

OPTIMÁLNÍ POSTUPY VAKUOVÉHO TEPELNÉHO ZPRACOVÁNÍ MATERIÁLŮ PRO PRÁCI ZA TEPLA

Jiří Stanislav

*Bodycote HT s.r.o., Tanvaldská 345, Liberec 30, Česká republika,
jiri.stanislav@bodycote.com*

ABSTRAKT

Tepelné zpracování ocelí pro práci za tepla je jednou z aplikací vakuového tepelného zpracování, které vyžaduje zvláštní pozornost. Na výsledných mechanických vlastnostech a životnosti nástrojů se projevují všechny vady procesu počínaje volbou materiálu, obráběním, tepelným zpracováním až po zvláštní povrchové úpravy pro vybrané aplikace. Nedílnou součástí procesu je testování. Článek se zabývá principy, které jsou nebo by měly být aplikovány v běžné praxi a jejichž nedodržování vede jak k nízké životnosti tak i k právním problémům v dodavatelsko-odběratelských vztazích.

1. Úvod

Tepelné zpracování nástrojových ocelí pro práci ze tepla patří k nejnáročnějším disciplinám oboru. Nejenom z hlediska vlastních postupů, ale především z hlediska určení a dodržování parametrů procesu pro dosažení optimálních výsledků životnosti při značené variabilitě tepelně zpracovávaných dílů. Při volbě parametrů procesu je ale vždy nutné vzít v úvahu, co jsou postupy objednané a co postupy obvyklé.

A zde vzniká rozpor mezi požadavkem výrobce nástroje na zajištění životnosti nástroje, a postupem objednaným či obvyklým. Je paradoxem, že právě objednavatel nemá většinou zajištěny postupy obvyklé, nebo nemá o nich ani žádné povědomí, na druhé straně právě toto požaduje od dodavatele tepelného zpracování.

Samozřejmě, že další obsáhlou kapitolou je konstrukce nástroje, volba materiálu a jeho tvrdost, nebo způsob použití nástroje ve výrobě, v tomto článku ale budeme vycházet z předpokladu, že toto objednavatel již zkoumal a uvedl do souladu s postupy obvyklými jako „the best praxis“.

2. Vstupní materiál a jeho kontrola

I když skupina materiálů pro práci za tepla je obsáhlá, pro všechny oceli platí v podstatě stejná pravidla vstupní kontroly. Její definice je obsažena v Nadca 207, rev. 2008 [1]. Tato definice je sice určena především pro formy na tlakové lití, lze ji ale obecně aplikovat i na ostatní aplikace jako je např. zápusťkové kování, nástroje pro extruzi Al profilů, válcování nebo lisování za tepla.

NADCA Grade	Material Category	C	Mn	P	S	Si	Cr	Mo	V
"Grade A"	Type H13 – Premium	0.37-0.42	0.20-0.50	0.025 max	0.005 max	0.80-1.20	5.00-5.50	1.20-1.75	0.80-1.20
"Grade B"	Type H13 – Superior	0.37-0.42	0.20-0.50	0.015 max	0.003 max	0.80-1.20	5.00-5.50	1.20-1.75	0.80-1.00
"Grade C"	Type 2367 & Modified	0.32-0.40	0.10-0.60	0.020 max	0.005 max	0.10-0.50	4.70-5.30	2.00-3.30	0.40-0.70
"Grade D"	Type H11/2343	0.35-0.42	0.20-0.60	0.025 max	0.005 max	0.80-1.20	5.00-5.50	1.10-1.60	0.30-0.60
"Grade E"	Type H11 Modified	0.33-0.43	0.10-0.70	0.020 max	0.003 max	0.10-0.55	4.70-5.70	1.10-2.10	0.30-0.80

Tab. 1 – Klasifikace materiálů dle Nadca

Z hlediska vstupního testování je kontrola chemického složení základní, ne však rozhodující podmínkou.

