

Vliv doby austenitizace na vlastnosti a strukturu W-Mo-V-Co PM rychlořezné oceli Vanadis 30

Bc. Martin Kuřík

Ing. Jana Sobotová, Ph.D

Abstrakt

V dostupné literatuře není v současnosti dostatečně popsán vliv doby austenitizace na změnu struktury a tím i na mechanické vlastnosti ocelí vyráběných práškovou metalurgií (PM). Doporučovaná doba se ve většině případů pohybuje v jednotkách minut. Následující práce má za cíl zmapovat průběh degradace struktury a mechanických vlastností v závislosti na době austenitizace u W-Mo-V-Co PM rychlořezné oceli Vanadis 30 a zjistit možnosti eventuální variability doby austenitizace tohoto materiálu. Vzorky byly austenitizovány při teplotě 1100°C po dobu 5, 15, 30 minut ve vakuové peci a kaleny proudem dusíku a poté popuštěny 3x560°C/1hod. K posouzení vlivu doby austenitizace bylo použito měření tvrdosti, zkouška třibodovým ohybem, metalografická analýza pomocí světelné mikroskopie a SEM. Dosažené výsledky prokázaly pouze nepatrné rozdíly vlastností při narůstající době austenitizace.

Klíčová slova

Vanadis 30, PM ocel, doba austenitizace, karbidy, mikrostruktura, tvrdost, pevnost v ohybu

1. Úvod

Obor práškové metalurgie patří v posledních 40 letech k velmi rychle se rozvíjejícímu oboru a rok od roku jeho podíl na trhu roste. Technologie je založena na atomizaci taveniny na jemný prášek (velikost zrn je v rámci mikronů) a následné spékání/slinování [1].

Výsledná struktura je velmi jemnozrnná a je možné touto metodou připravit oceli a slitiny o takovém složení, které konvenční metalurgií není možné dosáhnout.

Celkově jsou PM oceli méně náchylné na přehřátí, přesto je výrobcům doporučováno dodržovat velmi krátké časy austenitizace (v rámci minut) [2]. Tato skutečnost komplikuje dimenzování vsázky do pece s ohledem pro maximální využití kapacity v zakázkových kalárnách, které tak často nevyužijí plný potenciál pece a zakázka se tím prodražuje.

Vanadis 30 je W-Mo-V-Co rychlořezná ocel připravovaná pomocí PM. Výrobcem je doporučována pro práci za studena. Obsah kobaltu okolo 8,5 % má pozitivní vliv na pevnost a tvrdost za tepla, odolnost proti popouštění. Ocel má snášet vyšší tlakové a tepelné zatížení [2].

Pro experiment bylo zvoleno tepelné zpracování (TZ) lišící se dobou austenitizace, kdy jako referenční TZ bylo nastaveno v praxi běžně používaná austenitizace při 1100°C po 5 minut a následné popouštění 3x560°C/1hod. Další dvě série měly dobu austenitizace 15, respektive 30 minut. Výrobcem je doporučována austenitizace 1100°C/3min [2].

Z literatury [3,4] je známo, že použití delších než doporučených časů austenitizace obecně způsobuje nežádoucí změny mechanických a strukturních vlastností materiálu.

2. Experiment

2.1. Materiál a tepelné zpracování

Pro použitou ocel Vanadis 30 výrobce udává následující chemické složení 1,28%C, 4,2%Cr, 5,0%Mo, 6,4%W, 3,1%V, 8,5%Co [2].

Na zkoušku tříbodovým ohybem byly použity vzorky $\varnothing 11 \times 100$ mm a pro měření tvrdosti a sledování strukturních změn $\varnothing 11 \times 10$ mm.

Všechny vzorky byla austenitizovány při teplotě 1100°C po dobu 5, 15 a 30 minut ve vakuové peci, následně zakaleny proudem dusíku při tlaku 10 barů a 3x popuštěny při 560°C/1 hod. Z každé série byl jeden vzorek pro metalografickou analýzu zakalen bez následného popouštění a ten byl použit pro vyhodnocení velikosti původního austenitického zrna. Metalografický výbrus byl připraven klasickým způsobem na příčném řezu, pro leptání bylo použito leptadlo Nital (2% roztok kyseliny dusičné v etanolu).

2.2. Experimentální metody

Pevnost v ohybu byla zjištěna na zařízení Instron 5582. Při rychlosti 1 mm/min a vzdálenosti podpor 80 mm. Pro každou sérii tepelného zpracování byly měřeny 4 vzorky.

Měření tvrdosti bylo provedeno na tvrdoměru EMCOTEST M4C na každém vzorku 5 měření metodou HRC. Z naměřených dat byla určena průměrná hodnota a směrodatná odchylka dle [5].

Velikost původního austenitického zrna byla určena na základě Snyder-Graffiho metody, která se používá pro rychlořezné oceli a je součástí normy ČSN EN ISO 643 [6]. Vyhodnocovalo se vždy pět snímků při zvětšení 1000x, pořízeny světelným mikroskopem Neophot 32.

Pro sledování na SEM musely být vzorky použité na světelném mikroskopu velmi opatrně vypreparovány z fixačního materiálu, který je nevodivý. Byl použit řádkovací mikroskop JMS 7600F JEOL v předložené zprávě jsou použity mikrosnímky při zvětšení 5000x.

Při uvedeném zvětšení byla vyhodnocena struktura a identifikovány sledované karbidy. Chemické složení karbidů a matrice bylo hodnoceno metodou EDS při urychlovacím napětí 15 kV a pracovní vzdálenosti 8 mm.

