

Utjecaj dubokog hlađenja na popuštanje čelika PM S390 MC

Lisičar, Marko

Master's thesis / Diplomski rad

2011

Degree Grantor / Ustanova koja je dodijelila akademski / stručni stupanj: **University of Zagreb, Faculty of Mechanical Engineering and Naval Architecture / Sveučilište u Zagrebu, Fakultet strojarstva i brodogradnje**

Permanent link / Trajna poveznica: <https://urn.nsk.hr/urn:nbn:hr:235:568274>

Rights / Prava: [In copyright](#)/[Zaštićeno autorskim pravom.](#)

Download date / Datum preuzimanja: **2024-07-10**

Repository / Repozitorij:

[Repository of Faculty of Mechanical Engineering and Naval Architecture University of Zagreb](#)



SAŽETAK

U radu su opisani brzorezni čelici, njihova toplinska obrada i mikrostrukturne promjene tijekom pojedinih faza toplinske obrade uz primjenu dubokog hlađenja. Iz dostupne literature jasno je vidljiv utjecaj dubokog hlađenja kaljenog brzoreznog čelika na povišenje tvrdoće kod nižih temperatura popuštanja i produljenje trajnosti alata. Utjecaj dubokog hlađenja kaljenog brzoreznog čelika na krivulju popuštanja nije još u potpunosti istražen za suvremene brzorezne čelike. Stoga je u eksperimentalnom dijelu rada provedeno snimanje krivulja popuštanja i dilatometričkih krivulja kaljenog brzoreznog čelika PM S390 MC s i bez primjene dubokog hlađenja. Također je ispitivan utjecaj temperature austenitizacije brzoreznog čelika na krivulju popuštanja i dilatometričke krivulje. Iz dobivenih rezultata uočljiva je pojava najviših iznosa tvrdoće uslijed sekundarnog otvrdnuća kaljenog i duboko hlađenog brzoreznog čelika PM S390 MC na temperaturama oko 50⁰C nižim od onih na kojima se pojavljuje sekundarno otvrdnuće bez primjene dubokog hlađenja. Iz dilatometričkih krivulja uočljiva je kontrakcija kaljenih i duboko hlađenih ispitnih uzoraka nakon prvog popuštanja u dilatometru. Kaljeni ispitni uzorci koji nisu duboko hlađeni pokazali su povećanje duljine (dilataciju) nakon prvog popuštanja u dilatometru. Iz usporedbe dilatometričkih krivulja kaljenih i kaljenih i duboko hlađenih ispitnih uzoraka slijedi da se primjenom dubokog hlađenja uklanja značajan udjel zaostalog austenita, ali ne u potpunosti sav zaostali austenit.

SADRŽAJ

POPIS SLIKA.....	IV
POPIS TABLICA.....	VIII
POPIS OZNAKA I MJERNIH JEDINICA FIZIKALNIH VELIČINA.....	IX
IZJAVA.....	X
1. UVOD.....	1
2. VRSTE I SVOJSTVA BRZOREZNIH ČELIKA.....	3
2.1 Brzorezni čelici kao materijali za rezne alate.....	3
2.2 Kemijski sastav i vrste brzoreznih čelika.....	7
2.3 Toplinska obrada brzoreznih čelika.....	17
2.3.1 Kaljenje brzoreznih čelika.....	18
2.3.2 Popuštanje brzoreznih čelika.....	26
2.3.3 Duboko hlađenje brzoreznih čelika.....	29
3. UTJECAJ DUBOKOG HLAĐENJA NA SVOJSTVA BRZOREZNIH ČELIKA.....	34
3.1. Utjecaj dubokog hlađenja na tvrdoću.....	36
3.2. Utjecaj dubokog hlađenja na otpornost na trošenje.....	39
3.3 Utjecaj dubokog hlađenja na žilavost.....	43
3.4 Utjecaj dubokog hlađenja na trajnost alata.....	48
3.5. Utjecaj redoslijeda izvođenja operacija toplinske obrade brzoreznih čelika na mehanička svojstva.....	50
4. ISPITIVANJE UTJECAJA DUBOKOG HLAĐENJA NA POPUŠTANJE BRZOREZNOG ČELIKA.....	54
4.1. Plan pokusa.....	54
4.1.1 Toplinska obrada.....	55
4.1.2 Dilatometrička ispitivanja.....	59
4.1.3 Ispitivanja otpornosti na popuštanje.....	61
4.1.4 Mikrostrukturna ispitivanja.....	62

5. REZULTATI ISPITIVANJA I DISKUSIJA REZULTATA	64
5.1 Dilatometrička analiza popuštanja čelika PM S390MC	64
5.2 Snimanje i analiza dijagrama popuštanja čelika PM S390MC	75
5.3 Mikrostruktorna analiza popuštanja čelika PM S390MC	80
6. ZAKLJUČAK.....	Error! Bookmark not defined.
7. LITERATURA.....	Error! Bookmark not defined.

POPIS SLIKA

Broj slike	Naslov slike	Stranica
SLIKA 1.	Sistematizacija čelika prema namjeni[1]	3
SLIKA 2.	Usporedba svojstava alatnih materijala za rezne alate[3]	4
SLIKA 3.	Mehanizmi trošenja reznih alata u ovisnosti o temperaturi rezanja[3]	5
SLIKA 4.	Tvrdoća martenzita i različitih karbida u alatnim čelicima[2]	11
SLIKA 5.	Konvencionalni postupak kaljenja i popuštanja brzoreznih čelika[7]	17
SLIKA 6.	Suvremeni postupak kaljenja, dubokog hlađenja i popuštanja i popuštanja brzoreznih čelika [8]	18
SLIKA 7.	Vrijeme uranjanja u kupku za austenitiziranje u zavisnosti od presjeka alata od brzoreznog čelika PM S390MC[34]	20
SLIKA 8.	Tehnološki dijagram promjene temperature i tlaka u vakuumskoj peći pri kaljenju brzoreznih čelika[7]	21
SLIKA 9.	TTT dijagram za kontinuiranu pretvorbu brzoreznog čelika PM S390MC[34]	22
SLIKA 10.	Uptonov dijagram: a) za ugljične (nelegirane) čelike b) s pojasom promjene temperature M_s i M_f za legirane čelike [9,27]	23
SLIKA 11.	Nastanak kristalne rešetke martenzita mehanizmom Bainove deformacije[10]	24
SLIKA 12.	Rast iglica martenzita[14]	25
SLIKA 13.	Nastanak i rast iglica martenzita[15]	25
SLIKA 14.	Mikrostrukturni procesi pri visokotemperaturnom popuštanju brzoreznog čelika[2]	28
SLIKA 15.	Krivulja popuštanja brzoreznih čelika u odnosu na krivulje popuštanja ostalih skupina alatnih čelika[2]	28
SLIKA 16.	Utjecaj temperatura dubokog hlađenja i austenitizacije na tvrdoću alatnog čelika X160CrMoV121 (Č4850, AISI D2) (Svi uzorci držani su 30 minuta na temperaturama austenitizacije i popuštanja na 200°C/1sat)[21]	37
SLIKA 17.	Utjecaj vremena držanja i temperature austenitizacije na tvrdoću alatnog čelika X160CrMoV121 (Č4850, AISI D2) (Svi uzorci držani su 30 minuta	38

	na temperaturama austenitizacije i popuštani na 200°C/1sat)[21]	
SLIKA 18.	Utjecaj toplinske obrade na tvrdoću alatnog čelika X160CrMoV121 (Č4850, AISI D2), (austenitizirano pri 1030 °C/30 minuta, gašenje u ulju)[8]	38
SLIKA 19.	Utjecaj količine η -karbida na otpornost prema trošenju za čelik X160CrMoV121 (AISI D2, Č4850)(austenitiziran na 1075°C i duboko hlađen pri -196°C)[8]	39
SLIKA 20.	Utjecaj temperature dubokog hlađenja na trošenje alatnog čelika X160CrMoV121 (austenitizacija na različitim temperaturama)[21]	40
SLIKA 21.	Udjeli zaostalog austenita kod kaljenog i kaljenog pa potom duboko hlađenog alatnog čelika X160CrMoV121 u ovisnosti o načinu hlađenja i vremenu držanja na temperaturama dubokog hlađenja[22]	40
SLIKA 22.	Utjecaj vremena držanja na količinu η -karbida kod austenitizacije na različitim temperaturama[21]	41
SLIKA 23.	Ovisnost volumena trošenja o temperaturi popuštanja za čelik HS 6-5-2 (AISI M2, Č7680)[23]	42
SLIKA 24.	Utjecaj tvrdoće na trošenje čelika X160CrMoV121 (nakon različitih temperatura austenitizacija i postupaka hlađenja)[8]	43
SLIKA 25.	Shematski prikaz oblika krivulja 'naprezanje-deformacija'[2]	44
SLIKA 26.	Utjecaj temperatura dubokog hlađenja i austenitizacije na žilavost čelika X160CrMoV121(2×popuštanje na 200°C/1sat)[21]	45
SLIKA 27.	Utjecaj temperature austenitizacije i toplinske obrade na žilavost čelika PM S390 MC [19]	46
SLIKA 28.	Utjecaj temperature popuštanja na tvrdoću i lomnu žilavost čelika HS 6-5-2 (AISI M2, Č7680)[23]	47
SLIKA 29.	Životni vijek svrdla izražen u broju izbušenih rupa prije loma[24]	48
SLIKA 30.	Usporedba mehaničkih svojstava čelika K 190 dobivenih klasičnim postupkom toplinske obrade te različitim postupcima dubokog hlađenja[25]	50
SLIKA 31.	Utjecaj različitih postupaka toplinske obrade na abrazijsko trošenje različitih brzoreznih čelika[26]	52
SLIKA 32.	Ispitni uzorci za: a) dilatometriju, b) za ispitivanje tvrdoće i mikrostrukture	55
SLIKA 33.	Dijagram toplinske obrade ispitnih uzoraka za snimanje dijagrama	56

	popuštanja čelika PMS390 MC	
SLIKA 34.	Dijagram toplinske obrade ispitnih uzoraka za snimanje dilatometričkih krivulja čelika PMS390 MC	57
SLIKA 35.	Shematski prikaz rada dilatometra[29]	60
SLIKA 36.	Dilatometar Chevenard[29]	60
SLIKA 37	Elektronski mikroskop[32]	62
SLIKA 38.	Dilatogram popuštanja za ispitne uzorke od čelika PM S390MC gašenih s temperature austenitizacije 1130 °C u struji dušika	67
SLIKA 39.	Dilatogram popuštanja za ispitne uzorke od čelika PM S390MC gašenih s temperature austenitizacije 1180 °C u struji dušika	68
SLIKA 40.	Dilatogram popuštanja za ispitne uzorke od čelika PM S390MC gašenih s temperature austenitizacije 1230 °C u struji dušika	69
SLIKA 41.	Dilatogram popuštanja za kaljene ispitne uzorke od čelika PM S390MC gašene u struji dušika s tri različite temperature austenitizacije	70
SLIKA 42.	Dilatogram popuštanja za duboko hladene ispitne uzorke od čelika PM S390MC gašene u struji dušika s tri različite temperature austenitizacije	71
SLIKA 43.	Dilatogram popuštanja kaljenih ispitnih uzorka za dvije različite temperature popuštanja.	72
SLIKA 44.	Dilatogram popuštanja duboko hlađenih ispitnih uzoraka za dvije različite temperature popuštanja.	73
SLIKA 45.	Dijagram popuštanja za duboko hladene i gašene uzorke koji su bili austenitizirani na 1130 °C	77
SLIKA 46.	Dijagram popuštanja za duboko hladene i gašene uzorke koji su bili austenitizirani na 1180 °C	78
SLIKA 47.	Dijagram popuštanja za duboko hladene i gašene uzorke koji su bili austenitizirani na 1230 °C	79
SLIKA 48.	EDS analiza karbida tipa M_6C na metalografskom uzorku od čelika PM S390 MC (kaljeno 1130 ⁰ C/dušik i popušteno 550 ⁰ C/2h/zrak) (uzorak 1AC)	81
SLIKA 49.	EDS analiza karbida tipa MC na metalografskom uzorku od čelika PM S390 MC (kaljeno 1130 ⁰ C/dušik i popušteno 550 ⁰ C/2h/zrak) (uzorak 1AC)	82
SLIKA 50.	EDS analiza metalne osnove na metalografskom uzorku od čelika PM	83

	S390 (kaljeno 1130 ⁰ C/dušik i popušteno 550 ⁰ C/2h/zrak) (uzorak 1AC)	
SLIKA 51.	Mikrostruktura brzoreznog čelika PM S390 MC (uzorak 1AC): kaljeno 1130 ⁰ C/6 min/dušik i popušteno 550 ⁰ C/2h; svjetlosna mikroskopija, povećanje 1000:1	84
SLIKA 52.	Mikrostruktura brzoreznog čelika PM S390 MC (uzorak 1BC):kaljeno 1130 ⁰ C/6 min/dušik, duboko hlađeno -196 ⁰ C/24h i popušteno 550 ⁰ C/2h; svjetlosna mikroskopija, povećanje 1000:1	84
SLIKA 53.	Mikrostruktura brzoreznog čelika PM S390 MC (uzorak 3AC): kaljeno 1230 ⁰ C/2 min/dušik i popušteno 550 ⁰ C/2h; svjetlosna mikroskopija, povećanje 1000:1	85
SLIKA 54.	Mikrostruktura brzoreznog čelika PM S390 MC (uzorak 3BC):kaljeno 1230 ⁰ C/6 min/dušik, duboko hlađeno -196 ⁰ C/24h i popušteno 550 ⁰ C/2h; svjetlosna mikroskopija, povećanje 1000:1	85
SLIKA 55.	Mikrostruktura brzoreznog čelika PM S390 MC (uzorak 1AC): kaljeno 1130 ⁰ C/6 min/dušik i popušteno 550 ⁰ C/2h; povećanje 1000:1	86
SLIKA 56.	Mikrostruktura brzoreznog čelika PM S390 MC (uzorak 1AC): kaljeno 1130 ⁰ C/6 min/dušik i popušteno 550 ⁰ C/2h; povećanje 5000:1	86
SLIKA 57.	Mikrostruktura brzoreznog čelika PM S390 MC (uzorak 1BC):kaljeno 1130 ⁰ C/6 min/dušik, duboko hlađeno -196 ⁰ C/24h i popušteno 550 ⁰ C/2h; povećanje 1000:1	87
SLIKA 58.	Mikrostruktura brzoreznog čelika PM S390 MC (uzorak 1BC):kaljeno 1130 ⁰ C/6 min/dušik, duboko hlađeno -196 ⁰ C/24h i popušteno 550 ⁰ C/2h; povećanje 5000:1	87
SLIKA 59.	Mikrostruktura brzoreznog čelika PM S390 MC (uzorak 3AC): kaljeno 1230 ⁰ C/2 min/dušik i popušteno 550 ⁰ C/2h; povećanje 1000:1	88
SLIKA 60.	Mikrostruktura brzoreznog čelika PM S390 MC (uzorak 3AC): kaljeno 1230 ⁰ C/2 min/dušik i popušteno 550 ⁰ C/2h; povećanje 5000:1	88
SLIKA 61.	Mikrostruktura brzoreznog čelika PM S390 MC (uzorak 3BC):kaljeno 1230 ⁰ C/2 min/dušik, duboko hlađeno -196 ⁰ C/24h i popušteno 550 ⁰ C/2h; povećanje 1000:1	89
SLIKA 62.	Mikrostruktura brzoreznog čelika PM S390 MC (uzorak 3BC): kaljeno 1230 ⁰ C/2 min/dušik, duboko hlađeno -196 ⁰ C/24h i popušteno 550 ⁰ C/2h; povećanje 5000:1	89

POPIS TABLICA

Broj tablice	Naslov tablice	Stranica
TABLICA 1.	Legirni elementi u brzoreznom čeliku i njihovo djelovanje na svojstva čelika [2, 4, 34]	8
TABLICA 2.	Karbidi u mikrostrukturi brzoreznog čelika	10
TABLICA 3.	Sastav i oznake konvencionalno proizvedenih brzoreznih čelika[2]	12
TABLICA 4	Podjela brzoreznih čelika prema svojstvima i primjenjivosti[2]	13
TABLICA 5.	Brzorezni čelici tvrtke Böhler proizvedeni metalurgijom praha[34]	15
TABLICA 6.	Kvalitativna usporedba brzoreznih čelika tvrtke Böhler prema mehaničkim svojstvima[34]	15
TABLICA 7.	Stadiji popuštanja alatnih čelika	27
TABLICA 8.	Temperatura vrenja različitih plinova prikladnih za postupak dubokog hlađenja [8]	30
TABLICA 9.	Utjecaj toplinske obrade na količinu zaostalog austenita kod brzoreznog čelika HS 12-1-5-5 (Č9681, AISI T15), (kaljeno 1220°C/10 min. /ulje / duboko hlađeno -196°C/ h) [20]	32
TABLICA 10.	Utjecaj visine temperature austenitizacije na daljnji tijek toplinske obrade	36
TABLICA 11.	Primjeri poboljšanja otpornosti na trošenje različitih materijala obzirom na provedeno pothlađivanje i duboko hlađenje[24]	49
TABLICA 12	Utjecaj različite toplinske obrade na tvrdoću, savojnu čvrstoću i udarnu radnju loma za brzorezne čelike HS 18-0-1 i HS 12-1-5-5, DH- duboko hlađenje, P- popuštanje[21]	51
TABLICA 13.	Kemijski sastav ispitivanog čelika PM S390 MC (Böhler)	54
TABLICA 14.	Oznake ispitnih uzoraka, njihova toplinska obrada i provedena ispitivanja	58
TABLICA 15.	Rezultati ispitivanja dilatacije za čelik PM S390MC	65
TABLICA 16.	Rezultati ispitivanja tvrdoće čelika PM S390MC za različite načine kaljenja (sa i bez dubokog hlađenja stanja) i za različite temperature popuštanja	76
TABLICA 17.	Oznake ispitnih uzoraka i njihova toplinska obrada prije snimanja	80

	mikrostrukture	
--	----------------	--

POPIS OZNAKA I MJERNIH JEDINICA

HRC	Tvrdoća mjerena metodom Rockwell C
HV	Tvrdoća mjerena metodom Vickers
ϑ	Temperatura, °C
ϑ_a	Temperatura austenitizacije, °C
ϑ_p	Temperatura popuštanja, °C
M_s	Temperatura početka stvaranja martenzita pri gašenju, °C
M_f	Temperatura završetka stvaranja martenzita pri gašenju, °C
KU,KV	Udarna radnja loma, J
K_{Ic}	Lomna žilavost, MPa m ^{1/2}
λ	Toplinska vodljivost, W/mK
d_p	Udaljenost između čestica karbida, μm
f_{carb}	Volumni udio nerastopljenih čestica eutektičkih karbida, %
f_{aust}	Volumni udio zaostalog austenita, %

IZJAVA

Izjavljujem da sam diplomski rad izradio samostalno uz stručnu pomoć mentora doc. dr. sc. Darka Landeka te uz korištenje navedene literature i rezultata dobivenih ispitivanjima.

ZAHVALA

Ovim putem zahvaljujem mentoru doc. dr. sc. Darku Landeku za pruženu stručnu pomoć, razumijevanje i strpljenje. Zahvaljujem se i dr. sc. Sanji Šolić, prof. dr. sc. Franji Cajneru te svim djelatnicima Katedre za toplinsku obradu i inženjerstvo površina koji su mi nesebično pomagali tijekom izrade ovog diplomskog rada.

1. UVOD

Postupak dubokog hlađenja provodi se u svrhu poboljšavanja mehaničkih svojstava materijala. Materijali koji se obrađuju postupkom dubokog hlađenja uobičajeno su čelici, ali se i drugi materijali poput željeznih legura, bakra, aluminijskih i plastičnih materijala mogu duboko hladiti. Ipak, najčešća primjena ovog postupka je u izradi alata od čelika za obradu metala rezanjem (noževi, svrdla, pile, glodala, razvrtala...), odsijecanjem (škare, probojci) i štancanjem. Primarni zahtjevi na materijal alata jesu otpornost na trošenje i žilavost. Ako se radi o alatima koji rade pri visokim temperaturama ili o alatima kod kojih se u radu razvijaju visoke temperature značajna je i njihova otpornost na popuštanje. Prema nizu literaturnih izvora [10, 17, 18, 19] primjenom dubokog hlađenja visokolegiranih alatnih čelika se mogu povisiti otpornost na trošenje, žilavost i tvrdoća alatnog materijala.

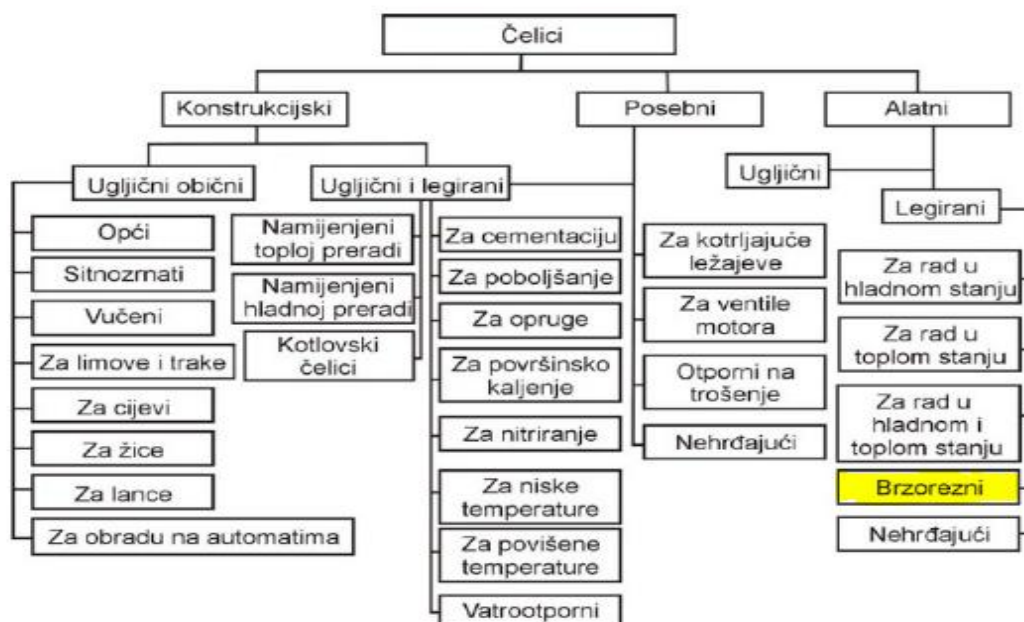
U ovom radu ispitivat će se utjecaj dubokog hlađenja na svojstva kaljenog brzoreznog čelika. U teorijskom dijelu rada opisati će se osnovne vrste brzoreznih čelika i njihova toplinska obrada. Poseban naglasak bit će na mikrostrukturnim razlikama tijekom popuštanja s i bez primjene dubokog hlađenja. U eksperimentalnom dijelu ispitati će se utjecaj dubokog hlađenja na krivulje popuštanja, dilatometričke krivulje i mikrostrukturu brzoreznog čelika PM S390 MC dobivenog metalurgijom praha.

TEORIJSKI DIO

2. VRSTE I SVOJSTVA BRZOREZNIH ČELIKA

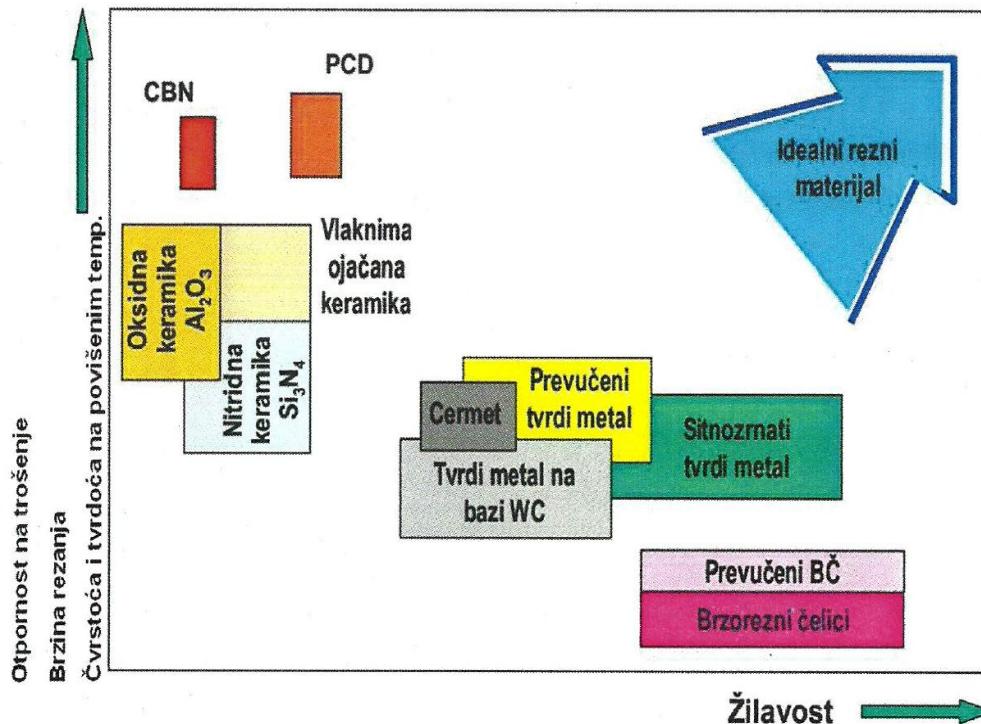
2.1 Brzorezni čelici kao materijali za rezne alate

Brzorezni čelici čine posebnu skupinu alatnih čelika (slika 1). Zbog visokog stupnja legiranosti, brzorezni čelici najskuplji su od svih alatnih čelika. Ovi čelici se koriste za obradu rezanja velikim brzinama, a u takvim slučajevima su i uvjeti rezanja najteži. Lokalno zagrijavanje oštrice je do 600°C uz izloženost trošenju i udarnom opterećenju. Ovakvi ekstremni uvjeti zahtijevaju od brzoreznog čelika dobra mehanička, tribološka i toplinska svojstva koja se mogu postići izborom odgovarajućeg brzoreznog čelika i odgovarajućim toplinskim obradama.



