nad 1100 °C u vzorků s prokováním 7,64 a 15,6) docházelo k hrubnutí zrna při čím dál kratších časových intervalech.

Vlivem střední velikosti zrna na teplotě u oceli AISI 321 se zabýval kolektiv autorů [27]. Jejich měření při 80minutových prodlevách vykazovalo nárůst průměrné velikosti zrna z 17 ± 2 μm při 1050 °C na 160 ± 26 μm při 1200 °C. Jako teplotu, při které poprvé pozorovali sekundární rekrystalizaci, uvádí teplotu 1080 °C (při 1100 °C tak zrna narostla do průměrné velikosti 60 ± 14 μm). Lze konstatovat, že podobně jako v jejich případě se sekundární rekrystalizace projevila i v této práci a to nárůstem průměrné velikosti zrn při teplotě 1100 °C u vzorků s prokováním 7,64 (-) a 15,6 (-). U vzorků s prokováním 3,4 zrna výrazněji narostla u všech 3 prodlev až při 1200 °C. S nárůstem teploty TZ byla patrná, stejně jako u měření autorů [27], větší distribuce rozměrů zrn, jež se projevila zvětšením hodnoty směrodatné odchylky (Tab. 9).

Ve shodě s Žídkem [3] struktura vzorků nevykazovala 100% podíl rekrystalizované struktury u všech měření. V závislosti na proměnných parametrech (prokování, teplota TZ a doba žíhání) nastávaly 3 situace: neúplně proběhlá primární rekrystalizace (nerovnoměrná zrna po hranicích původních zrn – Obr. 4.5b), plně proběhlá primární rekrystalizace (rovnoměrné zrna – Obr. 4.5c) a selektivní sekundární rekrystalizace (nerovnoměrné zrna – Obr. 4.5d).

Chandler [24] i Číhal [12] uvádějí jako obvyklé rozmezí horních kovacíh teplot 1150–1250 °C. Z měření této práce však vyplývá, že s ohledem na hrubnutí zrn je vhodnější zvolit spíše teplotní interval 1100–1140 °C.

V rámci této práce bylo také provedeno EBSD měření. Z dosažených výsledků byl u deformaci vystavených vzorků patrný nárůst podílu BCC fáze v původní austenitické struktuře. Zda jde o δ ferit či martenzit však nebylo rozlišeno. Podle Krausse [10], ale i Číhala [12] a kolektivu autorů [18] se v důsledku deformace za studena může v austenitických korozivzdorných ocelích vyskytovat martenzit. Na příkladu oceli AISI 304 Krauss [10] uvádí, že vznik větších množství martenzitu je možný i při malých deformacích, a to tím snáze, čím je nižší teplota (Při 0 °C a skutečné deformaci 0,3 se tak může v struktuře vyskytovat až 40 % martenzitu). Číhal [12] však kromě vlivu teploty uvádí, že během martenzitické přeměny v důsledku deformace vzniká nejprve ϵ martenzit (HCP), ze kterého až poté vzniká α' s BCC mřížkou.

Měřením mikrotvrlosti podle Vickerse v závislosti na narůstající teplotě žíhání AISI 321 se zabývali autoři literatury [28]. Při jejich měření v rozmezí žíhacích teplot 1020 °C až 1100 °C rostla mikrotvrlost. Oproti tomu vykazovaly výsledky měření tvrdosti v této práci především konstantní průběhy.

Při měření chemického složení vměstků bylo pozorováno seskupení sulfidů a nitridů Ti (Nb) – (kapitola 4.4). Jejich přítomnost souhlasí s pozorováním Lešana a Tisua [29] i Ghazani a Eghbali [30], kteří pozorovali nitridy Ti na vzorcích oceli AISI 321. Především Lešan a Tisua ve své práci poukazují i na občasnou přítomnost shluků těchto nitridů v oceli AISI 321, přičemž jejich původ přikládají spíše fragmentaci původních velkých částic než vzniku uskupení vměstků tak blízko sebe.

