

STRUKTURNÍ ANALÝZA KOVANÝCH RYCHLOŘEZNÝCH NÁSTROJOVÝCH OCELÍ

SVOČ – FST 2019

Vilém Veselý,
Západočeská univerzita v Plzni,
Univerzitní 8, 306 14 Plzeň
Česká republika

ABSTRAKT

Cílem práce je zanalyzovat mikrostrukturu tvářeného polotovaru rychlořezné nástrojové oceli s vysokým stupněm deformace pro výrobu speciálního obráběcího nástroje. Byly zmapovány příznaky mikrostruktury, které mohou souviset s mechanickými vlastnostmi budoucího obráběcího nástroje a pomohou určit optimální počet kovacích cyklů pro výrobu polotovaru. Měřenými příznaky byly měřeny ve specializovaném softwaru pro obrazovou analýzu. Byla měřena četnost karbidů, velikost zrna a kruhovitost zrna. Výsledky byly porovnány s hodnotami efektivní deformace, které byly vypočteny metodou konečných prvků. [1]

KLÍČOVÁ SLOVA

HSS, karbidy, kování

ÚVOD

Tato práce navazuje na bakalářskou práci s názvem Příprava vysoce prokovaného polotovaru pro výrobu obráběcího nástroje od Mykhailo Tochylyna. [1]

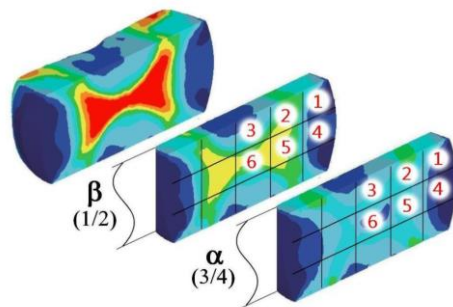
Tento projekt vznikl z potřeby obnovy technologie výroby kovaných obráběcích nástrojů. Požadovanou obráběcí operaci na nerezové oceli bylo potřeba dokončit bez výměny obráběcího nástroje pro snížení rizika vzniku zmetku. Tato operace byla prováděna kovaným obráběcím nožem od společnosti, která vznikla jako nástupce bývalých Škodových závodů. V případě použití obráběcího nože vyráběného práškovou metalurgií se nepodařilo dokončovací operaci dokončit bez nutnosti výměny nástroje.[2].

Práce se zabývá analýzou mikrostruktury vysoce prokovaného polotovaru z oceli 19 830 dle ČSN. Dodané polotovary byly kované, přesněji petchovány a následně prodlužovány, kdy kovací cyklus byl opakován v jednom případě 2x a v druhém 3x. [1]

Výsledkem práce je porovnání mikrostruktury u obou polotovarů v závislosti na stupni prokování v průřezu polotovaru. A srovnání s mikrostrukturou rychlořezné nástrojové oceli vyráběné práškovou metalurgií. Pozorované příznaky byly četnost karbidů, plošný podíl karbidů ve struktuře, velikost zrna a kruhovitost zrn. [1] Kruhovitost zrn, četnost a plošný podíl karbidů byly měřeny za použití softwaru NIS-Elements. Ten byl použit ke kvantifikaci příznaku pomocí prahování. Prahováním transformujeme vstupní obraz na binární, tedy do podoby 1 a 0, kdy 1 = objekt a 0 = pozadí. Pro automatizaci prahování je potřeba vhodně připravit zkoumaný vzorek a zvolit vhodnou metodu pozorování, aby byly zřetelně rozlišitelné zkoumané objekty od pozadí. Pokud tomu tak není, je třeba prahování provádět ručně.

PŘÍPRAVA VZORKŮ PRO STRUKTURNÍ ANALÝZU

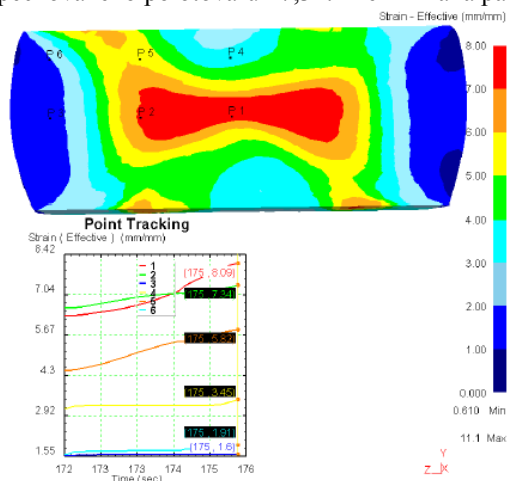
Pro odběr vzorků z jednotlivých míst polotovaru na základě stupně deformace byl polotovar rozdělen do několika oblastí (viz Obrázek 1), díky jimž je možné zanalyzovat mikrostrukturu v celém vzorku. [1]