SLIKA 1. Sistematizacija čelika prema namjeni[1]

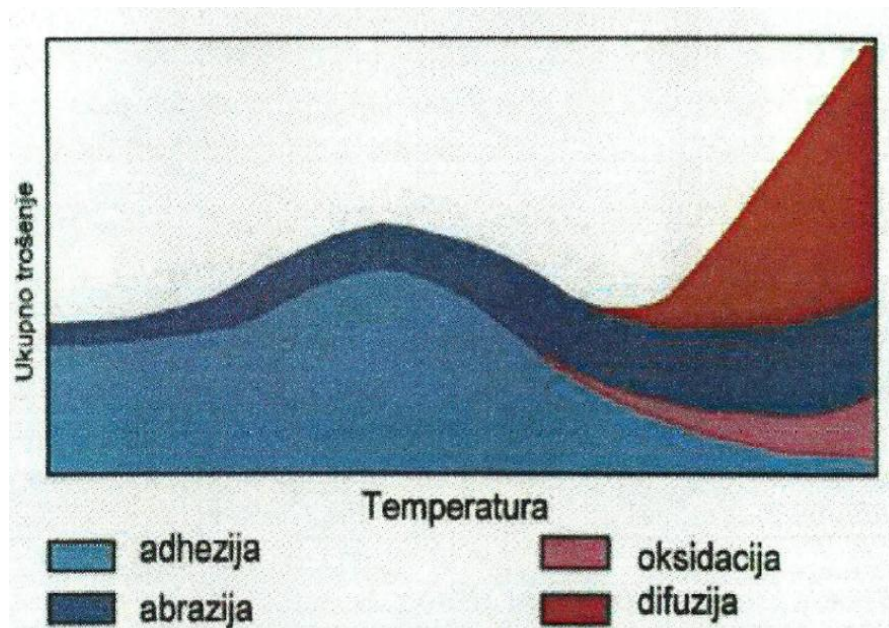
Brzorezni čelici odlikuju se dobrom otpornošću na trošenje i otpornošću na popuštanje pri radnim temperaturama od 500 do 600°C , relativno niskom žilavošću koja je ipak znatno viša od drugih alatnih materijala koji se koriste za izradu reznih alata (rezna keramika, tvrdi metali, ceremeti, sialon) (slika 2) [1,2].



SLIKA 2. Usporedba svojstava alatnih materijala za rezne alate[3]

U odnosu na ostale materijale za rezne alate (rezna keramika, tvrdi metali i sl.) brzorezni čelici imaju nižu otpornost na trošenje i značajno im se snižava tvrdoća pri porastu temperature rezne oštrice iznad 600 °C. Kod reznih alata otpornost na trošenje glavno je zahtijevano svojstvo te se poboljšanju tog svojstva posvećuje najviše istraživanja. Ovisno o alatu odnosno o vrsti strojne obrade (tokarenje, glodanje, bušenje, blanjanje, razvrtanje....) mehanizmi trošenja bit će različiti. Tijekom obrade odvajanjem čestica javljaju se četiri osnovna mehanizma trošenja reznih alata (slika 3).

- abrazijsko trošenje,
- adhezijsko trošenje,
- delaminacijsko trošenje,
- difuzijsko trošenje



Mehanizam trošenja	Opis mehanizma trošenja
Abrazijsko trošenje	Abrazijsko trošenje nastaje istiskivanjem materijala tvrdim česticama ili tvrdim izbočinama. Tvrde čestice koje troše rezni alat jesu: karbidi, nečistoće, tvrdi intermetalni spojevi u obradku, tvrdi organski spojevi (npr. u koži, u drvetu itd.), te tvrda punila u polimerima (npr. stakleno vlakno, kameno brašno, azbest itd.).
Adhezijsko trošenje	Adhezijsko trošenje karakterizira prijelaz materijala s jedne tarne plohe na drugu pri relativnom gibanju, zbog procesa zavarivanja čvrstih faza.
Delaminacijsko trošenje	Delaminacijsko trošenje nastaje uslijed plastične deformacije površine koja dovodi do stvaranja pukotina ispod površine, njihove propagacije te oslobađanja sitnih čestica s površine alata.
Trošenje alata uslijed kemijske nestabilnosti	Složeni mehanizam trošenja koji nastaje zbog pojave visokih temperatura na kontaktnim površinama alata i obratka, a sastavljen je od difuzijskih procesa, otapanja legiranih elemenata i elektrokemijskih procesa.

SLIKA 3. Mehanizmi trošenja reznih alata u ovisnosti o temperaturi rezanja[3]

Osim o vrsti obrade odvajanjem čestica, mehanizmi trošenja ovisit će i o svojstvima obratka te o parametrima i uvjetima obrade. Udjeli pojedinih mehanizama trošenja najviše će ovisiti o temperaturi koja se javlja na mjestu interakcije alata i obratka za vrijeme rezanja (slika 3). To je temperatura rezanja koja je u najvećoj mjeri ovisna o brzini rezanja i posmaku. Mehanizam abrazijskog trošenja prisutan je kod svih temperatura i u svim uvjetima rezanja. Trošenje mehanizmom adhezije se u većem udjelu javlja pri nižim temperaturama i manjim brzinama rezanja, dok su trošenje oksidacijom i difuzijom posljedice kemijske nestabilnosti i javljaju se na visokim temperaturama i pri velikim brzinama rezanja.

Iz slike 3 i opisa mehanizama trošenja proizlazi da je za postizanje dobre otpornosti na trošenje primarno potrebno postići dobru otpornost na abrazijsko trošenje. Otpornost na abrazijsko trošenje alata značajno ovisi o mikrostrukturi alatnog čelika koja treba biti sastavljena od [2] :

- **martenzita** sa što višom tvrdoćom i
- što većeg udjela kvalitetnih **karbida** (legirani karbidi malog promjera, homogeno raspoređeni po metalnoj matrici).

Martenzitna osnova visoke tvrdoće je nužna jer služi kao dobro vezivo za karbide iz koje ih je vrlo teško odvojiti tijekom rezanja. Također, na otpornost na abrazijsko trošenje osim udjela utječe i vrsta karbida, njihova veličina i oblik te prostorna raspodjela. U tom cilju se razvija i posebna skupina brzoreznih čelika dobivenih praškastom metalurgijom s vrlo homogenom raspodjelom legiranih karbida mikrometarskih veličina. Iz ove skupine izabran je i čelika PM S390 MC za eksperimentalna ispitivanja u radu.

Na ostale mehanizme trošenja prikazane na slici 3 u većoj mjeri se može utjecati izborom odgovarajuće tvrde prevlaka nego mikrostrukturom. Primjerice, navarivanje kod adhezijskog trošenja moguće je jedino u slučaju čistog metalnog kontakta materijala sličnih geometrijskih oblika elementarne rešetke. U tom smislu posebno će aktualno biti proizvesti nemetalni sloj na površini toplinsko kemijskom obradom ili oksidacijom u pari. To će radnoj površini dati nemetalni karakter odnosno kristalnu rešetku bitno različitu od one obrađivanog materijala. Također većina prevlaka ima odličnu otpornost prema oksidaciji te predstavljaju barijeru za difuziju između obratka i alata.

2.2 Kemijski sastav i vrste brzoreznih čelika

2.2.1 Legirni elementi u brzoreznom čeliku

Glavne karakteristike kemijskog sastava ove skupine čelika jesu povišeni udio ugljika (od 0,7 do 1.3%C) i legiranje jakim karbidotvorcima, kromom (Cr), volframom (W), vanadijem (V) i molibdenom (Mo). Prema sastavu brzorezni čelici dijele se na sljedeće podskupine [2] :

- brzorezni čelici s 18 % volframa
- brzorezni čelici s 12% volframa
- brzorezni čelici s 10 % volframa
- brzorezni volfram molibdenski čelici
- brzorezni molibdenski čelici

Osim kromom, volframom, molibdenom i vanadijem neki brzorezni čelici legirani su i kobaltom. Svi legirajući elementi na određeni način utječu na mikrostrukturu i mehanička svojstva brzoreznog čelika. Djelovanje ovih legirnih elemenata na svojstva brzoreznih čelika opisano je u tablici 1.

TABLICA 1. Legirni elementi i njihovo djelovanje na svojstva brzoreznog čelika [2, 4, 34]

Legirni element	Djelovanje na mikrostrukturu i svojstva brzoreznog čelika:
C	<ul style="list-style-type: none"> – glavni legirni element kod čelika koji određuje zakaljivost čelika i tvrdoću metalne matrice – sastavni je dio svih mikrostrukturnih faza u čeliku – u različitim udjelima nalazi se u matrici i u karbidima, te sudjeluje pri svim mikrostrukturnim procesima tijekom kaljenja i popuštanja čelika.
Cr	<ul style="list-style-type: none"> – jak karbidotvorac, zbog afiniteta prema ugljiku lako stvara karbide – najčešće tvori karbide tipa $Cr_{23}C_6$ i Cr_7C_3 koji se prvi otapaju na temperaturama austenitizacije, rjeđe karbide tipa $Cr_{21}W_2C_6$, Fe_4Cr_2C, Fe_3Cr_3C – tvori tvrde karbide od cementita, time povisuje otpornost na pritisak i otpornost na trošenje – proširuje područje ferita jer je alfageni element, povisuje prokaljivost i snižava temperaturu početka stvaranja martenzita (M_s), pa se čelici legirani s kromom mogu hladiti u ulju ili čak i na zraku. – djeluje i na smanjenje toplinske vodljivosti i toplinske rastezljivosti, te utječe na sklonost krhkosti nakon popuštanja što se može anulirati dodatnim legiranjem čelika s molibdenom.
W	<ul style="list-style-type: none"> – idealan element kod legiranja brzoreznih čelika, jak je karbidotvorac a karbidi su mu vrlo tvrdi i toplinski postojani. – tvori karbide tipa: Fe_3W_3C, Fe_4W_2C, $Fe_{21}W_2C_6$, W_2C, WC, W_4C_3 – djeluje povoljno na čvrstoću i otpornost na trošenje u toplom stanju – sprječava rast zrna pri povišenim temperaturama a time posredno utječe i na žilavost – metal s najvećom temperaturom tališta u periodnom sustavu.
Mo	<ul style="list-style-type: none"> – koristi se za legiranje najčešće u kombinaciji s nekim drugim legirajućim elementima kao što je to slučaj i kod brzoreznih čelika – jak je karbidotvorac, utječe na sitnozrnatost mikrostrukture i na otpornost na trošenje – tvori karbide tipa: Fe_3Mo_3C, Fe_4Mo_2C, Mo_2C, MoC, Mo_4C_3 – povećava prokaljivost i čvrstoću čelika, a sprječava pojavu visokotemperaturne krhkosti popuštanja.
V	<ul style="list-style-type: none"> – jak je karbidotvorac i nitridotvorac, stvaranjem karbida povećava otpornost na trošenje pri normalnim i povećanim temperaturama – najčešće tvori karbide tipa VC i V_4C_3 koji su izuzetno stabilni i ostaju nerastvoreni na temperaturama austenitizacije, rjeđe karbide tipa $V_{21}W_2C_6$ – može se postići usitnjavanje primarnog austenitnog zrna – najskuplji od svih legirnih elemenata brzoreznih čelika.
Co	<ul style="list-style-type: none"> – jedini od legirajućih elemenata brzoreznih čelika koji ne stvara karbide – usporava rast zrna pri povišenim temperaturama i omogućuje postojanost mikrostrukture – povisuje čvrstoću i djeluje na postojanost na popuštanje pri povišenim temperaturama. – loše utječe na otpornost prema trošenju i lomnu žilavost kod određenih brzoreznih čelika pod određenim uvjetima – temeljna svrha legiranja brzoreznih čelika kobaltom je povećanje "hot hardness" svojstva, odnosno povećanje učinka rezanja prilikom visokih temperatura koje se razvijaju tijekom operacije rezanja.

Karbidi u brzoreznom čeliku

U mikrostrukturi brzoreznog čelika se razlikuju dvije osnovne skupine karbida (tablica 2): eutektički i sekundarni karbidi. Eutektički karbidi nastaju tijekom skrućivanja i pojavljuju se u tri oblika koje se općenito označava sa: M_6C , M_2C i MC . Kod ovakvog označavanja $M \in \{Fe, W, Mo, V, Cr\}$. Valja naglasiti da se krom ne pojavljuje u obliku eutektičkog karbida. Najučestaliji karbid kod brzoreznih čelika je M_6C ($M \in \{Fe, W, Mo\}$). To su dvostruki karbidi tipa $Fe_3(W, Mo, V)_3C$ i $Fe_4(W, Mo, V)_2C$, s tragovima ostalih elemenata ako su prisutni u kemijskom sastavu (Ta, Nb, Ti). Ovi karbidi označavaju se često i kao eta-karbidi.[5] Ostala dva tipa karbida su M_2C (W_2C i Mo_2C) i MC (karbidi VC ali također i karbidi WC i MoC). Određeni pratioči i nečistoće poput silicija ili dušika potiču nastanak određenog tipa karbida. Od svih karbida najlakše je topiv karbid $Cr_{23}C_6$ koji nestaje već pri zagrijavanju do $1050^\circ C$. Eutektički karbidi ostaju nerastvoreni na temperaturama austenitizacije. Sekundarni karbidi se izlučuju naknadno iz čvrste otopine austenita prilikom ohlađivanja. Imaju sastav: MC , M_6C i $M_{23}C_6$. $M_{23}C_6$ a dolaze u obliku kompleksnog karbida $((Fe, Cr, V)_{21}W_2)C_6$, dok se krom najčešće javlja u obliku karbida $Cr_{23}C_6$ ili Cr_7C_3 . [5] Najteže se otapaju karbidi tipa MC kojih ima najmanje, a počinju s otapanjem tek na temperaturi oko $1200^\circ C$ te se nikada ne otope u potpunosti. [1]

TABLICA 2. Karbidi u mikrostrukturi brzoreznog čelika

EUTEKTIČKI KARBIDI

- **M₆C** (Fe₃W₃C, Fe₄W₂C, Fe₃Mo₃C, Fe₄Mo₂C)
- **M₂C** (kod čelika sa visokim udjelom ugljika i molibdena, Mo₂C, W₂C)
- **MC** (najčešće VC)
- **M₄C₃** (samo kod čelika koji sadrže više od 1,3% V)

Svojstva:

- krom se ne pojavljuje u obliku eutektičkog karbida
- nastaju tijekom skrućivanja
- ostaju nerastvoreni na temperaturama austenitizacije
- vanadij, titan, niobij i tantal povećavaju sklonost nastajanja karbida tipa MC
- volfram, silicij i dušik potiču nastanak karbida tipa M₆C

SEKUNDARNI KARBIDI

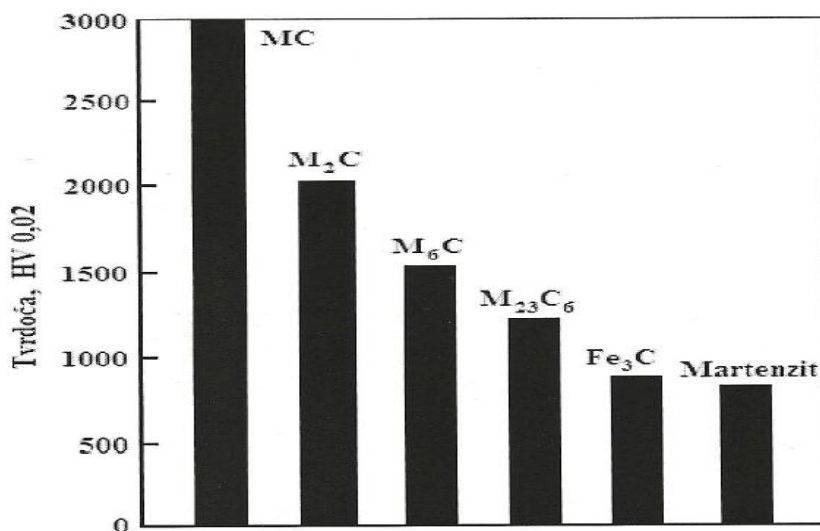
- **M₆C** (Fe₃W₃C, Fe₄W₂C, Fe₃Mo₃C, Fe₄Mo₂C)
- **M₂₃C₆** ((Fe,Cr,V)₂₁W₂)C₆
- **MC** (VC, WC, MoC)

Svojstava:

- krom se pojavljuje najčešće u oblicima Cr₂₃C₆ ili Cr₇C₃
- izlučuju se naknadno iz čvrste otopine austenita prilikom ohlađivanja
- jedan dio se otapa na temperaturi austenitizacije

Tvrdoća određenog karbida ovisit će o njegovoj veličini, obliku i jakosti kemijske veze između ugljika i metala. Na slici 4 uspoređene su tvrdoće nekoliko tipova karbida s

tvrdocom martenzita. Prema slici 4 najtvrdi su karbidi tipa MC, gdje je samo jedan atom metala u vezi sa ugljikom, najčešće vanadij, a najmanju tvrdoću pokazuje cementit (Fe_3C).



SLIKA 4. Tvrdoća martenizita i različitih karbida u alatnim čelicima[2]

Konvencionalno proizvedeni brzorezni čelici

Osnovne vrste brzoreznih čelika poroizvedenih konvencionalnim metalurškim postupcima (pretaljivanjem pod troskom, pretaljivanjem u vakuumskim pećima i naknadnim kovanjem) prikazane su u tablici 3. U istoj tablici navedeni čelici uspoređeni su prema otpornosti na trošenje i na popuštanje.

TABLICA 3. Sastav i oznake konvencionalno proizvedenih brzoreznih čelika[2]

Grupa brzoreznih čelika	Oznaka brzoreznih čelika (VDEh)	Prosječni sastav, %						Ocjena otpornosti na	
		C	Cr	W	Mo	V	Co	trošenje	popuštanje
Čelici s 18% W	S 18-0-1	0,75	4	18	-	1,1	-	7	8
	S 18-1-2-5	0,8	4	18	0,7	1,5	5	7	8
	S 18-1-2-10	0,75	4	18	0,7	1,5	10	7	9
Čelici s 12% W	S 12-1-2	0,9	4	12	0,8	2,5	-	7	8
	S 12-1-4	1,25	4	12	0,8	3,7	-	8	8
	S 12-1-2-5	0,8	4	12	1,2	2	5	8	8
	S 12-1-4-5	1,35	4	12	0,9	3,7	5	9	9
Čelik s 10% W	S 10-4-3-10	1,25	4	10	3,7	3,2	10	9	9
W-Mo- čelici	S 6-5-2	0,9	4	6,5	5	1,9	-	7	8
	S 6-5-2-5	0,9	4	6,5	5	1,9	5	7	8
Mo- čelici	S 2-9-1	0,8	4	1,7	8,5	1,2	-	7	8

Izbor prikladnog brzoreznog čelika za konkretni rezni alat ovisit će o nizu utjecajnih čimbenika od koji se posebno ističu sljedeći[2]:

- otpornost na trošenje,
- otpornost na popuštanje
- dimenzijska postojanost pri toplinskoj obradi
- osjetljivosti na pukotine pri toplinskoj obradi
- obradljivost brzoreznog čelika odvajanjem čestica
- prikladnost za obradu konkretnog materijala obratka

- posebni zahtjevi poput otpornosti na udarce u radu reznog alata (npr. kod glodala za grubu obradu odljevaka ili otkovaka)
- nabavljivost i cijena brzoreznog čelika.

Podjela brzoreznih čelika iz tablice 3 prema prikladnosti za konkretni zahtjev u izradi reznog alata prikazana je u tablici 4.

TABLICA 4. Podjela brzoreznih čelika prema svojstvima i primjenjivosti[2]

Čelici posebno otporni			Čelici najmanje osjetljivi pri toplinskoj obradbi	Čelici najlakše obradljivi odvajanjem čestica
na popuštanje (gruba obrada)	na trošenje (fina obrada)	na udarce (žilavi)		
S10-4-3-10	S10-4-3-10	S6-5-2	S18-0-1	S12-1-2
S18-1-2-10	S12-1-4-5	S6-5-2-5	S18-1-2-5	S2-9-1
S12-1-4-5	S12-1-4	S2-9-1	S18-1-2-10	S18-0-1
S18-1-2-5		S18-0-1	S12-1-4	S6-5-1
S6-5-2-5				

Brzorezni čelici proizvedeni metalurgijom praha

Metalurgija praha (engl. powder metallurgy – PM) je tehnološki postupak pomoću kojega se proizvode čvrsta metalna ili nemetalna tijela (proizvodi) sjedinjavanjem čestica praška jednog ili više metala odnosno nemetala. Općenito u PM koriste se čestice veće od čestica dima (0,01...1 μ m) ali manje od zrnaca pijeska (0,1...3mm). Mnogi metalni prašci su dimenzija sličnih promjeru ljudske kose (25...200 μ m). Proizvodnja dijelova od metalnih prašaka sastoji se od tri osnovna procesa:

- proizvodnja praha
- oblikovanje ("kompaktiranje")

- sinteriranje

Brzorezni čelici proizvode se postupkom Hot isostatic pressing (HIP) na temperaturi od 1000 °C i tlaku 1000 bara. Tijekom vremena razvio se i postupak SLPS (Super solidus liquid phase sintering). U postupku SLPS sinteriranje se izvodi u dvofaznom području solidus-likvidus, jer je u takvom, polu tekućem stanju, olakšano postizanje gušće (manje porozne) mikrostrukture. Postupak se koristi za jeftinije dijelove ili dijelove kompliciranih oblika te veliko serijsku proizvodnju. Za proizvodnju visoko čistih, kvalitetnih brzorezanih čelika za rad pri velikim opterećenjima koristi se HIP postupak. Poroznost odnosno gustoća ovako dobivenih materijala je ključan faktor od kojeg će ovisiti eksploatacijska svojstva. Ovakvim proizvodnim procesima dobit će se fina, sitnozrnata, izotropna i ujednačena mikrostruktura brzorezanih čelika za razliku od konvencionalnih proizvodnih procesa (lijevanje, kovanje) gdje postoji problem grubih karbida i njihova segregacija. To rezultira povećanjem duktilnosti i žilavosti brzorezanih čelika dobivenih PM tehnologijom, a tvrdoća im je jednaka (ili veća) čelicima dobivenim konvencionalnim načinima [5, 6]. Takvi čelici imaju izvrstan omjer tvrdoće i žilavosti što ih čini izuzetno kvalitetnim. Brzorezni čelici dobiveni metalurgijom praha odlikovat će se sljedećim svojstvima[34]:

- visokom tvrdoćom
- visokom otpornošću na trošenje
- povišenom lomnom žilavosti
- visokom otpornošću na popuštanje
- visokom otpornosti na trošenje u toplom stanju ("red hardness")

U tablici 5 naveden je kemijski sastav i interna oznaka brzorezanih čelika tvrtke Böhler proizvedenih metalurgijom praha. Ovi čelici imaju značajno manji udio nečistoća (S, P) i uključaka u odnosu na konvencionalno proizvedene brzorezne čelike. U tablici 6 ovi čelici kvalitativno su uspoređeni prema: tvrdoći na povišenim temperaturama, otpornosti na trošenje, žilavosti, obradljivosti brušenjem i tlačnoj čvrstoći.

