

# Kvantifikace lomových ploch oceli Vanadis 6 v závislosti na tepelném zpracování

Bc. Petr Celba

Vedoucí práce: Ing. Jana Sobotová Ph.D

## Abstrakt

Práce hodnotí vliv tepelného zpracování oceli Vanadis 6 vyrobené práškovou metalurgií rychle ztuhlých částic na velikost plastické práce zjištěné statickou zkouškou tříbodovým ohybem. Plastická práce je následně vztažena na plochu a drsnost lomové plochy. K vyhodnocení bylo použito měření drsnosti na konfokálním mikroskopu a měření lomových ploch pomocí laserového profilometru.

## Klíčová slova

Tepelné zpracování, Vanadis 6, prášková metalurgie, plastická práce, lomový povrch, lomová plocha, trojbodový ohyb, drsnost, konfokální mikroskopie, laserový profilometr

## 1. Úvod

Předložená práce je úvodní částí k diplomové práci, kde bude kvantifikace lomových ploch v závislosti na tepelném zpracování dokončena. Účelem experimentu je zjistit souvislost mezi vzniklou lomovou plochou, její drsností a plastickou lomovou prací potřebnou pro zlomení vzorku při statickém tříbodovém ohybu při různém tepelném zpracování. Tato souvislost by mohla v praxi být využita na stanovení zmíněné potřebné plastické práce na zlomení pouze pomocí parametru drsnosti či velikosti plochy lomu.

## 2. Výroba oceli Vanadis 6

Vanadis 6 je ledeburitická chromvanadová prášková nástrojová ocel určená pro práci za studena. Její směrné chemické složení uvádí tabulka 1.

Tabulka 1. – Chemické složení oceli Vanadis 6 [1]

Chemické složení [%] - Vanadis 6					
C	Si	Mn	Cr	Mo	V
2,1	1	0,4	6,8	1,5	5,4

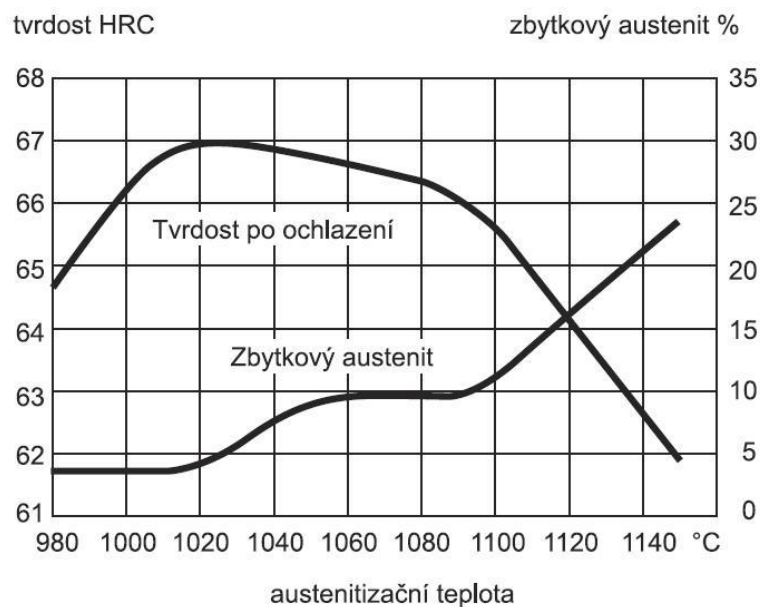
Technologie výroby oceli Vanadis 6 metodou rychle ztuhlých částic je založena na principu atomizace kovové taveniny. Při této metodě se tavenina kovu rozstříkuje tlakovým médiem (inertním plynem, jiné plyny mohou mít za následek např. vytváření oxidů a jiných sloučenin na povrchu výsledných granulí, což je nežádoucí) a vzniklé kapičky taveniny rychle ztuhnou na prášek. Takto vzniklé prášky z různých kovů se pak následně míchají tak, aby se vytvořilo požadované chemické složení oceli. Nejčastějším průmyslově využívaným zpracováním takto připravených prášků je izostatické lisování za tepla, při kterém dochází ke kompaktaci prášku do výsledného polotovaru. [2]

### 3. Tepelné zpracování oceli Vanadis 6

#### 3.1 Austenitizace

Ocel Vanadis 6 je dodávána ve stavu žíhaném na měkko. Obvyklé tepelné zpracování se skládá z austenitizace, kalení a popouštění. Za účelem snížení zbytkového austenitu se mezi kalení a popouštění může zařadit zmrazování. [1]

