

## Vztah mezi teplotou nulové pevnosti a teplotou solidu uhlíkových ocelí

### Relationship between the Nil-strength Temperature and Solidus Temperature of Carbon Steels

Bc. Andrea Mertová; Ing. Petr Kawulok, Ph.D.; prof. Ing. Ivo Schindler, CSc.; doc. Ing. Bedřich Smetana, Ph.D.; Ing. Simona Zlá, Ph.D.; Ing. Rostislav Kawulok, Ph.D.; Ing. Stanislav Rusz, Ph.D.; Ing. Petr Opěla, Ph.D.; Ing. Ľubomíra Drozdová; Ing. Vojtěch Ševčák

VŠB – Technická univerzita Ostrava, Fakulta metalurgie a materiálového inženýrství, Regionální materiálově technologické výzkumné centrum, 17. listopadu 15/2172, 708 33 Ostrava-Poruba, Česká republika

S využitím fyzikálních testů provedených na univerzálním plastometru Gleeble 3800 a s využitím výpočtů v programu IDS byly stanoveny teploty nulové pevnosti a teploty solidu 9 nelegovaných uhlíkových ocelí, které se lišily především obsahem uhlíku. Teploty solidu byly kromě toho vypočteny také pomocí 8 vztahů, vyjadřujících matematickou závislost této teploty na chemickém složení zkoumaných ocelí. Bylo zjištěno, že ne všechny rovnice uvedené v dostupné literatuře pro výpočet teploty solidu lze použít pro všechny zkoumané oceli. Pouze v případě rovnic Thomase a kol. a podle Štětiny bylo dosaženo velmi blízkých teplot solidu jako podle výpočtu v programu IDS. Teplota nulové pevnosti se snižovala s rostoucím uhlíkovým ekvivalentem zkoumaných ocelí. Teploty nulové pevnosti stanovené výpočtem v programu IDS při ochlazování byly o cca 40 – 80 °C vyšší než analogické teploty stanovené experimentálně při ohřevu zkoumaných ocelí. S využitím regresních analýz byly určeny matematické vztahy popisující s vysokou přesností lineární závislost teploty nulové pevnosti zkoumaných ocelí na teplotě solidu.

**Klíčová slova:** uhlíkové oceli; teplota nulové pevnosti; teplota solidu; plastometr Gleeble

Nil-strength temperatures and solidus temperatures of 9 unalloyed carbon steels, which differ mainly by carbon content and in one case also by higher sulphur content, were established with the use of physical tests realized on the universal plastometer Gleeble 3800 and with the use of calculations in the IDS software. The solidus temperatures were, moreover, calculated also with the use of 8 relationships expressing mathematical dependence of this temperature on the chemical composition of the examined steels. It was found out, that not all of the equations calculating the solidus temperatures, listed in available literature, can be used in the case of all examined steels. Only in the case of equations Thomas et al. and by Štětina, very close solidus temperatures have been achieved as in the IDS software. Based on the obtained results, however, it cannot be certainly stated, which of the above-mentioned options of the solidus temperature calculations gives the most accurate results. It would be appropriate to determine the solidus temperatures also experimentally using the DTA or DSC methods and then compare the obtained results. The nil-strength temperature declined with the growing carbon equivalent of the investigated steels. The nil-strength temperatures determined by the calculation in the IDS software at cooling were approx. by 40 – 80 °C higher than the analogous temperatures determined experimentally at heating of examined steels. With using regression analyzes were determined the mathematical relations which describes with the high precision linear temperature dependence of the nil-strength on the solidus temperature of the investigated steels. The increased sulphur content in free-cutting steel (labelled as "B") almost always resulted in a decrease of calculated solidus temperatures. This decrease was also found in the case of the experimentally obtained and calculated nil-strength temperature. It was probably due to sulphur connection to low-melting sulphides of FeS or FeS-MnS. To correct the setting of the upper forming temperatures, or to determine the range of brittleness of the material at high temperatures of the investigated steels, it seems to be safer to utilize the experimentally determined nil-tensile temperatures.

**Key words:** carbon steels; nil-strength temperature; solidus temperature; plastometer Gleeble

Ocel je i v dnešní době progresivních neželezných slitin významnou surovinou, na kterou jsou kladeny neustále se zvyšující nároky na její vlastnosti. Modernizace stávajících a vývoj nových technologií výroby a zpracování ocelí se provádí za účelem zvýšení kvality a efektivity jejich výroby.

Oceli se v závislosti na teplotě vyskytují v několika fázích, které jsou souhrnně popsány v diagramu Fe-Fe<sub>3</sub>C. Teplota je významným parametrem nejen pro procesy výroby, odlévání a tváření za tepla, ale také pro svařování ocelí. Z důvodu optimalizace stávajících procesů výroby a zpracování ocelí je důležitá znalost

teplot fázových přeměn, nebo teplot, při nichž ocel ztrácí svou plasticitu nebo pevnost [1 – 6].

Cílem představované práce bylo stanovit teplotu nulové pevnosti a následně určit její vztah k teplotě solidu vybraných nelegovaných uhlíkových ocelí.

Metody studia metalurgických procesů jsou založeny na znalosti termodynamických vlastností materiálů během jejich zpracování danými technologiemi. Teploty významné pro ohřev a ochlazování ocelí lze stanovit matematicky, resp. simulacemi ve speciálně vyvinutých programech jako jsou například IDS, Thermo-calc, QTSteel apod. [7 – 9]. Druhým přístupem je možnost využití fyzikálních simulací nebo měření, které se provádějí na sofistikovaných laboratorních zařízeních. Teplotu solidu a likvidu ocelí lze stanovit například pomocí diferenční termické analýzy (DTA) nebo pomocí diferenční skenovací kalorimetrie (DSC) [10, 11]. Teplotu nulové pevnosti kovových materiálů lze experimentálně stanovit pomocí poměrně jednoduchého testu na univerzálním plastometru Gleeble 3800 [5, 12].