TABLICA 5. Brzorezni čelici tvrtke Böhler proizvedeni metalurgijom praha[34]

OZNAKA (Böhler)	KEMIJSKI SASTAV (prosječan udio u %)					
	C	Cr	Mo	V	W	Co
S390 MICROCLEAN	1,64	4,8	2,0	4,8	10,4	8,0
S590 MICROCLEAN	1,3	4,2	5,0	3,0	6,3	8,4
S690 MICROCLEAN	1,35	4,1	5,0	4,1	5,9	-
S790 MICROCLEAN	1,30	4,2	5,0	3,0	6,3	-

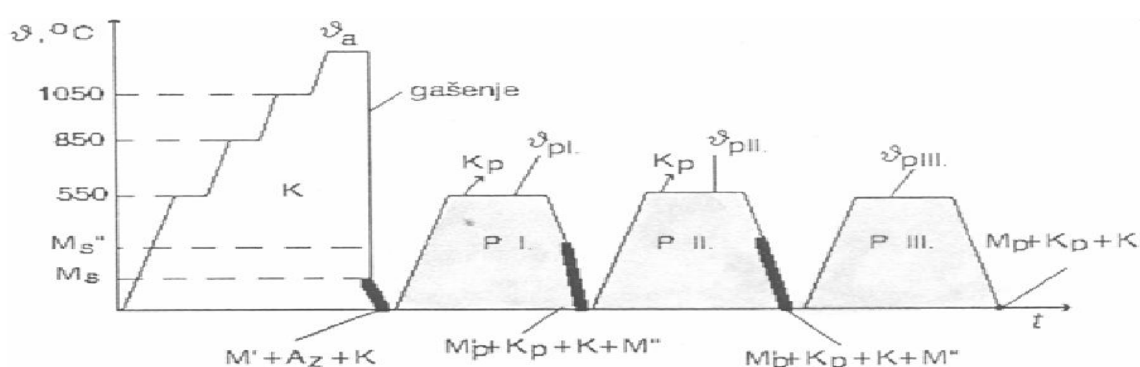
TABLICA 6. Kvalitativna usporedba brzoreznih čelika tvrtke Böhler prema mehaničkim svojstvima[34]

OZNAKA (Bohler)	Tvrdoća na povišenim temperaturama	Otpornost na trošenje	Žilavost	Obradljivost brušenjem	Tlačna čvrstoća
S390 MICROCLEAN					
S590 MICROCLEAN					
S690 MICROCLEAN					
S790 MICROCLEAN					

Brzorezni čelik PM S390 MC koji će se koristiti u eksperimentalnom dijelu rada proizveden je u difuzijskom procesu pri visokim tlakovima i temperaturama, od homogenih praška najveće čistoće i adekvatne granulacije. Mikrostruktura mu je izotropna, sitnozrnata i ujednačena bez segregacije karbida. Odlikuje se visokom žilavošću, izrazitom otpornošću na trošenje, tvrdoćom pri povišenim temperaturama i otpornošću na visoke pritiske. Ovaj čelik preporučuje se u izradi visokoučinskih alata za obradu odvajanjem čestica pri najtežim režimima rada. Osim za obradu čelika koristi se i za obradu legura nikla i titana [34]. U odnosu na ostale brzorezne čelike navedene u tablici 5, čelik PM S390 PM pokazuje višu tvrdoću na povišenim temperaturama, veću otpornost na trošenje i tlačnu čvrstoću. Žilavost i obradljivost brušenjem malo su slabije u odnosu na ostale čelike tvrtke Böhler proizvedene metalurgijom praha.

2.3 Toplinska obrada brzoreznih čelika

Brzorezni čelici svoja uporabna svojstva postižu tek nakon odgovarajuće toplinske obrade, kaljenja i visokotemperaturnih popuštanja. Konvencionalna toplinska obrada brzoreznih čelika sastoji se od kaljenja i tri visokotemperaturna popuštanja (slika 5). Tijekom popuštanja u mikrostrukturi kaljenog brzoreznog čelika pojavljuju se karakteristični stadiji popuštanja (I, III i IV stadij) i nastanak martenzita i karbida popuštanja shematski prikazani na slici 5.



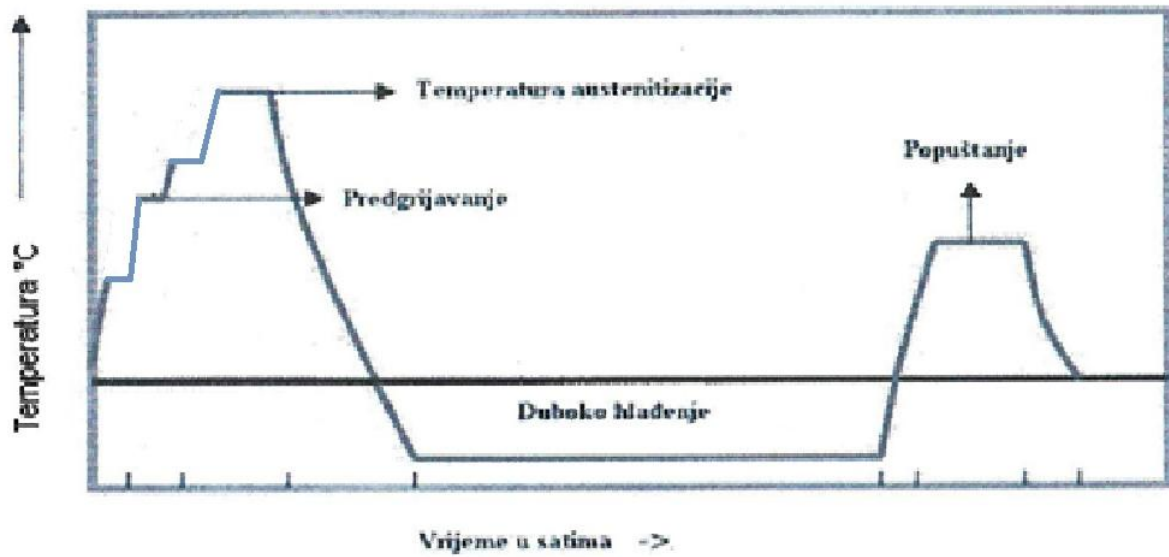
K – karbidi
 K_p – karbidi popuštanja
 M_p – martenzit popuštanja

M' – primarni martenzit
 M'' – sekundarni martenzit
 ϑ_a – temperatura austenitizacije

M_s – temperatura početka stvaranja primarnog martenzita
 M_s'' – temperatura početka stvaranja sekundarnog martenzita
 ϑ_p – temperatura popuštanja

SLIKA 5. Konvencionalni postupak kaljenja i popuštanja brzoreznih čelika[7]

Suvremeni postupci kaljenja i popuštanja brzoreznih čelika uvode duboko hlađenje kao dodatni postupak toplinske obrade. Prema [8] duboko hlađenje se uobičajeno primjenjuje neposredno nakon kaljenja brzoreznog čelika, a potom se čelik samo jednom visokotemperaturno popušta (slika 6).



SLIKA 6. Suvremeni postupak kaljenja, dubokog hlađenja i popuštanja brzoreznih čelika[8]

2.3.1 Kaljenje brzoreznih čelika

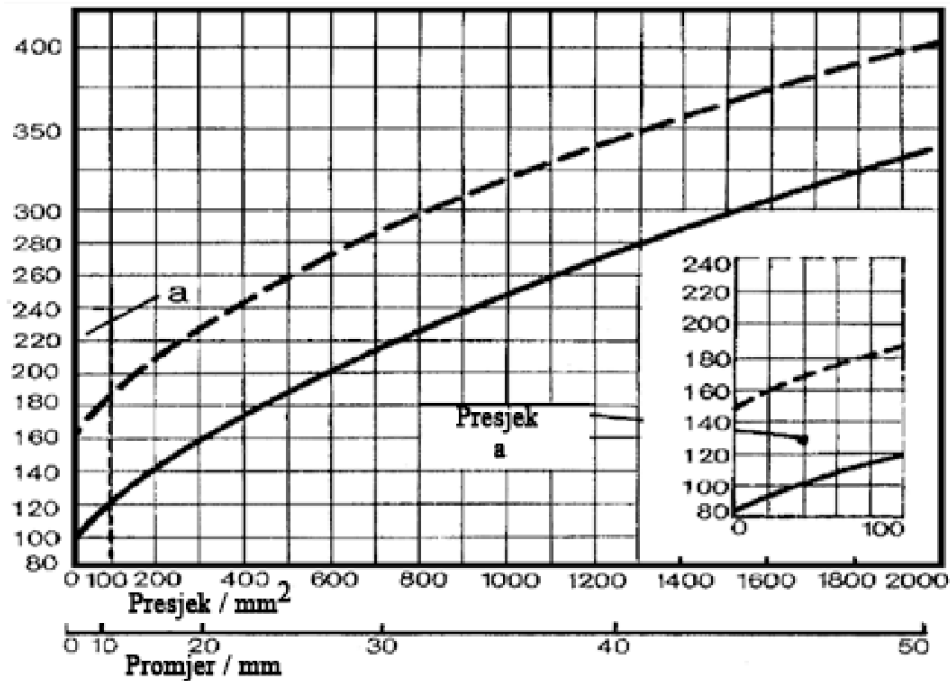
Postupak kaljenja brzoreznih čelika sastoji se od slijedećih faza [9]:

- tri predgrijavanja na temperature: 450 °C, 850 °C, 1050 °C
- ugrijavanja na temperaturu austenitizacije (ϑ_a)
- kratkotrajno držanje na temperaturi austenitizacije (u svrhu otapanja ugljika i legirajućih elemenata u austenitu)
- gašenja (u svrhu postizanja martenzitne mikrostrukture).

Austenitizacija

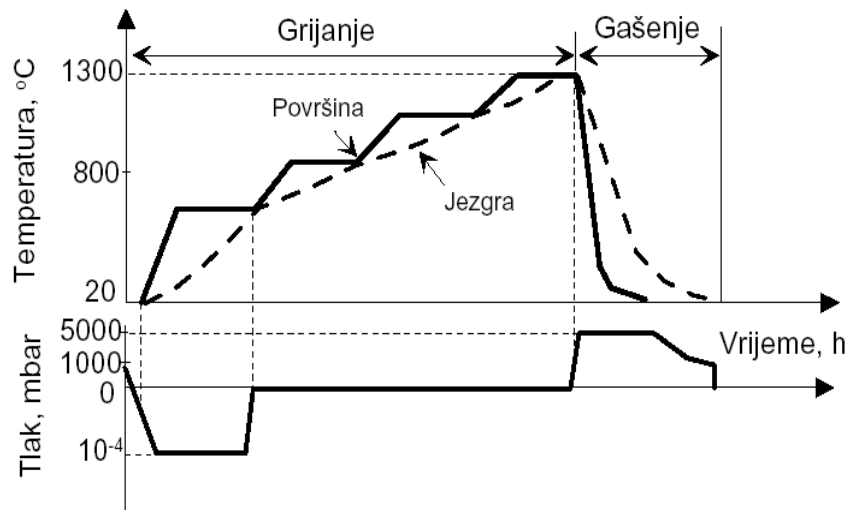
Brzorezni čelici se uobičajeno isporučuju u mekožarenom stanju (tvrdoće oko 240 do 300 HB), a u mikrostrukturi su im prisutni sljedeći konstituenti: α^{id} , K^{id} , K'' , i K^e . Temperatura austenitizacije je veličina od koje će zavisi mikrostruktura nakon kaljenja. Ona se određuje ovisno o udjelu ugljika i o željenoj krajnjoj mikrostrukturi. Pošto brzorezni čelici pripadaju skupini podeutektskih čelika treba ih ugrijavati na visoku temperaturu austenitizacije, blizu temperature solidusa (1200°C - 1300°C). Na tim temperaturama austenit će otopiti (rastvoriti) dovoljnu količinu ugljika (0,5-0,6 %) , a to je nužno za postizanje visoke tvrdoće martenzita nakon kaljenja. Da bi se postiglo dovoljno ugljika u austenitu na temperaturi austenitizacije treba disocirati oko 2/3 volumena svih karbida, te njihove sastavne dijelove otopiti u austenitu. Držanje je nužno zbog rastvaranja sekundarnih karbida. Proces otapanja dijela karbida (rastvaraju se eutektoidni (K^{id}) i jedan dio sekundarnih karbida (K'') dok eutektski karbidi (K^e) ostaju nerastvoreni) je difuzijski proces ovisan o temperaturi i trajanju. Kod nedovoljnog trajanja ugrijavanja ne postiže se dovoljna koncentracija ugljika u austenitu. Predugo držanje na visokim temperaturama imat će za posljedicu štetno pogrubljenje austenitnog zrna. Stoga je nužno za konkretan brzorezni čelik tražiti optimalne parametre austenitizacije i prema njima provesti ugrijavanje. Empirijski je utvrđeno da su optimalna držanja na temperaturi austenitizacije za uobičajeni brzorezni čelik oko 2,5 min. [7] Mikrostruktura brzoreznih čelika na temperaturi austenitizacije sastoji se od sljedećih faza: **A**, **K''** , **K^e** . Rastvaranjem karbida povećava se sadržaj ugljika u austenitu, pa se u fazi gašenja u mikrostrukturi uz martenzit dobiva i veliki udio zaostalog austenita (20-40%).

Brzorezni čelici imaju slabu toplinsku vodljivost (λ) zbog visokog sadržaja legirajućih elemenata, te su zato vrlo osjetljivi na režim ugrijavanja. Ugrijavanje se provodi uz višestruko predgrijavanje ($2\times$ ili $3\times$). Ovisno o načinu kaljenja, **kaljenje u solnim kupkama** ili **kaljenje u vakuumskim pećima**, brzina ugrijavanja i režim ugrijavanja bit će različiti. Razlog je različiti intenzitet prijenosa topline. Kod kaljenja u solnim kupkama $3\times$ se predgrijava, na 450°C , na 850°C i na 1050°C . Posebno je važno završno grijanje, s temperature posljednjeg predgrijavanja (1050°C) do temperature austenitizacije (1200 - 1300°C). To se naziva tzv. "vrijeme potapanja". Ono zavisi o dimenziji alata koji se kali.



SLIKA 7. Vrijeme uranjanja u kupku za austenitiziranje u zavisnosti od presjeka alata od brzoreznog čelika PM S390MC[34]

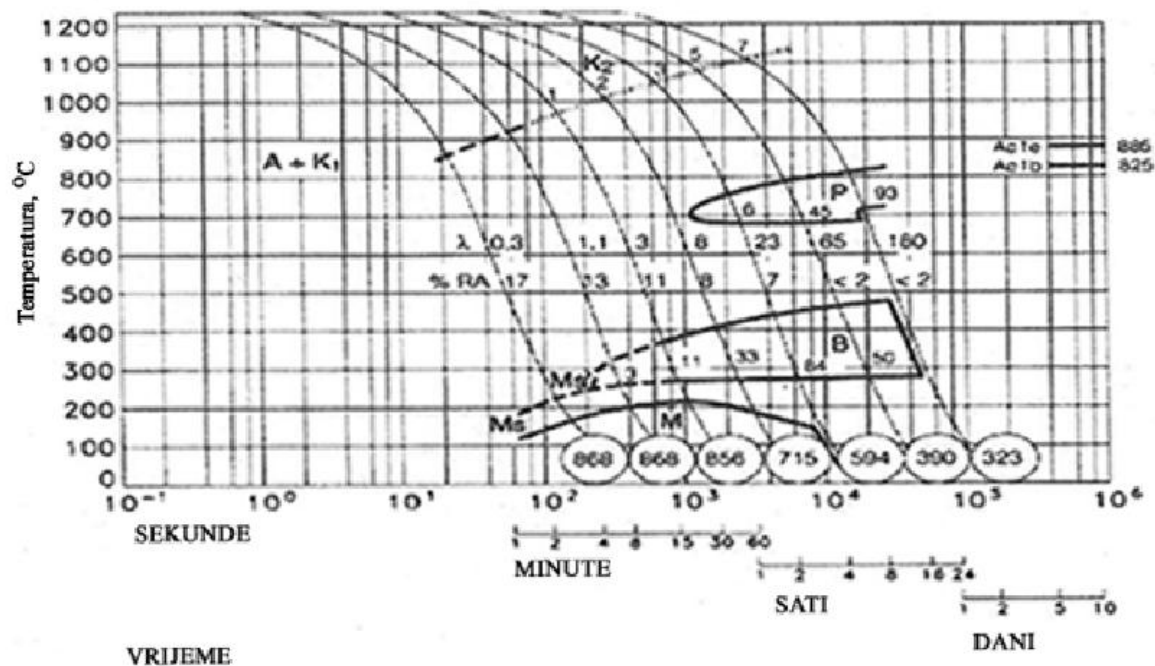
Kod kaljenja u vakuumskim pećima prijenos topline je manje intenzivan nego u solnim kupkama. To znači da će duže trajati ugrijavanje na temperaturu austenitizacije. Takvo dugo ugrijavanje je nepovoljno, pogotovo do 750 °C, jer može doći do pojave selektivnog isparivanja legirajućih elemenata s površine brzoreznih čelika. U cilju sprečavanja te pojava, u vakumsku se peć nakon početne evakuacije zraka i postizanja potrebnog vakuuma uvodi inertni plin (N₂, Ar) što pridonosi bržem ugrijavanju[7].



SLIKA 8. Tehnološki dijagram promjene temperature i tlaka u vakuumskoj peći pri kaljenju brzoreznih čelika[7]

Gašenje

Iz dijagrama faznih pretvorbi pri kontinuiranom hlađenju (TTT dijagram, slika 9) uočava se relativno velik raspon natkritičnih brzina hlađenja koje će rezultirati zakaljivanjem brzoreznog čelika. Čelici sa visokim udjelom legirajućih elemenata su visoko prokaljivi. U tom pogledu se smiju koristiti blaža sredstva za gašenje (ulje, termalne kupke ili struje plinova u vakuumskim pećima) no presporo gašenje imat će štetne posljedice. Te posljedice su stvaranje martenzita po granicama zrna i izlučivanje sekundarnih karbida što nepovoljno utječe na žilavost.

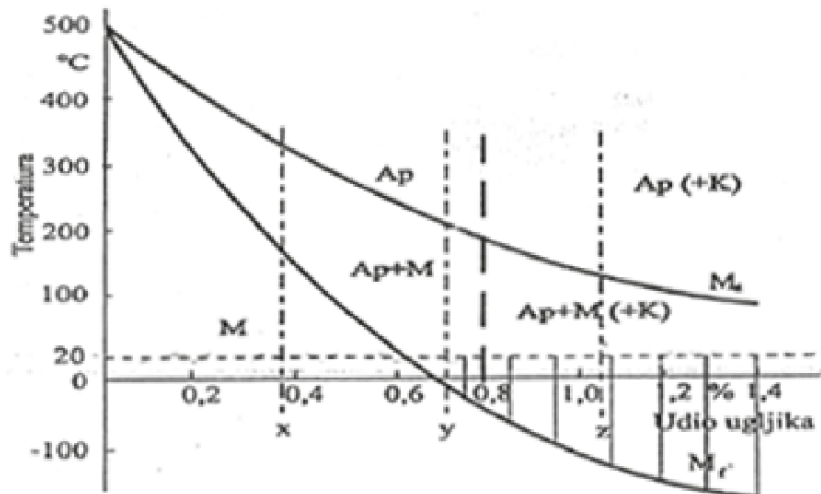


SLIKA 9. TTT dijagram za kontinuirano hlađenje brzoreznog čelika PM S390MC[34]

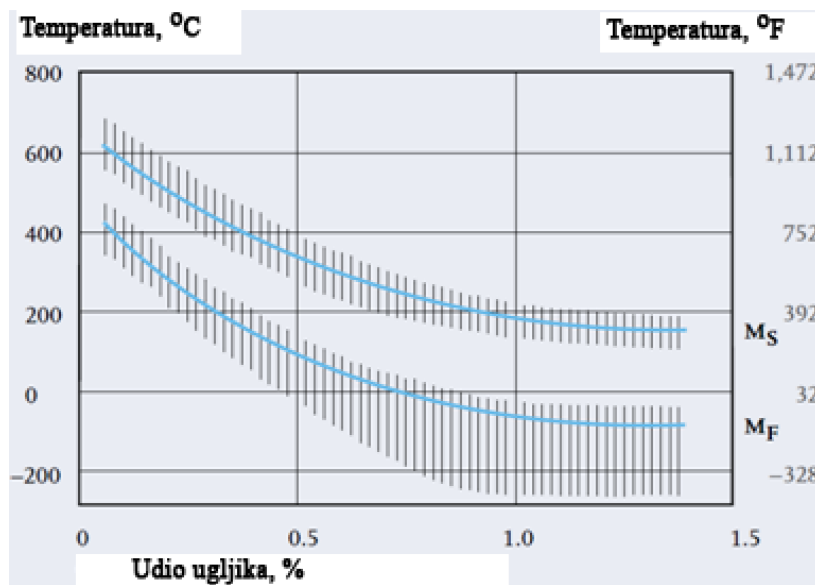
Gašenjem do sobne temperature ne dostiže se temperatura završetka martenzitne pretvorbe (M_f), što znači da će takav čelik sadržavati određenu količinu zaostalog austenita. Mikrostruktura zakaljenog brzoreznog čelika sastoji se od: **M**, **A_z**, **K''** i **K^e**. U takvom stanju brzorezni čelici su puni zaostalih naprezanja, krhki, dimenzijski nestabilni i nedovoljno otporni na trošenje (prisutnost visokog udjela zaostalog austenita) te kao takvi neupotrebljivi u eksploatacijskim uvjetima. Zato ih je nužno popustiti odmah nakon kaljenja. Ili nastaviti hladiti ispod sobne temperature i nakon odgovarajuće dugog držanja na temperaturi ispod M_f temperature, ponovno ugrijati na sobnu temperaturu i potom visokotemperaturno popustiti.

Nastanak martenzita ostvaruje se uz bezdifuzijske pomake atoma (u tzv. **bezdifuzijskoj pretvorbi**). Bezdifuzijski procesi su puno brži od difuzijskih, pa za razliku od drugih produkata raspada austenita (firit, perlit) martenzit nastaje trenutno, brzinom pretvorbe reda veličine 5000 m/s [14]. Martenzitna pretvorba je u termodinamičkom smislu **atermična**, što znači da se provodi pri kontinuiranom ohlađivanju između temperatura M_s i M_f te u tom području ne ovisi o brzini hlađenja. Prilikom prekida ohlađivanja prekida se i pretvorba u martenzit. Odnosno, ako se dođe do 50% martenzita, ostaje 50% bez obzira koliko ga se dugo drži na toj temperaturi. Stoga čelici sa više od 0,8%C na sobnoj temperaturi sadrže uz

martenzit i karbide i neželjeni zaostali austenit, kao što se vidi z slike 10. a) (Uptonov dijagram). Ako se nastavi hlađenje do temperature M_f nastavlja se i pretvorba austenita u martenzit te većina zaostalog austenit prelazi u martenzit što je i cilj pothlađivanja.



a)



b)

SLIKA 10. Uptonov dijagram:

a) za ugljične (nelegirane) čelike

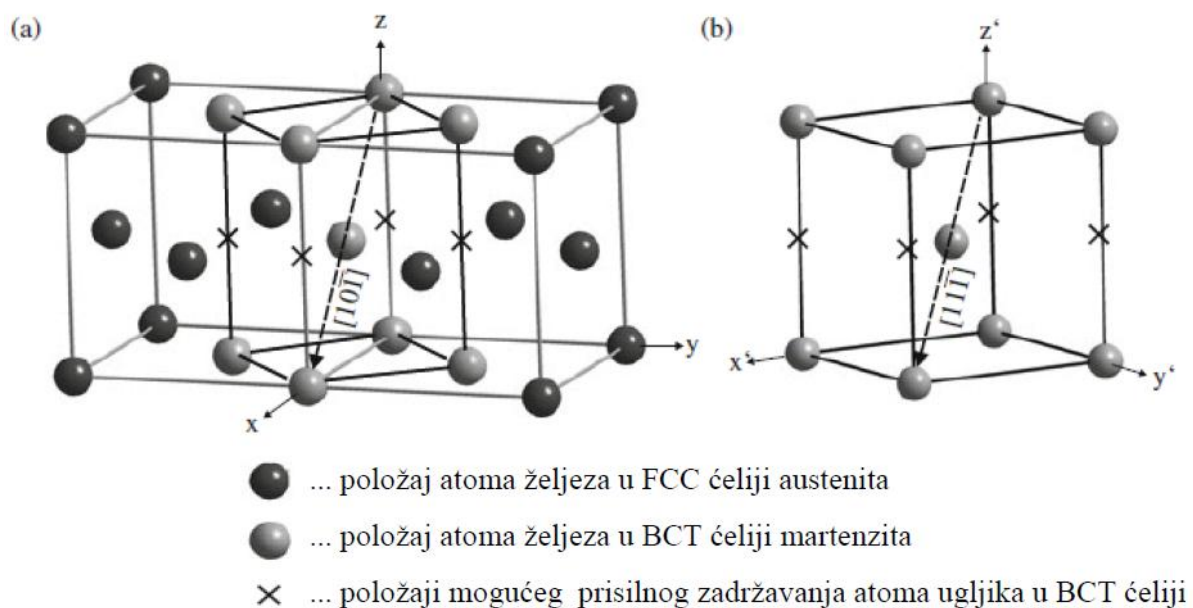
b) s pojasom promjene temperature M_s i M_f za legirane čelike [9,27]

Legirni elementi u brzoreznom čeliku različito utječu na mehanička svojstva i na njegovu toplinsku obradu. Poznat je utjecaj legirnih elemenata na temperature M_s i M_f . Postoje različite formule kojima se pokušava predvidjeti temperatura početka nastajanja martenzita (M_s). Jedna takva jednadžba za legirane čelike glasi [27]:

$$M_s = 539 - 423 C - 30.4 Mn - 12.1 Cr - 17.7 Ni - 7.5 Mo \quad (1)$$

U jednadžbi (1) se prepoznaje dominantan i najznačajniji utjecaj ugljika, što je od ranije poznato iz Uptonovog dijagrama za ugljične čelika (slika 10). Na višim temperaturama austenitizacije dolazi do povećanja austenitnog zrna i rastvaranja veće količine karbida što za posljedicu ima veće količine legirnih elemenata u čvrstoj otopini. Budući i veće austenitno zrno i veća količina legirnih elemenata potišću temperature M_s i M_f , veća temperatura austenitizacije snizit će M_s i M_f temperature.[27]. Utjecaj legirnih elemenata na M_s i M_f temperaturu vidljiv je i iz shematskog prikaza Uptonovog dijagrama za legirane čelike na slici 10 b).