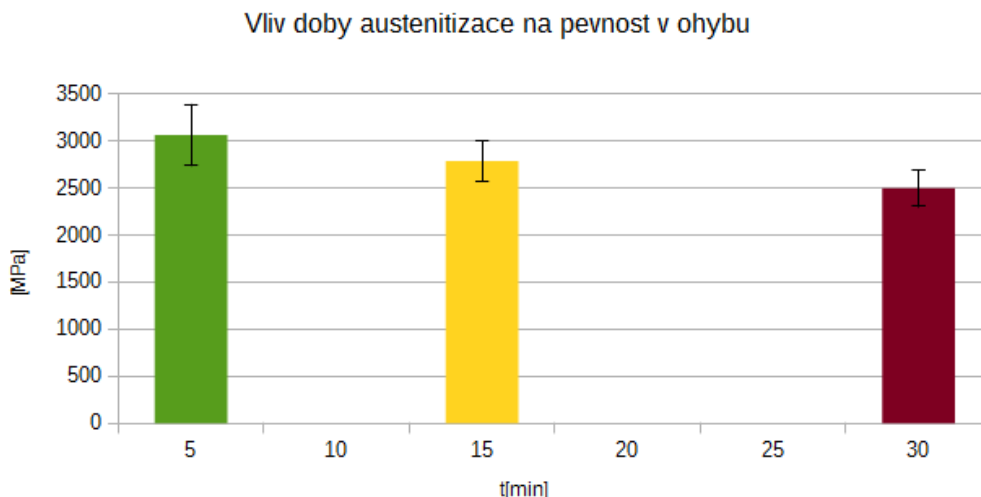
Snímky struktury byly dále pomocí obrazovému analyzátoru NIS Elements[®] použity k vyhodnocení objemového podílu karbidických částic a zbytkového austenitu u zakaleného stavu. Z každého stavu bylo vyhodnoceno vždy 6 snímků.

3. Výsledky a diskuze

3.1. Pevnost v ohybu

Dodavatel udává v materiálovém listu hodnoty pevnosti v ohybu získané na základě zkoušky čtyřbodovým ohybem a na vzorcích $\varnothing 5$ mm nespecifikované délky a vzdálenosti podpěr. Norma pro zkoušku tříbodovým ohybem nepředepisuje tvar ani velikost vzorku. Vzhledem k tvaru vzorku, který byl použit v této práci, publikované výsledky nelze sice porovnávat s materiálovým listem zkoumaného materiálu, ale jsou odpovídajícím způsobem porovnatelné v rámci experimentu.

Výsledky měření jsou uvedeny na obr. 1 i s rozptylem naměřených hodnot. V závislosti na době austenitizace je vidět mírný pokles pevnosti v ohybu. V praxi se běžně pro Vanadis 30 používá doba austenitizace 5 minut. Námi zjištěný pokles pevnosti v ohybu pro dobu 6x delší činí pouze 500 MPa.



Obr. 1 Pevnost v ohybu pro PM ocel Vanadis 30 pro různé doby austenitizace při 1100°C a následném popouštění 3x560°C/1 hod

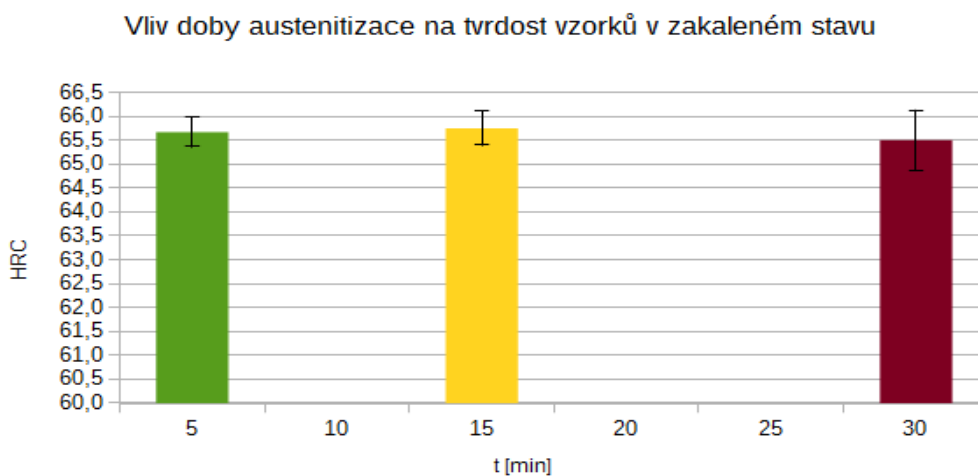
Lomové plochy vykazují dle očekávání strukturu křehkého lomu a při přelomení vzniklo velké množství drobnějších fragmentů zkušební vzorku.

Je všeobecně známo [3,4] že s nárůstem teploty austenitizace a doby austenitizace dochází k hrubnutí zrna, které způsobuje pokles pevnosti. Jak již bylo řečeno, k tomuto jsou PM oceli méně náchylné, přesto je zjištěn malý pokles pevnosti v ohybu v závislosti na době austenitizace pro sledovanou ocel překvapující.

3.2. Tvrdost

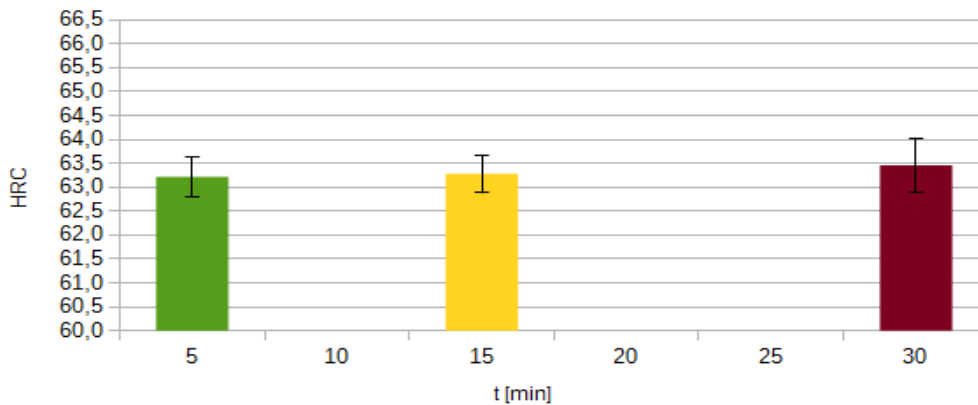
Výrobce ve svém materiálovém listu udává, že po austenitizaci při teplotě 1100°C po dobu 3 minut a následném popouštění 3x560°C/1 hod bude tvrdost nabývat hodnot 64±1 HRC [2].

Výsledky měření tvrdosti pro zakalený stav vzorků jsou graficky vyneseny na obr. 2 a pro popouštěný stav na obr. 3. Hodnoty jsou průměrné a doplněny o úsečky znázorňující rozptyl hodnot. Hodnoty samotné jsou uvedeny v tabulka. 1 společně se směrodatnou odchylkou.