O výsledných mechanických vlastnostech rozhoduje především mikročistota, velikost zrna, množství a rozložení primárních karbidů. Z tohoto hlediska, pro rozlišení právě těchto vlivů, je postupem obvyklým povinnost zkoumání vstupní jakosti materiálu pomocí rázových zkoušek houževnatosti.

Je prokázáno, že čím vyšší je rázová houževnatost materiálu, tím vyšší je odolnost materiálu proti tvorbě trhlin z tepelné únavy. Vyšší hodnota rázové houževnatosti může rovněž pozitivně ovlivnit vznik makro trhlin souvisejících s napěťovými stavy.

Rázové zkoušky jsou prováděny na vzorcích ideálně kalených za podmínek ochlazení do oleje a měřené hodnoty by měly dosáhnout hodnot definovaných standardem Nadca 207, rev. 2008 (Tab. 3). V případě, že predikované hodnoty nejsou dosaženy, je odpovědnost na dodavateli materiálu nahradit dodaný materiál materiálem, který by požadované parametry zajistil.

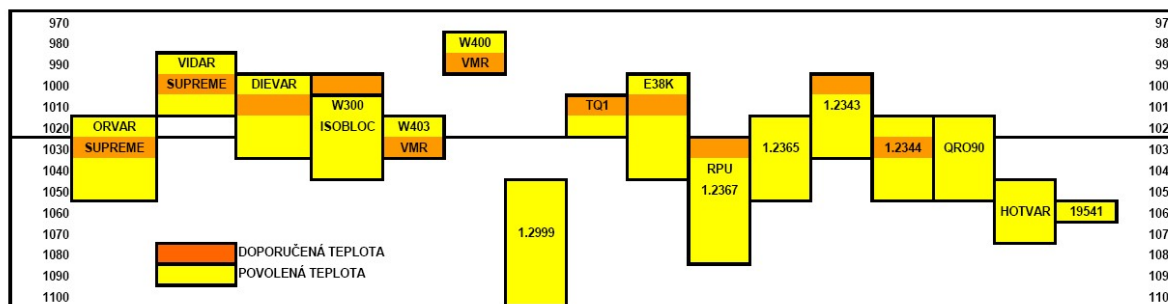
Rázové zkoušky jsou prováděny na vzorcích s nejméně vhodným směrem vláken a tím je zajištěno, že budou hodnoceny limitní mechanické vlastnosti materiálu.

3. Tepelné zpracování

Tepelné zpracování těchto ocelí by mělo být provedeno dle obecně známých, obvyklých postupů. Je otázkou, co se těmito obvyklými postupy myslí. Pro většinu moderních ocelí neexistují české standardy, existují jen firemní materiálové listy. Výjimku tvoří standard Nadca 207, rev. 2008 [1], i ten je ale jen doporučením pro členy asociace tlakového lití v USA.

Správně vedený proces tepelného zpracování by měl zajistit dosažení očekávaných mechanických vlastností podle vstupního materiálu. Když pomineme možné problémy s deformacemi při ohřevu, pak nejdůležitějšími fázemi TZ je austenitizace a ochlazování.

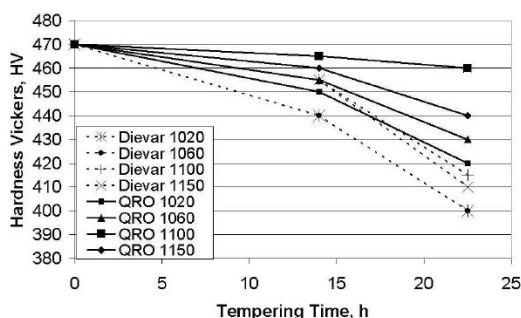
Austenitizace by měla zajistit na jedné straně správné rozpuštění uhlíku v matici, částečné rozpuštění karbidů, na druhé straně by ale neměla umožnit nadměrné zvětšení austenitického zrna oproti výchozímu stavu. Tyto dva požadavky jsou v protikladu a je nutno volit kompromisní řešení vázané na dobu a teplotu austenitizace, a s ohledem na to, že ohříváme 3D těleso v heterogenním prostředí vakuové pece.