6 Závěr

V této diplomové práci byl na vzorcích z oceli 08Cr18Ni10T hodnocen vliv odstupňované deformace, teplot a prodlev na velikost zrn a subzrn. Také byla provedena zkouška tvrdosti podle Vickerse a analýza chemického složení vyskytujících se vměstků. Z výsledků měření vyplývají tyto závěry:

- Z vyzkoušených programů byl pro stanovení velikosti austenitických zrn vybrán program Lince Linear Intercept 2.4.2β[©]. Velikost zrn byla stanovena podle metodiky uvedené v kapitole 3.4.
- Velikost zrn v oceli 08Cr18Ni10T je při žíhání závislá na výši aplikované teploty a délce zvolené prodlevy (s rostoucí teplotou a časem zrno výrazně hrubne). Při zpracování oceli je vhodné volit prokování cca 7 a výše.
- Při meziohřevu během kování je u zkoumané oceli vhodné použít stupňovitý ohřev a vyhnout se dlouhým výdržím na teplotách nad 1140 °C, aby nenastalo výrazné zhrubnutí zrna. Pokud není stupňovitý ohřev z provozních důvodů proveditelný, nabízí se jako alternativní možnost snížení horní kovací teploty na 1100–1140 °C.
- EBSD analýza prokázala, že v případě hrubozrnného vzorku (velikost zrna 116 μm) plastická deformace během tahové zkoušky vedla ke zjemnění tzv. SJ, zatímco u jemnozrnných materiálů (16 μm) plastická deformace neměla vliv na jejich velikost. Uvedená plastická deformace vedla ke zvýšení podílu „BCC fáze“, patrně deformačně indukovanou martenzitickou přeměnou.
- S rostoucí velikostí zrna do hodnoty 50 μm klesá tvrdost. Pokračující růst zrna již nemá na tvrdost výrazný vliv.
- U použité oceli se vyskytují sulfidy a nitridy Ti (Nb).

Použitá literatura

- [1] PTÁČEK, Luděk. *Nauka o materiálu I*. Brno: CERM, 2001, 505 s. : il. ISBN 8072041932.
- [2] SEDLÁČEK, Vladimír. *Zotavení a rekrytalizace*. Praha: Academia, 1985.
- [3] ŽÍDEK, Milan. *Metalurgická tvařitelnost ocelí za studena*. Praha: ALEKO, 1995. ISBN 80-85341-45-X.
- [4] KRÁL, Robert. Fyzika materiálů II: Zotavení a rekrytalizace. In: *Katedra fyziky materiálů MFF UK: Fyzika materiálů 2* [prezentace online]. 1. část. [cit. 2019-03-11]. Dostupné z: https://material.karlov.mff.cuni.cz/people/janecek/studenti/Fyzika_materialu2/
- [5] SCHINDLER, Ivo a Petr KAWULOK. Deformační chování materiálů. In: *VŠB - Fakulta metalurgie a materiálového inženýrství: Deformační chování materiálu* [online]. Ostrava, 2013 [cit. 2019-03-11]. Dostupné z: <https://www.fmmi.vsb.cz/modin/cs/studijni-opory/resitelsky-tym-2-metalurgie/deformacni-chovani-materialu/>
- [6] HUMPREYS, F.J. a M. HATHERLY. *RECRYSTALLIZATION and Related Annealing Phenomena*. Oxford: Elsevier, 1996. ISBN 0-08-042685.
- [7] FIALA, Jaroslav a Ivo KRAUS. *Povrchy a rozhraní*. 2. přepracované vydání. Praha: ČVUT, 2017. ISBN 9788001058817.
- [8] KRÁL, Robert. Fyzika materiálů II: Zotavení a rekrytalizace. In: *Katedra fyziky materiálů MFF UK: Fyzika materiálů 2* [prezentace online]. 2. část. [cit. 2019-03-11]. Dostupné z: https://material.karlov.mff.cuni.cz/people/janecek/studenti/Fyzika_materialu2/
- [9] TULKA, Jaromír. *Povrchové úpravy materiálů*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta chemické, 2005.
- [10] Stainless Steels. KRAUSS, George. *Steels: processing, structure, and performance*. Second edition. Materials Park: ASM International, 2016, s. 579–619. ISBN 978-1-62708-083-5.
- [11] PTÁČEK, Luděk. *Nauka o materiálu II*. 2., opr. a rozš. vyd. Brno: CERM, 2002. ISBN 80-7204-248-3.
- [12] ČÍHAL, Vladimír. *Korozivzdorné oceli a slitiny*. Praha: Academia, 1999. ISBN 80-200-0671-0.
- [13] JAVIDI, Mehdi, M. R. NEMATOLLAHI, M. M. LALEHPARVAR a A. GHASSEMI. Failure Analysis of AISI 321 Austenitic Stainless Steel Water Piping in a Power Plant. *Journal of Failure Analysis and Prevention*. 2016, **16**(2), 209-215. DOI: 10.1007/s11668-016-0070-9. ISSN 1864-1245. Dostupné také z: <https://doi.org/10.1007/s11668-016-0070-9>
- [14] SOURMAIL, T. Precipitation in creep resistant austenitic stainless steels. *Materials Science and Technology*. Taylor & Francis, 2001/01/01, **17**(1), 1-14. DOI: 10.1179/026708301101508972. ISSN 0267-0836. Dostupné také z: <https://doi.org/10.1179/026708301101508972>
- [15] ČÍHAL, Vladimír. *Mezikrystalová koroze ocelí a slitin*. Druhé, zcela přepracované a doplněné vydání. Praha: SNTL - Nakladatelství technické literatury, 1978.