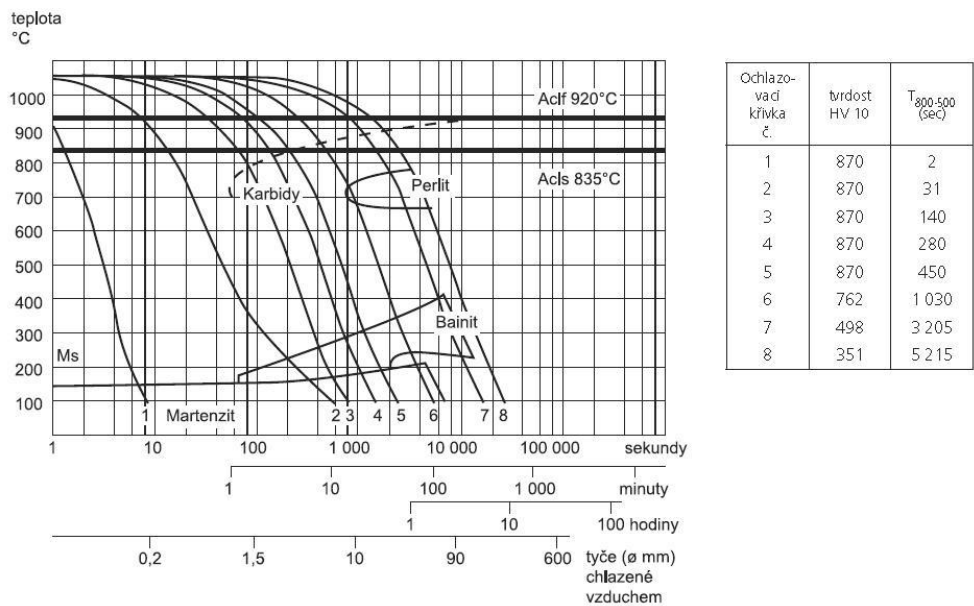
Austenitizační teplota oceli Vanadis 6 je doporučována v rozmezí 980°C až 1150°C s výdrží 30 minut.[1] S rostoucí austenitizační teplotou klesá pevnost trojbodovým ohybem, to je způsobeno hrubnutím austenitického zrna, klesá houževnatost, naopak ale stoupá tvrdost po kalení. Austenitizační teplota je důležitá i z hlediska rozpouštění přítomných karbidů ( $M_7C_3$  chromové, MC vanadové).[3] Předcházející práce [3] uvádí, že zatímco chromové karbidy jsou nad teplotou 1100°C v oceli Vanadis 6 zcela rozpouštěny, vanadové karbidy nejsou ani při teplotě 1200°C zcela rozpouštěny nejsou. Závislost austenitizační teploty na tvrdosti po kalení ukazuje obrázek 1.



**Obr. 1.** Závislost austenitizační teploty na tvrdosti po kalení a na množství zbytkového austenitu oceli Vanadis 6 [1]

#### 3.2 Kalení

Po austenitizaci následuje kalení a to přímo z austenitizačních teplot. Pro ochlazení je možno volit několik způsobů a to buď rychlým proudem vzduchu nebo plynu nebo ve vakuové peci plynem s dostatečným přtlakem, případně do solné lázně nebo fluidního prostředí. Ochlazování probíhá podle ARA diagramu na obrázku 2 nebo IRA diagramu.[1] Při kalení dostatečnou ochlazovací rychlostí v materiálu probíhá martenzitická transformace, dle očekávání nedochází k úplné transformaci austenitu na martenzit. V matici zůstane podíl zbytkového austenitu a to proto, že při austenitizaci dochází k nasycení austenitu uhlíkem a legurami, které snižují teplotu  $M_f$  (martenzit finish) hluboko pod bod mrazu. Zbytkový austenit způsobuje zhoršení mechanických vlastností (pevnost a tvrdost), proto je snaha jeho množství snížit popouštěním případně i zmrazováním.[2]



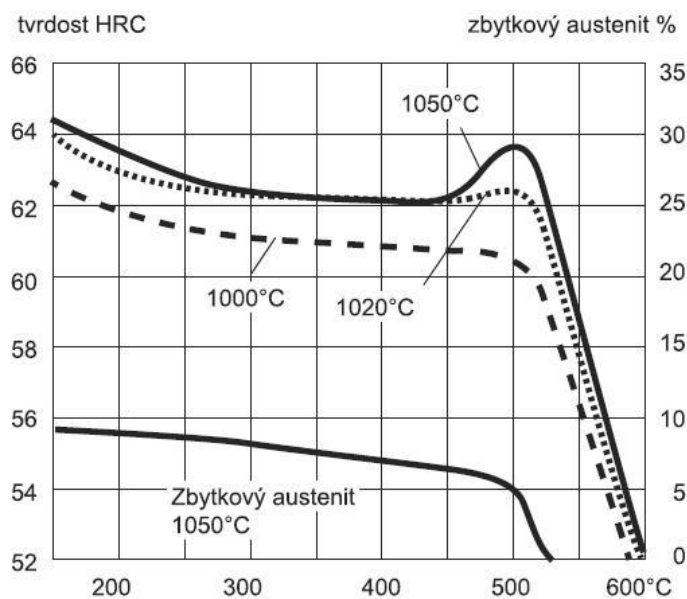
**Obr. 2.** ARA diagram oceli Vanadis 6 [1]