## Teoretický rozbor

Teplota nulové pevnosti (v anglické literatuře označovaná jako Nil-strength Temperature – NST) je teplota, při které materiál ztrácí veškerou svou pevnost, tzn. při této teplotě materiál nesnese žádné zatížení. Teplota nulové pevnosti je blízká teplotě solidu a stanovuje se při výzkumu citlivosti materiálu k praskání za velmi vysokých teplot, například během svařování, odlévání nebo při volbě horních tvářecích teplot [5, 6].

Je důležité nezaměňovat teplotu nulové pevnosti s teplotou nulové tažnosti (v anglické literatuře označovanou jako Nil-ductility Temperature – NDT). Teplota nulové tažnosti odpovídá při tahových zkouškách s přímým ohřevem na teplotu deformace teplotě, při níž je tažnost materiálu rovna nule (dosažení 100% křehkosti materiálu) [5, 6].

Znalost teploty likvidu a solidu je jedním z nejdůležitějších faktorů při procesech spojených s tavením a odléváním ocelí. Tyto teploty jsou kritickými parametry pro správné nastavení fyzikálních nebo numerických modelů, anebo pro optimální nastavení reálných procesů tavení a odlévání ocelí. Tyto teploty významně ovlivňují kvalitu a vlastnosti odlévaných polotovarů (ingotů nebo plynule litých předlitků) [13].

Při výpočtu teploty solidu se vychází z teploty tání čistého železa (obvykle 1536 °C, podle některých údajů však 1528 až 1539 °C) a vlivu obsahu vybraných prvků. Určení teploty solidu podle výpočtových vzorců je v porovnání s experimentálním stanovením jednodušší, rychlejší a finančně nenáročný způsob. Platnost každého vzorce je však omezena rozsahem chemického složení, pro který byl daný vztah zkonstruován [3, 4, 14 – 16].

## Charakteristika zkoumaných ocelí

Podle obsahu uhlíku dělíme oceli na nízkouhlíkové (do 0,25 hm. % C), středně uhlíkové (od 0,25 do 0,6 hm. % C) a vysokouhlíkové (od 0,6 do 2,14 hm. % C). Uhlíkové oceli se využívají pro široký rozsah aplikací. Nízkouhlíkové a středněuhlíkové oceli lze využít například pro výrobu spojovacích součástí. Středně až vysokouhlíkové oceli se využívají pro výrobu lan a pramenců pro jeřáby, výtahy, těžní klece a lanovky. Z vysokouhlíkových ocelí se vyrábějí například kordové dráty, které se využívají při výrobě automobilových pneumatik, dopravních pásů a tlakových hadic.

Pro účely tohoto experimentu bylo vybráno 9 typů nelegovaných uhlíkových ocelí, které se lišily především obsahem uhlíku (v širokém rozsahu od 0,008 do 0,885 hm. % – tab. 1), resp. v případě automatové oceli označené jako B obsahem síry (0,311 hm. %) a manganu (1,13 hm. %). Byly tedy využity 4 nízkouhlíkové oceli (A – D), 3 středněuhlíkové oceli (E – G) a 2 vysokouhlíkové oceli (H a I).

Tab. 1 Chemické složení zkoumaných ocelí v hm. %

Tab. 1 Chemical composition of investigated steels in wt. %

| Označení oceli | C     | Mn   | Si    | P     | S     | Cu   | Cr   | Ni   | Al    | Mo    | W    | V     | Ti     | Nb    |
|----------------|-------|------|-------|-------|-------|------|------|------|-------|-------|------|-------|--------|-------|
| A              | 0,008 | 0,14 | 0,020 | 0,008 | 0,017 | 0,01 | 0,04 | 0,01 | 0,003 | 0,005 | 0,01 | 0,003 | 0,0008 | 0,002 |
| B              | 0,087 | 1,13 | 0,030 | 0,055 | 0,311 | 0,03 | 0,03 | 0,03 | 0,003 | 0,010 | 0,00 | 0,004 | 0,0010 | 0,000 |
| C              | 0,098 | 0,38 | 0,065 | 0,009 | 0,020 | 0,06 | 0,05 | 0,02 | 0,036 | 0,008 | 0,01 | 0,002 | 0,0008 | 0,001 |
| D              | 0,160 | 0,37 | 0,055 | 0,017 | 0,006 | 0,04 | 0,06 | 0,03 | 0,035 | 0,011 | 0,01 | 0,005 | 0,0011 | 0,002 |
| E              | 0,384 | 0,75 | 0,246 | 0,018 | 0,028 | 0,03 | 0,17 | 0,02 | 0,026 | 0,019 | 0,01 | 0,003 | 0,0012 | ---   |
| F              | 0,458 | 0,71 | 0,291 | 0,013 | 0,023 | 0,04 | 0,27 | 0,03 | 0,021 | 0,013 | 0,01 | 0,002 | 0,0014 | 0,001 |
| G              | 0,574 | 0,72 | 0,251 | 0,019 | 0,016 | 0,04 | 0,07 | 0,03 | 0,025 | 0,009 | 0,01 | 0,002 | 0,0016 | 0,001 |
| H              | 0,733 | 0,53 | 0,220 | 0,009 | 0,013 | 0,01 | 0,03 | 0,01 | 0,002 | 0,003 | 0,01 | 0,003 | 0,0010 | 0,002 |
| I              | 0,885 | 0,67 | 0,195 | 0,011 | 0,013 | 0,03 | 0,04 | 0,02 | 0,003 | 0,006 | 0,01 | 0,003 | 0,0010 | 0,002 |

## Experimentální určení teploty nulové pevnosti

Aby bylo možné správně fyzikálně stanovit teplotu nulové pevnosti materiálu, musí dané laboratorní zařízení splňovat především dvě podmínky. Zaprvé musí být vzorek řízeně ohříván nízkou rychlostí ( $1$  až  $2\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ ) až na teplotu blízkou se teplotě tavení a zadruhé musí zařízení zajistit minimální předepjatý stav zkušební vzorku, jehož udržení na konstantní hodnotě je v důsledku tepelné roztažnosti problematické. Oba tyto předpoklady splňuje, díky speciálnímu přídavnému zařízení, plastometr Gleeble 3800.