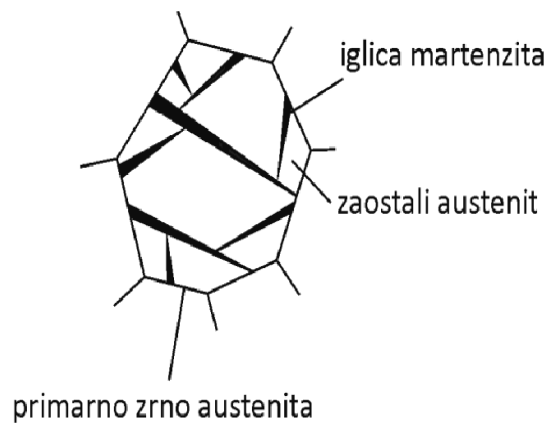
Mehanizam bezdifuzijske martenzitne pretvorbe sastoji se od procesa malih pomaka (**smicanja**) ravnina u kristalnoj rešetci (na duljinama manjim od parametra kristalne rešetke). Atomi se u rešetci austenita pomiču uzduž karakterističnih pravaca tako da na kraju zauzmu položaje koji odgovaraju rešetki martenzita (tzv. nastanak martenzita prema teoriji Bainove deformacije) (slika 11).



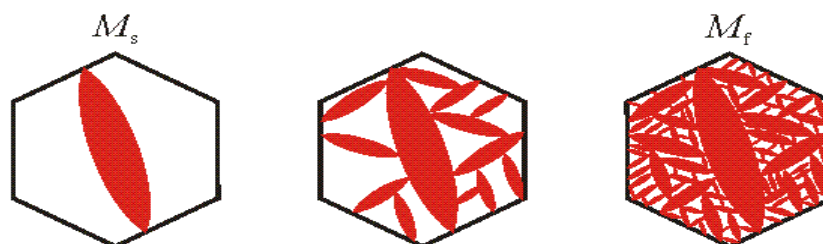
SLIKA 11. Nastanak kristalne rešetke martenzita mehanizmom Bainove deformacije[10]

Preklapanjem po dvije susjedne jedinične ćelije austenita (FCC tipa) i prisilno zadržavanje atoma ugljika u martenzitnoj rešetki na temperaturi početka stvaranja martenzita (M_s) nastaje jedinična ćelija martenzitne rešetke (BCT tipa). Na slici b) uočava se kontrakcija ćelije u smjeru osi z i produljenje u smjeru osi x i y.

Pri martenzitnoj pretvorbi atomi zadržavaju svoje susjede, a usklađeni pomak atoma manji je od polovice dijagonale austenitne kristalne rešetke. Martenzitna struktura ima karakterističan **igličast** izgled (slika 12). Iglica martenzita nastaje na granicama austenitnog zrna i raste u kristalnom zrnju austenita (slika 13). Između iglica martenzita nalazi se zaostali austenit. Veća količina zaostalog austenita u martenzitnoj strukturi nije poželjna, pogotovo ako je zaostali austenit izdvojen kao zasebna faza[12].



SLIKA 12. Rast iglica martenzita[14]



SLIKA 13. Nastanak i rast iglica martenzita[15]

2.3.2 Popuštanje brzoreznih čelika

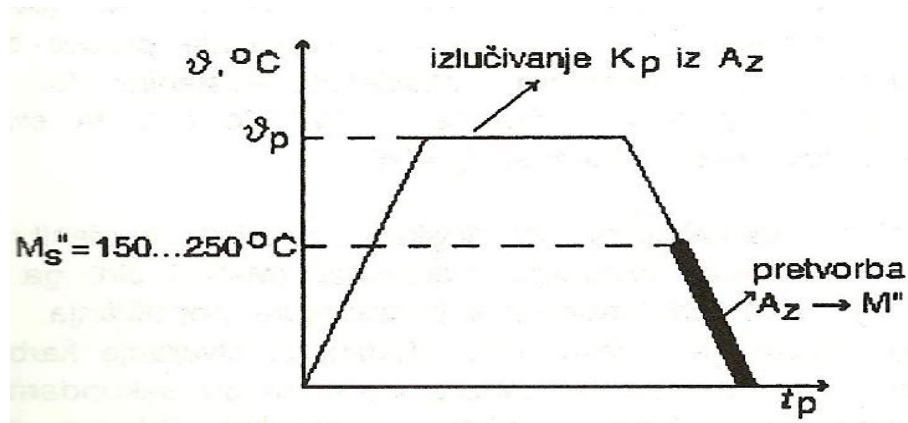
Popuštanje je postupak ugrijavanja kaljenog čelika na neku temperaturu ispod temperature A_1 (slika 14) u svrhu [9]:

- povišenja žilavosti martenzita postignutog kaljenjem
- redukcije zaostalih napreznja
- postizanja dimenzijske postojanosti.

Mikrostrukturne promjene tijekom postupka popuštanja mogu se podijeliti u 4 stadija prema temperaturama popuštanja. Stadiji popuštanja nisu striktno određeni već se preklapaju, ali se u svakom stadiju događaju specifične promjene mikrostrukturnih faza i njihovog kemijskog sastava. Uobičajena mikrostruktura kaljenog brzoreznog čelika prije popuštanja sastoji se od matrice primarnog martenzita (M') i zaostalog austenita (A_2) u koju su uloženi eutektički i sekundarni karbidi (K^e+K''). Prema [2] stadiji popuštanja brzoreznog čelika i mikrostrukturene pojeve u kaljenom čeliku prikazane su u tablici 7.

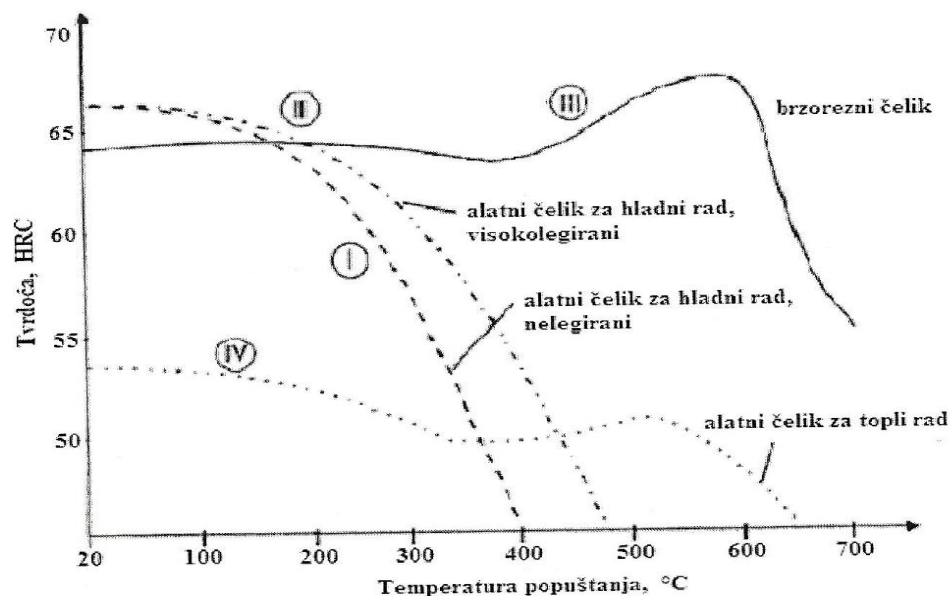
TABLICA 7. Stadiji popuštanja alatnih čelika

<u>1. stadij (do 270⁰C)</u>
Raspad primarnog martenzita (M') i izlučivanje prelaznog ϵ karbida ($Fe_{2,4}C$).
<u>2. stadij (270⁰C – 450⁰C)</u>
Otapanje ϵ karbida ($Fe_{2,4}C$) u martenzitu (M_p) ili njihov prelazak u cementit popuštanja Fe_3C .
<u>3. stadij (300⁰C – 600⁰C)</u>
<p>Mali dio zaostalog austenita (A_z) se između 300⁰C – 400⁰C pretvara u bainit (B). Između 450⁰C – 480⁰C dolazi do intenzivnog otapanja Fe_3C u martenzitu (M_p), te prestaje izotermička pretvorba $M' \rightarrow B$ i počinje proces senzibilizacije A_z (ali i M') glede stvaranja karbida popuštanja (K_p). Ta pojava destabilizira (razlegira) A_z, povisuje čeliku temperaturu M_s'' i čini ga sposobnim za reakciju $A_z \rightarrow M''$ pri hlađenju s temperature popuštanja. Na temperaturi popuštanja (npr. 540 °C) mikrostruktura brzoreznog čelika je sastavljena od slijedećih faza: $K^e + K'' + K_p + M_p + A_z$</p> <p>Postotak ugljika u zaostalom austenitu je snižen u odnosu na zaostali austenit prije zagrijavanja (iskorišten za karbide popuštanja). Također je snižen %C u martenzitu popuštanja (u odnosu na M') gdje je postotak ugljika manji od 0,3%.</p> <p>Tijekom hlađenja, kad se dostigne temperatura M_s'' (150⁰C - 180⁰C) počinje pretvorba $A_z \rightarrow M''$ (slika 14). Mikrostruktura brzoreznog čelika nakon prvog visokotemperaturnog popuštanja sastoji se od slijedećih faza: $K^e + K'' + K_p + M_p + M'' + A_z$.</p>
<u>4. stadij (iznad 600⁰C)</u>
Nastaju nepoželjni karbidi, a željezna matrica gubi svojstva popuštenog martenzita i približava se mekožarenoj strukturi specifičnog oblika nazvanog sferoidit. Popuštanje iznad 600 ⁰ C eventualno primjenjuju se umjesto mekog žarenja za alate kojima će se daljnjom obradom načiniti fina oštrica za precizno rezanje.



SLIKA 14. Mikrostrukturni procesi pri visokotemperaturnom popuštanju brzoreznog čelika[2]

Pojava sekundarnog otvrdnuća za posljedicu ima višu tvrdoću u odnosu na tvrdoću kaljenog (još nepopuštenog) brzoreznog čelika (slika 15). Legirajući elementi koji su prisutni u brzoreznom čeliku (W, Mo, V, Cr, Co) povećavaju otpornost na popuštanje, a zajedno sa visokim udjelom ugljika odgovorni su za proces pretvorbe zaostalog austenita u karbide popuštanja i nastanak sekundarnog martenzita.



SLIKA 15. Krivulja popuštanja brzoreznih čelika u odnosu na krivulje popuštanja ostalih skupina alatnih čelika[2]

2.3.3 Duboko hlađenje brzoreznih čelika

Razvoj dubokog hlađenja

Od 70-tih godina prošlog stoljeća duboko hlađenje polako postaje sve više primjenjivana toplinska obrada alatnih čelika. Iako je eksperimentiranje na ovom području počelo i ranije, tek je razvojem opreme i niskotemperaturne tehnike ono postalo široko primjenjivo. Dva najveće problema koji su se javljali u samim počecima i koji su ograničavali primjenu dubokog hlađenja jesu [22]:

- nemogućnost postizanja temperatura manjih od -80°C
- nemogućnost kontrole postepenog ohlađivanja i naknadnog zagrijavanja

Do sada su ti problemi otklonjeni te se duboko hlađenje primjenjuje uz točnu i preciznu automatsku regulaciju promjene temperature u komercijalnoj primjeni. Međutim i dalje se provode istraživanja ne bi li se sam postupak unaprijedio, pojednostavio, bolje shvatio, a samim time lakše i svrsishodnije primijenio u praksi.

Svrha dubokog hlađenja

Svrha takvih postupaka u počecima je bila prije svega eliminacija zaostalog austenita tj. njegova pretvorba u martenzit. Kasnije se uočilo da duboko hlađenje izaziva i druge strukturne promjene te tako različito utječe na neka mehanička svojstva materijala. Osnovne promjene koje se javljaju pri dubokom hlađenju jesu sljedeća dva metalurška fenomena[8] :

- **transformacija zaostalog austenita u martenzit**
- **kondicioniranje martenzita na temperaturama dubokog hlađenja pri čemu se stvaraju mjesta nukleacije za precipitaciju finih η - karbida koje se odvija pri naknadnom popuštanju**

U primjeni, pothlađivanje i duboko hlađenje predstavljaju dva različita postupka . Postupak pothlađivanja (eng. cold treatment) koristi se za temperature do temperature M_f (od

$\approx -80\text{ }^{\circ}\text{C}$ do $\approx -120\text{ }^{\circ}\text{C}$). U postupku pothlađivanja dolazi do transformacije zaostalog austenita u martenzit.

Postupka dubokog hlađenja provodi se na temperaturi oko $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$ pri čemu dolazi do kondicioniranja primarnog martenzita [17]. Kondicioniranja primarnog martenzita je vremenski ovisan proces za razliku od transformacije pothlađenog austenita u martenzit koji je atermički proces. Za duboko hlađenje u praksi se uobičajeno koristi tekući dušik. Ostali rjeđe korišteni plinovi prikazani su u tablici 8. Osim plinova iz tablice 8 koriste se još metanol i suhi led (za temp. do $-80\text{ }^{\circ}\text{C}$) te freon (do $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$). Prednost primjene tekućeg dušika je eliminacija vode iz komora u kojima se provodi duboko hlađenje što sprječava koroziju dijelova koji se obrađuju.

TABLICA 8. Temperatura vrenja različitih plinova prikladnih za postupak dubokog hlađenja [8]

Broj	Plin	Temperatura vrenja
1	Kisik	$-183\text{ }^{\circ}\text{C}$
2	Dušik	$-196\text{ }^{\circ}\text{C}$
3	Neon	$-247\text{ }^{\circ}\text{C}$
4	Vodik	$-253\text{ }^{\circ}\text{C}$
5	Helij	$-269\text{ }^{\circ}\text{C}$
6	Ugljični dioksid	$-80\text{ }^{\circ}\text{C}$

Prednost dubokog hlađenja je i u tome što pri tom postupku dolazi do poboljšanja svojstva alata po čitavom volumenu za razliku od drugih postupaka modificiranja i prevlačenja površine u kojima se mijenjaju samo svojstva površinskog sloja. To znači da se nakon zatupljenja oštrice kaljenog i dubokohlađenog reznog alata, naknadnom strojnom obradom alat može naoštriti i obnoviti uz zadržavanje sličnih svojstva.

Mikrostrukturne promjene tijekom dubokog hlađenja

Martenzit nastao dubokim hlađenjem ima veći stupanj tetragonalnosti (c/a) od primarnog martenzita nastalog kaljenjem. To znači da će takav martenzit imati još veću tvrdoću i čvrstoću ali i manju duktilnost. Do precipitacije i formiranja vrlo finih η -karbida dolazi samo raspadanjem primarnog martenzita, ne i martenzita nastalog dubokim hlađenjem. I to na način da dolazi do kondicioniranja, tj dekompozicije (raspadanja) martenzita (primarnog martenzita). Atomi željeza i supstitucijski atomi se skupljaju ili šire, primarni martenzit se raspada, a atomi ugljika se potiskuju. Atomi ugljika i legirnih elemenata migriraju te se nagomilavaju. To uzrokuje povećanje broja defekata kristalne rešetke, odnosno dolazi do kontrakcije volumena martenzita i on se tada nalazi u nestabilnom termodinamičkom stanju. Upravo takvo stanje omogućuje stvaranje mjesta nukleacije za precipitaciju η -karbida pri naknadnom popuštanju. Defekti kristalne rešetke su mjesta gdje počinje nukleacija odnosno stvaranje klice nove faze iz koje će se naknadno, nakon popuštanja razviti η -karbidi. [17, 18]. Tijekom dubokog hlađenja stvaraju se preduvjeti koji će kasnije (nakon popuštanja) rezultirati nastankom finih η -karbida. Na karbide koji su ostali nerastvoreni nakon držanja na temperaturi austenitizacije duboko hlađenje nema značajniji utjecaj.

Mikrostrukturne promjene tijekom popuštanja nakon dubokog hlađenja

Osim što će duboko hlađenje drastično smanjiti količinu zaostalog austenita, takva toplinska obrada potaknuti će precipitaciju η -karbida tijekom popuštanja (tablica 9). Novonastali η -karbidi su jednoliko raspršeni u strukturi i uzrokuju povećanje tvrdoće, žilavosti, otpornosti na trošenje i otpornosti na pukotine nastale kao posljedica zamora materijala (fatigue cracking).[12] Ako se provodi duboko hlađenje nije potrebno provoditi višestruko popuštanje jer je precipitacija η -karbida prisutna jedino tijekom prvog popuštanja koje slijedi odmah nakon dubokog hlađenja. Nakon dubokog hlađenja najčešće je potrebno promijeniti (u odnosu na standardno popuštanje) parametre popuštanja da bi se dobili pozitivni učinci. Ako se primjenjuju parametri koji se primjenjuju i za standardno popuštanje nakon kaljenja, potencijalne prednosti dubokog hlađenja možda neće doći do izražaja ili će u

najgorem slučaju posljedice na spomenuta mehanička svojstva biti negativna. Većina autora se slaže da je raspadanje martenzita i precipitacija η -karbida, glavni mehanizam koji je odgovoran za pozitivne učinke dubokog hlađenja. η -karbidi nastaju tijekom popuštanja nakon dubokog hlađenja, te će njihova količina biti proporcionalna temperaturi popuštanja i vremenu držanja na toj temperaturi. Iz ovoga slijedi da će o popuštanju alata nakon dubokog hlađenja uvelike ovisiti njegova mehanička svojstva. [12]

Prije popuštanja duboko hlađeni uzorci imaju zanemariv udio zaostalog austenita i pripremljeni su za precipitaciju η -karbida. Odnosno sadrže klice η -karbida nastale raspadom primarnog martenzita prilikom dubokog hlađenja. Za nastajanje karbida popuštanja ali i η -karbida potreban je ugljik. Kod samo gašenih uzoraka, za karbide popuštanja koristi se ugljik koji se oslobodio destabilizacijom prvenstveno zaostalog austenita. Kako kod duboko hlađenih uzoraka nema (u toj mjeri) zaostalog austenita, ugljik koji je potreban za građu K_p i η -karbida osigurat će se destabilizacija primarnog martenzita. Primarni martenzit mora osigurati dovoljno ugljika i za K_p i za η -karbide. Kako je količina nastalih karbida popuštanja jednaka i kod popuštanja kaljenih i kod popuštanja duboko hlađenih uzoraka, ugljik potreban za η -karbide dodatno će osiromašiti martenzit. To znači da će nastali martenzit popuštanja biti siromašniji ugljikom nego što je to slučaj kod martenzita popuštanja nakon kaljenja. Takav martenzit (sa manje C) bit će manje tvrdoće, ali će tvrdoću povisiti nastali η -karbidi. Kod duboko hlađenih uzoraka tijekom hlađenja, iako se M_s povisila, neće doći do značajnije pretvorbe $A_z \rightarrow M''$ jer je udio A_z vrlo mali. Nastajanje η -karbida započinje vjerojatno u 1. fazi i prisutno je tijekom cijelog popuštanja. Više temperature popuštanja i duže držanje na tim temperaturama imat će za posljedicu veći udio η -karbida ali i "slabiji" martenzit.

TABLICA 9. Utjecaj toplinske obrade na količinu zaostalog austenita kod brzoreznog čelika HS 12-1-5-5 (Č9681, AISI T15), (kaljeno 1220°C/10 min. /ulje / duboko hladeno - 196°C/h) [20]

Grupa	Postupak dubokog hlađenja	Temperatura popuštanja/vrijeme °C/sati	Udio zaostalog austenita %	Količina η-karbida %	Tvrdoća HRC
1	Ne	Bez popuštanja	17,7	0	62,6
2	Da	Bez popuštanja	7,8	0	64,6
3	Da	205/1	7,5	3,1	63,4
4	Da	205/2	7,6	3,4	61,5
5	Da	205/4	7,7	4,1	60,2
6	Da	540/0,5	7,3	4,6	62,9
7	Da	540/1	7,2	5,3	63,7
8	Da	540/2	7,7	6,2	64,3

Iz tablice 9 se uočava da porastom temperature popuštanja i vremena držanja na nekoj temperaturi raste i udio η-karbida. Također je vidljivo da kod niskotemperaturnog popuštanja, produljenje držanja na toj temperaturi uzrokuje pad tvrdoće (nema stvaranja K_p). Dok kod visokotemperaturnog popuštanja produljenjem držanja raste i količina η-karbida i tvrdoća. Tvrdoća čelika popuštanog 2 sata na temperaturi 540°C je otprilike jednaka kao i tvrdoća nepopuštanog duboko hlađenog čelika. No zbog udjela η-karbida njegova otpornost prema trošenju bi trebala biti veća. Razlika u udjelima zaostalog austenita nije velika obzirom na način popuštanja. Odstupanja se kreću unutar 0,6% i to bez nekog prepoznatljivog pravila. Također se vidi jasna razlika u udjelu zaostalog austenita ako se provodi duboko hlađenje i ako se ne provodi. Prema ovoj tablici najbolji rezultati se postižu što dužim visokotemperaturnim popuštanjem. Takav čelik imat će veći udio η-karbida (bolja otpornost prema trošenju) i bit će tvrdi.

3. UTJECAJ DUBOKOG HLAĐENJA NA SVOJSTVA BRZOREZNIH ČELIKA

Prema literaturi [8, 18, 20, 21] duboko hlađenje pozitivno utječe na sljedeća mehanička i tribološka svojstva :

- **tvrdća**
- **otpornost prema trošenju**
- **žilavost**

Poboljšanjem ovih svojstava jasno je da duboko hlađenje pozitivno utječe i na **trajnost** alata. Vjerojatni razlozi pretpostavljeni u gore navedenim literaturnim izvorima jesu sljedeći:

- gotovo potpuna transformacija zaostalog austenita
- otvrdnuće čelika zbog precipitacije submikroskopskih karbida.

Zaostali austenit je nepoželjan u mikrostrukturi i smanjenje njegovog udjela, odnosno zamjena kvalitetnijim martenzitom sigurno pozitivno utječe na krajnju kvalitetu čelika. Međutim trostrukim popuštanjem nakon kaljenje udio zaostalog austenita se svede na minimum. Tako da ta razlika u udjelu A_z u krajnjoj mikrostrukturi između dva različito toplinski obrađivana čelika (sa i bez dubokog hlađenja) nije toliko velika, ali ipak postoji. Većina autora se slaže da je za pozitivne učinke dubokog hlađenja ipak bitnija uloga η -karbida. Oni su nanometarskih (10^{-9}) odnosno submikroskopskih ($<10^{-6}$) dimenzija i kao takvi nevidljivi i najmodernijim mikroskopima. Građeni su od istih kemijskih elemenata (ugljik i legirajući elementi) kao i "veliki" karbidi. Karbidi su mikroskopskih veličina (10^{-6}) što znači da su η -karbidi $1000\times$ manji. Nalaze se u iglicama martenzita ravnomjerno i jednolika raspoređeni. Sama ravnomjernost i jednolika rasprostranjenost η -karbida vjerojatno pozitivno utječe na kvalitetu čelika. Kad se govori o otpornosti na trošenje napominje se da osim udjela i kvalitete karbida pozitivno utječe i jednolika raspodjela. Isto tako kad se govori o lošem utjecaju zaostalog austenita napominje se da su efekti još lošiji ako je zaostali austenit (A_z) koncentriran na određenim lokacijama.

Dodatna prednost dubokog hlađenja je i smanjenje unutarnjeg naprezanja u martenzitu nastalom tijekom precipitacije karbida što smanjuje mogućnost nastajanja mikropukotina. Razlika u udjelu zaostalog austenita u mikrostrukturi, prvenstveno će utjecat na povećanje tvrdoće ali i smanjenje žilavosti. Dok će η -karbidi pozitivno utjecat na otpornost prema trošenju i žilavost, a na tvrdoću neće imati neki bitniji utjecaj. To će se pokazati u sljedećim poglavljima gdje će se analizirati utjecaj dubokog hlađenja na spomenuta mehanička svojstva.

3.1. Utjecaj dubokog hlađenja na tvrdoću

Povećanje tvrdoće bit će veće što je veća količina zaostalog austenita nakon gašenja. Da bi se dobila veća količina zaostalog austenita nakon gašenja odabiru se više temperature austenitizacije. Na višim temperaturama austenitizacije rastvorit će se veće količine ugljika i legirnih elemenata u čvrstoj otopini austenita. Nakon gašenja to će rezultirati većom količinom zaostalog austenita. Tijekom dubokog hlađenja to će za posljedicu imati veću pretvorbu $A_z \rightarrow M''$. To automatski znači da će biti veće povećanje tvrdoće. No isto tako veća količina A_z nakon gašenja znači i manje primarnog martenzita, što znači manje η -karbida, a to rezultira manjom otpornošću na trošenje.