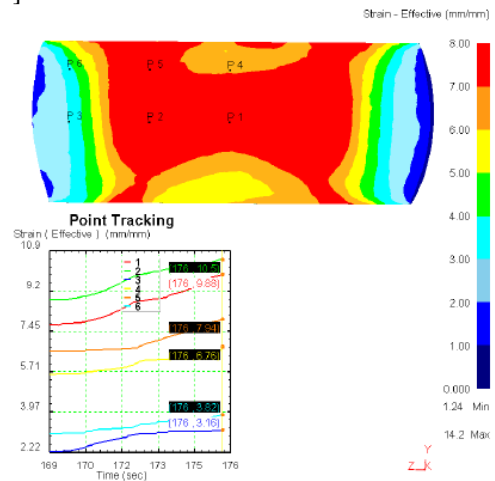
Obrázek 5 Místo odběru vzorků [2]

Pro strukturní analýzu byly vybrány oblasti 6 a 4 v rovině β , která prochází osou polotovaru. Důvodem výběru těchto míst byl velký rozdíl mezi hodnotou efektivní deformace ve středu a na okrajích polotovaru. Dle simulace ze softwaru DEFORM je nejnižší hodnota efektivní deformace v průřezu 2x pěchovaného polotovaru (viz Obrázek 2). To by mohlo zapříčinit vnik nežádoucí heterogenity v mikrostruktuře polotovaru. Řešením by mohlo být použití 3x pěchovaného polotovaru, kde je dle simulace stupeň deformace homogenní téměř v celém průřezu (viz Obrázek 3). [1]

Stupeň prokování polotovarů dle plzeňských kováren v případě 2x pěchovaného polotovaru byl 6,08 a 3x pěchovaného polotovaru 17,34. Dle Elfmaka pak 4,93 a 11,24. [2]



Obrázek 6 Dvakrát pěch., řez v rovině β [2]



Obrázek 7 Třikrát pěch., řez v rovině β

PŘÍPRAVA METALOGRAFICKÉHO VÝBRUSU

Před zkoumáním mikrostruktury je potřeba vzorky upravit, aby se s nimi lépe manipulovalo při přípravě výbrusu a během snímání struktury. Pro přípravu vzorku byl použit spotřební materiál firmy Struers. Vzorky byly rozřezány na kotoučové pile Discotom - 6 a následně zalisovány v metalografickém lisu Citopress 10 do pryskyřice, kterou výrobce označuje jako MultiFast Black. Tuto pryskyřice lze použít i v případě přípravy výbrusu pro elektronový mikroskop, protože je elektricky vodivá. Po zalisování jsou vzorky připraveny k broušení a leštění. K tomu byla použita metalografická bruska/leštička Tegamin - 20. K přípravě všech vzorků byly použity brusné kotouče v pořadí MD-Piano 120, MD-Piano 220, MD-Piano 500, MD-Piano 1200, MD-Allergo s diamantovou suspenzí 9 μm . Leštění bylo prováděno na leštících kotoučích MD-Mol s diamantovou suspenzí 3 a 1 μm . [1]

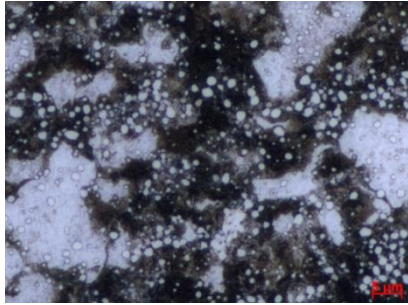
ZVIDITELNĚNÍ A SNÍMÁNÍ MIKROSTRUKTURY

Snímky pro popis mikrostruktury byly pořízeny světelným mikroskopem v režimu světlého pole a všechny zkoumané vzorky byly leptány činidlem Villela-Bain. [1]

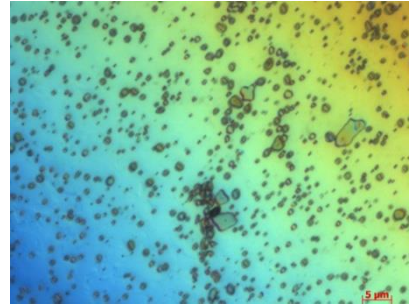
Dále v průběhu experimentu bylo usilováno o výběr nejvhodnější metody zviditelnění a snímáním mikrostruktury pro automatizovanou analýzu karbidické fáze a původního austenitického zrna. [1]