Pro určení teploty nulové pevnosti byly ze zkoumaných ocelí, které byly dodány ve formě odřezků z plynule litých polotovárů, vyrobeny zkušební tyče o průměru  $6\text{ mm}$  a délce  $81\text{ mm}$ . Tyto tyče byly uloženy v plastometru Gleeble 3800 ve speciálních čelistech, které jsou chlazeny vodou. Pravá čelist (nepohyblivá) je pevně přichycena k pracovní komoře plastometru, levá čelist (pohyblivá) je spojena se vzduchovým pístem, který v průběhu celého testu působí na zkušební tyč během jejího ohřevu velmi malou konstantní tahovou silou o velikosti  $80\text{ N}$ . Z důvodu nutnosti použití vysokoteplotního ohřevu byla teplota během všech testů měřena platinovými termočlánky, které byly povrchově přivařeny ve středu délky zkušebních tyčí.

Elektrický odporový ohřev zkoušených tyčí byl v případě tohoto experimentu dvoustupňový, tj. v rozsahu teplot  $0 - 1200\text{ }^{\circ}\text{C}$  byla aplikována rychlost ohřevu  $20\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$  a v rozsahu teplot  $1200 - 1600\text{ }^{\circ}\text{C}$  byla aplikována rychlost ohřevu  $2\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ . Z důvodu vyloučení vlivu případných nehomogenit ve zkoumaných ocelích a také z důvodu statistického vyhodnocení byl tento test zopakován  $3\times$ .

## Matematické stanovení teploty nulové pevnosti a teploty solidu

S využitím programu IDS byla stanovena teplota nulové pevnosti a teplota solidu při ochlazování zkoumaných ocelí. Program IDS s termodynamicko-kinetickým modelem byl vyvinut pro simulace fázových přeměn během tuhnutí nízkolegovaných a antikoročních ocelí. Software IDS používá k výpočtům teplot fázových transformací termodynamické rovnice využívající chemický potenciál a hmotnostní bilanci, přičemž je aplikován druhý Fickův zákon. V závislosti na chemickém složení oceli a zvoleném rovnovážném nebo nerovnovážném stavu při ochlazování stanovuje software teplotu nulové pevnosti, teploty fázových přeměn, podíl a složení fází pro různé teploty a další parametry [17].

Z literární rešerše bylo získáno několik rovnic určených pro výpočet teploty solidu  $T_S$  ( $^{\circ}\text{C}$ ). Všechny tyto rovnice vyjadřují závislost teploty solidu na chemickém složení ocelí (v hm. %), resp. obsahu vybraných prvků

v ocelích. Autoři Choudhary a Ghosh [14] použili pro výpočet  $T_S$  následující vztah:

$$T_S = 1536 - 344 \cdot C - 183,5 \cdot S - 124,5 \cdot P - 6,8 \cdot Mn - 12,3 \cdot Si - 4,1 \cdot Al - 1,4 \cdot Cr - 4,3 \cdot Ni \quad (1)$$

Pro výpočet  $T_S$  využili autoři Thomas a kol. [4] vztah:

$$T_S = 1535 - 200 \cdot C - 183,9 \cdot S - 124,5 \cdot P - 6,8 \cdot Mn - 12,3 \cdot Si - 4,1 \cdot Al - 1,4 \cdot Cr - 4,3 \cdot Ni \quad (2)$$

Autor Štětina využil pro výpočet  $T_S$  tuto rovnici [3]:

$$T_S = 1536 - 251 \cdot C - 183,9 \cdot S - 123,4 \cdot P - 6,8 \cdot Mn - 12,3 \cdot Si - 3,6 \cdot Al - 1,4 \cdot Cr - 3,3 \cdot Ni - 3,1 \cdot Cu \quad (3)$$

Autor Dressel [15] použil pro výpočet  $T_S$  následující vztah:

$$T_S = 1536 - (415,5 \cdot C + 183,9 \cdot S + 124,5 \cdot P + 6,8 \cdot Mn + 12,3 \cdot Si + 4,1 \cdot Al + 1,4 \cdot Cr + 4,3 \cdot Ni) \quad (4)$$

Autoři Drápala a Kuchař [16] teplotu solidu stanovili podle rovnice:

$$T_S = 1538 - 5,9 \cdot Al - 54,9 \cdot As - 65,5 \cdot Be - 3,5 \cdot Co - 2,3 \cdot Cr - 5,3 \cdot Cu - 22,1 \cdot Hf - 9 \cdot Mn - 4,2 \cdot Mo - 21,7 \cdot Nb - 7,9 \cdot Ni - 200,9 \cdot P - 11,5 \cdot Pd - 2,3 \cdot Pt - 18,5 \cdot Pu - 5,1 \cdot Rh - 49,8 \cdot Sb - 20,5 \cdot Si - 23,5 \cdot Sn - 8,4 \cdot Ta - 40,1 \cdot Ti - 3,4 \cdot V - 1,1 \cdot W - 5,3 \cdot Zn - 29,6 \cdot Zr \quad (5)$$

Křížánek [18] ve své práci odvodil pro výpočet  $T_S$  tyto vztahy:

$$T_S = 1469,56 - 81,44 \cdot C - 1049,2 \cdot S - 43,7 \cdot P - 5,09 \cdot Mn - 135,9 \cdot Al - 89,39 \cdot Cu + 107,52 \cdot Ni + 41,98 \cdot Si + 90,62 \cdot Cr - 252,7 \cdot Sn \quad (6)$$

$$T_S = 1432,10181 - 0,29 \cdot C^2 + 109,49 \cdot C - 0,5 \cdot Al^2 + 630,4 \cdot Al \quad (7)$$

$$T_S = 1464,834 - 77,29 \cdot C \quad (8)$$

## Diskuse výsledků

Po dosažení teploty nulové pevnosti zkoumaných ocelí při plastometrických testech došlo vlivem kombinace natavení hranic zrn a působení velmi malé tahové síly k přetržení zkušební tyče a k náhlému poklesu měřené teploty.