### 3.3 Kryogenní zpracování

Zmrazování, při kterém dochází k přeměně většiny austenitu na martenzit a tím i k snížení zbytkového austenitu, se provádí při teplotách pod  $M_f$ . Jestliže v matici zůstane podíl zbytkového austenitu, je dále odstraněn nebo snížen na minimální hodnoty popouštěním.[2] Práce [3] potvrdila až třináásobné snížení podílu zbytkového austenitu u materiálu zmrazeného oproti nezmrazenému. Podle [1] se doporučuje zmrazování na teploty  $-70^{\circ}\text{C}$  až  $-80^{\circ}\text{C}$  po dobu 1 až 3 hodin s následným popouštěním, tento postup zvyšuje tvrdost o 1 HRC. V rozporu s tím práce [3] uvádí, tvrdost materiálu zmrazeného na  $-196^{\circ}\text{C}$  je snížena o ca 2,5 HRC oproti materiálu nezmrazenému. Na druhou stranu bylo zjištěno, že pevnost v třibodovém ohybu je obecně vyšší pro teploty zmrazování  $-196^{\circ}\text{C}$  po dobu 4 hodin, než pro teploty  $-90^{\circ}\text{C}$  po dobu 4 hodin nebo pro nezmrazený materiál.[3]

### 3.4 Popouštění

Po kalení a ochlazení na teploty v rozmezí teplot  $50^{\circ}\text{C}$  až  $70^{\circ}\text{C}$  nebo po zmrazování následuje několika násobné popouštění pro odstranění zbytkového austenitu a pro dosažení požadované tvrdosti, popřípadě houževnatosti. Popouštěcí teploty se pohybují v rozmezí od  $180^{\circ}\text{C}$  až do  $600^{\circ}\text{C}$ . [1] Při popouštění Oceli Vanadis 6 se v popouštěcím diagramu objevuje oblast tzv. sekundární tvrdosti. Při tomto procesu začínají v matici precipitovat karbidy  $MC$  a  $M_2C$  a následkem toho stoupá i tvrdost a mírně klesá houževnatost.[2] Z obrázku 3 je patrné v jakém rozmezí teplot oblast sekundární tvrdosti leží.



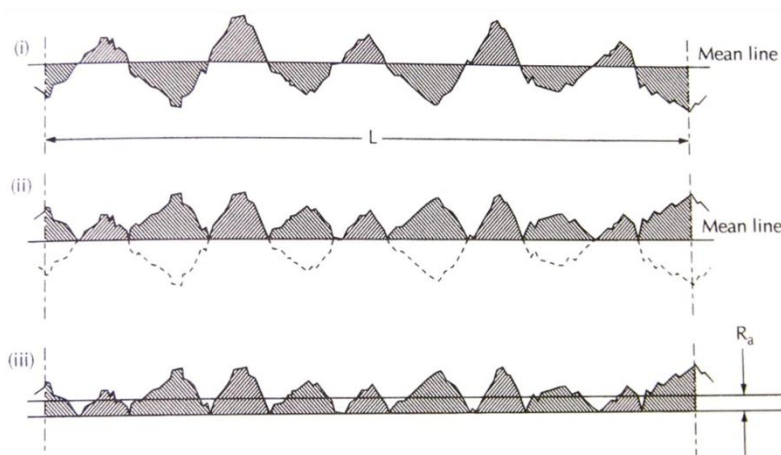
**Obr. 3.** Popouštěcí diagram oceli Vanadis 6 pro 2x2 hodiny s různými výchozími teplotami austenitizace a pozorovatelnou oblastí sekundární tvrdosti [1]

## 4. Povrch

Pro kvantifikaci lomových ploch sledovaného materiálu byly v předložené práci využity vzorky, u kterých byla alespoň částečně zachována celistvost po zkoušce tříbodovým ohybem.