- [16] LI, Yanmo, Yongchang LIU, Chenxi LIU, Chong LI a Huijun LI. Mechanism for the formation of Z-phase in 25Cr-20Ni-Nb-N austenitic stainless steel. *Materials Letters*. 2018, **233**, 16-19. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2018.08.141>. ISSN 0167-577X. Dostupné také z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0167577X18313521>
- [17] LEE, Tae-Ho, Sung-Joon KIM a Yun-Chul JUNG. Crystallographic details of precipitates in Fe-22Cr-21Ni-6Mo-(N) superaustenitic stainless steels aged at 900 °C. *Metallurgical and Materials Transactions A*. 2000, **31**(7), 1713-1723. DOI: 10.1007/s11661-998-0332-6. ISSN 1543-1940. Dostupné také z: <https://doi.org/10.1007/s11661-998-0332-6>
- [18] PŘIBIL, Erich, Karel PROTIVA, Miroslav KRČEK a Jiří HERZÁN. *KOROZIVZDORNÉ A ŽÁRUVZDORNÉ OCELI POLDI A JEJICH POUŽITÍ: I. DÍL*. Praha: Nakladatelství technické literatury, 1989.
- [19] Austenitic Manganese Steels. DAVIS, J.R. *Alloying: Understanding the Basics*. Materials Park: ASM International, 2001, s. 242–253. ISBN 978-0-87170-744-4.
- [20] GRIGORENKO, V. B. Applications of corrosion-resistant steel. *Steel in Translation*. 2014, **44**(1), 80-85. DOI: 10.3103/S0967091214010070. ISSN 1935-0988. Dostupné také z: <https://doi.org/10.3103/S0967091214010070>
- [21] Značky ocelí. *METALMAX, s.r.o.* [online]. Frýdek-Místek, 2005 [cit. 2019-04-23]. Dostupné z: <http://www.metalmax.cz/znacky.php>
- [22] NKHOMA, Richard K.C., Charles W. SIYASIYA a Waldo E. STUMPF. Hot workability of AISI 321 and AISI 304 austenitic stainless steels. *Journal of Alloys and Compounds*. 2014, **595**, 103-112. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2014.01.157>. ISSN 0925-8388. Dostupné také z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0925838814002035>
- [23] ГОСТ 5632–72. *СТАЛИ ВЫСОКОЛЕГИРОВАННЫЕ И СПЛАВЫ КОРРОЗИОННОСТОЙКИЕ, ЖАРОСТОЙКИЕ И ЖАРОПРОЧНЫЕ*. Москва: ИПК Издательство стандартов, 1993.
- [24] Austenitic Stainless Steels. CHANDLER, Harry. *Heat Treater's Guide: Practices and Procedures for Irons and Steels*. 2nd Edition. Materials Park: ASM International, 1995, s. 724–758. ISBN 978-0-87170-520-4.
- [25] MAHMOUDI, Amir, Mohammad ESMAILIAN a Seyed Eshagh AGHAMIRI. Effect of Stabilizing Heat Treatment on Intergranular Corrosion Resistance of Welded Stainless Steel AISI 321. *Advanced Materials Research*. Trans Tech Publications, 2012, **535-537**, 692-696. DOI: 10.4028/www.scientific.net/AMR.535-537.692. ISSN 1662-8985. Dostupné také z: <https://www.scientific.net/AMR.535-537.692>
- [26] ČSN EN ISO 643. *Ocel – Mikrografické stanovení velikosti zrn*. Praha: Úřad pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví, 2014.
- [27] DE SOUSA, Regina Célia, José Carlos Cardoso FILHO, Auro Atsushi TANAKA, Ayana Cristina S. DE OLIVEIRA a Wilman Eduardo Italiano FERREIRA. Effects of solution heat treatment on grain growth and degree of sensitization of AISI 321 austenitic stainless steel. *Journal of Materials Science*. 2006, **41**(8), 2381-2386. DOI: 10.1007/s10853-006-2468-3. ISSN 1573-4803. Dostupné také z: <https://doi.org/10.1007/s10853-006-2468-3>