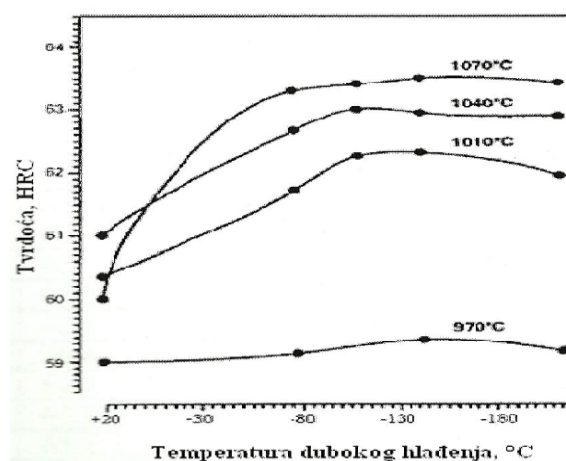
TABLICA 10. Utjecaj visine temperature austenitizacije na daljnji tijek toplinske obrade

AUSTENITIZACIJA	GAŠENJE	DUBOKO HLAĐENJE i POPUŠTANJE	POSLJEDICE
viša $\vartheta_a \Rightarrow$ više otopljenog ugljika i legirnih elemenata	\Rightarrow više A_z \Rightarrow manje M'	\Rightarrow veća pretvorba $A_z \rightarrow M''$ \Rightarrow manje η -karbida	-veće povećanje tvrdoće - manji utjecaj na otpornost na trošenje i žilavost
niža $\vartheta_a \Rightarrow$ manje otopljenog ugljika i legirnih elemenata	\Rightarrow manje A_z \Rightarrow više M'	\Rightarrow manja pretvorba $A_z \rightarrow M''$ \Rightarrow više η -karbida	- manje povećanje tvrdoće - veći pozitivni utjecaj na otpornost na trošenje i žilavost

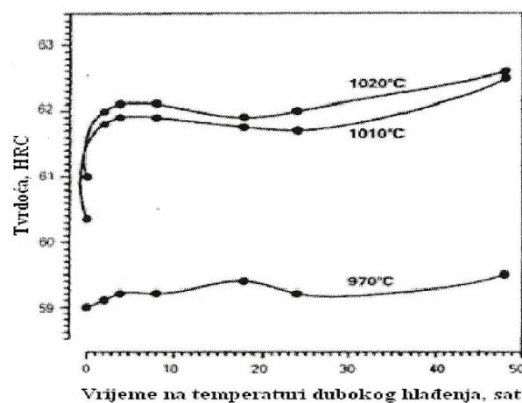
Izbor temperature austenitizacije je kompromis, te izbor ovisi i o željenim svojstvima alata. Više temperature austenitizacije se odabiru kod alata koji će raditi na povišenim temperaturama i gdje se traži ponajprije visoka tvrdoća, dok će niže temperature austenitizacije biti odabrane kod alata koji će raditi u hladnom stanju i gdje je važnija žilavost. Kako brzorezni čelici rade na povišenim temperaturama odabirat će se nešto više temperature austenitizacije. To je parametar koji se odabire na početku provedbe toplinske obrade te puno toga određuje u daljnjem tijeku. U tom pogledu tijekom daljnje provedbe toplinske obrade valja voditi računa o toj izabranoj veličini.

Tvrdoća se može dovesti u direktnu vezu s određenim parametrom toplinske obrade. Na sljedećim slikama navedeno je nekoliko primjera utjecaja parametara toplinske obrade na svojstva brzoreznog čelika nakon primjene dubokog hlađenja..

Sa slike 16 se uočava da nakon dubokog hlađenja na oko -130°C nema značajnije promjene u iznosu tvrdoće. Na temperaturama nižim od 100°C kod većine čelika završava pretvorba zaostalog austenita u martenzit. Također je vidljivo i da je najmanja promjena tvrdoće (i najmanja tvrdoća općenito) kod čelika čija je temperatura austenitizacije bila najniža.

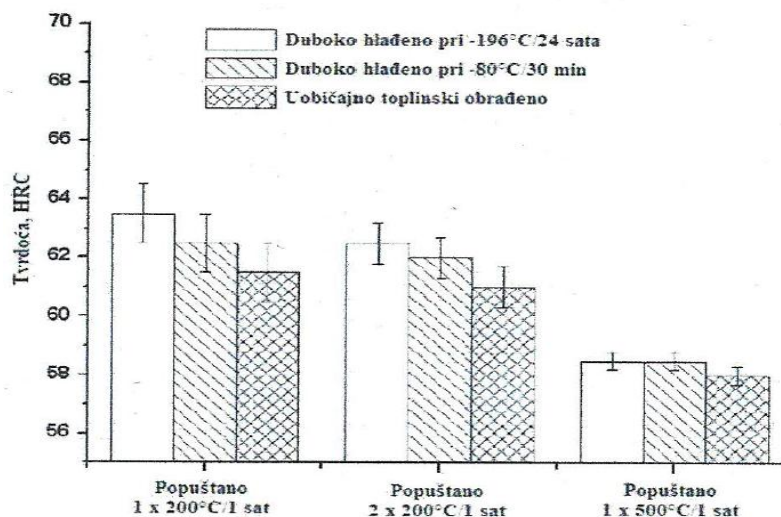


SLIKA 16. Utjecaj temperatura dubokog hlađenja i austenitizacije na tvrdoću alatnog čelika X160CrMoV121 (Č4850, AISI D2) (Svi uzorci držani su 30 minuta na temperaturama austenitizacije i popušteni na $200^{\circ}\text{C}/1\text{sat}$)[21]



SLIKA 17. Utjecaj vremena držanja i temperature austenitizacije na tvrdoću alatnog čelika X160CrMoV121 (Č4850, AISI D2) (Svi uzorci držani su 30 minuta na temperaturama austenitizacije i popušteni na 200°C/1sat)[21]

Nakon početnog porasta tvrdoće nema daljnjeg značajnijeg rasta bez obzira na vrijeme držanja. To je jasno budući je martenzitna pretvorba vrlo brza, gotovo trenutna. I sa ove slike je očito da će više temperature austenitizacije uzrokovati i veće tvrdoće. Osim o temperaturi austenitizacije i parametrima dubokog hlađenja, tvrdoća će ovisiti i o načinu popuštanja.

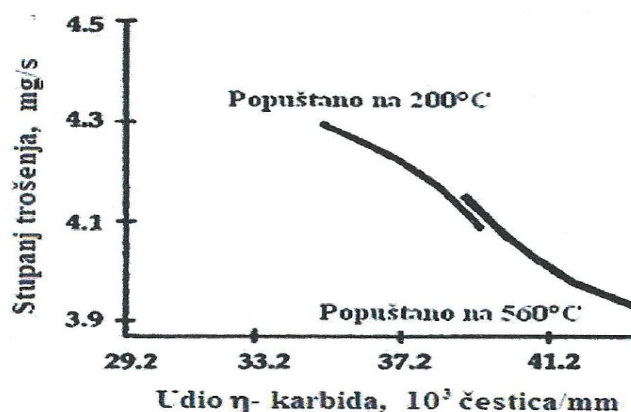


SLIKA 18. Utjecaj toplinske obrade na tvrdoću alatnog čelika X160CrMoV121 (Č4850, AISI D2) (kaljeno 1030 °C/30 min / ulje)[8]

Na slici se vidi da se dubokim hlađenjem postižu veće tvrdoće nego pothlađivanjem, a pothlađivanjem veće nego uobičajenom toplinskom obradom bez obzira na način popuštanja. Najviša tvrdoća postiže se jednostrukim niskotemperaturnim popuštanjem (200 °C/1h) što je donekle u skladu sa rezultatima iz tablice 9.

3.2. Utjecaj dubokog hlađenja na otpornost na trošenje

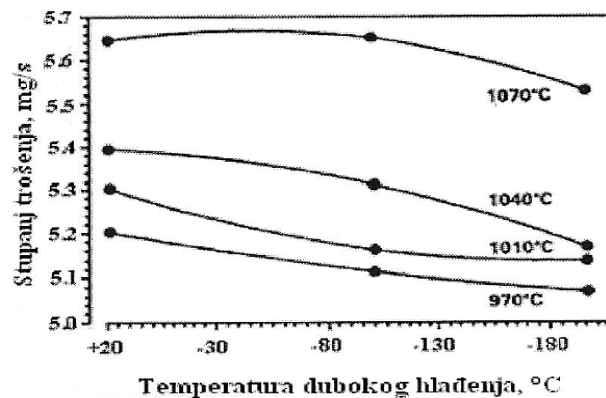
Martenzitna matrica, udio karbida i udio η -karbida glavni su faktori koji utječe na otpornost prema trošenju. Što je udio η -karbida veći to će biti veća otpornost na trošenje (slika 19).



SLIKA 19. Utjecaj količine η -karbida na otpornost prema trošenju za čelik X160CrMoV121 (AISI D2, Č4850)(kaljeno 1075°C/zrak/ duboko hlađeno -196°C)[8]

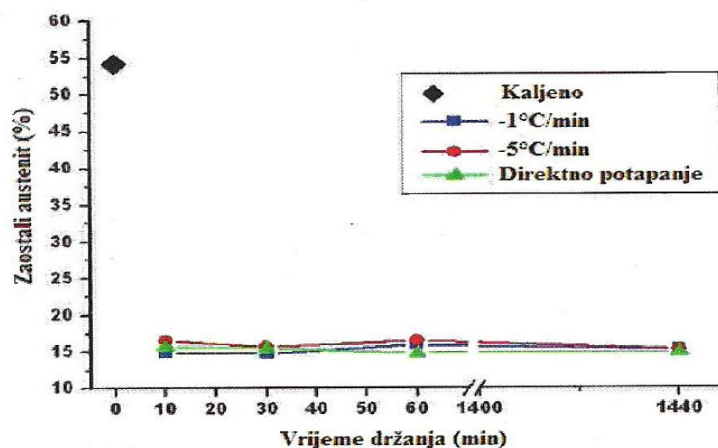
Bez toplinske obrade dubokog hlađenja i naknadnog popuštanja u mikrostrukturi neće biti η -karbida. O izabranim parametrima toplinske obrade ovisit će količina η -karbida koji pozitivno utječu na otpornost prema trošenju, odnosno smanjuju trošenje. Neke veze između izabranih parametara toplinske obrade i otpornosti na trošenje bit će prikazani u sljedećim primjerima. U nekim primjerima je to indirektno preko udjela η -karbida ili zaostalog austenita.

Iz slike 20 se uočava da je primjena niže temperature austenitizacije i niže temperatura dubokog hlađenja povoljnije obzirom na povišenje otpornosti na trošenje. Razlog tome je što će na nižoj temperaturi austenitizacije disocirati manji udio karbida, posljedično će biti manji udio zaostalog austenita, a veći udio primarnog martenzit. Kako je veći udio primarnog martenzita, dubokim hlađenjem i naknadnim popuštanjem nastat će veća količina η -karbida, koji utječe na povećanje otpornosti na trošenje.



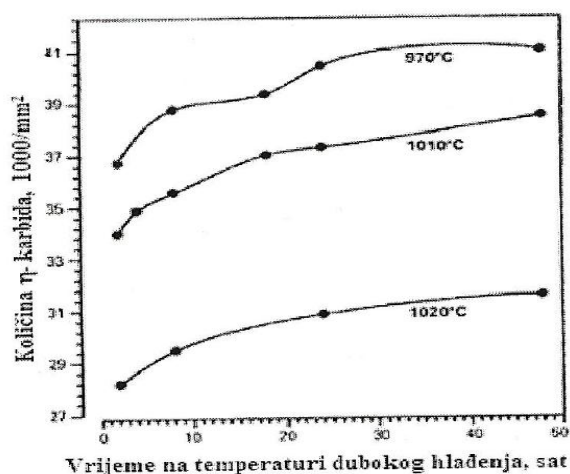
SLIKA 20. Utjecaj temperature dubokog hlađenja na trošenje alatnog čelika X160CrMoV121 (austenitizacija na različitim temperaturama)[21]

Vrijeme držanja na temperaturi dubokog hlađenja imat će veliki utjecaj na kondicioniranje martenzita. Mehanizam kondicioniranja martenzita ovisit će kako o temperaturi tako i o vremenu držanja tijekom dubokog hlađenja. Taj je proces vrlo spor pa je potrebno vrlo dugo držanje na tim temperaturama, između 24 i 72 sata[17]. Što je niža temperatura i što je vrijeme držanja na toj temperaturi duže bit će nakon popuštanja veća količina η -karbida. Također bit će i finija distribucija karbida. Međutim na pretvorbu $A_z \rightarrow M''$ duljina držanja na temperaturi dubokog hlađenja nema utjecaja što se može uočiti na slici 21.

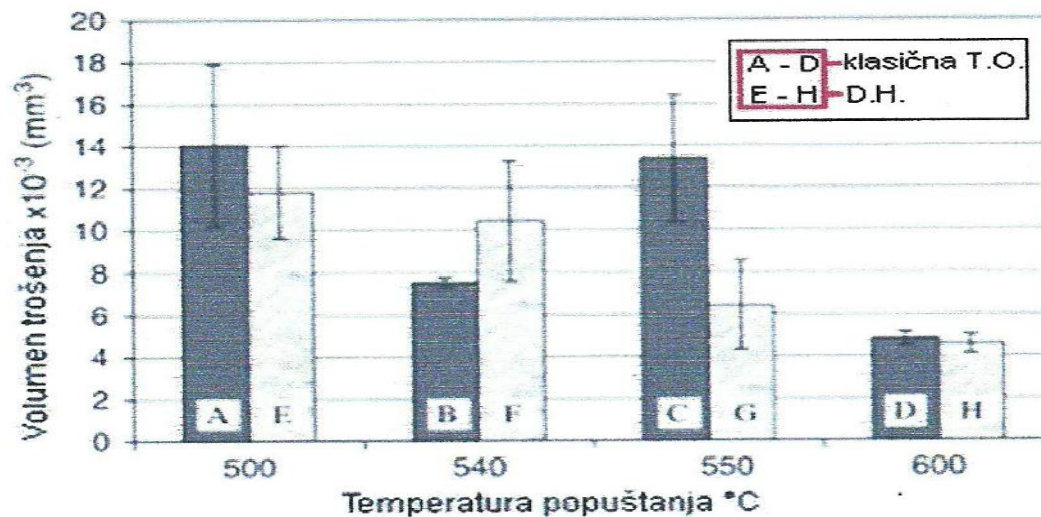


SLIKA 21. Udjeli zaostalog austenita kod kaljenog i kaljenog pa potom duboko hlađenog alatnog čelika X160CrMoV121 u ovisnosti o načinu hlađenja i vremenu držanja na temperaturama dubokog hlađenja[22]

Sa slike 22 je očito da će dulje vrijeme držanja na temperaturi dubokog hlađenja utjecati na veću količinu η -karbida. Do 25. sata to povećanje je značajnije, a dulje držanje neznatno dodatno povećava udio η -karbida. Iz tog razloga se u većini slučajeva ne drži dulje od 25 sati na temperaturi dubokog hlađenja. Na sljedećoj slici (slika 23) prikazana je otpornost na trošenje u ovisnosti od temperature popuštanja.



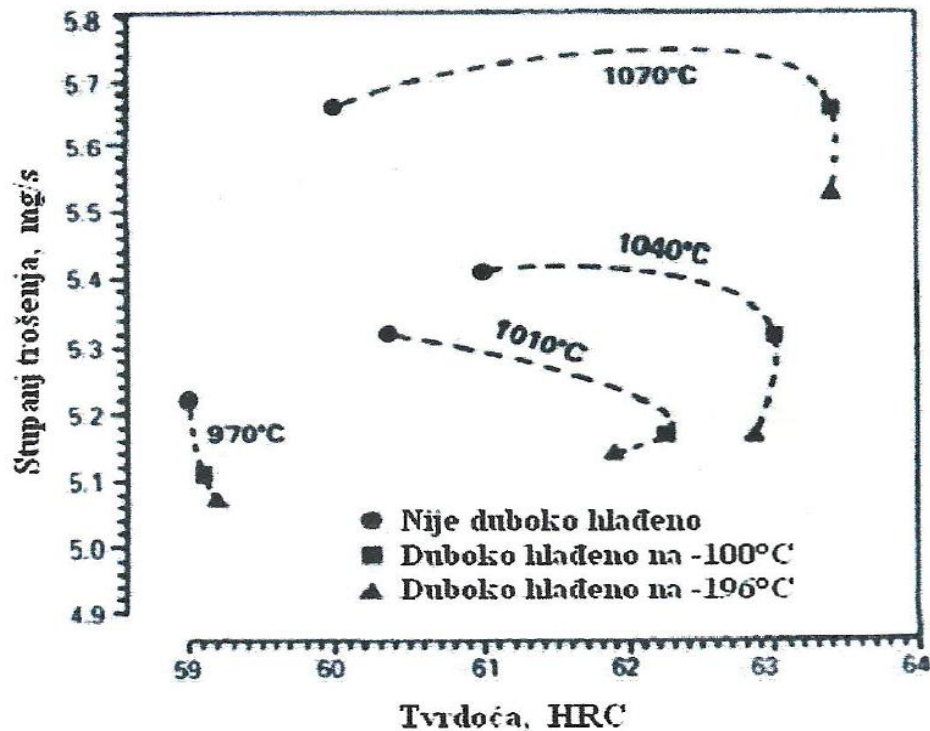
SLIKA 22. Utjecaj vremena držanja na količinu η -karbida kod austenitizacije na različitim temperaturama[21]



SLIKA 23. Ovisnost volumena trošenja o temperaturi popuštanja za čelik HS 6-5-2 (AISI M2, Č7680)[23]

Prema slici 23 otpornost prema trošenju je veća kod duboko hlađenih uzoraka, osim u slučaju B-F ($\vartheta_p=540$ °C). Također otpornost prema trošenju raste sa povećanjem temperature popuštanja jer se u tom slučaju događa precipitacija veće količine η -karbida. Razlog zašto u drugom primjeru (B-F) uzorak koji je duboko hlađen pokazuje slabije rezultate od uzorka koji nije duboko hlađen nije poznat. Mogući razlog je nepotpuno duboko hlađenje gdje nije došlo do kondicioniranja η -karbida ili utjecaj kemijskog sastava.

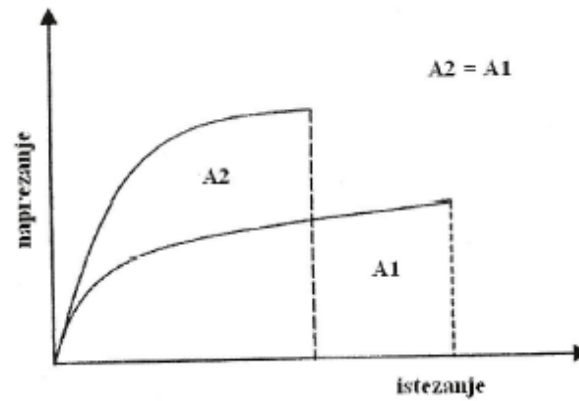
Na slici 24 prikazan je odnos tvrdoće i stupnja trošenja obzirom na provedenu toplinsku obradu. Ako je provedeno duboko hlađenje otpornost na trošenje i tvrdoća su poboljšane bez obzira na temperaturu austenitizacije. Ako su više temperature austenitizacije i tvrdoća će biti veća, ali će otpornost na trošenje biti manja. To je u skladu sa ranije objašnjenim mikrostrukturnim promjenama obzirom na temperaturu austenitizacije (više temp. austenitizacije manja količina η -karbida). Ako se promatra samo odnos uzoraka pothlađivanih na -100 °C i onih duboko hlađenih na -196 °C očito je da duboko hlađeni imaju niži stupanj trošenja bez obzira na temperaturu austenitizacije. I to je u skladu sa ranije rečenim pošto na -100 °C ne dolazi još do nukleacije η -karbida. Tvrdoća im je otprilike jednaka, a na ovom dijagramu čak i nešto malo niža na višim temperaturama austenitizacije.



SLIKA 24. Utjecaj tvrdoće na trošenje čelika X160CrMoV121 (nakon različitih temperatura austenitizacija i postupaka hlađenja)[8]

3.3 Utjecaj dubokog hlađenja na žilavost

Osim zbog prekomjernog trošenja, alati stradavaju i zbog pojave napuklina ili loma. Stoga je poželjno da alati budu žilavi. Sposobnost akumulacije energije udaraca može se povećati: povišenjem duktilnosti materijala (istezljivosti i suženja presjeka), ali je tada nužno niža granica tečenja, ili povišenjem granice tečenja, ali uz nižu duktilnost. S obzirom da se od alata traži što viša tlačna opteretivost u radu, pogodnije je da ima visoku granicu tečenja, a ne visoku duktilnost.

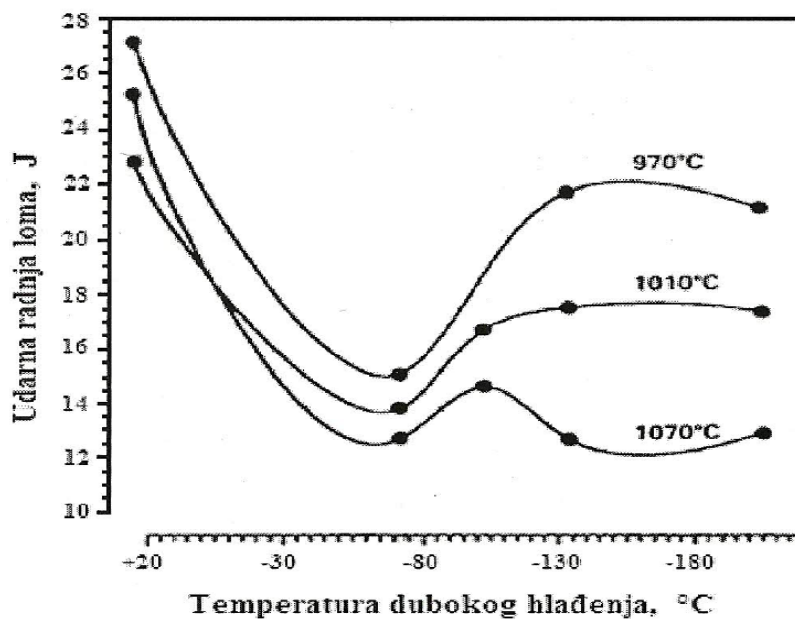


SLIKA 25. Shematski prikaz oblika krivulja 'naprezanje-deformacija'[2]

Žilavost materijala je u korelaciji s površinom ispod krivulje u dijagramu 'naprezanje-istezanje'. Kako oba čelika po pretpostavci imaju jednaku žilavost, jer su površine jednake ($A_1=A_2$), zbog ranije rečenog, za alatne čelike bit će pogodniji čelik A₂ sa većom granicom razvlačenja R_e .

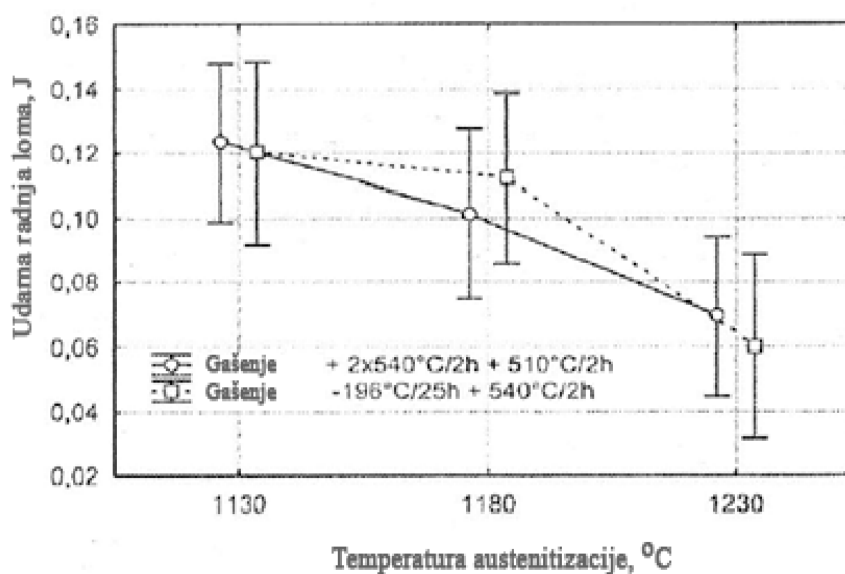
Visoka žilavost traži se posebno od udarno opterećenih alata. Čelici visoke žilavosti ne mogu istovremeno imati i visoku otpornost na trošenje, jer veći udio krhkih faza u mikrostrukturi (karbida) nepovoljno djeluje na deformabilnost. Optimalna žilavost (duktilnost) pojedinog čelika postiže se pravilnim popuštanjem[3]. Kako se kod reznih alata zahtjeva prije svega visoka otpornost na trošenje, a to svojstvo je u suprotnosti sa žilavosti. Kod takvih alata u pravilu se odabire visoka otpornost na trošenje na uštrb žilavosti.

Kristali martenzita su tvrdi i krhki te će povećani udio martenzita negativno utjecati na žilavost. Žilavost je obrnuto proporcionalna sa tvrdoćom i tu se uvijek radi o kompromisu. Kao i otpornost na trošenje ili tvrdoća i pad žilavosti će uvelike ovisiti o temperaturi austenitizacije. Ako je temperatura austenitizacije niža bit će manje zaostalog austenita, manje sekundarnog martenzita pa će biti i manji pad žilavosti. Stupanj tetragonalnosti sekundarnog martenzita je veći nego kod primarnog martenzita što znači da će takav martenzit biti tvrdi ali i krhki. Iako karbidi negativno utječu na žilavost, pokazalo se da ultrafini η -karbidi, nastali dubokim hlađenjem povećavaju žilavost što se da zaključiti i iz slike 26.



SLIKA 26. Utjecaj temperatura dubokog hlađenja i austenitizacije na žilavost čelika X160CrMoV121(2×popuštano na 200°C/1sat)[21]

Do otprilike -100°C završava sva pretvorba A_z u M'' , a na -80°C počinje formiranje η -karbida. Sa slike je jasno da žilavost opada, a onda počinje rast (ne stagnira) iz čega se da zaključiti da η -karbidi (odnosno duboko hlađenje) utječu na povećanje žilavosti.