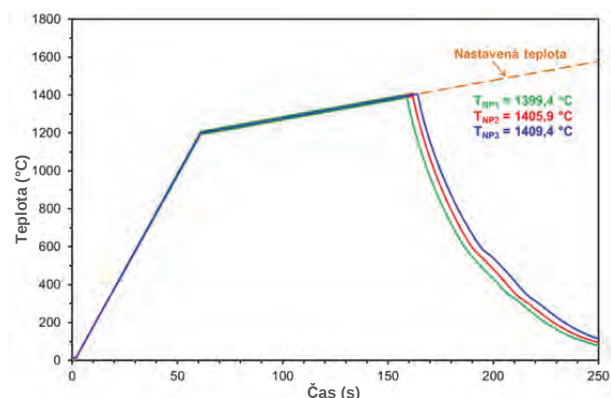
V případě oceli A (s nejnižším obsahem uhlíku) došlo během jejího ohřevu i přes velmi malé působení tahové síly k prodloužení zkušebních tyčí (obr. 1) a výsledné teploty nulové pevnosti byly v tomto případě zatíženy poměrně značným rozptylem.

U ostatních zkoumaných ocelí nedošlo během jejich testů k prodloužení zkušební tyče. Pro přesnější experimentální určení teploty nulové pevnosti oceli A by tedy bylo vhodné zredukovat působící tahovou sílu.



Obr. 1 Přetržená tyč z oceli A  
Fig. 1 The ruptured bar from the steel A

Experimentálně určená teplota nulové pevnosti odpovídala nejvyšší hodnotě registrované teploty v okamžiku ztráty soudržnosti materiálu (působením velmi malé síly), která byla doprovázena strmým poklesem měřené teploty (obr. 2).



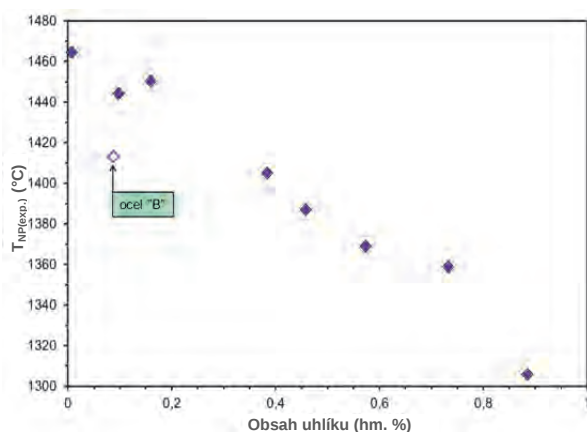
Obr. 2 Grafické stanovení teploty nulové pevnosti zkoumané oceli E  
Fig. 2 Graphical determination of the nil-strength temperature of the investigated steel E

Z naměřených teplot nulové pevnosti zkoumaných ocelí byla poté určena jejich střední hodnota, označená jako  $T_{NP(exp.)}$  (°C) a směrodatná odchylka (tab. 2).

Tab. 2 Experimentálně stanovené teploty nulové pevnosti zkoumaných ocelí  
Tab. 2 Experimentally determined nil-strength temperatures of the investigated steels

| Označení oceli | Střední hodnota nulové pevnosti $T_{NP(exp.)}$ | Směrodatná odchylka |
|----------------|------------------------------------------------|---------------------|
|                | (°C)                                           |                     |
| A              | 1465                                           | 33,28               |
| B              | 1413                                           | 3,84                |
| C              | 1444                                           | 5,19                |
| D              | 1450                                           | 5,37                |
| E              | 1405                                           | 4,14                |
| F              | 1387                                           | 6,46                |
| G              | 1369                                           | 2,30                |
| H              | 1359                                           | 4,93                |
| I              | 1306                                           | 9,16                |

Závislost střední teploty nulové pevnosti na obsahu uhlíku zkoumaných ocelí dokumentuje obr. 3. Z tab. 2 a obr. 3 je zřejmé, že s rostoucím obsahem uhlíku ve zkoumaných ocelích se teplota nulové pevnosti snižuje. Zvýšený obsah síry v případě automatové oceli B měl, ve srovnání s ocelí C s blízkým obsahem uhlíku, za následek snížení střední teploty nulové pevnosti o cca 30 °C. Tento pokles mohl být ovlivněn tzv. lámavostí za bílého žáru, která se v případě ocelí s vysokým obsahem síry projevuje při teplotách nad 1200 °C. Důvodem je zřejmě vyvázání síry na nízkotající sulfidy FeS nebo FeS-MnS, které se vylučují na hranicích zrn a jejichž teplota tání se pohybuje okolo 1200 °C [19].



Obr. 3 Závislost experimentálně stanovené střední teploty nulové pevnosti na obsahu uhlíku zkoumaných ocelí  
Fig. 3 Dependence of the experimentally determined mean nil-strength temperature on the carbon content of the investigated steels

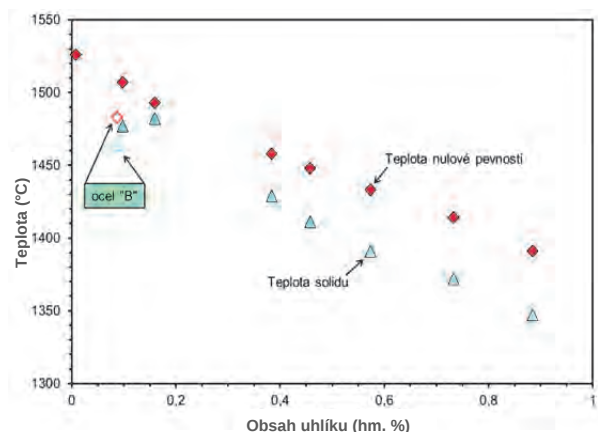
Teploty nulové pevnosti  $T_{NP(IDS)}$  (°C) a teploty solidu  $T_{S(IDS)}$  (°C) zkoumaných uhlíkových ocelí stanovené výpočtem v programu IDS při ochlazování za rovnovážných podmínek dokumentuje tab. 3 a obr. 4.