Karbidická fáze

Pro zviditelnění karbidické fáze ve struktuře bylo použito leptací činidlo Villela-Bain. V kombinaci se snímáním pomocí světelného mikroskopu v režimu světlého (viz Obrázek 4) i tmavého pole to však neposkytlo uspokojivé výsledky při snaze o automatizaci prahování. To bylo zapříčiněno nízkým kontrastem karbidické fáze vůči matici. Pro zvýšení kontrastu bylo také odzkoušeno leptadlo Murakami s využitím zobrazovacího režimu DIC (Obrázek 6). To však problém nevyřešilo. [3]

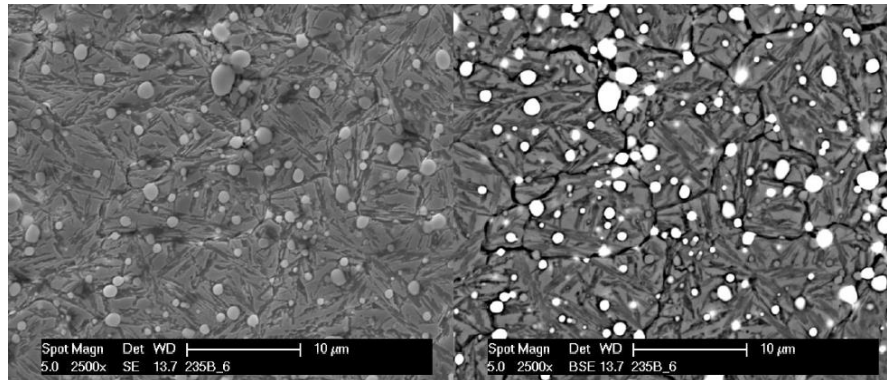


Obrázek 4 Villela-Bain



Obrázek 5 Murakami

Jako nejlepší způsob snímání pro vyhodnocení karbidické fáze se ukázalo použití ŘEM – řádkovacího elektronového mikroskopu v režimu BSE – snímání zpětně odražených elektronů (viz Obrázek 6, vpravo). Odzkoušen byl také režim SE – snímání sekundárních elektronů (viz Obrázek 6, vlevo). Ten však nenabídne vysoký kontrast, ale spíše zvýrazní topografii mikrostruktury. [3]



Obrázek 6 Snímky z elektronového mikroskopu, režim SE (vlevo), režim BSE (vpravo) [5]

Po nalezení vhodného způsobu snímání bylo nutné vybrat vhodné zvětšení. Při malém zvětšení bylo zachyceno velké množství karbidů, ale automatizace prahování nebyla dobře proveditelná a nebylo možné měřit drobné karbidy, kvůli nízkému kontrastu vůči matici. Norma ISO 16 232-7 určuje jak velké částice je možno analyzovat v závislosti na rozlišení a velikosti snímku. Dle normy lze částici měřit, pokud je na snímku vyobrazena minimálně 5ti pixely. Pokud je částice vyobrazena méně pixely, můžeme konstatovat, že je přítomná ve struktuře, ale nelze ji měřit. [4]

Byla tedy zvolena dvě zvětšení. Zvětšení 2000x s kalibrací 0,04 µm/pixel, kde je možné měřit částice od 200 nm a 3500x s kalibrací 0,02 µm/pixel, kde je možné měřit částice od 100 nm. [3]

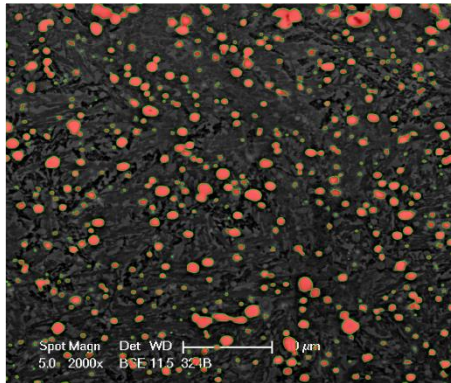
Zrno

Kvůli komplexnosti matrice rychlořezné nástrojové oceli bylo obtížné vyvolat hranice zrn. V případě, že byla matrice zakalená v celém průřezu, což mohlo být zapříčiněno netěsností pece, bylo s úspěchem použito leptací činidlo Nital. V případě vzorků, kde byla matrice komplexní, protože nedošlo k zakalení během tváření, obsahovala martenzit, bainit a perlit bylo použito leptadlo, navržené normou ČSN EN ISO 643 (42 0462) Ocel - Mikrografické stanovení velikosti zrn, připraveno z nasyceného vodného roztoku kyseliny pikrové a akylsulfonátu

sodného v poměru 5 : 1 zahřátého na 60°C. V případě snahy o vyvolání původního austenitického zrna u vzorku válcované a žíhané oceli 19 830 (výchozí stav) nefungovalo žádné z výše uvedených leptadel. Problém byl vyřešen zakalením matrice a následným požitím leptadla Nital. [1]