### 4.1 Drsnost

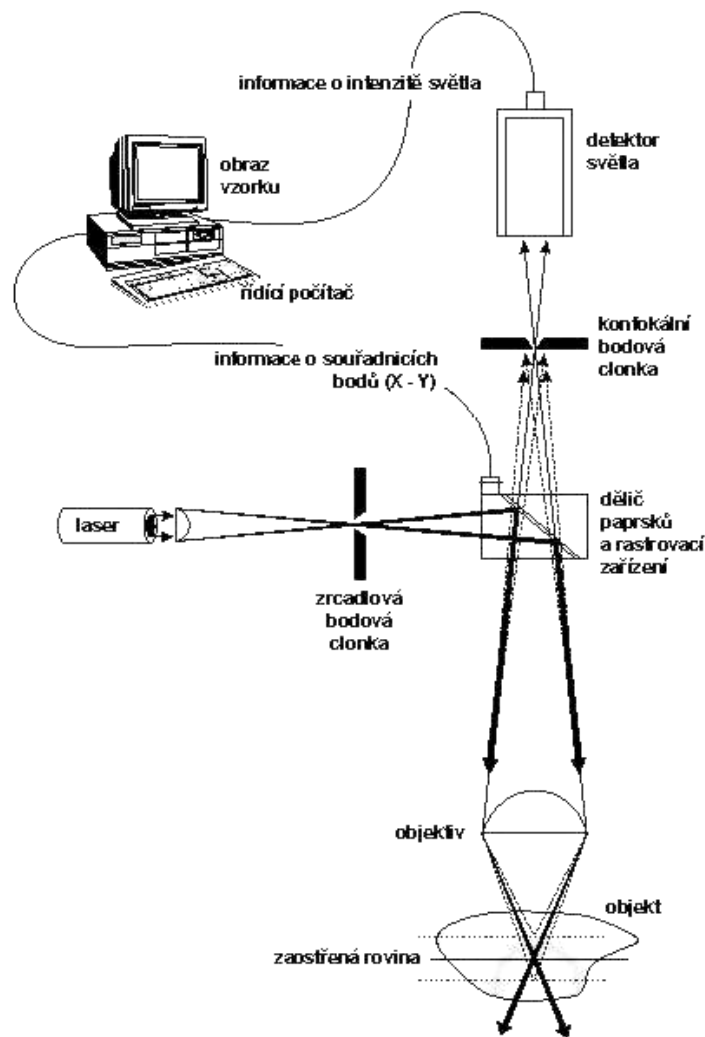
Pro charakterizaci lomových povrchů byl v této práci použit parametr drsnosti  $R_a$ .  $R_a$  je průměrná aritmetická odchylka výšky profilu od nulové čáry viz obrázek 4. V části (i) tohoto obrázku je nulová čára profilu drsnosti stanovena jako průměrná výška profilu přes vyhodnocovanou délku  $L$ . Pro měření jenutné převést všechny záporné úchytky na kladné, tak jako uvádí obrázek 4 část (ii). Poté je možné stanovit novou průměrnou výšku od nulové čáry, která už nebude nulová jako v předchozím případě. Takto stanovený parametr je parametrem  $R_a$  jako v obrázku 4 část (iii). [4] Pro měření drsnosti  $R_a$  byla použita konfokální mikroskopie.



**Obr. 4.** Ukázka stanovení parametru drsnosti  $R_a$  [4]

## 4.2 Konfokální mikroskopie

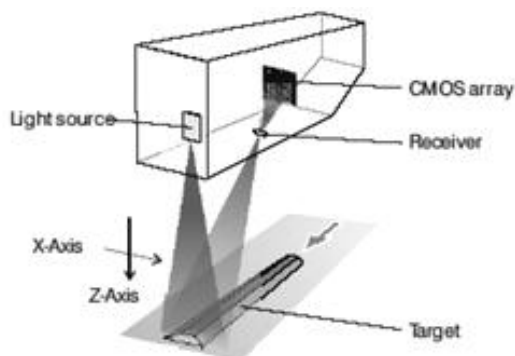
Konfokální mikroskopie je založena na tom, že netvoří obraz vcelku, ale bod po bodu pomocí rastrovacího zařízení, které snímá body v rovině XY a pomocí přesně definovaného posuvu objektivu v ose Z tvoří i jednotlivé optické řezy v této rovině. K tomuto snímání dopomáhá laserový paprsek, který je fokusován na clonku a prochází přes objektiv na vzorek, kde je obraz clonky fokusován do bodu. Průměr tohoto bodu odpovídá rozlišovací schopnosti. Od vzorku je světlo odraženo nebo rozptýleno zpět do objektivu a přes clonku, jejíž bodový obraz je směřován před fotonásobič, kde je umístěna druhá clonka, která odfiltruje světlo přicházející z oblasti mimo ohniskovou rovinu. Pro samotné měření bodu po bodu je nutné paprsek laseru rozkomíhat.[5,6] Schéma principu laserového rastrovacího konfokálního mikroskopu je vidět na obrázku 5.