Tab. 2 – Tabulka povolených a doporučených teplot austenitizace

V případě, že není požadováno TZ dle specifikace NADCA, pak za obvyklé teploty jsou považovány teploty určené výrobcem použité oceli. Pokud je TZ požadováno dle NADCA, pak tyto teploty jsou uvnitř povoleného pásma, obvykle na jeho dolní hranici (Tab. 2)

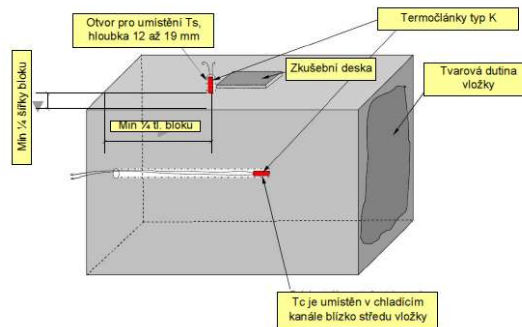
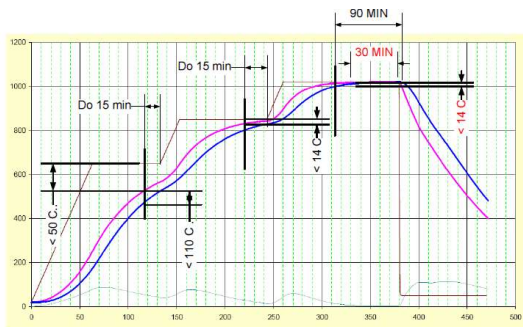
Vyšší teploty austenitizace sice zajišťují lepší rozpustnost primárních karbidů, tyto karbidy ale naopak precipitují během ochlazení (kalení v proudu plynu) po hranicích zrn a snižují výslednou houževnatost materiálu. Paradoxně, a to právě vlivem větší rozpustnosti karbidů, vyšší teplota austenitizace znamená vyšší odolnost proti popouštění během použití oceli na pracovní teplotě nástroje (Obr.1), větší odolnost proti trhlinám z tepelné únavy, současně ale velké nebezpečí růstu zrna.



Obr.1 – Odolnost proti popouštění dle kalící teploty pro Dievar a QRO90 [2]

Kromě teploty a doby austenitizace je ještě důležitá rychlost ochlazování, která snižuje nebo omezuje možnost precipitace těchto karbidů. Vyšší teplota rovněž díky více obohacenému austenitu uhlíkem snižuje M_s a zvyšuje množství zbytkového austenitu v matici. Ten pak transformuje na nepopouštěný martenzit, popř. cementit a ferrit, přičemž ve všech těchto případech dochází k poklesu houževnatosti.

Druhým nejdůležitějším parametrem austenitizace je doba. Prodleva na austenitizační teplotě musí být dostatečná pro homogenizaci austenitu, přitom dojde také k částečnému rozpuštění karbidů, nesmí však umožnit nadměrný, nekontrolovatelný růst austenitického zrna. Čím vyšší je teplota tím kratší čas austenitizace by měl být. V případě, že je požadováno tepelné zpracování obvyklé, je nutno se držet předpisu výrobců oceli. V případě, že se jedná o tepelné zpracování dle Nadca, pak čas austenitizace je čas předepsaný jako 30 minut od úplného prohřátí dílu do ukončení prodlevy za splnění následujících podmínek (Obr. 2):