PRAHOVÁNÍ

V případě prahování karbidů byly použity snímky z elektronového mikroskopu v režimu BSE. Toto prahování šlo snadno automatizovat, díky vysokému kontrastu prahovaných karbidů vůči matrici. V případě prahování zrna byly použity snímky získané světelným mikroskopem v režimu světlého pole. Zde bylo potřeba, kvůli komplexnosti mikrostruktury provádět prahování manuálně. [1]



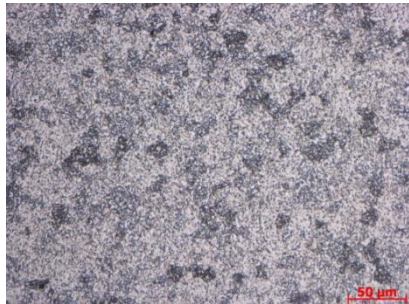
Obrázek 7 Prahování karbidů



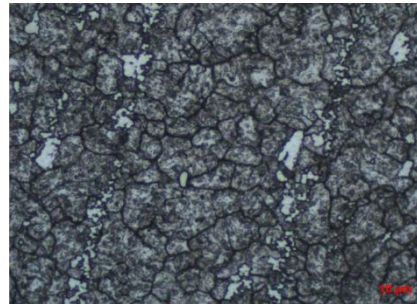
Obrázek 8 Prahování zrn [1]

POPIS MIKROSTRUKTUR ZKOUMANÝCH VZORKŮ

Výchozí stav



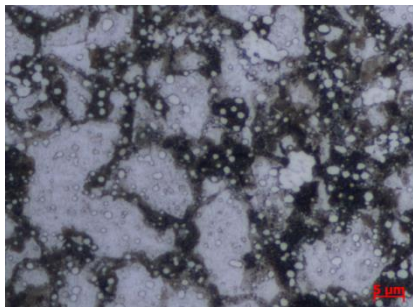
Obrázek 9 Výchozí stav, žiháno, zv. 200x [1]



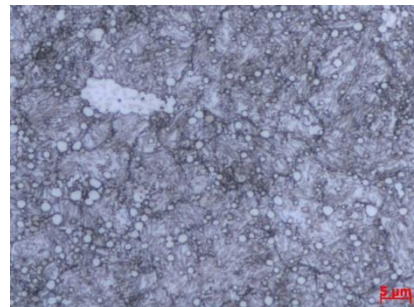
Obrázek 10 Výchozí stav, kaleno, zv. 500x [1]

Na obrázku 7 vidíme mikrostrukturu výchozího stavu po žihání. Matrice je tvořena legovaným feritem a legovaným perlitom (tmavší oblasti). Na snímku vpravo vidíme mikrostrukturu výchozího stavu po zakalení. Matrice je tvořena martenzitem a zbytkovým austenitem. Karbidy se během tepelného zpracování vyřadkovaly. Tvrdost s nízkým zatížením žihaného vzorku byla 232 HV_{0,2} [5]

19 830 pēchováno, oblast 6



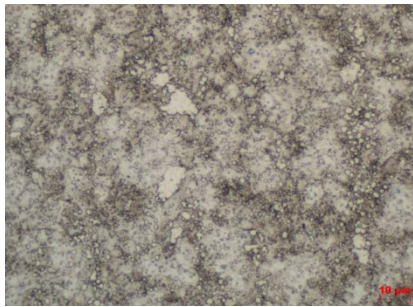
Obrázek 11 2x pēchováno, zv. 1000x [1]



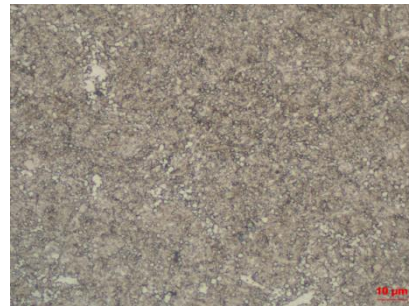
Obrázek 12 3x pēchováno, zv. 1000x [1]