Obr. 2 Tvrdost PM oceli Vanadis 30 v závislosti na době austenitizace v zakaleném stavu

Vliv doby austenitizace na tvrdost popuštěných vzorků



Obr. 3 Tvrdost PM oceli Vanadis 30 v závislosti na době austenitizace s následným popouštěním 3x560°C/1hod

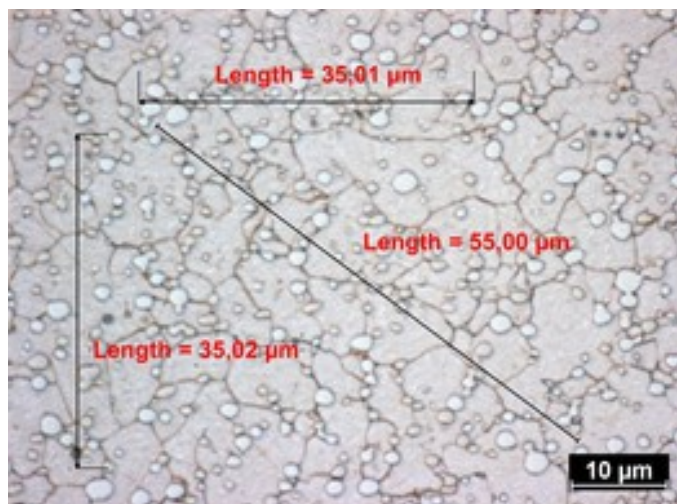
	1100°C/t min, 3x560°C/1hod			1100°C/t min		
t [min]	5	15	30	5	15	30
HRC	63,2±0,4	63,3±0,4	63,5±0,4	65,8±0,4	65,7±0,4	65,3±0,5

Tabulka 1 Výsledky měření tvrdosti se směrodatnou odchylkou vypočítanou dle normy ČSN EN ISO 6508[5]

Tvrdosti v závislosti na době austenitizace se v zakaleném stavu v podstatě neliší a dosahují hodnoty 65,5 HRC (obr. 2). Tvrdosti oceli pro popuštěný stav se liší pouze nepatrně a dosahují hodnot mírně nad 63 HRC. Je možné konstatovat, že se výsledky tvrdosti v závislosti na době austenitizace zásadně nemění.

3.3. Velikost zrna

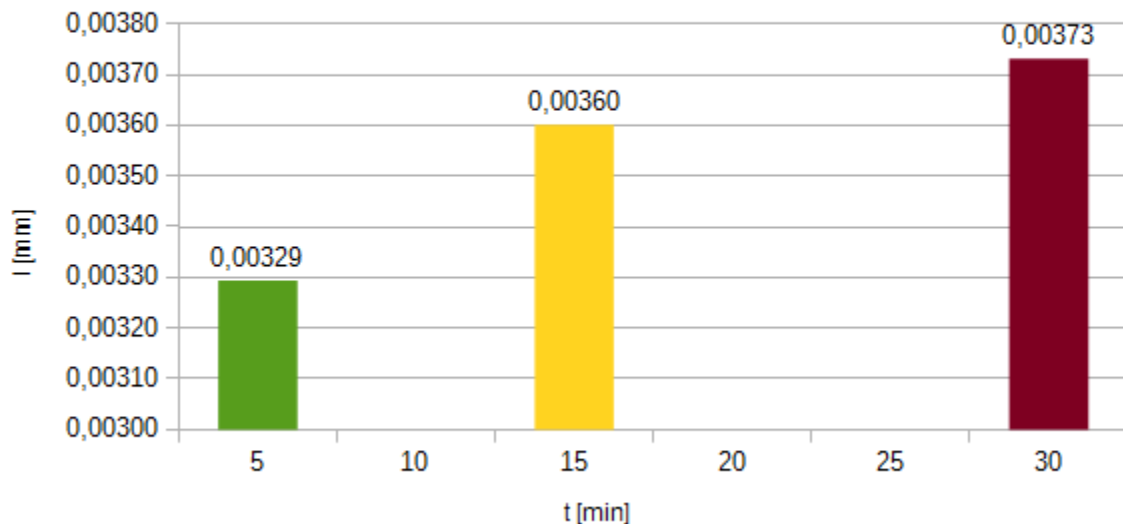
Snyder-Graffovou metodou byla určena průměrná délka zachyceného úseku l (obr. 4).



Obr. 4 Ukázka způsobu vyhodnocování velikosti původního austenitického zrna pomocí metody Snyder-Graff u vzorku v zakaleném stavu po 5 minutách austenitizace.

Výsledky jsou uvedeny na obr. 5. Pozorujeme mírný nárůst parametru l , nicméně číslo velikosti zrna je ve všech případech stejné, $G = 13$. Tak mírný nárůst se dá vysvětlit velkým množstvím primárních karbidů po hranicích zrn, které by mohly bránit růstu austenitického zrna [3,7] i přes výrazné překročení doporučené doby austenitizace. Podíl karbidické fáze bude vyhodnocen dále.