Tab. 3 Výsledky výpočtů v software IDS  
Tab. 3 The results of calculations in the IDS software

| Označení<br>oceli | Střední hodnota<br>nulové pevnosti<br>$T_{NP(IDS)}$ | Teplota solidu<br>$T_{S(IDS)}$ | $\Delta T$ |
|-------------------|-----------------------------------------------------|--------------------------------|------------|
|                   | (°C)                                                |                                |            |
| A                 | 1526                                                | ---                            | ---        |
| B                 | 1483                                                | 1464                           | 19         |
| C                 | 1507                                                | 1477                           | 30         |
| D                 | 1493                                                | 1482                           | 11         |
| E                 | 1458                                                | 1429                           | 29         |
| F                 | 1448                                                | 1411                           | 37         |
| G                 | 1433                                                | 1391                           | 42         |
| H                 | 1414                                                | 1372                           | 42         |
| I                 | 1391                                                | 1347                           | 44         |

V případě nízkouhlíkové oceli A program IDS nebyl schopen stanovit teplotu solidu, protože obsah uhlíku této oceli byl mimo rozsah výpočtového modulu

programu IDS. Teplota nulové pevnosti zkoumaných ocelí stanovená programem IDS byla ve všech případech vyšší než teplota solidu (kromě oceli A), přičemž rozdíl mezi nimi byl od 11 do 44 °C. I v případě výpočtů v programu IDS bylo zjištěno, že ocel B se zvýšeným obsahem síry vykazuje nižší teplotu nulové pevnosti a také nižší teplotu solidu než ocel C s podobným obsahem uhlíku.



Obr. 4 Teplota nulové pevnosti a teplota solidu zkoumaných ocelí vypočtené v software IDS

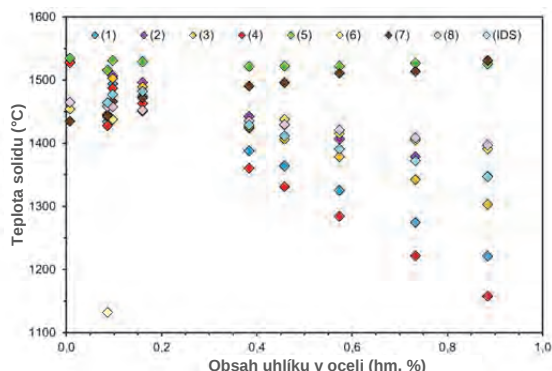
Fig. 4 The nil-strength temperature and the solidus temperature of the investigated steels calculated in the IDS software

Porovnání teplot solidu stanovených výpočtem dle vztahů (1) až (8) v tab. 4 a určených pomocí programu IDS přineslo zajímavé výsledky znázorněné na obr. 5. Zvýšený obsah síry v oceli B měl za následek snížení teploty solidu ve všech případech použitých výpočetních vztahů. V případě rov. (6) byla stanovena dokonce velmi nízká teplota solidu  $T_s = 1132,1$  °C, která zřejmě neodpovídá skutečnosti. Z obr. 5 a tab. 4 je zřejmé, že rov. (1), (4), (5) a (7) nelze využít pro výpočet teploty solidu všech zkoumaných ocelí, resp. pro aplikovaný rozsah jejich chemického složení. Teploty solidu vypočítané dle rov. (5) se v podstatě neměnily s rostoucím obsahem uhlíku ve zkoumaných ocelích a teploty solidu stanovené dle rov. (7) se dokonce zvyšovaly s rostoucím obsahem uhlíku, což neodpovídá teorii, která je dokumentována diagramem Fe-Fe<sub>3</sub>C. Oproti tomu teploty solidu stanovené dle rov. (1) a (4) výrazně klesají s rostoucím obsahem uhlíku ve zkoumaných ocelích. Velmi blízkých výsledků výpočtů teploty solidu bylo dosaženo v případě použití rov. (2), (3), (6) vyjma oceli B, rov. (8) a v případě výpočtu provedeného v programu IDS. Rov. (1) až (4) jsou si velmi podobné a liší se zejména koeficienty, kterými se násobí hmotnostní obsahy jednotlivých prvků a v rov. (3) je navíc do výpočtu zahrnut obsah mědi. Překvapivé je, že poměrně jednoduchá rov. (8), která vyjadřuje závislost teploty solidu v podstatě pouze na obsahu uhlíku, přináší lepší výsledky než mnohem komplikovanější rov. (1), (4), (5) a (7).

Tab. 4 Teploty solidu zkoumaných ocelí stanovené dle rov. (1) až (8)

Tab. 4 The solidus temperatures of the investigated steels determined by the eqs. (1) to (8)

| Označení oceli | $T_s$ (°C) |      |      |      |      |      |      |      |
|----------------|------------|------|------|------|------|------|------|------|
|                | (1)        | (2)  | (3)  | (4)  | (5)  | (6)  | (7)  | (8)  |
| A              | 1528       | 1528 | 1529 | 1527 | 1534 | 1454 | 1435 | 1464 |
| B              | 1434       | 1445 | 1442 | 1428 | 1516 | 1132 | 1444 | 1458 |
| C              | 1494       | 1507 | 1503 | 1487 | 1531 | 1437 | 1466 | 1457 |
| D              | 1474       | 1496 | 1489 | 1463 | 1529 | 1450 | 1472 | 1453 |
| E              | 1388       | 1442 | 1424 | 1361 | 1522 | 1426 | 1491 | 1435 |
| F              | 1364       | 1429 | 1406 | 1331 | 1522 | 1437 | 1495 | 1429 |
| G              | 1325       | 1407 | 1378 | 1284 | 1522 | 1415 | 1511 | 1421 |
| H              | 1274       | 1379 | 1342 | 1222 | 1527 | 1405 | 1514 | 1408 |
| I              | 1221       | 1347 | 1303 | 1157 | 1525 | 1391 | 1531 | 1396 |



Obr. 5 Porovnání stanovených teplot solidu zkoumaných ocelí

Fig. 5 Comparison of the determined solidus temperatures of the investigated steels

Na základě obdržených výsledků však nelze s jistotou tvrdit, která z uvedených možností výpočtu teploty solidu dává nejpřesnější výsledky. Bylo by vhodné teploty solidu stanovit experimentálně s využitím metod DTA nebo DSC a takto získané výsledky poté porovnat s výpočtovými hodnotami.