V mikrostruktuře dvakrát pēchovaného vzorku 19830 (Obrázek 9) jsou výrazné karbidy a bílé ostrůvky v matrici, které jsou pravděpodobně tvořeny bainitem. Matrice je tvořena také perlitom a zbytkovým austenitem. U třikrát pēchovaného vzorku 19830 (Obrázek 10) došlo k zakalení matrice. Můžeme pozorovat karbidy v matrici tvořené martenzitem a zbytkovým austenitem. Tvrdost s nízkým zatížením dvakrát pēchovaného vzorku v oblasti šest byla 498 ± 4 HV_{0,2}. Mikrotrvdost třikrát pēchovaného vzorku v oblasti šest byla 600 ± 4 HV_{0,2} [2]

19 830 pēchováno, oblast 4



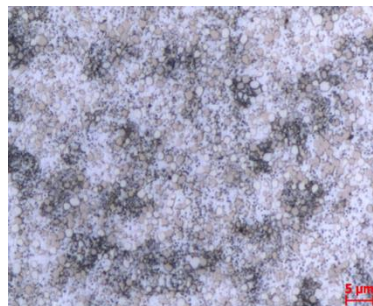
Obrázek 13 2x pēchováno, zv. 1000x
[1]



Obrázek 14 3 x pēchováno, zv. 1000x
[1]

Na snímcích oblasti 4 můžeme vidět rozdíl v homogenitě matrice a ve velikosti a rozložení karbidů. V případě dvakrát pēchovaného vzorku se v mikrostruktuře vyskytují výrazné shluky a řádky karbidů. Tvrdost s nízkým zatížením dvakrát pēchovaného vzorku v oblasti čtyři byla 457 ± 8 HV_{0,2}. Tvrdost třikrát pēchovaného vzorku v oblasti čtyři byla 562 ± 11 HV_{0,2} [2]

ASP 2052



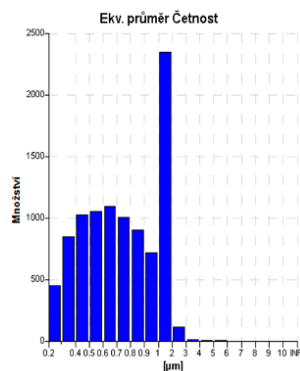
Obrázek 15 APS 2052, zvětšení 1000x
[1]

Na snímku mikrostruktury práškové oceli ASP2052 lze vidět rovnoměrně rozložené karbidy ve feritické matrici. Leptáním se nepodařilo vyvolat hranice původního austenitického zrna. Tvrdost byla $314 \pm 16,4$ HV₁ [5]

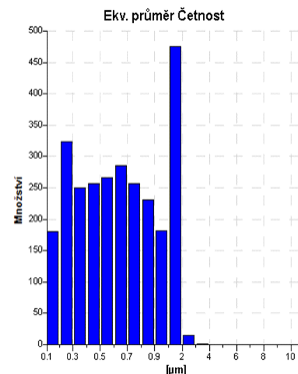
HODNOCENÍ KARBIDICKÉ FÁZE

Měření bylo prováděno v případě zvětšení 2000x na 15 snímcích, přičemž celková měřená plocha činila $34800 \mu\text{m}^2$. V případě zvětšení 3500x bylo měřeno 10 snímků, přičemž celková měřená plocha činila $7340 \mu\text{m}^2$. Pro srovnání byla měřena četnost karbidů u práškové nástrojové rychlořezné oceli ASP 2052. Toto měření provedeno před úplnou optimalizací metody snímání mikrostruktury pro měření četnosti karbidů. Bylo tedy prováděno manuálně na pěti snímcích při zvětšení 1000x. Na každém snímku byla vyznačena měřená oblast o velikosti $40 \times 40 \mu\text{m}$. Celková měřená oblast byla $8000 \mu\text{m}^2$. [1]

2x pěstováno, oblast 6



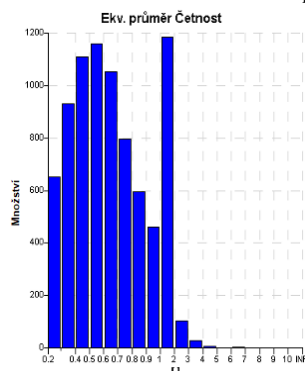
Obrázek 16 Četnost karbidů, zv. 2000x [1]