[28] BĂITANU, Doru Dumitru, Dan Gelu GĂLUȘCĂ, Dragoș Cristian ACHIȚEI a Mirabela Georgiana MINCIUNĂ. The Analysis of Physical-Structural Properties for AISI 321 Steel. *Key Engineering Materials*. Trans Tech Publications, 2016, **700**, 70-77. DOI: 10.4028/www.scientific.net/KEM.700.70. ISSN 1662-9795. Dostupné také z: <https://www.scientific.net/KEM.700.70>

[29] LEBAN, Mirjam Bajt a Robert TISU. The effect of TiN inclusions and deformation-induced martensite on the corrosion properties of AISI 321 stainless steel. *Engineering Failure Analysis*. 2013, **33**, 430-438. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.engfailanal.2013.06.021>. ISSN 1350-6307. Dostupné také z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1350630713002215>

[30] GHAZANI, M. Shaban a B. EGHBALI. Characterization of the hot deformation microstructure of AISI 321 austenitic stainless steel. *Materials Science and Engineering: A*. 2018, **730**, 380-390. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2018.06.025>. ISSN 0921-5093. Dostupné také z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0921509318308098>

Seznam použitých zkratk a symbolů

zkratka význam

at. %	atomová procenta
BCC	kubická prostorově středěná mřížka
EBS	difrakce zpětně odražených elektronů
EDS	energievě disperzní spektrometrie
FCC	kubická plošně středěná mřížka
hm. %	hmotnostní procenta
HCP	těsně uspořádaná hexagonální mřížka
CHTZ	chemicko-tepelné zpracování
ppm	parts per million (1 miliontina)
SIBM	deformací indukovaná migrace hranic zrn
SJ	strukturní jednotka
TZ	tepelné zpracování

symbol	jednotka	popis
A	(%)	tažnost
\vec{b}	(-)	Burgersův vektor
d	(mm)	střední průměr zrna
\vec{d}	(-)	vektor dislokační čáry
E_{Cr}	(%)	chromový ekvivalent
E_{Ni}	(%)	niklový ekvivalent
E_{Pb}	(%)	ekvivalent olova
G	(-)	číslo velikosti zrna
K	(s ⁻¹)	konstanta vyjadřující termomechanický vliv tváření a žíhání
k_y	(N*mm ^{-3/2})	materiálová konstanta
m	(mm ⁻²)	počet zrn na jednotce plochy o rozměru 1 mm ²
M_{D30}	(°C)	teplota výskytu 50 % martenzitu v matrici při 30% skutečné deformaci
M_S	(°C)	počáteční teplota vzniku martenzitické struktury při ochlazování
max		maximální hodnota množiny výsledku
min		minimální hodnota množiny výsledku
n	(-)	kinetický exponent
N	(-)	množství zachycených úseků
P	(-)	množství protnutých hranic zrn
R_{eL}	(MPa)	dolní mez kluzu
R_m	(MPa)	mez pevnosti
$R_{p0,2}$	(MPa)	smluvní mez kluzu
t	(s)	doba žíhání
T_M	(°C)	teplota tání
Z	(%)	zúžení
\bar{x}		průměr
\tilde{x}		medián
X_R	(-)	podíl rekrystalizované struktury
α', ϵ	(-)	typy martenzitu

δ	(-)	delta ferit
ε_m	(-)	mezní množství akumulované deformace v důsledku vnějšího napětí
ε_r	(-)	kritický stupeň deformace pro vznik nových zrn
η	(-)	Lavesova fáze
σ		směrodatná odchylka
σ_0	(MPa)	napětí potřebné pro pohyb dislokací
χ	(-)	chí fáze