Porovnání teplot nulové pevnosti stanovených experimentálně a výpočtem v programu IDS přináší také zajímavé poznatky, jak ukazuje tab. 5 a obr. 6.

Tab. 5 Experimentálně a výpočtem stanovené teploty nulové pevnosti zkoumaných ocelí  
Tab. 5 Experimentally and by calculations determined nil-strength temperatures of the investigated steels

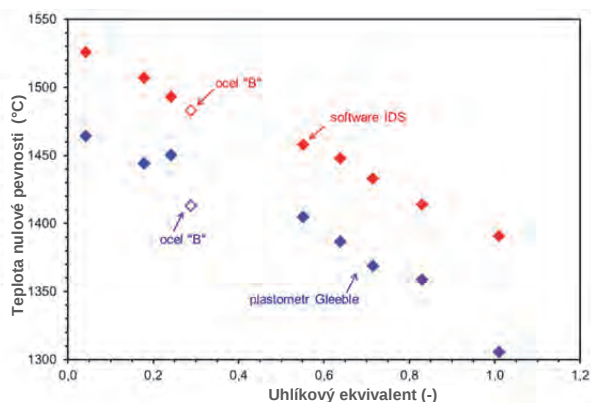
| Označení oceli | Obsah C (hm. %) | $C_e$ (-) | $T_{NP}$ (°C) |      |                 |
|----------------|-----------------|-----------|---------------|------|-----------------|
|                |                 |           | exp.          | výp. | $\Delta T_{NP}$ |
| A              | 0,008           | 0,042     | 1465          | 1526 | 61,5            |
| B              | 0,087           | 0,288     | 1413          | 1483 | 69,9            |
| C              | 0,098           | 0,179     | 1444          | 1507 | 62,9            |
| D              | 0,160           | 0,242     | 1450          | 1493 | 42,8            |
| E              | 0,384           | 0,551     | 1405          | 1458 | 53,1            |
| F              | 0,458           | 0,638     | 1387          | 1448 | 61,2            |
| G              | 0,574           | 0,715     | 1369          | 1433 | 64,2            |
| H              | 0,733           | 0,830     | 1359          | 1414 | 55,2            |
| I              | 0,885           | 1,010     | 1306          | 1391 | 85,2            |

Pro výpočet uhlíkového ekvivalentu  $C_e$  (-), uvedeného v tab. 5, byl využit vztah navržený mezinárodním svářečským institutem [19]:

$$C_e = C + \frac{Mn}{6} + \frac{Cr + Mo + V}{5} + \frac{Cu + Ni}{15} \quad (9)$$

který počítá s obsahem jednotlivých prvků v hm. %.

Výpočtem v programu IDS bylo určeno u všech zkoumaných ocelí vyšších teplot nulové pevnosti ve srovnání s analogickými teplotami stanovenými experimentálně pomocí plastometru Gleeble 3800. Rozdíl mezi experimentálně a výpočtem stanovenou teplotou nulové pevnosti se v závislosti na uhlíkovém ekvivalentu zkoumaných ocelí  $C_e$  (-) pohyboval zhruba od 43 do 85 °C.



Obr. 6 Porovnání stanovených teplot nulové pevnosti zkoumaných ocelí

Fig. 6 Comparison of the determined nil-strength temperatures of the investigated steels

Je potřeba zdůraznit, že v případě plastometrických testů byla teplota nulové pevnosti určována při ohřevu, zatímco výpočtem v programu IDS byla teplota nulové pevnosti určována při rovnovážných podmínkách ochlazování zkoumaných ocelí. V obou případech však

pokles teploty nulové pevnosti s rostoucím obsahem uhlíku nebo s rostoucím uhlíkovým ekvivalentem vykazuje stejný trend.

V odborné literatuře, týkající se problematiky tuhnutí materiálu při jeho odlévání, je teplota nulové pevnosti při ochlazování materiálu definována jako teplota, při jejímž dosažení mohou být zatěžující síly přenášeny kolmo ke směru tuhnutí materiálu. Tato teplota by měla odpovídat 65 – 80 % podílu materiálu v tuhém stavu [20, 21]. Teplota nulové pevnosti stanovená experimentálně s využitím plastometru Gleeble ale odpovídá okamžiku natavení hranic zrn [5, 6]. Tyto rozdílné definice vysvětlují zjištěné rozdíly v teplotách nulové pevnosti zkoumaných ocelí.

Následně byla provedena regresní analýza vztahu experimentálně stanovené teploty nulové pevnosti k teplotě solidu zkoumaných uhlíkových ocelí. Pro tyto účely byly využity teploty solidu vypočtené pouze dle vztahů (2) a (3). Teploty solidu stanovené dle zbylých rovnic byly z následných analýz vyloučeny, protože vykazovaly již dříve popsane nepřesnosti. Také byly z těchto analýz vyloučeny teploty solidu stanovené dle výpočtu v programu IDS, protože výpočtový modul tohoto programu nepoužívá pro výpočet teploty solidu jednoduché parametrické rovnice (vyjadřující vliv chemického složení), ale využívá termodynamické rovnice, resp. rovnost chemických potenciálů, mezifázovou hmotnostní bilanci a Fickův druhý zákon. Rozdíl mezi experimentálně stanovenou teplotou nulové pevnosti a teplotou solidu zkoumaných ocelí stanovenou dle rovnic (2) a (3) uvádí tab. 6.