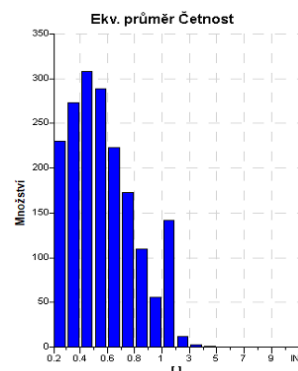
Obrázek 17 Četnost karbidů, zv. 3500x [1]

V této oblasti byla hodnota efektivní deformace 8,09 [16]. Naměřený plošný podíl při měření snímků se zvětšením 2000x byl $18,9 \pm 3,4$ %. V případě zvětšení 3500x bylo naměřeno $17,7 \pm 4,1$ %. V obou případech měly největší zastoupení v mikrostruktuře karbidy spadající svým ekvivalentním průměrem do třídy 1 – 2 μm. [1]

2x pěstováno, oblast 4



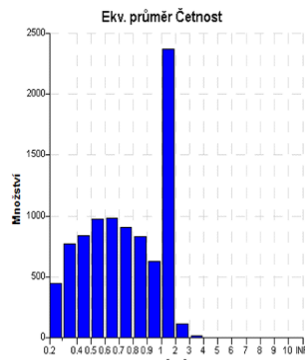
Obrázek 18 Četnost karbidů, zv. 2000x [1]



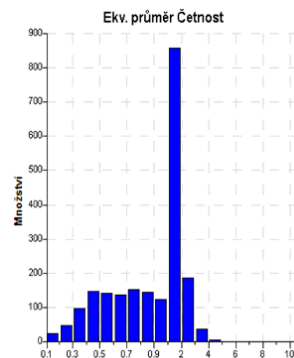
Obrázek 19 Četnost karbidů, zv. 3500x [1]

V této oblasti byla hodnota efektivní deformace 1,60 [16]. Naměřený plošný podíl při měření snímků se zvětšením 2000x byl $13,4 \pm 5,4$ %. V případě zvětšení 3500x bylo naměřeno $12,1 \pm 3,6$ %. Největší zastoupení v mikrostruktuře měly v případě měření snímků se zvětšením 2000x karbidy spadající svým ekvivalentním průměrem do třídy 1 – 2 μm. V případě měření snímků se zvětšením 3500x měly největší zastoupení karbidy spadající svým ekvivalentním průměrem do třídy 0,4 – 0,5 μm. [1]

3x pěstováno, oblast 6



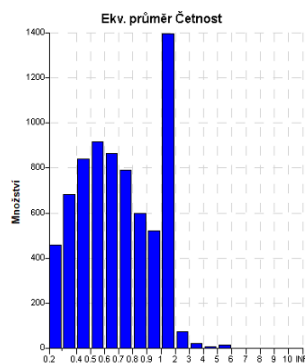
Obrázek 20 Četnost karbidů, zv. 2000x [1]



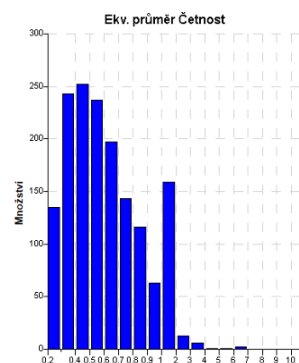
Obrázek 21 Četnost karbidů, zv. 3500x [1]

V této oblasti byla hodnota efektivní deformace 9,88 [16]. Naměřený plošný podíl při měření snímků se zvětšením 2000x byl $17,4 \pm 3,1$ %. V případě zvětšení 3500x bylo naměřeno $16,3 \pm 3,8$ %. V obou případech měly největší zastoupení v mikrostruktuře karbidy spadající svým ekvivalentním průměrem do třídy 1 – 2 μm. Tyto hodnoty se shodují s výsledky měření 2x pěstovaného vzorku z oblasti 6. [1]

3x pěstováno, oblast 4



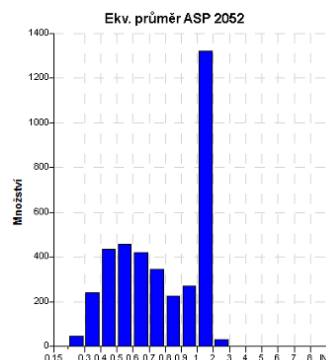
Obrázek 22 Četnost karbidů, zv. 2000x [1]



Obrázek 23 Četnost karbidů, zv. 3500x [1]