Obr. 2 - Řízení teplot vakuové pece během ohřevu a austenitizace

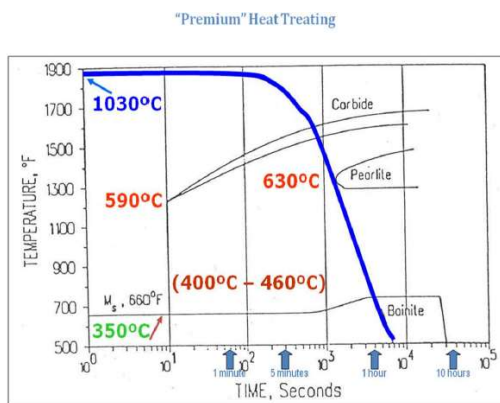
Obr. 3 - Umístění termočlánků Ts a Tc

$$Ts \text{ (povrch)} = Tp \text{ (pec)} \text{ a současně } Ts \text{ (povrch)} - Tc \text{ (jádro)} < 14 \text{ } ^\circ\text{C}$$

V případě, že pec není vybavena měřením teploty vsázky 2 termočlánky Ts a Tc, je maximální doba prodlevy na teplotě povolena na 90 minut od $T_s = T_p$

Proto, aby tento parametr měl objektivní a kontrolovatelný charakter, musí být kromě výše uvedených podmínek definována i poloha umístění termočlánků. Odpovědnost za vyhotovení správných otvorů pro termočlánky Ts a Tc má výrobce nástroje. (Obr.3).

Velice důležitým parametrem vedení procesu je rychlost ochlazování v oblasti mezi teplotou austenitizace a dosažením teploty cca 400-450°C. Ta by měla být kontrolovaným parametrem s minimální hodnotou 28°C/min. Jedině za této podmínky lze minout oblast precipitace karbidů u materiálů typu H11(1.2343) a H13(1.2344), znamenající zhoršení rázové houževnatosti materiálu (Obr.4).



Obr. 4 – Obecný IRA diagram se znázorněním kritických oblastí pro materiálů typu H13

Proto, aby materiál přežil tuto velkou rychlost ochlazování bez trhlin a extrémních deformací je nutné, aby jeho tvar byl tomuto cíli uzpůsoben. Daleko důležitější pro další vývoj životnosti, více než-li deformace, jsou tepelným zpracováním dosažené strukturní vlastnosti materiálu. Precipitace karbidů a extrémní růst velikosti austenitického zrna jsou jedním ze základních zdrojů neúspěchu. Extrémní růst zrna může v některých případech vyvolat i nehomogenní deformace hutního polotovaru, nemusí tedy vždy souviset s nadměrnou či nevhodně zvolenou teplotou austenitizace. Všechny díly pro vysokorychlostní ochlazování musí být vybaveny minimálními radiusy R3-5 mm na všech kritických tvarech, musí být ošetřena drsnost povrchu

po obrábění, a nesmí být vytvářeny jakékoliv vruby, na kterých by se koncentrovalo napětí. Je tedy obvyklé, že výrobce nástroje svoje díly připraví tak, aby mohly podstoupit proces vysokorychlostního ochlazování bez ohledu na deformace. V opačném případě, jakákoliv výjimka z tohoto pravidla, může způsobit a obvykle i vede ke zhoršení mechanických vlastností oceli.

Rychlost ochlazování není obvykle předepsána a volba je tedy na dodavateli tepelného zpracování vyjma případů, kdy je objednáno TZ dle Nadca. Protože tento parametr není ani obecně uváděn na materiálových listech, pak lze jen velice obtížně hovořit o parametru obvyklém. Proto, aby bylo jednoznačně rozlišeno, zda-li tento parametr byl volen vhodně nebo nevhodně je nutno provádět objektivnější hodnocení TZ pomocí rázových zkoušek.

Po kalení musí být materiál popuštěn, a to minimálně 2x. I přes veškerou snahu o dokončení martenzitické přeměny obsahuje materiál stále ještě velké množství zbytkového austenitu. Jednak je to dáno polohou M_f , a jednak tím, že se jedná o 3D těleso s heterogenním rozložením teploty uvnitř. V okamžiku kdy je povrch ochlazen na 70 °C uvnitř tělesa se může nacházet ještě i více jak 50% zbytkového austenitu. Je tedy otázkou, kdy započít s prvním popouštěním, když ještě není dokončena přeměna austenitu na martenzit.