Obr. 5. Schéma laserového konfokálního mikroskopu [5]

### 4.3 Měření plochy

Pro měření lomové plochy byl použit laserový profilometr, který pracuje na principu polovodičového laseru a na základu optické triangulace. Záření laseru je lineárně zobrazeno na cílový povrch, jeho difúzní odraz je zachycen na matici CMOS, záření vyhodnoceno ve dvou směrech (osa X a osa Z).[7] Schéma zařízení je na obrázku 6. Pro posuv v ose Y bylo použito speciální zařízení s kontinuálním pohonem.



Obr. 6. Schéma principu laserového profilometru [7]

### 5. Výsledky a jejich diskuze

Pro účely experimentu byly použity vzorky o rozměrech 10x10x100 mm s různým tepelným zpracováním. Byla provedena zkouška statickým tříbodovým ohybem a z grafů naměřených hodnot závislosti F-v (síla na průhyb) vypočtena plastická lomová práce. Tepelné zpracování vzorků spolu s jejich zjištěnou plastickou lomovou prací je uvedeno v tabulce 2. Podle tabulky 2 je patrné, že velikost plastické lomové práce s narůstající teplotou austenitizace klesá v případě zmrazených i nezmrazených vzorků, ale u zmrazených nabývá větších hodnot než u nezmrazených.

Tabulka 2. – Tepelné zpracování a lomové plastické práce vzorků určených pro experiment

Vzorky	Austenitizace	Zmrazování	Popouštění	Průměrná lomová plastická práce [J]
N6-N10	1000°C/30 min	Ne	2x530°C/2 h	11,72±2,15
N16-N20	1025°C/30 min	Ne	2x530°C/2 h	4,28±1,42
N26-N30	1050°C/30 min	Ne	2x530°C/2 h	1,07±0,21
N36-N40	1075°C/30 min	Ne	2x530°C/2 h	0,56±0,07
C6-C10	1000°C/30 min	-196°C/4 h	2x530°C/2 h	14,74±4,48
C16-C20	1025°C/30 min	-196°C/4 h	2x530°C/2 h	11,95±4
C26-C30	1050°C/30 min	-196°C/4 h	2x530°C/2 h	3,62±0,91
C36-C40	1075°C/30 min	-196°C/4 h	2x530°C/2 h	2,60±0,48

Jak již bylo zmíněno v kapitole 4, pro měření drsnosti byl použit parametr Ra. Tento parametr byl měřen pomocí laserového konfokálního mikroskopu na čele vzorku (obrázek 7) při zvětšení 1920x, kterému odpovídá plocha 160x120 μm. Příklad sejmuté plochy je na obrázku 8. Z každé takto sejmuté plochy byl parametr drsnosti Ra stanoven ze 13 vyhodnocovaných délek (160 μm). Průměrné hodnoty parametru Ra a počet měřených

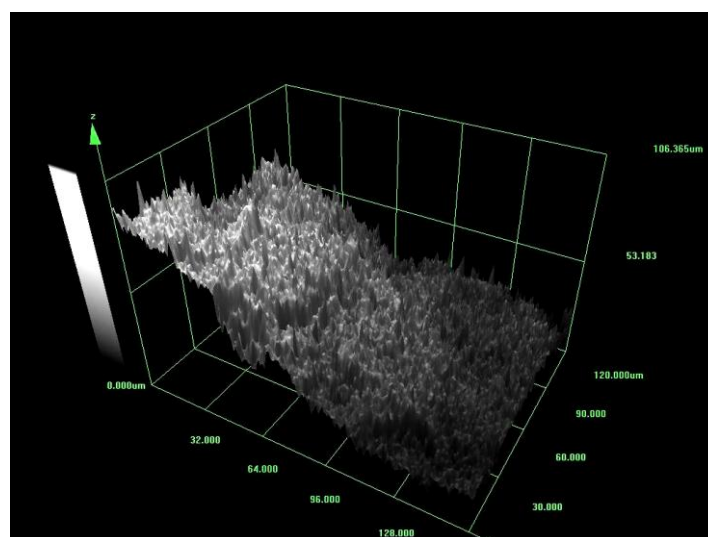
vzorků pro dané tepelné zpracování uvádí tabulka 3. Kromě vzorků kalených z teploty 1050°C je patrné, že drsnost je u vzorků zmrazených větší než u nezamrazených. Nicméně by bylo vhodné měření zpřesnit dalšími měřeními, protože odchylky od průměrných hodnot jsou u několika vzorků příliš vysoké.