Vliv doby austenitizace na průměrnou délku přímkového úseku



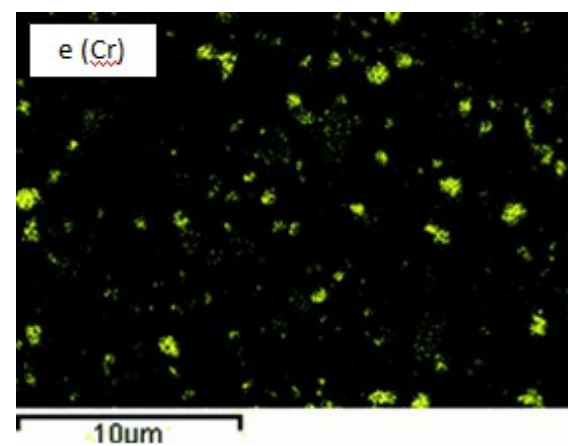
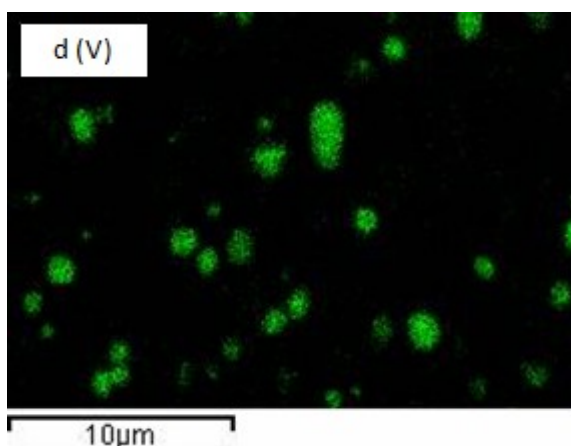
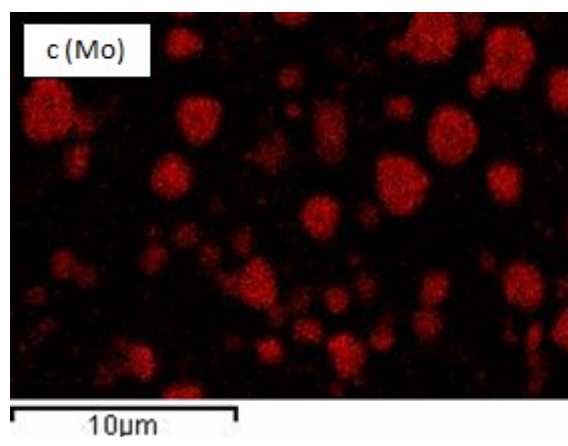
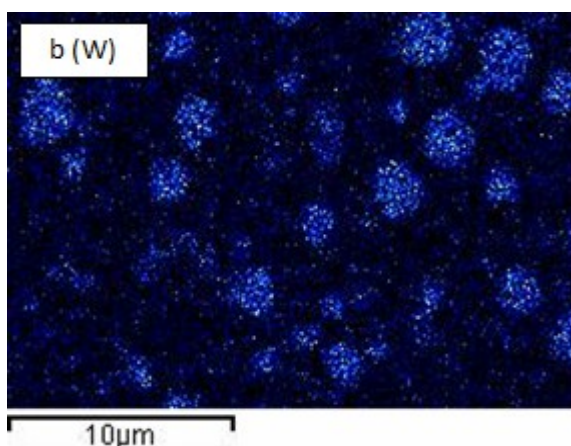
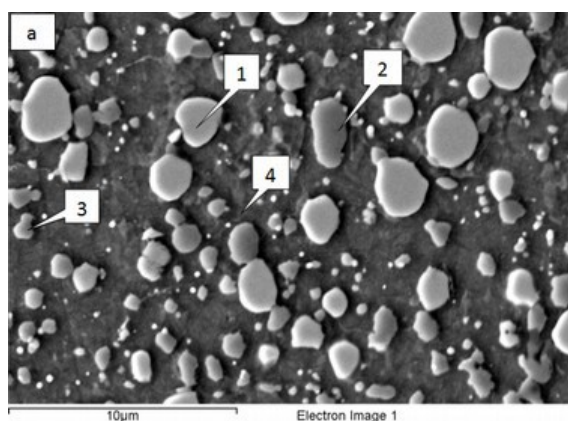
Obr. 5 Velikost průměrné délky zachyceného úseku l v závislosti na době austenitizace při teplotě 1100°C pro PM ocel Vanadis 30

Výsledky velikosti zrna oceli Vanadis 30 v závislosti na době austenitizace jsou v dobrém souladu s měřením pevnosti v ohybu a tvrdosti, které se také liší pouze mírně s narůstající dobou austenitizace

3.4. Metalografická analýza - žíhaný stav

Struktura oceli Vanadis 30 v dodaném stavu (žíháno na měkko) je dle očekávání tvořena maticí a rovnoměrně rozmístěnými karbidy (obr. 6a). Na základě distribučních map jednotlivých legujících prvků byly určeny tři druhy karbidů. Světlejší karbidy velkých (1) i submikronových velikostí (4) obsahují velké množství wolframu (obr. 6b) a molybdenu (obr. 6c). Tmavší karbidy (2) obsahují vanad (obr. 6d) a (3) převážně chrom (obr. 6e).

Na základě [7] lze předpokládat, že karbidy s převahou Mo a W jsou typu M_6C , částice s vysokým množstvím V jsou MC a převážně Cr částice jsou typu $M_{23}C_6$ případně M_7C_3 . To nelze na základě chemického složení jednoznačně určit.