Způsob obvyklý říká, že co nejdříve po kalení, jakmile díl dosáhne teploty 50-70°C. Problémem ale je, že právě při dochlazování je největší nebezpečí vzniku trhlin vzhledem k tomu, že jsme ji pod M_s a dochází k superpozici pnutí jak z rozdílu teplot, tak z fázové přeměny. Proto dochlazování v peci pod proudem plynu je aplikováno obvykle až do dosažení $T_c = 150\text{ °C}$ (někteří výrobci ocelí doporučují dochlazovat v peci až do 100 °C), dále pak již jen na volném vzduchu. Čas do dosažení $T_s=50\text{ °C}$ je pak vázán na hmotnost a tvar tělesa.

Proto časová definice doby do prvního popouštění je abstraktní pojem a nelze jej považovat za předem definovaný parametr. Dochlazování po kalení musí být ale řízeno i po vyjmutí dílu z pece. Z tohoto důvodu se na díly umísťuje magneticky upínaný (obvykle bimetalový) teploměr a měří se teplota povrchu dílu při dochlazování mimo pec. O této fázi procesu (proto obvykle) není záznam.

Po dosažení obvyklé teploty $T_s=50\text{ °C}$ je možno započít s popouštěním, tato doba ale může trvat u rozměrných nástrojů i několik hodin. Rovněž náhled na tuto teplotu $T_s=50\text{ °C}$ je rozdílný mezi Nadca a některými výrobci ocelí. Z tohoto důvodu se postup obvyklý bude lišit dle zadavatele, a může se lišit i podle typu použitého materiálu.

Popouštění musí provedeno minimálně dvakrát, a to s ohledem na nepopuštěný martenzit vzniklý rozpadem ZA po prvním popouštění. Pro náročnější aplikace je však lepší popustit všechny strukturní složky minimálně 2x a proto 3-násobné popouštění je nutností.

4. Výstupní kontrola tepelného zpracování

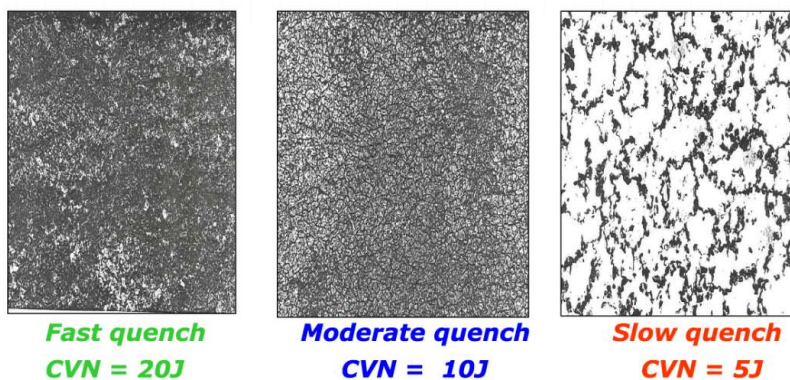
Tak jak je důležitá vstupní kontrola nakupovaného stavu materiálu pro vyloučení budoucích sporů, tak stejně důležitá je kontrola stavu po TZ. Kontrola je prováděna opět pomocí rázových zkoušek na vzorku materiálu, který prochází spolu s reálným dílem celým pochodem tepelného zpracování. V případě, že rázové zkoušky nedosáhnou po TZ obvyklých hodnot KCV, dodavatel TZ je povinen provést opravné tepelné zpracování. Obecně je shoda na tom, že je povoleno pouze jedno opravné tepelné zpracování. Ještě ale před jeho aplikováním je nutno

materiál vyžítat na měkko. Podmínky žíhání vyplývají buď z předpisu dodavatele oceli a nebo Nadca, pokud jsou určeny.