**Tabulka 3.** – Naměřené drsnosti čel vzorků s různým tepelným zpracováním

Vzorky	Austenitizace	Zmrazování	Popouštění	Počet měřených vzorků	Drsnost [μm]
N6-N10	1000°C/30 min	Ne	2x530°C/2 h	4	3,84±1,56
N16-N20	1025°C/30 min	Ne	2x530°C/2 h	3	3,26±0,20
N26-N30	1050°C/30 min	Ne	2x530°C/2 h	4	4,29±1,34
N36-N40	1075°C/30 min	Ne	2x530°C/2 h	3	3,13±0,30
C6-C10	1000°C/30 min	-196°C/4 h	2x530°C/2 h	2	4,58±2,14
C16-C20	1025°C/30 min	-196°C/4 h	2x530°C/2 h	4	6,24±2,90
C26-C30	1050°C/30 min	-196°C/4 h	2x530°C/2 h	3	3,19±0,67
C36-C40	1075°C/30 min	-196°C/4 h	2x530°C/2 h	4	4,34±2,66



**Obr. 7.** Obrázek lomového povrchu čela vzorku C6



**Obr. 8.** Příklad sejmutého povrchu čela vzorku C6 na konfokálním mikroskopu

Porovnání drsnosti a lomové práce je uvedeno v tabulce 4.

**Tabulka 4.** – Srovnání naměřených drsností a lomových plastických prací vzorků při různém tepelném zpracování

	Drsnost [ $\mu\text{m}$ ]		Lomová plastická práce [J]	
	Zmrazeno	Nezmrazeno	Zmrazeno	Nezmrazeno
1000°C	4,58	3,84	14,74	11,72
1025°C	6,24	3,26	11,95	4,28
1050°C	3,19	4,29	3,62	1,07
1075°C	4,34	3,13	2,60	0,56

Pro měření lomových ploch bylo použito laserového profilometru, jehož princip byl popsán v kapitole 4. Pro měření lomové plochy vzorku bylo nutné, aby vzorek byl z větší části celistvý. Obrázek 9 zachycuje jak vypadá vzorek použitelný pro měření. Chybějící části vzorků byly odhadem doměřeny pomocí digitálního posuvného měřidla. Parametry měření laserovým profilometrem jsou uvedeny v tabulce 5.



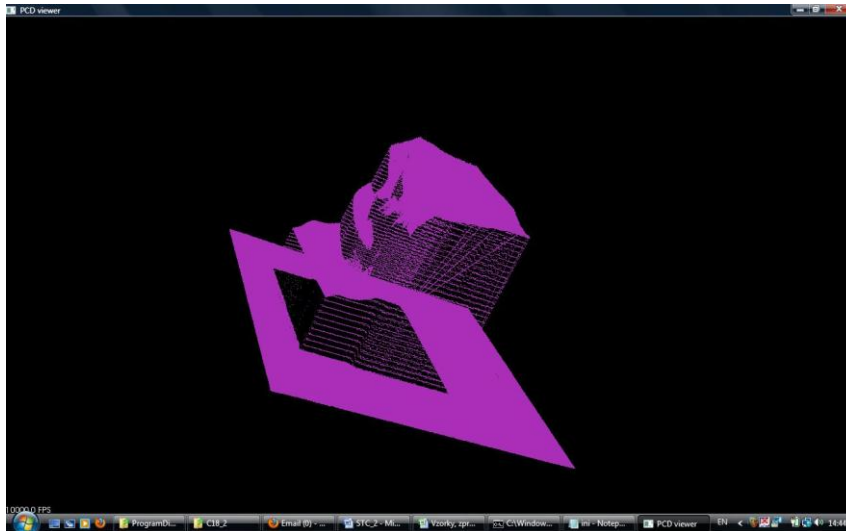
**Obr. 9.** Vzorek C18 a jeho části určené pro měření na laserovém profilometru

**Tabulka 5.** – Parametry měření laserovým profilometrem

Měřicí parametry laserového profilometru	
Počet bodů v ose X [1]	1024
Vzdálenost mezi body na ose X [mm]	0,02
Rychlost pojezdu v ose Y [mm/s]	0,25
Snímací frekvence [Hz]	20
Vzdálenost mezi body na ose Y [mm]	0,0125

Výstupem ze snímání lomové plochy pomocí laserového profilometru je matice souřadnic bodů, které odpovídají souřadnicím bodů na měřené ploše. Tato data je potřeba pomocí vykreslovacího programu zobrazit, protože naměřená data zahrnují i plochu oblasti mimo plochu lomovou. Obrázek 10 zachycuje neupravená naměřená data zobrazená pomocí vykreslovacího programu.