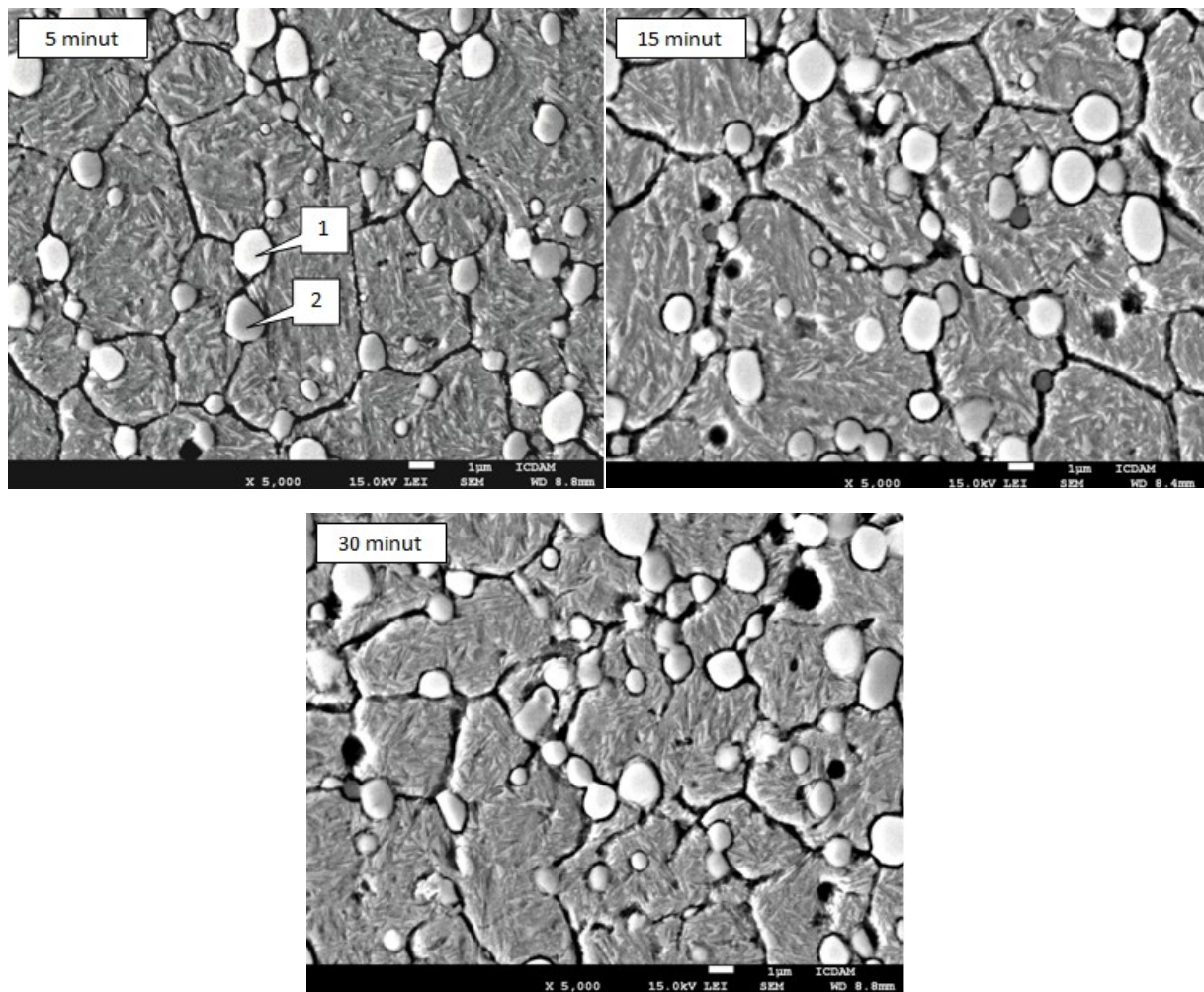


Obr. 6 Mikrostruktura PM oceli Vanadis 30 ve stavu žíhaném na měkko: a- mikrostruktura (SEM), b- EDS mapa wolframu z obr. 6a, c- EDS mapa molybdenu z obr. 6a, d- EDS mapa vanadu z obr. 6a, e- EDS mapa chromu z obr. 6a

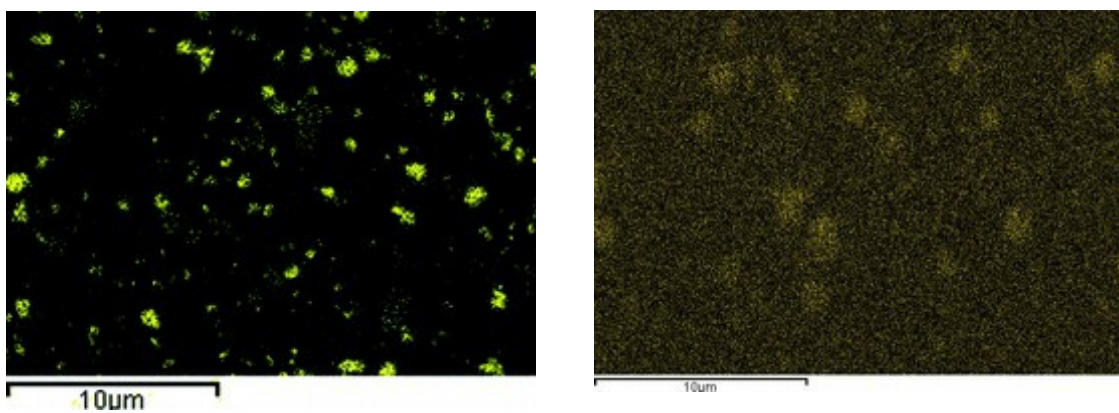
3.5. Metalografická analýza - zakalený stav

Při pozorování struktury po tepelném zpracování v zakaleném stavu je možné u všech dob austenitizace dle očekávání pozorovat martenzitickou strukturu se zbytkovým austenitem a karbidy typu M_6C (1) a MC (2) (obr. 7). Obrázek potvrzuje dříve uvedené výsledky, že pro sledovanou ocel se velikost zrna v závislosti na době austenitizace nemění. Karbidy $M_{23}C_6$ (M_7C_3) již nepozorujeme a jak dokládá obr. 8 došlo k jejich rozpuštění a Cr je rovnoměrně rozložen v matrici a karbidech M_6C , v okolí MC je ho mírně zvýšené množství. Úplné roz-

puštění karbidů M_7C_3 při teplotě 1100°C potvrzuje práce [8], která se zabývala vlivem austenitizační teploty na PM ocel Vanadis 6, kdy bylo pozorováno postupné rozpouštění zmíněného karbidu a při teplotě 1100°C karbidy již nebyly detekovány. $M_{23}C_6$ se podle [7] plně rozpouští při $950\text{-}1000^\circ\text{C}$



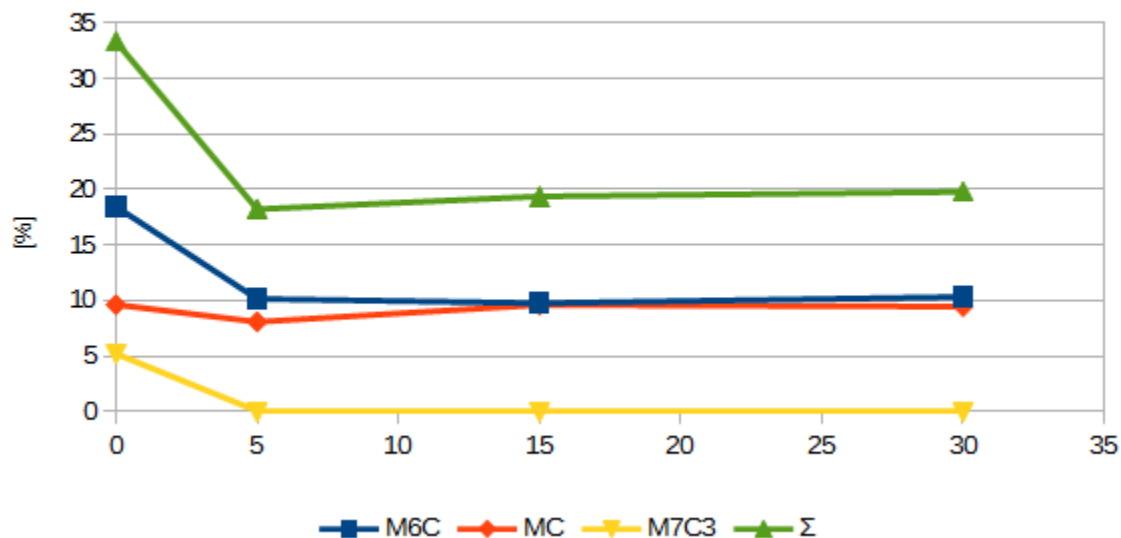
Obr. 7 Mikrostruktura PM oceli Vanadis 30 v zakaleném stavu po 5, 15 a 30 minutách austenitizace při 1100°C



Obr. 8 Mapa rozložení Cr získaná pomocí EDS analýzy, vlevo stav žíhaný na měkko, vpravo zakalený stav po austenitizaci při 1100°C po 5 min

Objemový podíl karbidů všech tří typů je vyneseno na obr. 9 jako funkce doby austenitizace.