V této oblasti byla hodnota efektivní deformace 3,16 [16]. Naměřený plošný podíl při měření snímků se zvětšením 2000x byl $14,6 \pm 4,7$ %. V případě zvětšení 3500 bylo naměřeno $15,2 \pm 4,5$ %. Největší zastoupení v mikrostruktuře měly v případě měření snímků se zvětšením 2000x karbidy spadající svým ekvivalentním průměrem do třídy 1 – 2 μm. V případě měření snímků se zvětšením 3500x měly největší zastoupení karbidy spadající svým ekvivalentním průměrem do třídy 0,4 – 0,5 μm. Tyto hodnoty se shodují s výsledky měření 2x pěstovaného vzorku z oblasti 4. [1]

ASP 2052



Obrázek 24 Četnost karbidů, zv. 1000x [1]

Naměřený plošný podíl karbidů byl 13,43 %. Největší zastoupení v mikrostruktuře měly karbidy spadající svým ekvivalentním průměrem do třídy 1 – 2 μ m stejně jako v případě 2x i 3x pēchovaného vzorku v oblasti 6. [1]

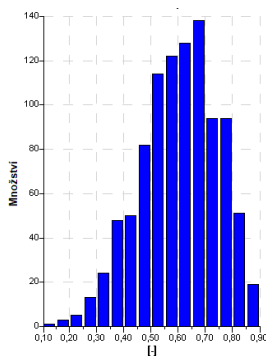
VELIKOST ZRNA

Velikost zrna byla měřena proložením snímku mikrostruktury měřicími úsečkami ve třech směrech. Měření bylo provedeno vždy na pěti snímcích. Měřeny byly všechny pēchované vzorky, aby bylo možné pozorovat, jak se velikost zrna mění v závislosti na poloze ve tvářeném polotovaru. Pro porovnání bylo měření provedeno také na oceli 19 830 ve výchozím stavu před kováním. Tedy ve stavu. Kdy byl materiál válcován a následně žihán.

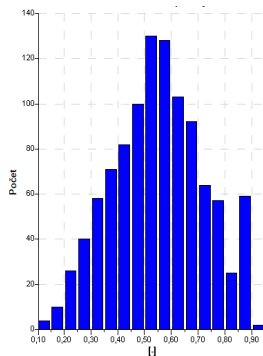
Výsledkem měření velikosti zrna výchozího stavu je G9. V oblasti 4 u 2x pēchovaného vzorku, který je málo prokovaný nedošlo k žádnému zjemnění zrna. Byla naměřena hodnota G9. Dále se se zvyšujícím stupněm efektivní deformace zvyšoval i stupeň velikosti zrna. V oblasti 4 bylo naměřeno G9-10 a v nejlépe prokované oblasti 6 G11. Se zvyšující se velikostí zrna se zlepšují mechanické vlastnosti materiálu. Proto se 2x pēchovaný polotovar může ukázat jako nevyhovující pro výrobu obráběcího nástroje. [1]

TVAR ZRNA

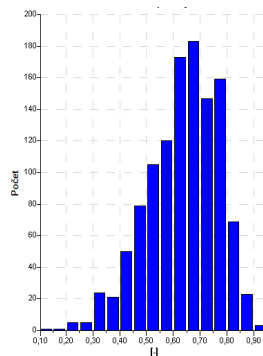
Měření bylo prováděno na třech snímcích při zachování stejného zvětšení jako při měření velikosti zrna. Byla měřena kruhovitost zrn. Ta nabývá hodnoty od 0 do 1, kdy hodnota 1 značí kruhový tvar a 0 nekruhový. [1]



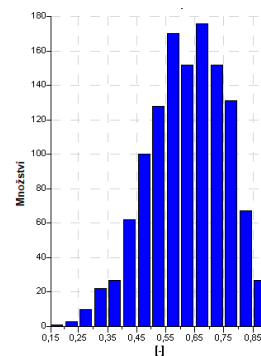
Obrázek 25 Výchozí stav [1]



Obrázek 26 2x pēch., ob. 4 [1]



Obrázek 27 3x pēch., ob. 4 [1]



Obrázek 28 3x pēch., ob. 6 [1]

Z měření kruhovitosti vidíme, že s rostoucím stupněm deformace se hodnoty posouvají směrem vlevo, jsou tedy méně kruhové. V oblasti 6 u 3x pēchovaného vzorku lze vidět také výrazný nárůst velmi nekruhovitých zrn. [1]

ZÁVĚR A DOPORUČENÍ

Pro vyhodnocení měření velikosti zrna je lépe vypovídající měření na snímcích se zvětšením 2000x, protože byla měřena větší plocha. Od volby měření na snímcích se zvětšením 3500x bylo očekáváno případné odhalení nárůstu počtu velmi malých karbidů ve struktuře. K nárůstu počtu menších částic ale nedošlo. [1]