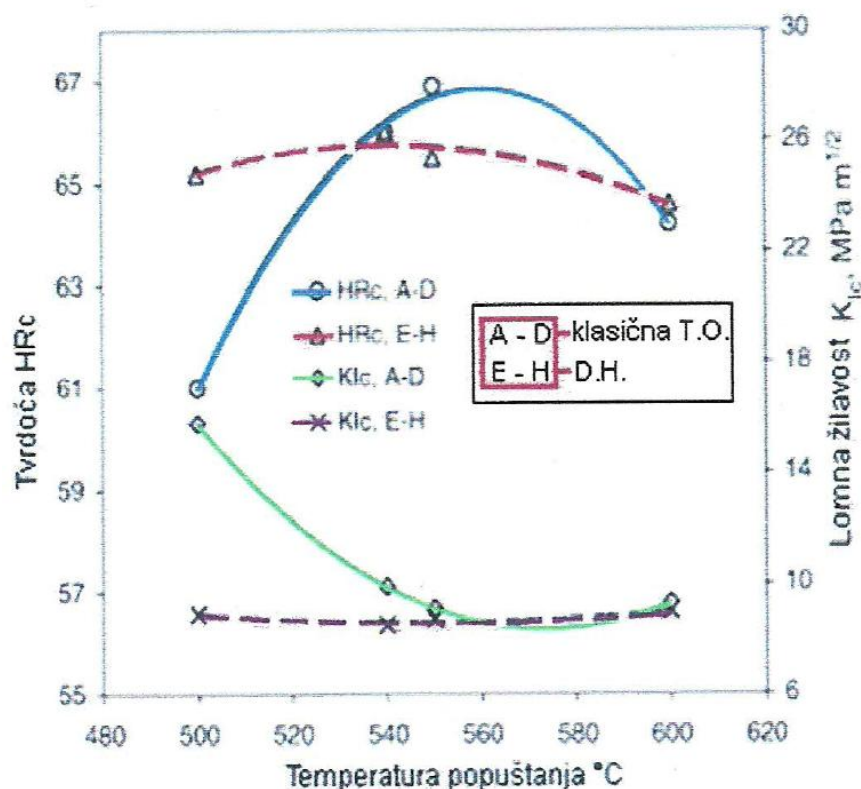


SLIKA 27. Utjecaj temperature austenitizacije i toplinske obrade na žilavost čelika PM S390 MC

[19]

Sa slike 27 se može uočiti da duboko hlađenje nema nikakav utjecaj na žilavost, odnosno da isti čelik koji je bio duboko hlađen i koji nije bio duboko hlađen ima otprilike jednaku udarnu radnju loma. To je proturječno zaključku sa prethodne slike i većini literature. Moguće je da su takvi rezultati dobiveni zbog načina popuštanja.

Popuštanje se općenito primarno provodi u svrhu povećanja žilavosti kaljenih čelika. Do povećanja žilavosti dolazi jer se na temperaturama popuštanja omogućava izvjesna difuzija atoma ugljika (niskotemperaturno popuštanje) ili difuzija atoma ugljika, željeza i legirajućih elemenata (visokotemperaturno popuštanje). Posljedica je da u nekim jediničnim ćelijama atom ugljika nalazi povoljnije mjesto te dolazi do sniženja stupnja tetragonalnosti a time i do povećanja žilavosti. Legirni elementi (W,Mo,V..) koji su prisutni kod brzoreznih čelika povećavaju otpornost na popuštanje tako da tvrdoća čelika ne opada tako intenzivno s porastom temperature popuštanja, pogotovo ako je prethodno provedeno duboko hlađenje. Međutim ni žilavost se ne povećava značajnije. To je zorno pokazano na sljedećoj slici 28.



SLIKA 28. Utjecaj temperature popuštanja na tvrdoću i lomnu žilavost čelika HS 6-5-2 (AISI M2, Č7680)[23]

Kod klasične toplinske obrade (kaljenja i visokotemperaturnog popuštanja) žilavost ima svoj maksimum na temperaturi popuštanja oko 500°C, na istoj toj temperaturi ima i minimalnu tvrdoću. Daljnjim porastom temperature popuštanja žilavost se snižuje, a tvrdoća raste. Kad je provedeno duboko hlađenje, porastom temperature popuštanja nema značajnijih promjena ni žilavosti ni tvrdoće. No popuštanje nakon dubokog hlađenja je nužno provesti zbog precipitacije η -karbida odnosno povećanja otpornosti na trošenje.

Može se primijetiti da se na slikama 26 i 27 za iskazivanje žilavosti koristi udarna radnja loma (J), a na slici 28 lomna žilavost ($\text{MPa m}^{1/2}$). Žilavost nema jednoznačno fizikalno objašnjenje i brojčano usporedno iskazivanje (kao primjerice čvrstoća ili modul elastičnosti). To je vrlo kompleksno svojstvo pa je i ispitivanje tog svojstva relativno komplicirano. Nešto se može zaključiti na temelju formule pomoću koje se računa lomna žilavost brzoreznih čelika. Svi parametri navedeni u jednadžbama (2) do (4) utječu na lomnu žilavost.

$$K_{IC} = 1,363 \left(\frac{HRC}{HRC - 53} \right) \left[\sqrt{Ed_p} (f_{carb})^{-\left(\frac{1}{6}\right)} \times (1 + f_{aust}) \right] \left[\text{MPa m}^{\frac{1}{2}} \right] \quad (2)$$

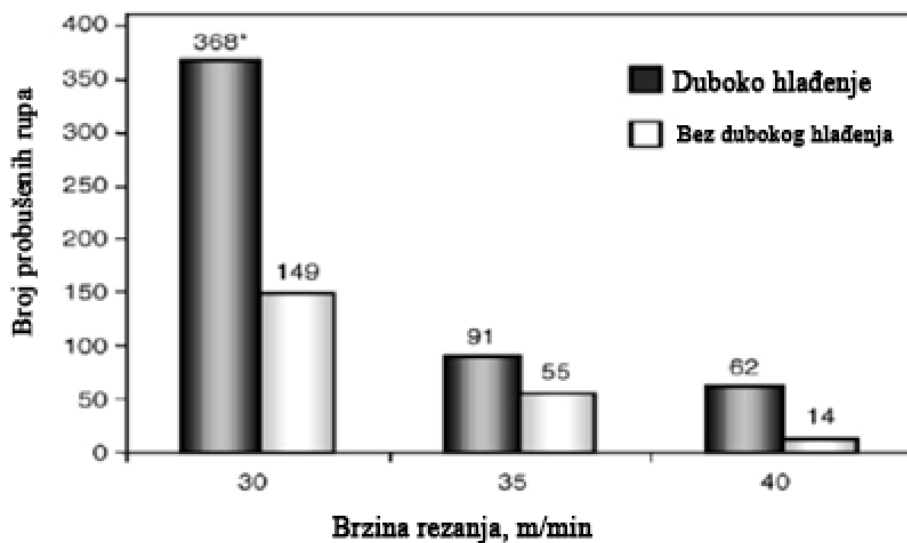
$$d_p = D_p (1 - f_{carb}) \sqrt{\frac{2}{3f_{carb}}} \quad (3)$$

$$f_{carb} = (M_6C + MC) \quad (4)$$

- d_p -udaljenost između čestica karbida
- D_p -srednji promjer karbida (μm)
- E - modul elastičnosti ($2,17 \times 10^5 \text{ MPa}$)
- f_{carb} –volumni udio nerastopljenih čestica eutektičkih karbida(%)
- f_{aust} –volumni udio zaostalog austenita (%)
- HRC Rockwell-C tvrdoća

3.4 Utjecaj dubokog hlađenja na trajnost alata

Obzirom na pozitivan utjecaj dubokog hlađenja na mehanička svojstva, za očekivati je da će imati i pozitivan utjecaj na trajnost alata. Sljedeći primjeri to potvrđuju.



SLIKA 29. Životni vijek svrdla izražen u broju izbušenih rupa prije loma[24]

U ovom primjeru radi se o brzoreznom čeliku AISI M2, koji je bio različito obrađivan, duboko hlađen i konvencionalno toplinski obrađivan. Zatim se ispitivala trajnost alata na način da su se bušile rupe do istrošenosti ili loma alata. Iz dobivenih rezultata se zaključuje da duboko hlađeni alat ima veću trajnost, a koliko je veća ovisit će i o brzini rezanja.

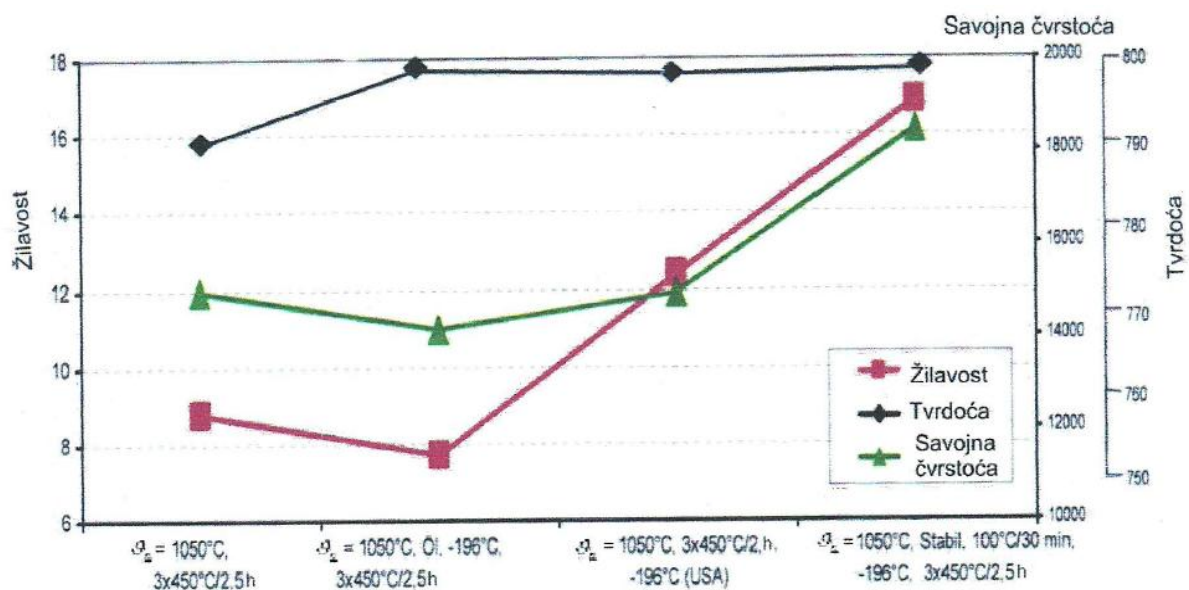
U tablici 11 vidi se utjecaj dubokog hlađenja obzirom na različite materijale. U pred zadnjem stupcu je poboljšanje u postocima obzirom na otpornost prema trošenju ako se provelo pothlađivanje (-79 °C), a u zadnjem ako se provelo duboko hlađenje (-190 °C).

TABLICA 11. Primjeri poboljšanja otpornosti na trošenje različitih materijala obzirom na provedeno pothlađivanje i duboko hlađenje[24]

Oznaka čelika prema Američkim i Njemačkim standardima		Opis	Pothlađivanje (-79 °C)	Duboko hlađenje (-196 °C)
AISI (USA)	DIN (BRD)	Materijali koji pokazuju poboljšanje	U postocima	U postocima
D2	1.2379	Visokouglični/krom čelik	316	817
S7		Silicij alatni čelik	241	503
52100	1.3505	Čelik za ležajeve	195	420
O1	1.2510	Alatni čelik za rad u hladnom stanju	221	418
A10		Uglični alatni čelik	230	264
M1	1.3346	Molibden brzorezni čelik	145	225
H13	1.2344	Alatni čelik za rad u toplom stanju	164	209
M2	1.3341	Volfram/molibden brzorezni čelik	117	203
T1	1.3355	Volfram brzorezni čelik	141	170
CPM 10V		Legirani čelik	94	131
P20	1.2330	Lijevani čelik	123	130
440		Martenzitni nehrđajući čelik	128	121
Materijali koji ne pokazuju značajnije poboljšanje				
430		Feritni nehrđajući čelik	116	119
303	1.4305	Austenitni nehrđajući čelik	105	110
8620	1.6523	Difuzijom površinski otvrdnuti čelik	112	104
C1020	1.0402	Čelik s 0,20%C	97	98
AQS		Sivi lijev	96	97
T2		Volfram brzorezni čelik	72	92

3.5. Utjecaj redoslijeda izvođenja operacija toplinske obrade brzoreznih čelika na mehanička svojstva

Najčešći tijek toplinske obrade (sa dubokim hlađenjem) brzoreznih čelika je: kaljenje, duboko hlađenje i zatim popuštanje (slika 6). No postoje i toplinske obrade gdje je redoslijed izmijenjen, te se na taj način također može utjecati na mehanička svojstva. Jedna od varijanti je da se nakon kaljenja prvo provodi popuštanje, a tek na kraju duboko hlađenje. To je tzv. USA varijanta. Iz slike 30 je očito da se najbolja mehanička svojstva postižu standardnim redoslijedom. U ovom primjeru temperatura austenitizacije je bila 1050°C, zatim je čelik stabiliziran na 100°C 30 min. i na kraju 3×popuštan na 450°C u trajanju od 2,5 h. Iz tablice 12 može se vidjeti kako se različitim toplinskim obradama (i različitim tijekom i različitim parametrima) može utjecati na krajnja mehanička svojstva materijala.

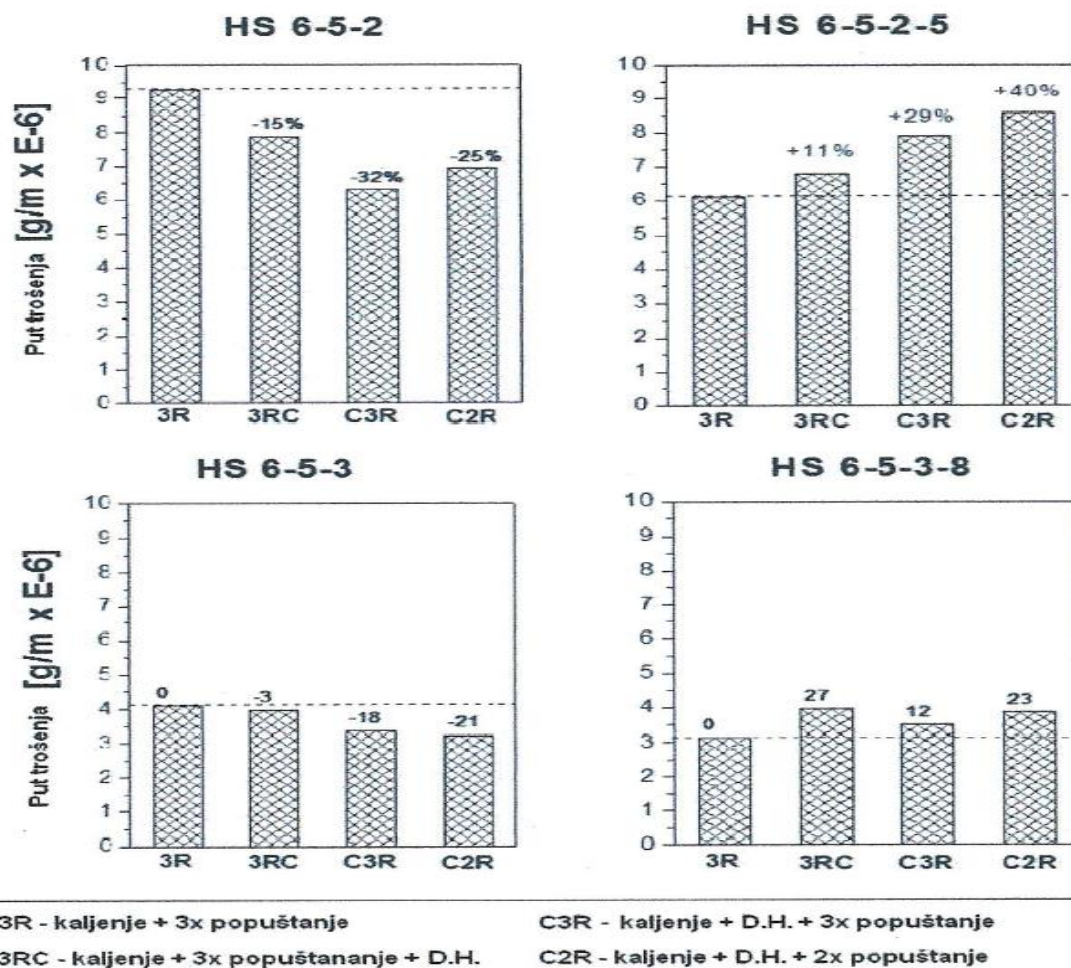


SLIKA 30. Usporedba mehaničkih svojstava čelika K 190 dobivenih klasičnim postupkom toplinske obrade te različitim postupcima dubokog hlađenja[25]

TABLICA 12. Utjecaj različite toplinske obrade na tvrdoću, savojnu čvrstoću i udarnu radnju loma za brzorezne čelike HS 18-0-1 i HS 12-1-5-5, DH- duboko hlađenje, P- popuštanje[21]

Čelik	Toplinska obrada			Tvrdoća pri sobnoj temp.	Tvrdoća pri sobnoj temperaturi nakon ohlađivanja sa navedenih temperatura ("red hardness") (HRC)			Savojna čvrstoća (MPa)	Udarna radnja loma (J/mm ²)
	Austenizacija	Postupak			600°C	610°C	630°C		
				°C	HRC				
HS18-0-1	1280	P 3x560°C		64,0	61,8	60,7	57,8	2628	2,6
	1280	DH -196/24	P 3x560°C	65,1	62,5	61,2	58,0	3091	3,2
	1280	DH -196/48	P 3x560°C	65,3	63,1	61,8	59,4	3116	3,4
	1280	3xDH/ 48h	P 3x560°C	65,8	63,5	62,6	60,3	3282	4,1
	1280	P 3x560°C	DH -196/48	64,3	62,3	61,6	58,6	2875	2,8
HS 12-1-5-5	1250	P 3x560°C		63,7	60,6	57,8	55,7	2583	3,5
	1250	DH -196/24	P 3x560°C	64,8	62,1	57,1	57,5	2630	4,4
	1250	DH -196/48	P 3x560°C	65,0	63,0	59,3	58,0	2673	4,4
	1250	3xDH/ 48h	P 3x560°C	65,4	63,1	61,7	59,5	3096	5,0
	1250	P 3x560°C	DH -196/48	64,3	61,8	58,1	57,3	2611	3,9

Pomoću podatak iz tablice 12 mogu se donijeti određeni zaključci. Prvo, ono što se zaključilo i iz slike 30, a to je da USA varijanta (prvo popuštanje, zatim duboko hlađenje) pokazuje slabije rezultate od standardnog ciklusa izvođenja operacija. Pogotovo se to očituje u padu žilavosti i savojne čvrstoće. Tvrdoća je također manja ali je ta razlika nešto slabije izražena. Zatim nešto što je jasno iz cjelokupnog izlaganja, a to je da toplinska obrada bez dubokog hlađenja pokazuje slabije rezultate. Najzanimljivija je usporedba tri središnje kolone iz tablice. Čelici su nakon kaljenja duboko hlađeni na -196°C/24h zatim su duboko hlađeni na istoj temperaturi 48h i na kraju su 3 puta duboko hlađeni po 48h. U sva tri slučaja naknadno su trostruko popušteni na 560°C. Bez obzira o kojem čeliku se radi, iz tablice se jasno vidi da su sva mehanička svojstva (tvrdoća,"red hardness", savojna čvrstoća, udarna radnja loma) porasla to više što su dulje bili držani na temperaturama dubokog hlađenja. Duljim držanjem na temperaturama dubokog hlađenja dolazi do sve većeg broja mjesta nukleacija, koja pri naknadnom popuštanju rezultiraju precipitacijom veće količine η -karbida u martenzitnoj matrici. A η -karbidi povećavaju tvrdoću i čvrstoću ali i žilavost i otpornost prema trošenju. Međutim sljedeći primjer na slici 31 će pokazati da rezultati nisu uvijek takvi.



SLIKA 31. Utjecaj različitih postupaka toplinske obrade na abrazijsko trošenje različitih brzoreznih čelika[26]

Sa slike 31 je vidljivo da duboko hlađenje neće uvijek poboljšati mehaničko svojstvo, u ovom slučaju otpornost na abrazijsko trošenje. Kod čelika HS 6-5-2 i HS 6-5-3 došlo je do povećanja otpornosti na trošenje i to manje ili više, ovisno o načinu na koji se provodila toplinska obrada sa dubokim hlađenjem. Međutim kod čelika HS 6-5-2-5 i HS 6-5-3-8 nije došlo do poboljšanja, dapače došlo je do pada otpornosti na trošenje. Očito je da se u obzir mora uzeti i kemijski sastav čelika. I na ovom primjeru se pokazalo da ne postoji jedinstveno pravilo za provođenje toplinske obrade već da se za svaki čelik posebno, prema njegovim karakteristikama mora primijeniti odgovarajuća toplinska obrada.

EKSPERIMENTALNI DIO

4. ISPITIVANJE UTJECAJA DUBOKOG HLAĐENJA NA POPUŠTANJE BRZOREZNOG ČELIKA

U teorijskom dijelu rada pokazano je da duboko hlađenje u pravilu poboljšava svojstva brzoreznih čelika, te pozitivno djeluje na otpornost prema trošenju, na tvrdoću i žilavost. Međutim, to se ne može apsolutno tvrditi, jer u nekim primjerima duboko hlađenje nema utjecaja na spomenuta mehanička svojstva. A u nekim slučajevima čak i negativno utječe na određena svojstva, primjerice na abrazijsko trošenje kod nekih brzoreznih čelika. Očito je da se moraju usuglasiti parametri toplinske obrade sa kemijskim sastavom određenog čelika. Parcijalna analiza samo jednog parametra i promjene određenog mehaničkog svojstva kao posljedice promjene tog parametra, vrlo lako može dovesti do pogrešnih zaključaka. Zato je potrebno optimirati sve parametre toplinske obrade. U tom smislu temperatura austenitizacije se pokazuje kao najznačajniji parametar, uz optimalnu provedbu postupka kaljenja.

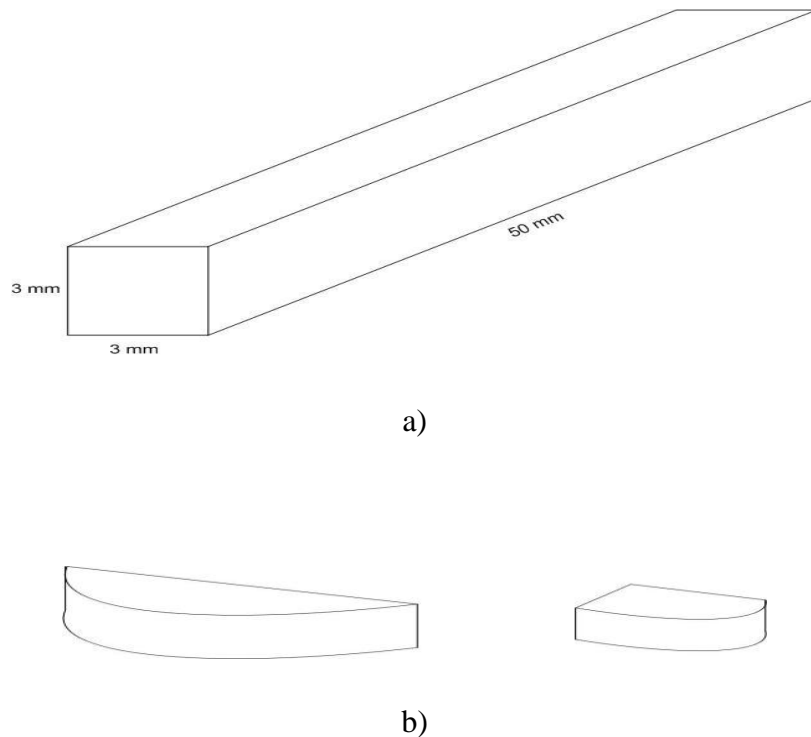
U eksperimentalnom dijelu rada cilj je potvrditi pozitivan utjecaj dubokog hlađenja i detaljno analizirati utjecaj dubokog hlađenja na mikrostrukturne procese pri popuštanju, te utjecaj dubokog hlađenja na otpornost prema popuštanju.

4.1. Plan pokusa

Za izradu ispitnih uzoraka izabran je brzorezni čelik, proizveden metalurgijom praha postupkom HIP (hot isostatic pressing) oznake PM S390 MC. Ovaj čelik proizveden je iz homogenih legirajućih praškova sa najvišim stupnjem čistoće i odgovarajuće granulacije čime se postiglo gotovo izotropno svojstvo dotičnog materijala. U tablici 13 prikazan je kemijski sastav ispitivanog čelika PM S390 MC., na na slici 23 ispitni uzorci. Površina ispitnih uzoraka završno je fino brušena na kvalitetu obrade N5 i polirana brusnim papirom #600.