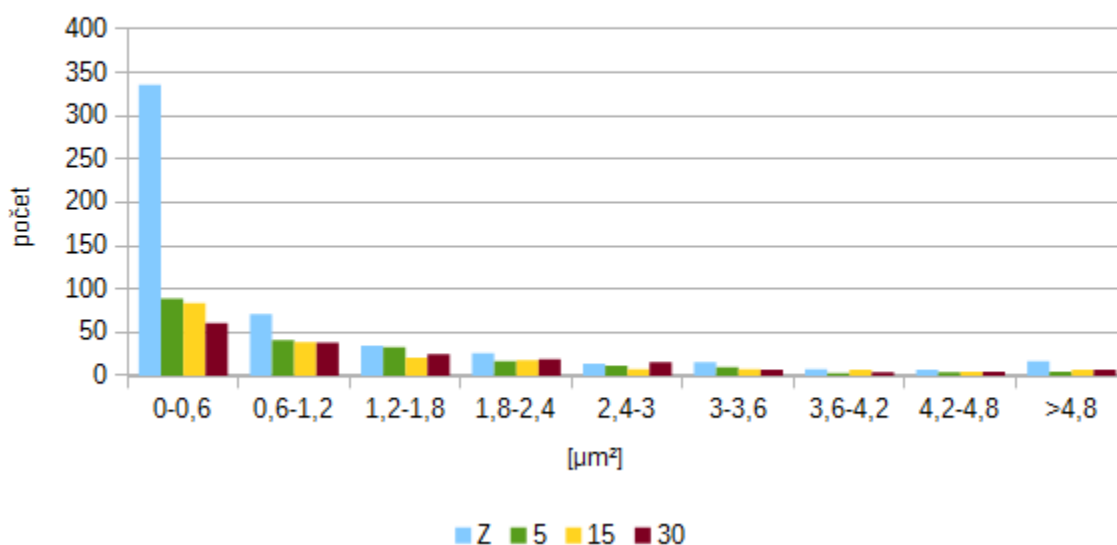
Vliv doby austenitizace na množství karbidů ve struktuře v zakaleném stavu



Obr. 9 Podíl karbidických fází ve struktuře PM oceli Vanadis 30 z závislosti na době austenitizace v zakaleném stavu

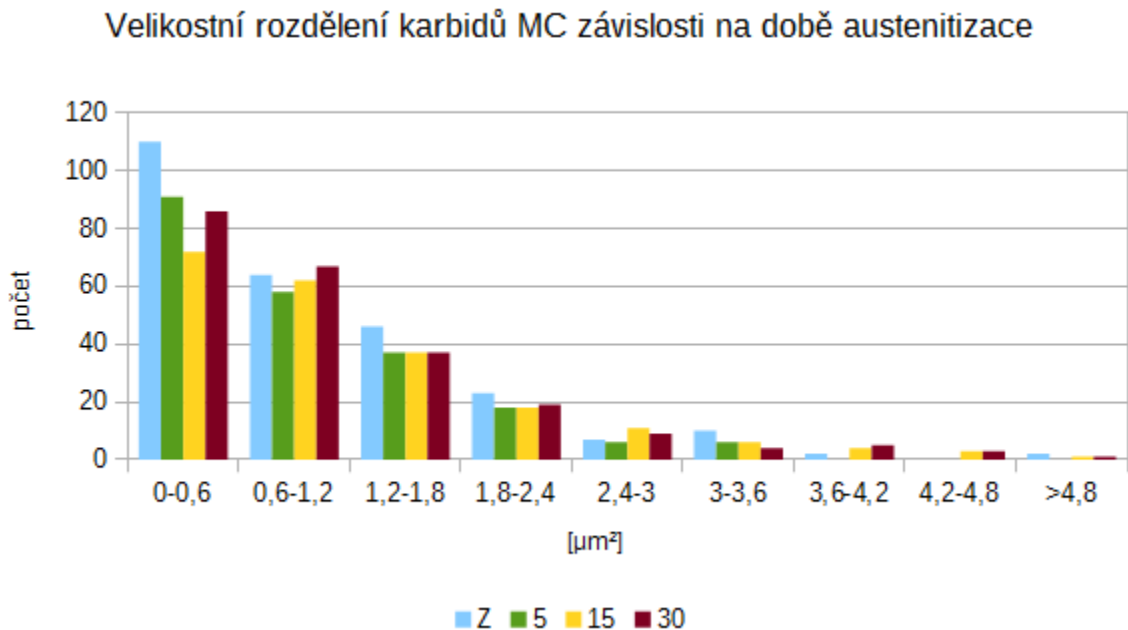
Bod „0“ v tomto případě značí hodnoty pro dodaný stav a znak „Σ“ celkový podíl karbidů ve struktuře. Opět se potvrzuje, že došlo k úplnému rozpuštění karbidů M_7C_3 ($M_{23}C_6$) a také zde je výrazný pokles u M_6C , což koresponduje s rozpuštěním mikroskopických karbidů tohoto typu (0–0,6 μm). Z obrázku je dále zřejmé, že karbidy M_6C se s narůstající velikostí rozpouštějí při austenitizaci méně (viz obr. 10).

Velikostní rozdělení karbidů M_6C závislosti na době austenitizace



Obr. 10 Třídenní rozdělení velikostí karbidů M_6C v PM oceli Vanadis 30 vzhledem k době austenitizace v zakaleném stavu

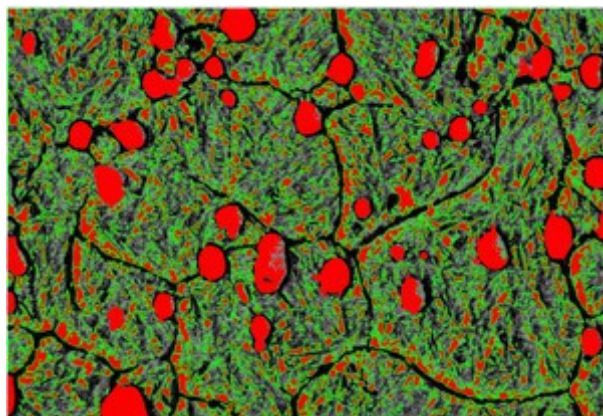
Obr. 11 V souladu s výsledky práce [8] dokumentuje stabilitu karbidu MC v závislosti na době austenitizace.