Při porovnání grafu ekvivalentního průměru bylo zjištěno, že se zvyšujícím se stupněm efektivní deformace se nezvyšuje množství jemných karbidů ve struktuře. Karbidy dosáhli takové velikosti, že se dalším kováním dále nedrtí, a tedy nezmenšují. Měřené vzorky se od sebe liší zejména počtem karbidů ve třídě 1-2 μ m. Zde při porovnání dvakrát pēchovaného vzorku v oblasti čtyři a třikrát pēchovaného vzorku v oblasti šest dochází u druhého vzorku k výraznému nárůstu počtu karbidů. To je zapříčiněno pomalým ochlazováním ve středu polotovaru, a karbidy mají tak čas růst. Nejspíše se jedná o komplexní karbidy typu $M_{23}C_6$, které mimo jiné precipitují ve struktuře po ochlazování z kovací teploty. Paradoxně zde tedy pozorujeme větší karbidy ve více prokované oblasti. Také při měření na snímku se zvětšením 3500x lze pozorovat pokles množství karbidů pod 200nm, což je způsobeno právě jejich růstem při pomalém ochlazování. Karbidy nad 2 μ m se dále vyskytují jenom v malém množství. Zdá se, že rozložení karbidů nezávisí na velikosti deformace. [1]

V porovnání s rychlořeznou nástrojovou práškovou ocelí ASP 2052 po přepočtení na odpovídající měřenou plochu obsahují kované vzorky větší množství menších karbidů. Maximum u práškové oceli je také ve třídě 1-2 μ m. [1] Nejvyšší vliv na velikost karbidů vzhledem k výchozímu stavu má tedy kování do hodnoty efektivní deformace 1,5. Veliký vliv dále mají také teplotní podmínky. [1]

Po vyhodnocení výsledků velikosti zrna bylo ověřeno, že při kování rychlořezných nástrojových ocelí zůstávají během kování v austenitu nerozpuštěné karbidy ($M_6C - W$, $M_7C_3 - Cr$, $M_2C - W$, Mo , MC nebo $M_4C_3 - V$), které brání růstu zrna. S rostoucím stupněm deformace byla měřena rostoucí hodnota velikosti zrna. Výchozí stav vykazoval hodnotu G9, dvakrát pēchovaný vzorek v oblasti čtyři vykazoval stejnou hodnotu. Velikost efektivní deformace 1,61 tedy nebyla dostačující pro zjemnění zrna. U třikrát pēchovaného vzorku s hodnotou ef. deformace 3,16 už bylo zjemnění zrna znatelné. Velikost zrna byla G9-10. V případě nejvíce prokované oblasti šest u třikrát pēchovaného vzorku s hodnotou ef. deformace 9,88 byla velikost zrna G11. [1]

Měření kruhovitosti ukázalo, že největší počet zrn v případě výchozího stavu má hodnotu kruhovitosti 0,65 – 0,75. V oblasti čtyři u dvakrát pēchovaného vzorku je maximum, mezi 0,70 – 0,75, což by značilo, že jsou zrna kruhovitější, ale není tomu tak. Začínají se častěji objevovat zrna s kruhovitostí 0,50 – 0,55 a roste rozptyl histogramu. Objevují se častěji výrazně nekruhovitá zrna. Nejvyšší hodnoty v oblasti čtyři u třikrát pēchovaného vzorku jsou v rozmezí 0,55 – 0,70. Zvyšuje se rozptyl hodnot. U nejvíce prokovaného vzorku je patrný velký počet výrazně nekruhovitých. [1]

LITERATURA

Bakalářská práce:

[1] Veselý, V. Strukturní analýza kovaných nástrojových ocelí se zřetelem na rozložení a velikost karbidů, Bakalářská práce, Západočeská univerzita v Plzni, 2019

Bakalářská práce:

[2] Tochylin, M. Příprava vysoce prokovaného polotovaru pro výrobu obráběcího nástroje, Bakalářská práce. Západočeská univerzita v Plzni 2017.

Publikace v odborném časopisu:

[3] Průcha, V., Kříž, A., Veselý, V. Problematika vyhodnocování karbidické fáze v rychlořezných ocelích. Časopis Kovárenství. Brno: Svaz kováren ČR o.s, říjen 2018

Norma:

[4] ISO 16232-7:2007. Road vehicles – Cleanliness of components of fluid circuit.: Part 7: Particle sizing and counting by microscopic analysis. Technical Committee ISO/TC 22, 2007

Článek:

[5] Průcha, V. Metalografický rozbor. Plzeň, 2018.