TABLICA 13. Kemijski sastav ispitivanog čelika PM S390 MC (Böhler)

% C	% Si	% Mn	% Cr	% Mo	% V	% W	% Co	% Fe
1,64	0,60	0,30	4,80	2,00	4,80	10,40	8,00	Ostalo



SLIKA 32. Ispitni uzorci za: a) dilatometriju, b) za ispitivanje tvrdoće i mikrostrukture

4.1.1 Toplinska obrada

Svi ispitni uzorci za dilatometrička, mehanička i mikrostrukturna ispitivanja za izabranu temperaturu austenitizacije su zajedno kaljeni u vakuumskoj peći (tip VFC25, proizvođač Ipsen GmbH, Njemačka) uz sljedeće radne parametre toplinske obrade:

Predgrijavanje: 650 °C/3min, 850 °C/2min, 1050 °C/1min

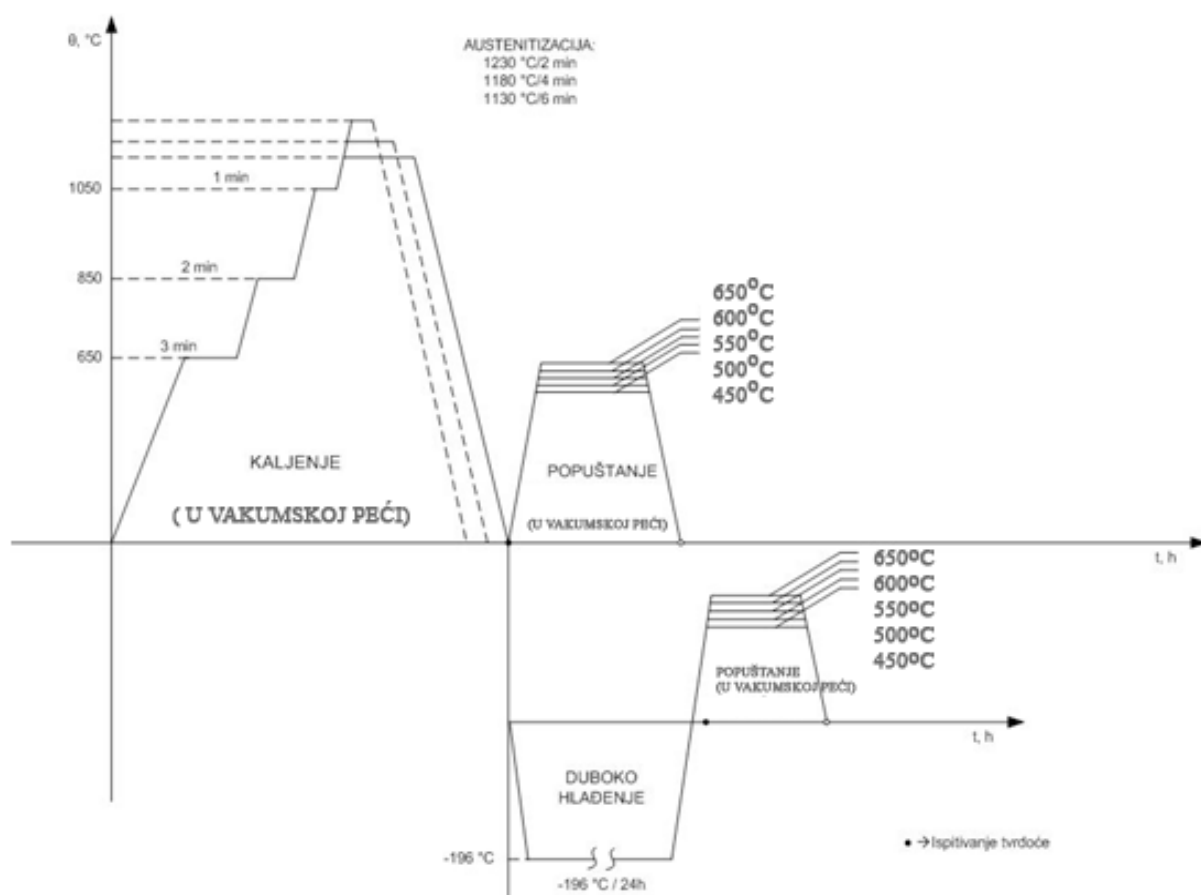
– Austenitizacija na jednoj od sljedećih temperatura:

- 1130 °C/6 min
- 1180 °C/4 min
- 1230 °C/2min

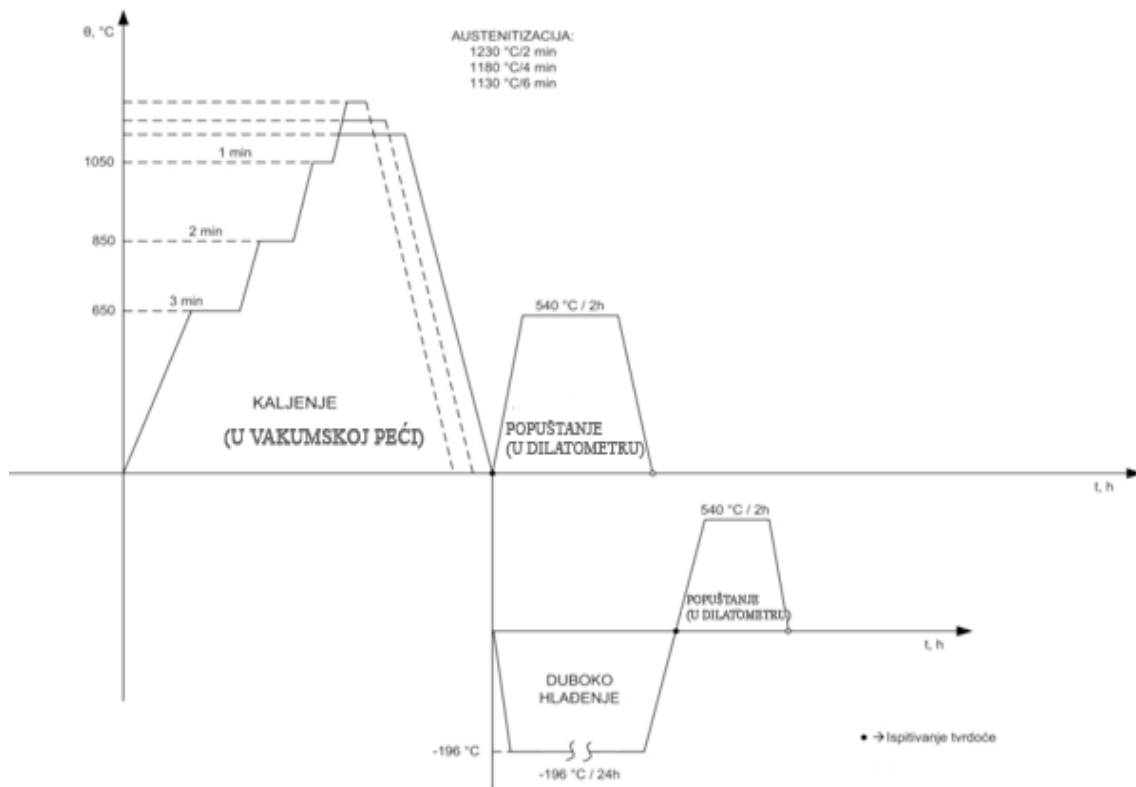
Gašenje: tehnički čisti dušik uz cirkulaciju ventilatorom bez nadpritiska

Duboko hlađenje: tekući dušik na -196 °C/24h

Na svaku izabranu temperatura austenitizacije kaljena su dva uzorka. Nakon kaljenja dio ispitnih uzoraka za ispitivanje tvrdoće i analizu mikrostrukture je popuštan prema parametrima navedenim u tablici 14, a drugi dio je prije popuštanja duboko hlađen u tekućem dušiku na $-196^{\circ}\text{C}/24\text{h}$ i potom popuštan. Uzorci čija je temperatura austenitizacije bila 1130°C popušteni su na dvije različite temperature: na $520^{\circ}\text{C}/2\text{h}$ i na $540^{\circ}\text{C}/2\text{h}$. Ostali uzorci popušteni su na $540^{\circ}\text{C}/2\text{h}$. Dio ispitnih uzoraka za dilatometričku analizu je također duboko hlađen u tekućem dušiku na $-196^{\circ}\text{C}/24\text{h}$, a dio je odmah popuštan u dilatometru (slika 34). Duboko hlađeni ispitni uzorci također su poslije dubokog hlađenja popušteni u dilatometru. Tablica 14 prikazuje oznake ispitnih uzoraka za sva provedena ispitivanja i tijekom njihove toplinske obrade. Dijagrami postupka kaljenja i popuštanja svih ispitnih uzoraka navedeni su na slikama 33 i 34.



SLIKA 33. Dijagram toplinske obrade ispitnih uzoraka za snimanje dijagrama popuštanja čelika PMS390 MC



SLIKA 34. Dijagram toplinske obrade ispitnih uzoraka za snimanje dilatometričkih krivulja čelika PMS390 MC

TABLICA 14. Oznake ispitnih uzoraka, njihova toplinska obrada i provedena ispitivanja

Oznaka uzorka	Toplinska obrada			Provedena ispitivanja				
	Predgrijavanje	Austenitizacija	Duboko hlađenje	Popuštanje	Dilatometrička ispitivanja	Ispitivanja otpornosti na popuštanje	Mikrostrukturna ispitivanja	
A1*		1130 °C/6 min		520 °C/2h	+	–	–	
A2*		1130 °C/6 min	- 196°C/24 h	520 °C/2h	+	–	–	
A1		1130 °C/6 min		540 °C/2h	+	–	–	
A2		1130 °C/6 min	- 196°C/24 h	540 °C/2h	+	–	–	
B1		1180 °C/4 min		540 °C/2h	+	–	–	
B2		1180 °C/4 min	- 196°C/24 h	540 °C/2h	+	–	–	
C1		1230 °C/2 min		540 °C/2h	+	–	–	
C2		1230 °C/2 min	- 196°C/24 h	540 °C/2h	+	–	–	
1.A		1130 °C/6 min			–	+	–	
1.AA		1130 °C/6 min		450 °C/2h	–	+	–	
1.AB		1130 °C/6 min		500 °C/2h	–	+	–	
1.AC		1130 °C/6 min		550 °C/2h	–	+	+	
1.AD		1130 °C/6 min		600 °C/2h	–	+	–	
1.AE		1130 °C/6 min		650 °C/2h	–	+	–	
1.B		1130 °C/6 min	- 196°C/24 h		–	+	–	
1.BA	650 °C/3 min, 850 °C/2 min, 1050 °C/1 min	1130 °C/6 min	- 196°C/24 h	450 °C/2h	–	+	–	
1.BB		1130 °C/6 min	- 196°C/24 h	500 °C/2h	–	+	–	
1.BC		1130 °C/6 min	- 196°C/24 h	550 °C/2h	–	+	+	
1.BD		1130 °C/6 min	- 196°C/24 h	600 °C/2h	–	+	–	
1.BE		1130 °C/6 min	- 196°C/24 h	650 °C/2h	–	+	–	
2.A		1180 °C/4 min				–	+	–
2.AA		1180 °C/4 min		450 °C/2h		–	+	–
2.AB		1180 °C/4 min		500 °C/2h		–	+	–
2.AC		1180 °C/4 min		550 °C/2h		–	+	–
2.AD		1180 °C/4 min		600 °C/2h		–	+	–
2.AE		1180 °C/4 min		650 °C/2h		–	+	–
2.B		1180 °C/4 min	- 196°C/24 h			–	+	–
2.BA		1180 °C/4 min	- 196°C/24 h	450 °C/2h		–	+	–
2.BB		1180 °C/4 min	- 196°C/24 h	500 °C/2h		–	+	–
2.BC		1180 °C/4 min	- 196°C/24 h	550 °C/2h		–	+	–
2.BD		1180 °C/4 min	- 196°C/24 h	600 °C/2h		–	+	–
2.BE		1180 °C/4 min	- 196°C/24 h	650 °C/2h		–	+	–
3.A			1230 °C/2 min			–	+	–
3.AA		1230 °C/2 min		450 °C/2h	–	+	–	
3.AB		1230 °C/2 min		500 °C/2h	–	+	–	
3.AC		1230 °C/2 min		550 °C/2h	–	+	+	
3.AD		1230 °C/2 min		600 °C/2h	–	+	–	
3.AE		1230 °C/2 min		650 °C/2h	–	+	–	
3.B		1230 °C/2 min	- 196°C/24 h		–	+	–	
3.BA		1230 °C/2 min	- 196°C/24 h	450 °C/2h	–	+	–	
3.BB		1230 °C/2 min	- 196°C/24 h	500 °C/2h	–	+	–	
3.BC		1230 °C/2 min	- 196°C/24 h	550 °C/2h	–	+	+	
3.BD		1230 °C/2 min	- 196°C/24 h	600 °C/2h	–	+	–	
3.BE		1230 °C/2 min	- 196°C/24 h	650 °C/2h	–	+	–	

4.1.2 Dilatometrička ispitivanja

Dilatometrija je metoda toplinske analize materijala. Ona u osnovi predstavlja određivanje promjene dimenzija ispitnog uzorka u ovisnosti o temperaturi. Kod čvrstih uzoraka u pravilu se misli na jednu dimenziju i aproksimativno se za najveći interval promjene temperature promjena dužine ispitnog uzorka određuje prema jednadžbi (5) i (6):

$$l = l_0(1 + \alpha(T - 273,16)) \quad (5)$$

$$\alpha = \frac{l}{l_0} \left(\frac{\Delta l}{\Delta T} \right) \quad (6)$$

l – dužina uzorka na temperaturi T , izraženo u (K)

l_0 – dužina uzorka na temperaturi 273,16 K

α – linearni koeficijent temperaturnog širenja ispitivanog materijala

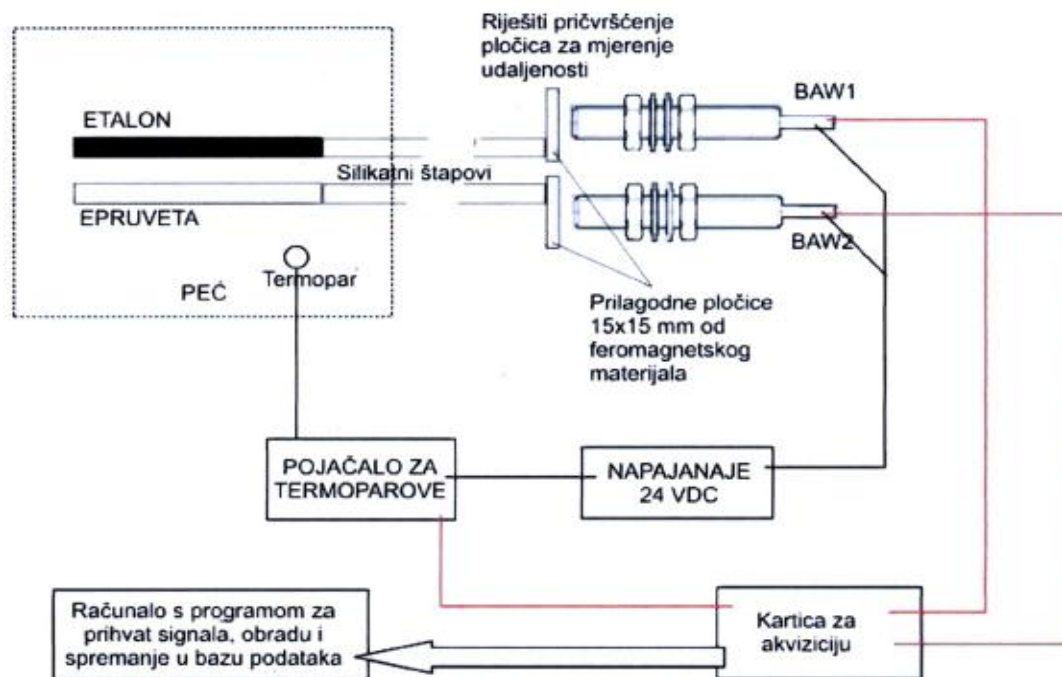
Na snimljenu krivulju dilatacije može se postaviti tangenta čiji koeficijent nagiba odgovara koeficijentu toplinskog širenja materijal. Međutim, ako u ispitivanom temperaturnom intervalu postoji fazni prijelaz, ovisnost dilatacije o temperaturi postaje nelinearna, odnosno pojavljuje se nagla promjena tijekom krivulje dilatacije. Analizom ovog efekta moguće je izvući zaključke o temperaturi mikrostrukturne fazne pretvorbi, a usporednim praćenje tvrdoće i naknadnom mikrostrukturnom analizom ispitnog uzorka mogu se kvalitativno i kvantitativno pratiti mikrostrukturne fazne pretvorbe.

Za provedbu dilatometričkih mjerenja u radu primijenjen je modernizirani dilatometar tipa Chevenard (slika 36) proizvodnje ADAMEL- Pariz. Uređaj se sastoji od tri glavna dijela:

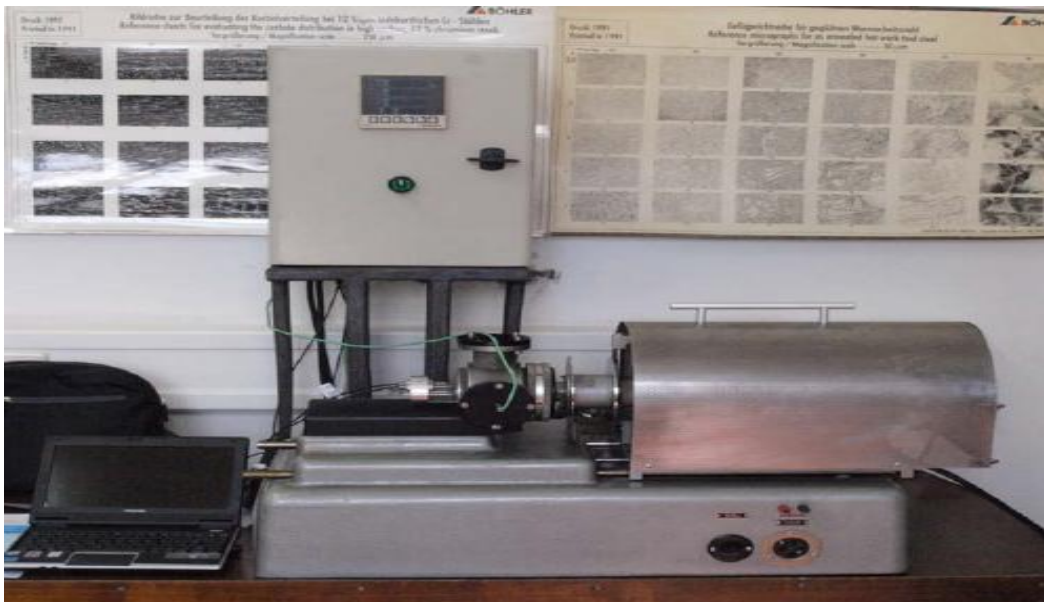
- peći za zagrijavanje
- dilatometričke glave
- računala

Pomoću peći i regulatora može se ostvariti zadana brzina grijanja. Najvažniji dio dilatometra je dilatometrička glava. Sastoji se od aluminijskog nosivog dijela te četiri šipke koje nose dvije pločice. Te pločice, izrađene od feromagnetičnog materijala (zbog senzora) se naslanjaju na silitne štapove koji su u kontaktu s uzorcima na nosaču u peći i prenose pomake do senzora. Na nosač su pomoću matica pričvršćena dva indukcijska mjerača pomaka –

BAW. Mjerači su preko kartice za akviziciju podataka spojeni na računalo, gdje se svi podaci mogu bilježiti u odabranim intervalima vremena ili temperature.



SLIKA 35. Shematski prikaz rada dilatometra[29]



SLIKA 36. Dilatometar Chevenard[29]

4.1.3 Ispitivanja otpornosti na popuštanje

Otpornost prema popuštanju je bitan zahtjev za alate koji rade pri visokim temperaturama ili za alate kod kojih se u radu razvijaju visoke temperature, npr. visokooterećeni rezni alati. Za takve alate, a brzorezni čelici se koriste upravo za takve alate, to će biti primarno svojstvo. U užem smislu otpornost na popuštanje iskazuje se preko razlike vrijednosti tvrdoće nakon kaljenja i tvrdoće nakon popuštanja pri određenoj temperaturi ('tzv. dekrement tvrdoće'): $\Delta HRC = HRC_{200} - HRC_{Tx}$. Ovakva definicija otpornosti na popuštanje je prihvatljiva i uobičajena kod čelika za hladni rad.[1]

Za čelike za rad pri povišenim radnim temperaturama (alatni čelici za topli rad, brzorezni čelici) treba proširiti pristup, jer je kod njih važno kako će se ponašati pri povišenim radnim temperaturama, a ne nakon ohlađenja s tih temperatura. Prema tome, pod otpornošću prema popuštanju u širem smislu treba podrazumijevati [3]:

- R_m , R_e , HV, KV pri povišenim temperaturama
- otpornost prema trošenju pri povišenim temperaturama
- otpornost prema oksidaciji pri povišenim temperaturama
- otpornost prema promjeni mjera pri povišenim temperaturama
- otpornost prema toplinskom umoru

Svi čelici imaju pri povišenim temperaturama više ili manje (ovisno o vrsti i stupnju legiranosti) niže R_m , R_e i HV nego pri 20°C, dok im je žilavost u pravilu viša. Provedenim ispitivanjima prema planu pokusa dobit će se krivulje popuštanja prema kojima će se moć donesti određeni zaključci o utjecaju dubokog hlađenja na otpornost prema popuštanju.

Tvrdoća ispitnih uzoraka kaljenih i popuštanjih u vakuumskoj peći ispitana je metodom Rockwell C, u kaljenom stanju, nakon dubokog hlađenja i nakon popuštanja. Provedeno je 5 ispitivanja tvrdoće i u dijagramima popuštanja prikazana je srednja vrijednost i raspon odstupanja tvrdoće.

4.1.4 Mikrostrukturna ispitivanja

Mikrostruktura se snimala na uzorcima koji su se koristili u dilatometričkim ispitivanjima. I to na uzorcima 1AC, 1BC, 3AC i 3BC (tablica 9). Za snimanje i analizu mikrostrukture korišteni su svjetlosni mikroskop OLYMPUS GX 51 i pretražni elektronski mikroskop (SEM- engl. scanning electron microscope) Tescon Vega TS 5136 LS uz energetske disperzivni spektrometar (EDS- engl. energy dispersive x-ray spectroscopy). Ispitivanja su provedena na Zavodu za materijale Fakulteta strojarstva i brodogradnje u Zagrebu. Cilj svake mikroskopije je dobiti povećanu sliku predmeta. Osim povećanja, parametri koji su važni za kvalitetu slike jesu: rezolucija i dubinska oštrina. Obzirom na sva tri parametra, elektronski mikroskop ima puno veće mogućnosti od svjetlosnog mikroskopa. Umjesto zraka vidljive svjetlosti, elektronski mikroskop koristi snop elektrona. Mala valna duljina elektrona omogućuje velika povećanja i visoke rezolucije elektronskog mikroskopa. Prema tome stvaraju li sliku elektroni koji prolaze kroz uzorak ili pak oni koji se odbijaju od njegove površine, razlikuju se transmisijski i pretražni elektronski mikroskopi (TEM i SEM). Pretražni elektronski mikroskop (SEM) koristi fokusirani snop elektrona visoke energije koji sustavno prelazi preko površine uzoraka (pretražuje). Pri tom međudjelovanju s uzorkom nastaju sekundarni elektroni nižih energija koji se detektiraju i prikazuju na ekranu. EDS analizom detektiraju se različite valne duljine pomoću kojih se mogu utvrditi prisutni kemijski elementi[31].



SLIKA 37. Elektronski mikroskop[32]

Priprema ispitnih uzoraka sastojala se od ulijevanja odnosno kapsuliranja uzoraka, brušenja, poliranja i nagrivanja uzoraka. Prvo se brusilo brusnim papirom P120 (106 μ m) brzinom 300 o/min i potisnom silom od 250 N. Za hlađenje se koristila voda. Poliralo se sa tri podloge (Struers "DP- pan") različite granulacije (9 μ m, 6 μ m i 1 μ m) različitim vremenima poliranja (5 min, 4 min, 3 min). Brzina poliranja (150 o/min) i tekućina za hlađenje (Struers "DP- lubricant blue") bile su jednake. U završnom poliranju (1 min) koristila se posebna podloga (Struers "OP- Chen") i posebna tekućina za hlađenje (Struers "OP- V"). Na kraju su uzorci nagriveni 3%-tnim NITAL-om (3%-tna otopina dušične kiseline u etilnom alkoholu).

5. REZULTATI ISPITIVANJA I DISKUSIJA REZULTATA

5.1 Dilatometrička analiza popuštanja čelika PM S390MC

Rezultati dilatometričkih ispitivanja: dilatacija ispitnog uzorka (dimenzije) na temperaturi popuštanja 540⁰C i nakon hlađenja uzorka u dilatometru (30 min) na 20⁰C prikazani su u tablici 11 zajedno s rezultatima ispitivanja tvrdoće prije i nakon popuštanja u dilatometru.

Obzirom na temperature austenitizacije, tvrdoća ispitnih uzoraka koji nisu duboko hlađeni, prije popuštanja je najveća kod uzorka koji je bio gašen s najniže temperature austenitizacije (1130 °C), a najmanja je tvrdoća uzorka koji je bio austenitiziran na najvećoj temperaturi (1230 °C). Međutim te razlike su vrlo male (manje od 1 HRC) i nalaze se unutar dozvoljenih odstupanja mjerenja metode Rockwell C. Kod svih uzoraka koji nisu duboko hlađeni došlo je do značajnijeg porasta tvrdoće nakon popuštanja u rasponu od 0,5 do 2,3 HRC-a, ovisno o temperaturi austenitizacije. Kod uzoraka koji su gašeni s viših temperatura austenitizacije porast je bio veći. Jer oni u mikrostrukturi imaju više zaostalog austenita (A_z), koji tijekom popuštanja prelazi u martenzit. Razlog povećanju tvrdoće je pretvorba $A_z \rightarrow M$ odnosno pojava sekundarnog otvrdnuća.