Obr. 11 Třídňí rozdělení velikostí karbidů MC v PM oceli Vanadis 30 vzhledem k době austenitizace v zakaleném stavu

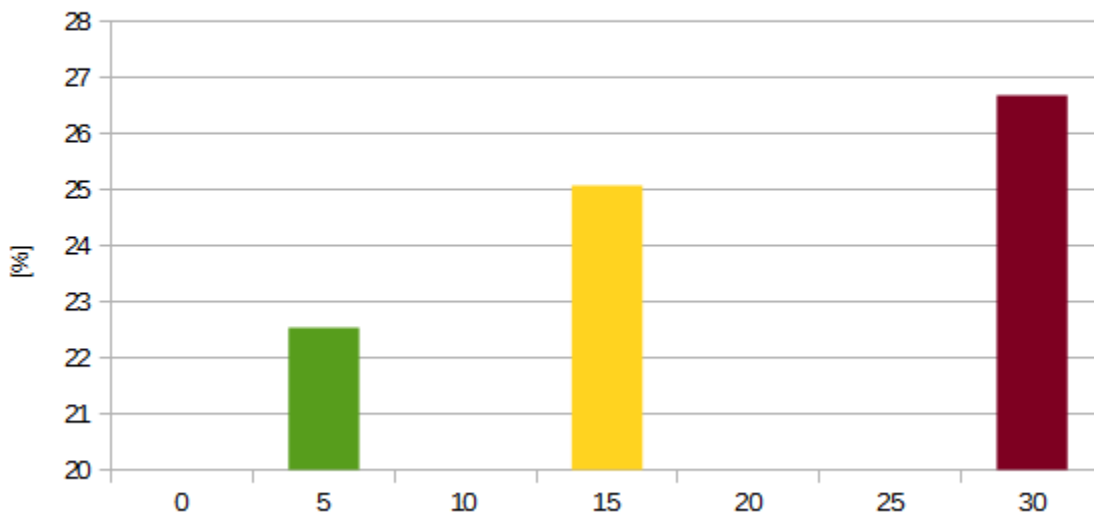
Pomocí obrazového analyzátoru NIS Elements byl stanoven obsah zbytkového austenitu v zakaleném stavu v závislosti na době austenitizace. Ukázka naprahování jednoho z vyhodnocovaných snímků je na obr. 12. Karbidy stejného zabarvení byly při vyhodnocování ručně odečteny. Výsledný průběh závislosti uvedený na obr. 13. odpovídá teorii [3,4], kdy s rostoucí dobou austenitizace stoupá množství zbytkového austenitu.

Je třeba však podotknout, že ve sledovaných stavech se podíl zbytkového austenitu mění pouze o 4%.



Obr. 12 Ukázka naprahování snímku struktury zakaleného vzorku po 5 minutách austenitizace pomocí NIS Elements pro určení přibližného množství zbytkového austenitu (karbidy a zbytkový austenit- červená barva)

Vliv doby austenitizace na množství zbytkového austenitu v zakaleném stavu



Obr. 13 Objemový podíl zbytkového austenitu ve struktuře zakalených vzorků v závislosti na době austenitizace určené pomocí NIS Elements

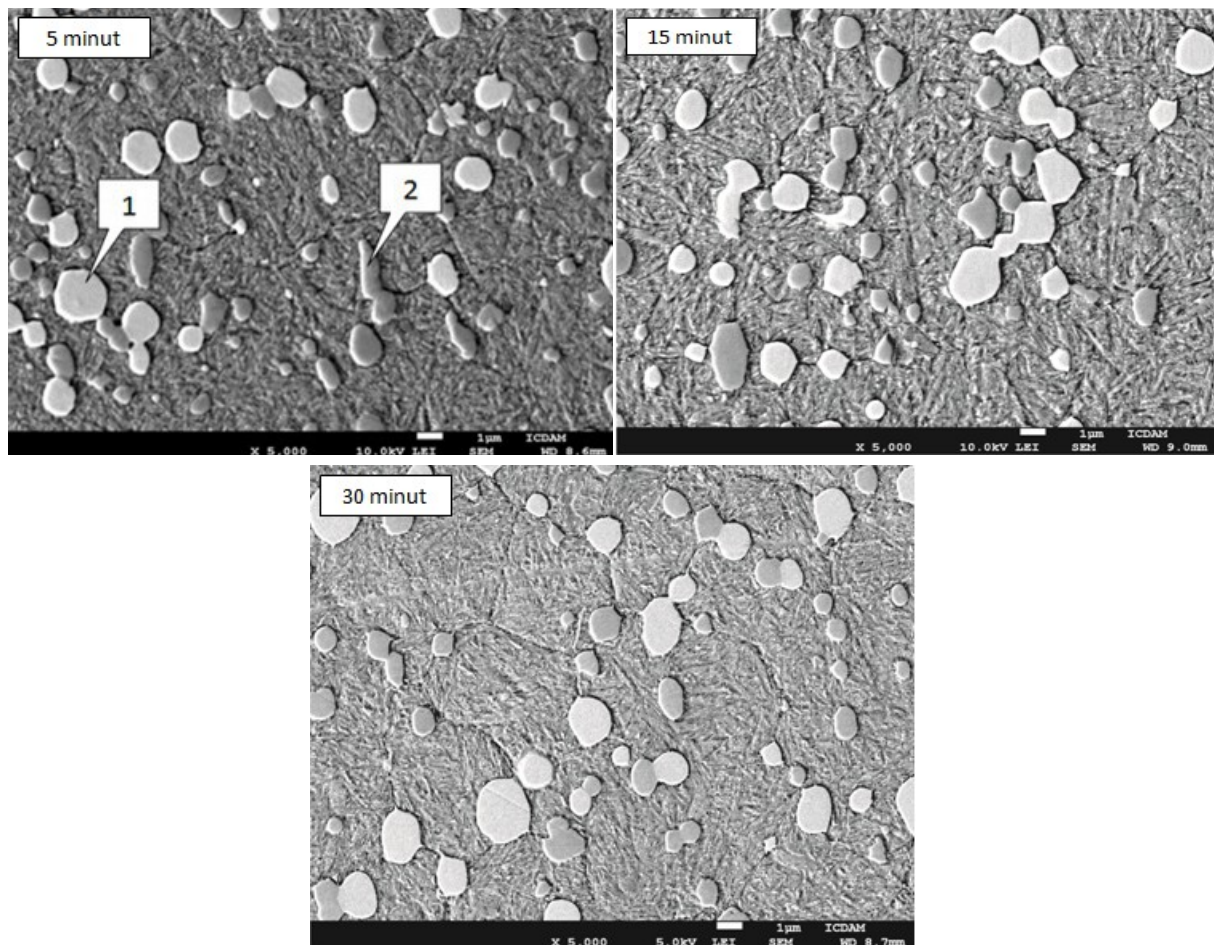
Uvedené analýzy podporují výsledky z měření pevnosti v ohybu, tvrdosti a velikosti zrna a potvrzují odolnost ocelí Vanadis 30 proti přehřátí.