V případě, že ani opakované TZ nedává odpovídající výsledky, a přitom vstupní zkoušky testování materiálu jsou toleranci, poskytovatel TZ by měl být povinen uhradit všechny doposud vynaložené náklady.

	Stav žíhaný		Stav kalený a popuštěný	
	Průměr (J)	Min (J)	Průměr (J)	Min (J)
H13	13,6	10,8	10,8	6,1
Thyrotherm 2367	13,6	10,8	10,8	6,1
Dievar	19,0	14,9	14,9	12,2
W403 VMR	13,6	10,8	10,8	6,1
W300 Isobloc	19,0	14,9	14,9	12,2
Thyrotherm 2343 Supra	19,0	14,9	14,9	12,2
Vidar Supreme	19,0	14,9	14,9	12,2
W400 VMR	27,0	23,0	21,7	19,0
Vidar Superior	19,0	14,9	14,9	12,2
TQ-1	19,0	14,9	14,9	12,2
Thyrotherm E-38K	19,0	14,9	14,9	12,2
Aubert Duval ADC3	19,0	14,9	14,9	12,2

Tab.3 - Hodnoty rázové houževnatosti KCV před a po TZ dle Nadca [1]



Obr. 5 - Rázová houževnatost materiálu H13 při různých rychlostech ochlazování a stejné tvrdosti 45 HRC [3]

Hodnocení výsledku TZ pomocí měření tvrdosti je naprosto nedostatečné. Je známo, že všechny typy struktur po TZ mohou mít za určitých okolností stejnou tvrdost, jen některé ale správnou houževnatost, případně zcela jiné další mechanické vlastnosti a to jak při okolní tak i zvýšené teplotě.

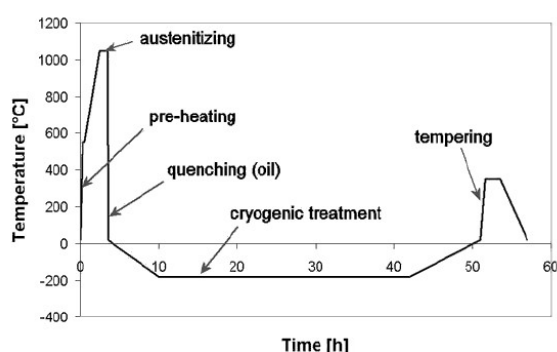
V případě, že po TZ je tvrdost vyšší jak zadaná, pak je vhodné zařadit 4. nebo i další popuštění na tvrdost požadovanou. Vychází se z toho, že zadavatel má exaktně doložené důvody, proč takto tvrdost stanovil a dodavatel TZ nemá povinnost tyto důvody zkoumat.

V případě, že tvrdost po TZ je ale nižší než-li objednaná, pak bez znalosti rázové houževnatosti nelze optimálně rozhodnout. Vzhledem k tomu, že nižší tvrdost znamená vyšší houževnatost,

obvykle je spolehlivější materiál uvolnit do použití, než-li jej opakovaně přepracovávat. Kritérium, které tento proces ale může rozhodnout, je pouze v rázových zkouškách. Pokud tedy objednatel tyto rázové zkoušky neprovádí jako obvyklý způsob testování, pak nelze ani očekávat, že by mohl být úspěšný ve sporech o reklamaci TZ.

5. Vymrazování

Kryogenní zpracování ocelí pro práci za tepla se doposud převážně uplatňuje pro nástroje na tváření za tepla. Proces vymrazení je zařazen obvykle ihned po kalení tak, aby pokles teploty pod M_f umožnil dokončit fázovou přeměnu. Při dalším poklesu teploty pak dochází nejenom k dokončení rozpadu ZA ale i k precipitaci sekundárních karbidů zlepšujících odolnost proti opotřebení.