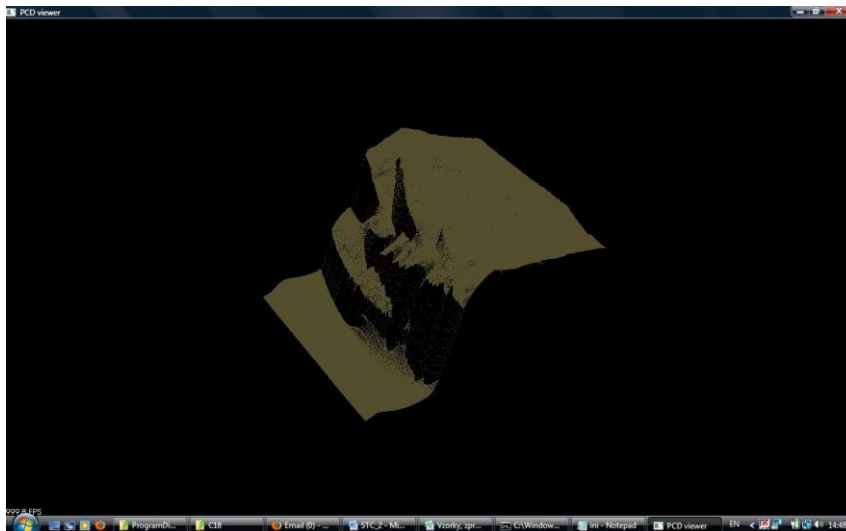




*Obr. 10. Zobrazení neupravené matice souřadnic naměřených bodů vzorku C18 části 2*

Z obrázku 10 je patrné, že plocha, kterou laserový profilometr sejmul je neodpovídající ploše lomové, proto je nutné upravit rozsah matice naměřených bodů na hodnotu, která už zahrne pouze lomovou plochu. Upravenou a zobrazenou matici naměřených bodů ukazuje obrázek 11. Z takto upravené matice je spočítána lomová plocha pomocí pravoúhlých trojúhelníků (body v matici od sebe mají v ose X a Y stejný rozestup) podle vzorce (1).

$$S = \frac{a \cdot v_a}{2} \quad (1)$$



*Obr. 11. Zobrazení upravené matice souřadnic naměřených bodů vzorku C18 části 2*

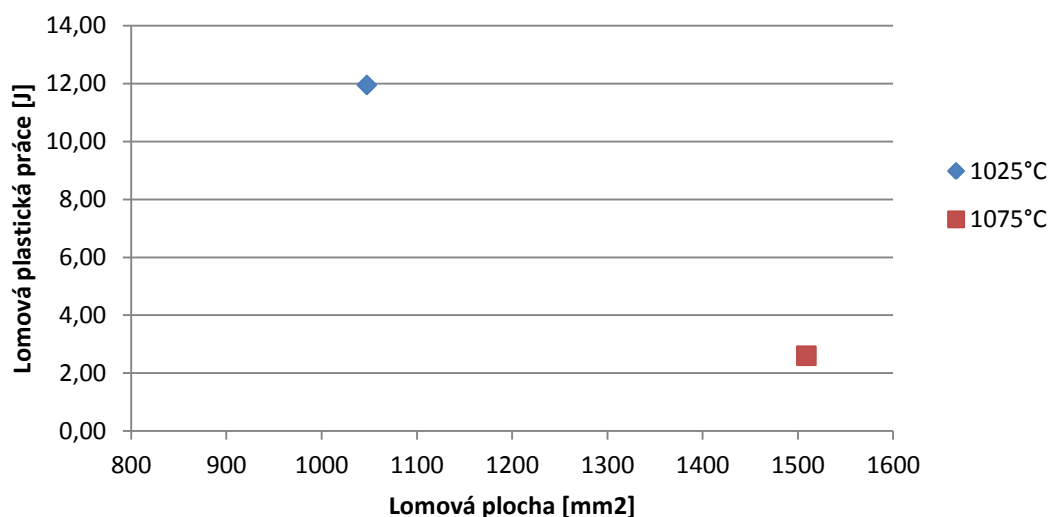
Naměřené hodnoty lomových ploch pro vzorky s různým tepelným zpracováním jsou uvedeny v tabulce 6. Je patrné, že vzniklá lomová plocha je pro teplotu austenitizace 1075°C výrazně vyšší než pro teplotu 1025°C.