Vlivem rozpuštění karbidů M_7C_3 ($M_{23}C_6$) a submikronových karbidů M_6C dochází k obohacení matrice o legující prvky Cr, W, Mo a uhlík, to vede k vyšší pevnosti martenzitu, ale zároveň s rostoucí dobou austenitizace roste podíl zbytkového austenitu obr. 13, který pevnost snižuje. Superpozicí obou dějů lze vysvětlit, že tvrdost zůstává v podstatě konstantní.

Primární karbidy MC a M_6C se téměř nerozpouštějí a účinně brání hrubnutí zrna v průběhu austenitizace, proto pozorujeme zcela nepatrný nárůst velikosti zrna.

3.6. Metalografická analýza popuštěný stav

V souladu s teoretickým předpokladem dochází popouštěním $3 \times 560^\circ\text{C}/1\text{hod}$ dochází k rozpadu zbytkového austenitu a struktura jej tvořena popuštěným martenzitem a karbidy M_6C (1) a MC (2) skutečnost do obr. 14.



Obr. 14 Mikrostruktura PM oceli Vanadis 30 v popuštěném stavu po 5, 15 a 30 minutách austenitizace při 1100°C

Obrázek dokumentuje, že ani v popuštěném stavu není patrný rozdíl ve struktuře oceli Vanadis 30 při narůstající době austenitizace.

Dle předpokladu je struktura po popouštění tvořena popuštěným martenzitem a primárními karbidy, jejichž množství se s dobou austenitizace nemění. Vyhodnocení sekundárních karbidů je nad rámec této práce.

Výrobce udává, že po popouštění 3x560°C/1hod ve struktuře nebude více jak 1% zbytkového austenitu [2]. Určení takto malého množství je mimo možnosti analýzy mikrostruktury pomocí SEM při zvětšení 5000x.

4. Závěr

Pro PM rychlořeznou ocel Vanadis 30 austenitizovanou při 1100°C po dobu 5, 15 a 30 minut lze konstatovat následující:

- 1) Pevnost v ohybu s dobou austenitizace klesá pouze mírně.
- 2) Tvrdost v zakaleném stavu dosahuje 65,5 HRC a s délkou austenitizace zůstává s ohledem na přesnost měření konstantní. V popuštěném stavu je tvrdost přibližně 63 HRC a vykazuje nepatrný nárůst s rostoucí dobou austenitizace.
- 3) Velikost původního austenitického zrna pro sledované doby austenitizace je stejná ($G=13$) díky velkému množství primárních karbidů MC a M_6C , které brání hrubnutí zrna.
- 4) Mikrostruktura materiálu Vanadis 30 ve stavu žíhaném na měkko obsahuje minimálně tři typy karbidů. Karbidy typu MC obsahují převážně V a objemový podíl činí 9,6 %.

V M_6C převažuje W a Mo s objemovým podílem ve struktuře je 18,5 %. Cr převažuje v M_7C_3 ($M_{23}C_6$) s podíle 5,2 %.

- 5) Během prvních 5 minut austenitizace dojde k rozpuštění karbidů M_7C_3 ($M_{23}C_6$) a M_6C submikronových rozměrů. Další rozpouštění karbidů vzhledem k době austenitizace je neprůkazné.
- 6) V zakaleném stavu je matrice tvořena martenzitem a zbytkovým austenitem. Jehož množství s rostoucí dobou austenitizace mírně roste.

Nebyl prokázán výrazný vliv prodloužené doby austenitizace na změnu vlastností a struktury sledované rychlořezné oceli.

Získané výsledky by bylo vhodné doplnit o zpracování konkrétních nástrojů při době austenitizace delší než doporučená a ověření užitečných vlastností těchto nástrojů.

Seznam symbolů

<i>PM</i>	Powder metallurgy- prášková metalurgie
<i>Cr</i>	Chrom
<i>V</i>	Vanad
<i>W</i>	Wolfram
<i>Mo</i>	Molybden
<i>HRC</i>	Tvrdość dle Rockwella
<i>Z, 0</i>	Základní stav
Σ	Suma

Seznam použité literatury

Seznam použité literatury

- [1] GRINDER, Olle. The HIP way to make cleaner, better steels. Metal Powder Report. 2007, vol. 62, issue 9, s. 16-22. DOI: 10.1016/S0026-0657(07)70190-X. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S002606570770190X>
- [2] Materiálový list k PM oceli Vanadis 30, Uddeholm, 2006, dostupné z: http://www.uddeholm.com/files/vanadis_30-english.pdf
- [3] PTÁČEK, Luděk. Nauka o materiálu. 2. opr. a rozš. vyd. Brno: CERM, 2002, 392 s. ISBN 80-7204-248-32.
- [4] KRAUS, V. Tepelné zpracování a slinování : Přednášky [online]. Plzeň : ZČU, 2000 [cit. 2010-06-17]. Dostupné z: <http://tzs.kmm.zcu.cz/TZSprcelk.pdf>
- [5] ČSN EN ISO 6508. Kovové materiály- Zkouška podle Rockwella. Praha: Český normalizační institut, 2006.
- [6] ČSN EN ISO 643. Mikrografické stanovení velikosti zrn. Praha: Český normalizační institut, 2013
- [7] JURČI, Peter. Nástrojové oceli ledeburitického typu. Vyd. 1. Praha: České vysoké učení technické v Praze, 2009. ISBN 80-010-4439-4.
- [8] BÍLEK, Pavel. Kvantifikace strukturních změn v chrom-vanadové ledeburitické oceli v závislosti na teplotě austenitizace. Praha, 2011. Diplomová práce. ČVUT, fakulta strojní. Vedoucí práce Ing. Jana Sobotová, Ph.D.