Obr. 5 - Typický průběh teploty při uplatnění kryogenního zpracování [4]

Z hlediska změny rázové houževnatosti nebyly shledány zásadní změny v jejích hodnotách, byla ale zjištěno výrazné zlepšení abrazivních vlastností materiálu. Proto tento způsob dochlazování je více obvyklé u nástrojů pro tváření za tepla než-li u nástrojů pro tlakové lití. Standard Nadca 207, rev. 2008 tento proces doposud nezná.

6. Povrchové úpravy

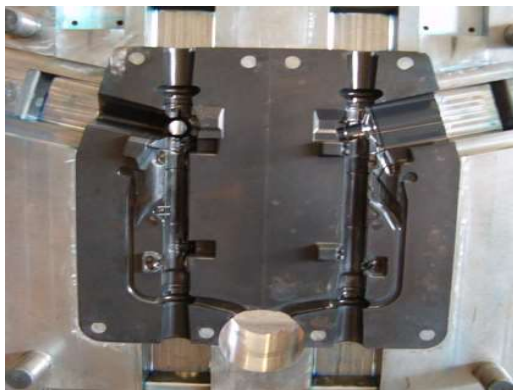
Optimální zpracování ocelí pro práci za tepla má za zásadní úkol, tím je nezhoršit výchozí vlastnosti materiálu. V žádném případě je ale nedokáže zlepšit. V případě, že aplikace vyžaduje jiné, specifické vlastnosti, pak je lze řešit dalšími následnými povrchovými úpravami.

Jedná se buď o nitridaci, PVD vrstvy a nebo kombinací obojího, tzv. duplexní povlaky.

Tyto povrchové úpravy přináší zlepšení v těch případech, kdy je potřeba změnit amplitudu tahových namáhání na tlakové nebo když je potřeba zabránit zvýšenému opotřebení nebo difuzi tvářeného nebo odlévaného materiálu do oceli. Povrchové úpravy mají rovněž význam v okamžiku, kdy je potřeba zabránit interakci zpracovávaného materiálu s materiálem nástroje. U forem na tlakové lití se jedná především tzv. soldering, tedy interakci povrchu nástroje a Al.

Úspěšně se ale rozvíjí i procesy znamenající lepší záběhové vlastnosti materiálu formy, jako např. řízená oxidace v případě forem pro tlakové lití. Jejím výhodou je zlepšení rovnoměrnosti rozptýlení lubrikantu při záběhu nástroje a tím i lepší chlazení povrchu s nižším abrazivním

účinkem a především zamezení přímého kontaktu hliníku a povrchu oceli v počátku provozu, kdy forma ještě není zajištěna a je náchylná k iniciaci mikroobjemových center pro soldering a praskliny z tepelné únavy.



Obr. 6 – Forma pro tlakové lití po procesu řízené oxidace

7. Závěr

Tepelné zpracování je kvalifikováno jako zvláštní proces, jehož parametry mají mnoho proměnných. Tyto parametry mají nejenom technický aspekt související s proveditelností procesu, mají souvislost i s parametry obvyklými, které ovlivňují právní stránku věci. I přes výrazné zlepšení povědomí o tomto problému lze konstatovat, že neustálý ekonomický tlak vede řadu firem k vynechání základních, i když obvyklých operací, a v tom okamžiku právní stránka věci se stává obtížně obhajitelnou.

Literatura

- [1] Nadca Publication 229 – Special Quality Die, Steel and Heat Treatment, Acceptance Criteria for Die Casting Dies
- [2] Johnny Sjostrom – Chromium martensitic hot-work steels – damage, performance, microstructure , Karlstad University Studies, 2004:52
- [3] Corwyn Berger - Extended tool life on die casting, Presentation Brno, 1999
- [4] Šuchman, Lataš, Ciski, Graf - Kryogenische Behandlung als Verfahren zur Erhöhung der Stabdzeit von Schmiedegesenken, Projekt Eureka