Tab. 6 Rozdíly mezi experimentálně stanovenou teplotou nulové pevnosti a teplotou solidu zkoumaných ocelí

Tab. 6 Differences between experimentally determined nil-strength temperature and solidus temperature of the investigated steels

| Označení oceli      | Obsah C (hm. %) | $C_e$ (-) | $T_{NP(exp.)}$ | $T_{NP(exp.)} - T_s(2)$ | $T_{NP(exp.)} - T_s(3)$ |
|---------------------|-----------------|-----------|----------------|-------------------------|-------------------------|
| A                   | 0,008           | 0,042     | 1465           | -63                     | -64                     |
| B                   | 0,087           | 0,288     | 1413           | -32                     | -29                     |
| C                   | 0,098           | 0,179     | 1444           | -63                     | -59                     |
| D                   | 0,160           | 0,242     | 1450           | -46                     | -39                     |
| E                   | 0,384           | 0,551     | 1405           | -37                     | -19                     |
| F                   | 0,458           | 0,638     | 1387           | -42                     | -19                     |
| G                   | 0,574           | 0,715     | 1369           | -38                     | -9                      |
| H                   | 0,733           | 0,830     | 1359           | -20                     | 17                      |
| I                   | 0,885           | 1,010     | 1306           | -41                     | 3                       |
| Směrodatná odchylka |                 |           |                | 13,0                    | 25,3                    |

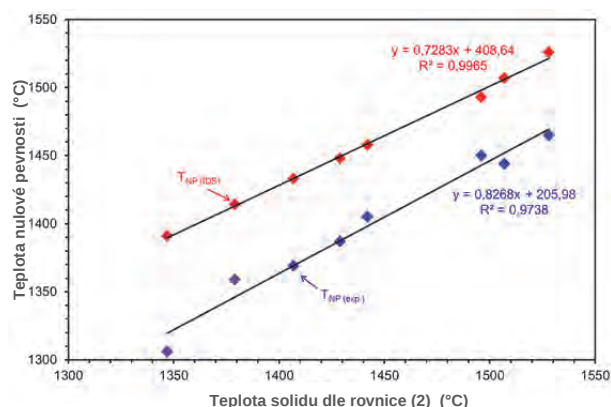
Z důvodu nižší směrodatné odchylky u vztahu mezi teplotou nulové pevnosti a teplotou solidu stanovenou dle rovnice (2) - viz tab. 6, byla pro následné analýzy využita pouze tato rovnice. Regresní analýzou byla zjištěna lineární závislost teploty nulové pevnosti

(stanovené experimentálně –  $T_{NP(exp.)}$ , i výpočtem v software IDS –  $T_{NP(IDS)}$ ) na teplotě solidu zkoumaných ocelí - viz obr. 7.

Tyto lineární závislosti lze popsat jednoduchými rovnicemi, které umožňují snadnou predikci teploty nulové pevnosti zkoumaných ocelí (s výjimkou automatové oceli B) na základě znalosti teploty solidu (vypočtené dle rovnice (2)):

$$T_{NP(exp.)} = 0,8268 \cdot T_s + 205,98 \quad (10)$$

$$T_{NP(IDS)} = 0,7283 \cdot T_s + 408,64 \quad (11)$$



Obr. 7 Závislost teploty nulové pevnosti na teplotě solidu zkoumaných ocelí

Fig. 7 Dependence of nil-strength temperature on solidus temperature of investigated steels

Vysokou přesnost uvedených rovnic dokumentují vysoké hodnoty korelačních koeficientů  $R^2 = 0,9738$  v případě  $T_{NP(exp.)}$ , resp.  $R^2 = 0,9965$  v případě  $T_{NP(IDS)}$  i velmi nízká směrodatná odchylka, která je v obou případech rovna 0,6.

## Závěr

S využitím fyzikálních testů provedených na univerzálním plastometru Gleeble 3800 a výpočtů v programu IDS byly stanoveny teploty nulové pevnosti a teploty solidu 9 nelegovaných uhlíkových ocelí, které se lišily především vlivem různého obsahu uhlíku ve zkoumaných ocelích. Kromě toho byly teploty solidu vypočteny také pomocí 8 vztahů, vyjadřujících matematickou závislost této teploty na chemickém složení zkoumaných ocelí.

Teploty solidu stanovené dle rov. (2), (3) a výpočtem v programu IDS klesaly s rostoucím obsahem uhlíku, což je v souladu s diagramem Fe-Fe<sub>3</sub>C. Rozdíly mezi teplotami solidu vypočtenými v programu IDS a pomocí rov. (2) a (3) byly maximálně 50 °C.

Teplota nulové pevnosti se snižovala s rostoucím uhlíkovým ekvivalentem zkoumaných ocelí. Teploty nulové pevnosti stanovené výpočtem v programu IDS

při ochlazování byly o cca 40–80 °C vyšší než analogické teploty stanovené experimentálně při ohřevu zkoumaných ocelí.

Zvýšený obsah síry v automatové oceli B měl téměř vždy za následek pokles teplot solidu stanovených výpočtem. Tento fakt byl zjištěn také v případě experimentálně i výpočtově stanovené teploty nulové pevnosti, což lze vysvětlit vlivem nízkotajících sulfidů na sklon materiálu ke spálení. Z dosažených výsledků vyplývá, že teplota nulové pevnosti stanovovaná při ohřevu není shodná s teplotou nulové pevnosti stanovenou během tuhnutí zkoumaných ocelí.

S využitím regresních analýz byly určeny matematické vztahy popisující s vysokou přesností lineární závislost teploty nulové pevnosti zkoumaných ocelí na teplotě solidu stanovené dle rovnice (2).

Představené vztahy určené pro výpočet teploty solidu přinášejí poměrně rychlý a snadný přístup k výsledkům, ale nelze je všechny použít pro prezentovaný široký rozsah chemického složení zkoumaných ocelí.

Provedené experimenty a výpočty potvrdily zásadní význam fyzikálních simulací při stanovení termo-fyzikálních parametrů ocelí.

## Poděkování

Tato práce vznikla na Fakultě metalurgie a materiálového inženýrství při řešení projektu č. LO1203 "Regionální materiálově technologické výzkumné centrum - Program udržitelnosti" financovaného Ministerstvem školství, mládeže a tělovýchovy České republiky.