**Tabulka 6.** – Hodnoty vypočtených lomových ploch pro vzorky s různým tepelným zpracováním

Vzorek	Austenitizace	Zmrazování	Popouštění	Lomová plocha [mm <sup>2</sup> ]	Průměrná plocha [mm <sup>2</sup> ]
C18	1025°C/30 min	-196°C/4 h	2x530°C/2 h	928	1047,5
C19	1025°C/30 min	-196°C/4 h	2x530°C/2 h	1167	
C37	1075°C/30 min	-196°C/4 h	2x530°C/2 h	1489	1509
C38	1075°C/30 min	-196°C/4 h	2x530°C/2 h	1529	

Závislost průměrné lomové plastické práce na průměrné lomové ploše vzorků při různé teplotě austenitizace je na obrázku 12. Z obrázku 12 je patrné, že v případě, kdy je materiál zpracován při vyšší austenitizační teplotě (1075°C) vykazuje nižší lomovou plastickou práci a vytváří při lomu větší lomovou plochu. Zřejmě s narůstající křehkostí materiálu narůstá i plocha lomu.

### Závislost průměrné lomové plastické práce na průměrné lomové ploše při různých teplotách austenitizace zmrazených vzorků



**Obr. 12.** Závislost průměrné lomové plastické práce na průměrné lomové ploše pro vzorky zmrazené při -196°C/4 hodiny při různé teplotě austenitizace

## 6. Závěr

Z naměřených a vypočtených hodnot lze formulovat následující závěry:

- S rostoucí teplotou austenitizace klesá lomová plastická práce
- Lomová plastická práce je vyšší pro vzorky zmrazené
- Naměřené drsnosti čel lomových ploch vzorků dosahují pro zmrazené vzorky vyšších hodnot vyjma vzorku s austenitizační teplotou 1050°C, nicméně je nutné tyto drsnosti zpřesnit dalším měřením
- S rostoucí teplotou austenitizace roste lomová plocha

Měření pro další zpřesnění a potvrzení výše zmíněných závěrů budou předmětem dalšího výzkumu v diplomové práci. Diplomová práce bude také rozšířena o hodnocení množství a typu prasklých karbidů a karbidů vytržených dekohezí pomocí elektronové mikroskopie.

Na závěr bych chtěl poděkovat Mgr. Pavlu Celbovi za vytvoření programu pro převod nasnímané matice bodů pomocí laserového profilometru na matici formátu .pcd, která se používá pro zobrazení matice bodů v program PCD Viewer, který je freevarově dostupný z internetu, dále mu také děkuji, že do tohoto programu implementoval i část pro spočítání plochy z této matice.

Poděkování patří také Ing. Janě Sobotové Ph.D za cenné rady a vedení při psaní této práce.

### *Seznam symbolů*

$M_f$	konec martenzitické přeměny	[°C]
HRC	tvrdost	[-]
Ra	průměrná aritmetická odchylka výšky profilu od nulové čáry	[ $\mu\text{m}$ ]
L	vyhodnocovaná délka	[m]
F	síla	[N]
v	průhyb	[mm]
S	obsah	[ $\text{mm}^2$ ]
a	strana trojúhelníku	[mm]
$v_a$	výška trojúhelníku	[mm]

### ***Seznam použité literatury***

- [1] Materiálový list firmy Uddeholm,: *Vanadis 6 – SuperClean High performance powder metallurgical cold work tool steel* [online]. 2009 [cit. 2010-3-8]. Dostupný z WWW: <[http://www.bucorp.com/files/van\\_6\\_ds.pdf](http://www.bucorp.com/files/van_6_ds.pdf)>
- [2] Jurči, P.: *Nástrojové oceli ledeburitického typu*, ČVUT, Praha, 2009, ISBN 978-80-01-04439-1
- [3] Sobotová, J. et al. *Structure and properties of sub-zero processed Vanadis P/M ledeburitic tool steel*, In Metal 2011: 20th Anniversary International Conference on Metallurgy and Materilas: 18. - 20. 5. 2011. Brno, Hotel Voronez I, Czech Republic [CD-ROM]. Ostrava: TANGER: May, 2011, ISBN 978-80-87294-22-2
- [4] Whitehouse D.: *Surfaces and their measurement*, Kogan Page Science, London, 2002, ISBN 1-9039-9660-0
- [5] Kusák I.: *Konfokální mikroskop* [online]. Dostupné z WWW: <[http:// http://fyzika.fce.vutbr.cz/file/kusak/konfokalni\\_mikroskopie.pdf](http://http://fyzika.fce.vutbr.cz/file/kusak/konfokalni_mikroskopie.pdf)>
- [6] Brožura k LEXT OLS4000 firmy Olympus [online]. Dostupná z WWW: <[http:// http://www.olympus-ims.com/en/pdf-library/157-catId.268435496.html](http://http://www.olympus-ims.com/en/pdf-library/157-catId.268435496.html)>
- [7] Popis laserového profilometru ScanControl LLT 2800-25 [online]. Dostupný z WWW: <[http:// http://www.biomechanika.cz/projects/41?category\\_id=30](http://http://www.biomechanika.cz/projects/41?category_id=30)>