## Literatura

- [1] GRYC, K. et al. Determination on the Solidus and Liquidus Temperatures of the Real-steel Grades with Dynamic Thermal-analysis Methods. *Materials and technology*, 47 (2013) 5, 569–575.
- [2] ZHUANG, Ch.-L. et al. Analysis of Solidification of High Manganese Steels Using Improved Differential Thermal Analysis Method. *Journal of Iron and Steel Research, International*, 22 (2015) 8, 709–714.
- [3] ŠTĚTINA, J. *Dynamický model teplotního pole plynule odlévané bramy*, (Disertační práce) VŠB-TU Ostrava, 2007.
- [4] THOMAS, B. G., SAMARASEKERA, I. V., BRIMACOMBE, J. K. Mathematical Model of the Thermal Processing of Steel Ingots: Part I. Heat Flow Model. *Metallurgical Transactions B*, 18B (1987) 119–130.
- [5] KUZSELLA, L., LUKÁCS, J., SZÜCS, K. Nil-strength Temperature and Hot Tensile Tests on S960QL High-strength Low-alloy Steel. *Production Processes and Systems*, 6 (2013) 1, 67–78.
- [6] MANDZIEJ, S. T. Physical Simulation of Metallurgical Processes. *Materials and Technology*, 44 (2010) 3, 105–119.
- [7] SMETANA, B. et al. Temperatures of Solidus and Liquidus of Tool Steel. In: *Metal 2016 - Conference proceedings*, 2016, 91–96.
- [8] KAWULOKOVÁ, M. et al. Phase Transformations Temperatures of Real Steel Grade. In *Metal 2015 - Conference proceedings*, 2015, 636–641.

- [9] KAWULOK, R. et al. Vliv deformace na diagram anizotermického rozpadu austenitu oceli 32CrB4. *Hutnické listy*, 67 (2014) 4, 16–20.
- [10] KAWULOKOVÁ, M. et al. Study of Equilibrium and Non-equilibrium Phase Transformations Temperatures of Steel by Thermal Analysis Methods. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 127 (2017) 1, 423–429.
- [11] PEITSCH, P. B., DANÓN, C. A. Comparative Study of 9% Cr Martensitic-ferritic Steels Using Differential Scanning Calorimetry. *Procedia Materials Science*, 9 (2015), 514–522.
- [12] KAWULOK, P. et al. Plastometric Study of Hot Formability of Hypereutectoid C – Mn – Cr – V Steel. *Metallurgija*, 55 (2016) 3, 365–368.
- [13] GRYC, K. et al. High-temperature Thermal Analysis of Specific Steel Grades. In *Metal 2012 - Conference proceedings*, 2012, 103–108.
- [14] CHOUDHARY, S. K., GHOSH, A. Mathematical Model for Prediction of Composition of Inclusions Formed during Solidification of Liquid Steel. *ISIJ International*, 49 (2009) 12, 1819–1827.
- [15] DRESSEL, G. Dressel Technologies LLC: Technical Articles. *Castings: Steel Liquidus Temperature, Solidus Temperature*. Dostupné z: [www.dresseltech.com/solidus%20temperature.pdf](http://www.dresseltech.com/solidus%20temperature.pdf)
- [16] DRÁPALA, J., KUCHAR, L. Křivky solidu a likvidu a rozdělovací koeficienty příměsí v železe a predikce intervalu tuhnutí v nízkolegovaných ocelích. *Hutnické listy*, 7 (2000) 4, 50–65.
- [17] MITTINEN J. *Solidification Analysis Package for Steels—user's Manual of DOS Version*. 1. vydání. Helsinky: University of Technology, 1999.
- [18] KŘIŽÁNEK, M. *Experimentální studium teplot solidu a likvidu oceli pomocí metod termické analýzy*. Diplomová práce, VŠB–TU Ostrava, 2014.
- [19] ŽÍDEK, M. *Metallurgická tvářitelnost ocelí za tepla a za studena*, 1. vyd. Praha: Aleko, 1995, 348 s.
- [20] SANTILLANA, B. et al. High-Temperature Mechanical Behavior and Fracture Analysis of a Low-Carbon Steel Related to Cracking. *Metallurgical and Materials Transaction A*, 43A (2012) 13, 5048–5057.
- [21] ADAMIEC, J. The properties of nickel alloys within the Hot Temperature Brittle Range (HTBR). In *2<sup>nd</sup> International Conference on Sustainable Materials Science and Technology*, 2017, v tisku.

## Komu vadí spolupráce firem a výzkumných organizací?



Asociace výzkumných organizací věnuje velkou pozornost podnětům ze strany svých aktivních členů.

Jednou z oblastí, které se dostává velké pozornosti ze strany výzkumných organizací i firem aktivních ve výzkumu, vývoji a inovacích, je legislativa jejich vzájemné spolupráce. Tedy na jedné straně tzv. **hospodářská a nehmotná činnost výzkumných organizací**, tak aby vyhovovala definicím evropské i české legislativy (což, bohužel, není vždy totéž) a na straně druhé česká problematika uznatelných **daňových odpočtů na výzkum a vývoj**.

Myslím, že tato oblast vyžaduje velkou osvětu a mnoho práce s vyvracením různých hraničních a přeshraničních názorů. Sama diskuse o tom, že je třeba spolehlivě definovat a vyložit pojmy evropského „Rámce společenství pro státní podporu VaVa“ např. i pomocí rozsudků Evropského soudního dvora je velmi potřebná a snad se toho v ČR také dočkáme. Zatím jsme ale svědky celé řady snah o zjednodušení, které ve své honbě za „pravdou“ oklešťuje aktivity výzkumu, vývoje a inovací hlavně směrem ke spolupráci s podniky. U aplikovaného výzkumu a experimentálního vývoje je spolupráce s aplikačním sektorem nezbytnou součástí, protože bez konkrétního uvedení výsledků výzkumu a vývoje na trh a zpětné vazby o jejich ekonomické úspěšnosti nebo společenské potřebnosti se nejedná o skutečný aplikovaný výzkum.

AVO v této oblasti navázala spolupráci i s Akademií věd ČR. Naši společnou snahou je vypracovat materiál, který by poskytovatelé mohli využít při své činnosti i kontrolách aktivit výzkumných organizací i podniků a výzkumné organizace i podniky by se mohly (alespoň trochu) opřít o manuál s jasnými definicemi. Cílem je uznání finálního materiálu našimi státními orgány i Evropskou komisí jako metodiku pro výklad pojmů v oblasti VaVa v ČR.

Libor Kraus, *Prezident AVO*  
Ze „zprAVOdaje“ *Asociace výzkumných organizací*