Uzorci sa istih temperatura austenitizacije koji su bili duboko hlađeni, imaju veću tvrdoću prije popuštanja od uzoraka koji nisu duboko hlađeni. Takvi uzorci imaju manje zaostalog austenita, a više martenzita nastalog gašenjem i dubokim hlađenjem. Ta razlika je najizraženija kod uzoraka koji su austenitizirani na 1180 °C i iznosi 2,7 HRC-a. I kod duboko hlađenih uzoraka tvrdoća nakon popuštanja raste u odnosu na tvrdoću prije popuštanja, osim u slučaju uzorka koji je gašen sa 1180 °C, kod njega se tvrdoća smanjila. Razlika u tvrdoći između duboko hlađenih uzoraka i onih koji nisu, je veća prije popuštanja nego nakon popuštanja. Razlog tome je sekundarno otvrdnuće koje nije u tolikoj mjeri prisutno kod duboko hlađenih uzoraka, pa se nakon popuštanja uzorci koji nisu duboko hlađeni "približe" duboko hlađenim uzorcima obzirom na tvrdoću. Uspoređujući razlike između tvrdoća duboko hlađenih i samo gašenih uzoraka nakon popuštanja ne prepoznaje se nekakvo pravilo. Ovisno o temperaturi austenitizacije veća će bit tvrdoća duboko hlađenih uzoraka (1230 °C), odnosno samo gašenih uzoraka (1180 °C) i tvrdoće će bit jednake (1130 °C). Te razlike u tvrdoći koje se mogu uočiti su male, iznose do 1 HRC. Najveću tvrdoću nakon popuštanja ima uzorak koji je austenitiziran na 1230 °C, gašen i zatim duboko hlađen. Njegova tvrdoća je 70,3 HRC.

TABLICA 15. Rezultati ispitivanja dilatacije za čelik PM S390MC

TOPLINSKA OBRADA		OZNAKA EPRUVETE	DILATACIJA μm		TVRDOĆA (HRC)	
ϑ_a	STANJE		Δl na 540°C (520 °C)	Δl na 20°C	PRIJE POPUŠTANJA	NAKON POPUŠTANJA
1130 °C	Gašeno	A1*	297*	36	67,6	68,7
	Gašeno + D.H.	A2*	249*	- 34	68,0	69,4
	Gašeno	A1	314	51	67,6	68,3
	Gašeno + D.H.	A2	273	-25	68,0	68,3
1180 °C	Gašeno	B1	333	85	67,3	69,60
	Gašeno + D.H.	B2	278	-21	70,1	69,40
1230 °C	Gašeno	C1	347	113	67,1	69,4
	Gašeno + D.H.	C2	283	0	68,9	70,3

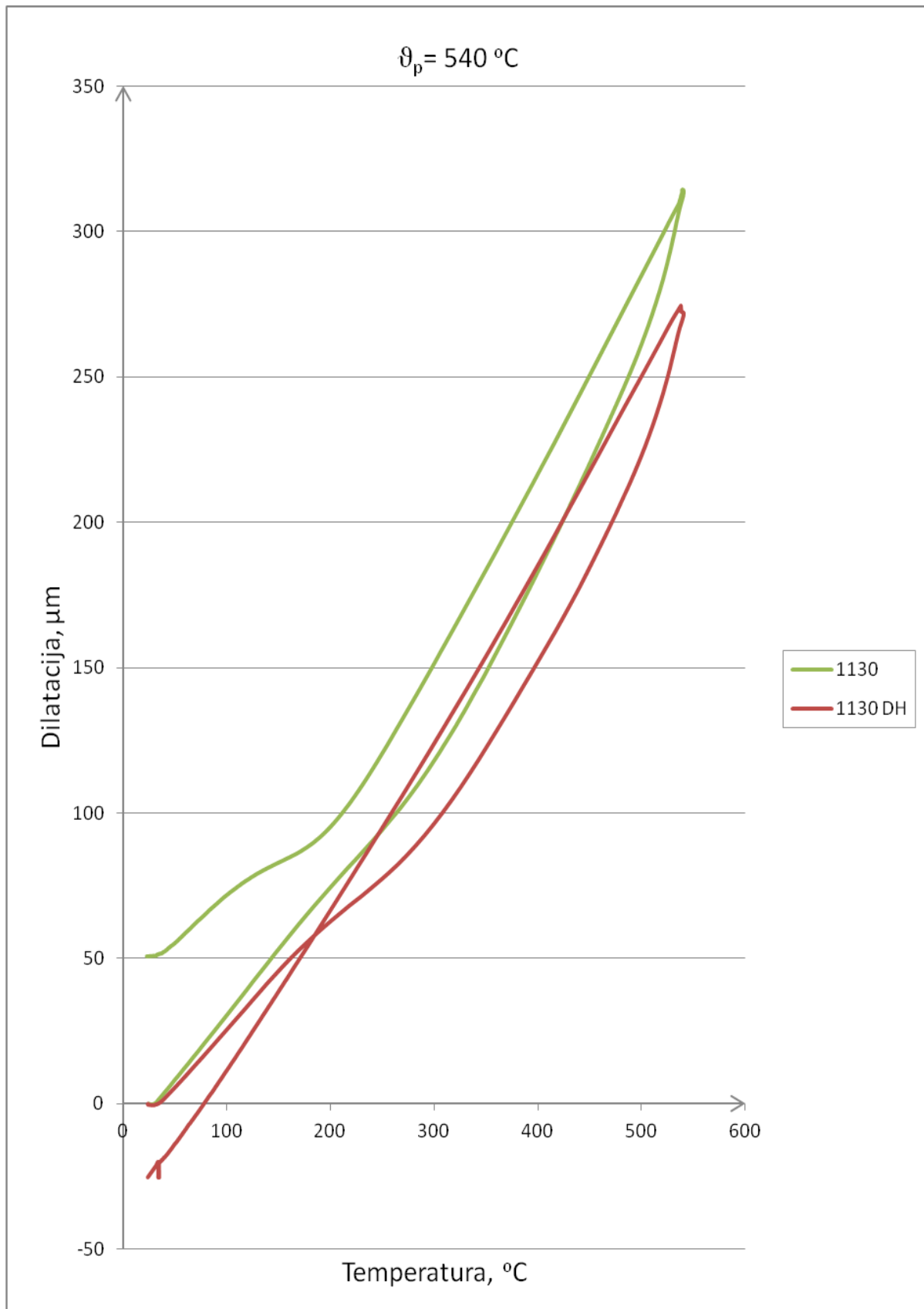
* Kod uzoraka označenih zvjezdicom temperatura popuštanja je bila 520 °C. To znači da su vrijednosti max. produljenja, produljenja na toj temperaturi. Kod ostalih uzoraka temperatura popuštanja je bila 540 °C

Na dilatogramima (slike od 38 do 44) su prikazane krivulje dilatacije ispitnih uzoraka toplinski obrađenih prema planu pokusa iz tablice 14. Na ordinati dilatograma je prikazana promjena duljine ispitnog uzorka izražena u mikrometrima, a na apscisa je temperatura izmjerena u dilatometru.

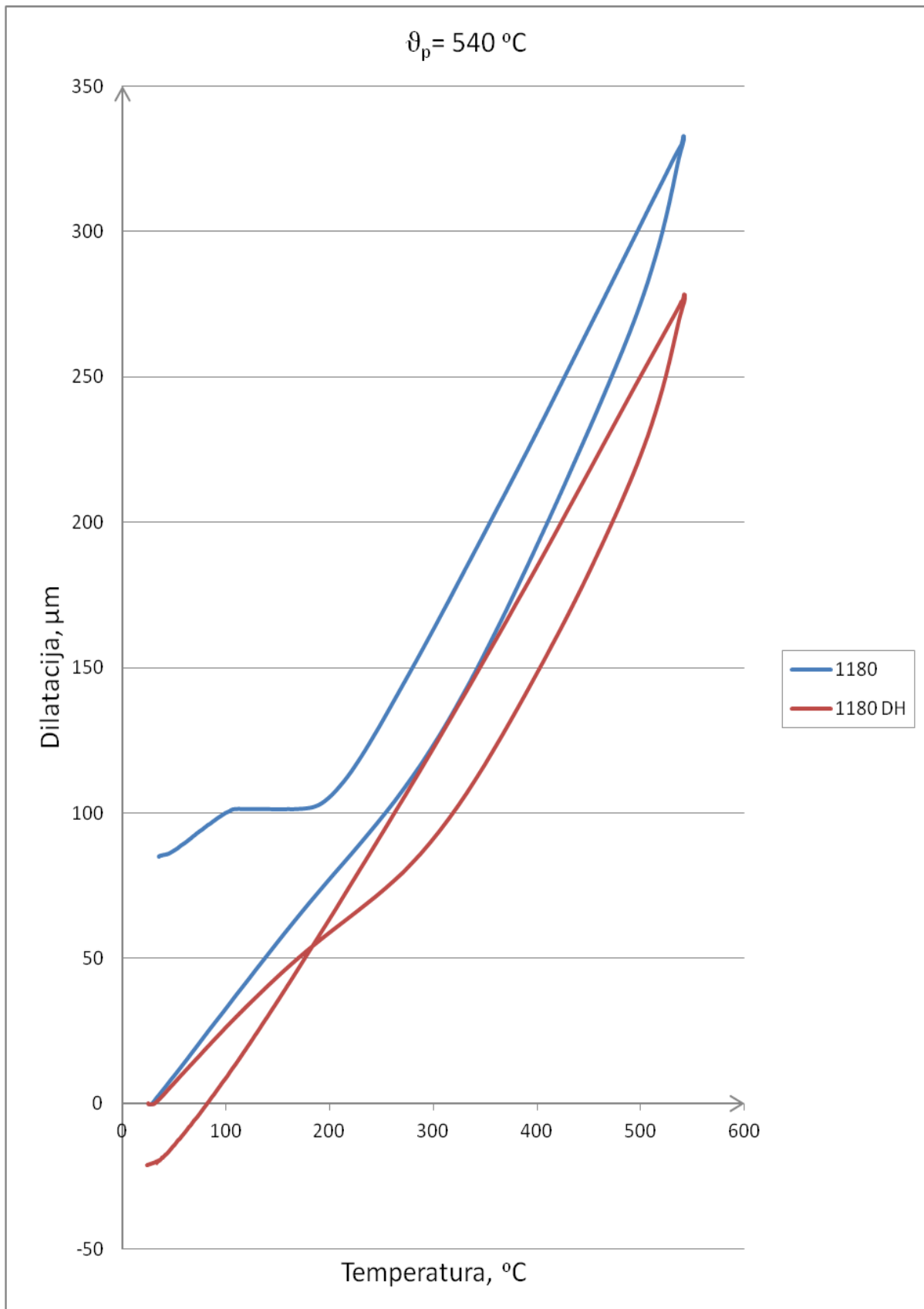
U teoretskom dijelu detaljno su opisane mikrostrukturne promjene tijekom popuštanja. Opisane promjene mogu se uočiti na snimljenim dilatogramima. Prateći tijek dilatometričkih krivulja (od ishodišne točke: sobna temperatura, 20 °C, dilatacija 0 μm) na temperaturi oko 150 °C primjećuje se promjena tijekom krivulje. U intervalu od 150 °C do

300°C nagib krivulje prema osi apscisa je blaži, što znači da je produljenje u tom intervalu manje intenzivno. Ta promjena je uočljivija (izraženija) kod uzoraka koji su bili duboko hlađeni. Uzrok ovoj promjeni je popuštanje primarnog martenzita. Kako je količina primarnog martenzita značajno veća u duboko hlađenim uzorcima i ova promjena tijekom dilatometričke krivulje je značajno izraženija kod tih uzoraka. Sljedeća promjena uočava se na temperaturi oko 300 °C , od tog trenutka tangenta na dilatometričku krivulju postaje strmija u odnosu na os apscisu, odnosno produljenje postaje intenzivnije. Do ovog trenutka završen je proces popuštanja primarnog martenzita (M'). U posljednjoj fazi ugrijavanja, dilatometrička krivulja postaje još strmija i u toj fazi je najintenzivnije produljenje u odnosu na porast temperature. To počinje na temperaturi oko 450 °C kad nastupa značajnije izlučivanje legiranih karbida popuštanja. Tijekom hlađenja, dilatometričke krivulje imaju linearan tijek sve do oko 100 °C kada se uočava promjena tijekom krivulje kao posljedica pretvorbe $A_z \rightarrow M''$. Ova pojava uočljiva je samo kod ispitnih uzoraka koji nisu duboko hlađeni, budući u mikrostrukturi duboko hlađenih uzoraka ima vrlo malo zaostalog austenita, pa je i pretvorbe $A_z \rightarrow M''$ manje intenzivna. Završetak dilatometričkih krivulja na sobnoj temperaturi (20°C) pokazuje stabilizaciju zaostalog austenita.

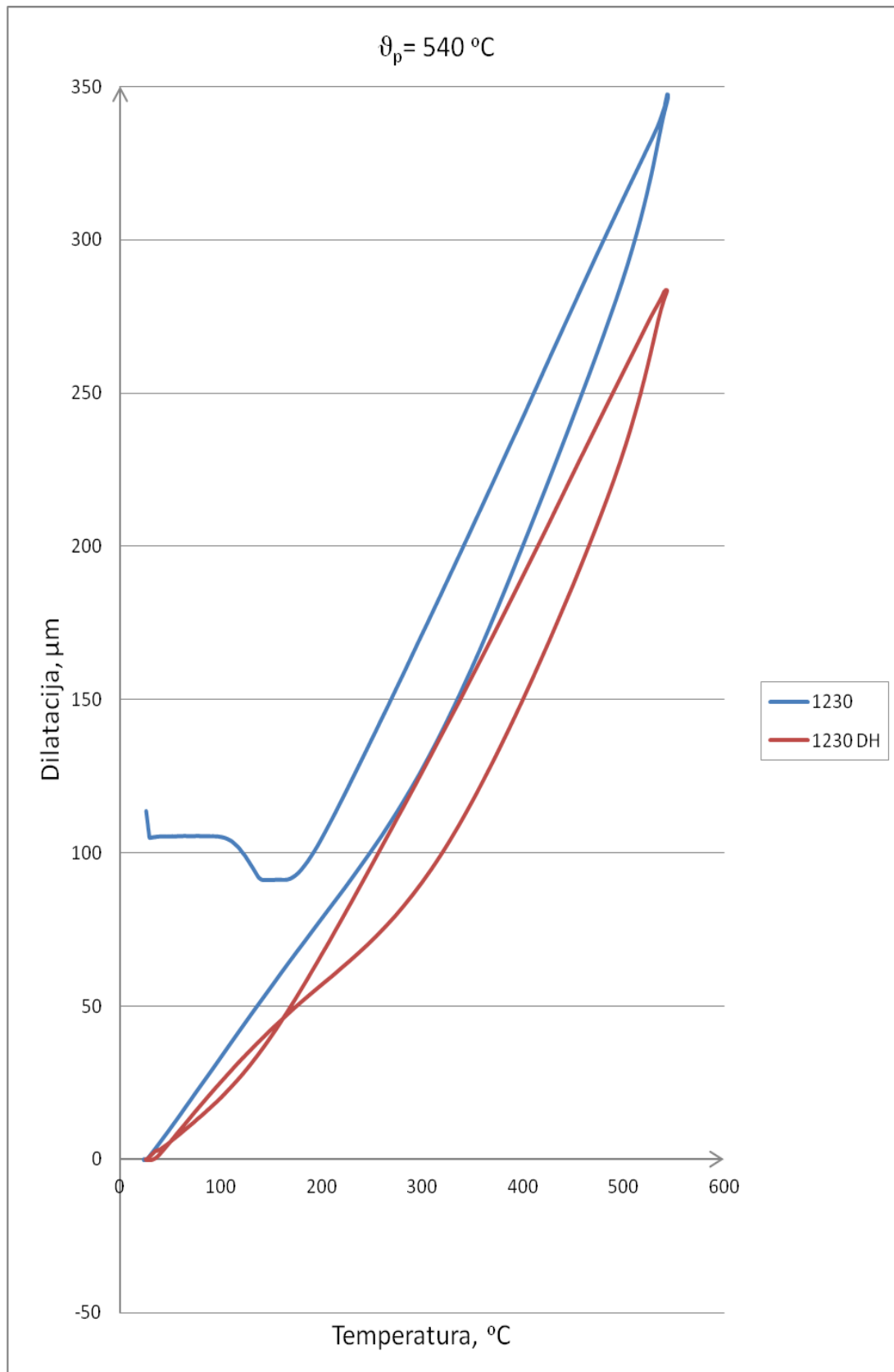
Iz tablice 15 se uočava veće produljenje (maksimalno produljenje na završnoj temperaturi popuštanja i završno produljenje na sobnoj temperaturi) kod samo gašenih ispitnih uzoraka u usporedbi s uzorcima koji su bili gašeni i duboko hlađeni, bez obzira na temperaturu austenitizacije. To je posljedica veće količine zaostalog austenita u ispitnim uzorcima u kaljenom stanju (bez dubokog hlađenja), pa je kod njih i pretvorba $A_z \rightarrow M''$ izraženija, odnosno u mikrostrukturi se očekuje veći udjel sekundarnog martenzita (M''). Sekundarni martenzit ima veći stupanj tetragonalnosti (c/a) što znači da je kristalna rešetka više distordirana i da ima veći volumen od popušenog martenzita.



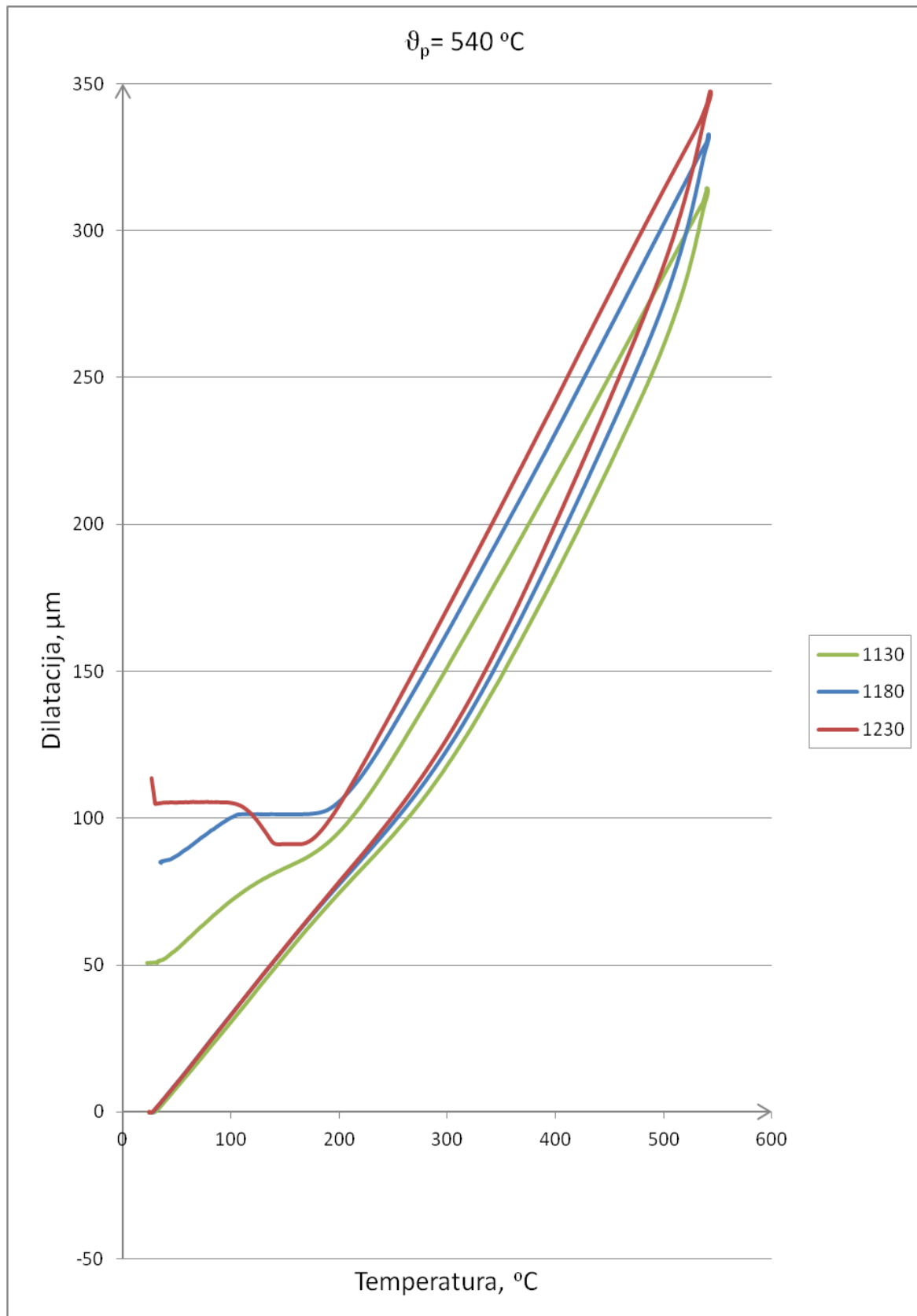
SLIKA 38. Dilatogram popuštanja za ispitne uzorke od čelika PM S390MC gašenih s temperature austenitizacije 1130 $^{\circ}\text{C}$ u struji dušika



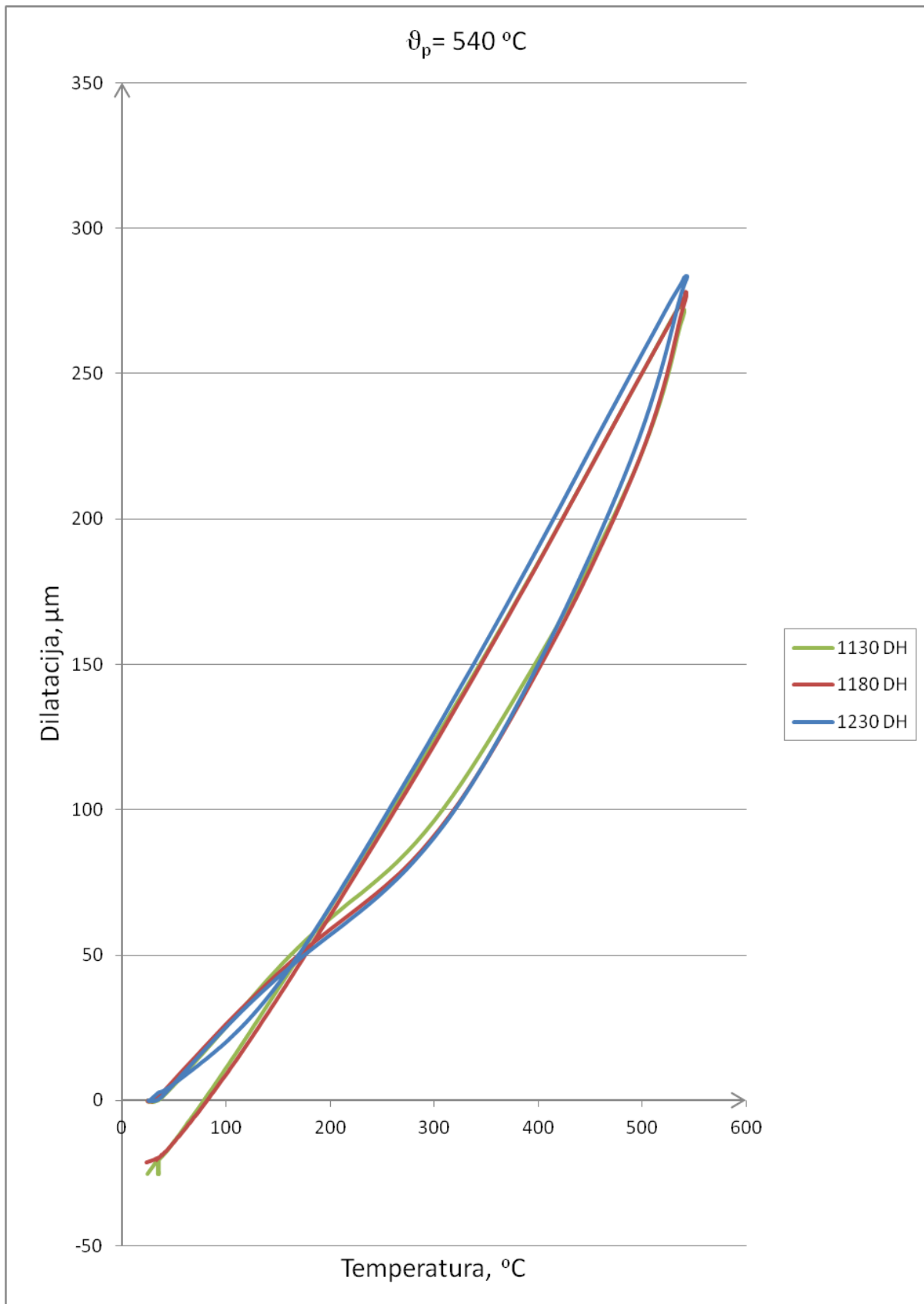
SLIKA 39. Dilatogram popuštanja za ispitne uzorke od čelika PM S390MC gašenih s temperature austenitizacije 1180 °C u struji dušika



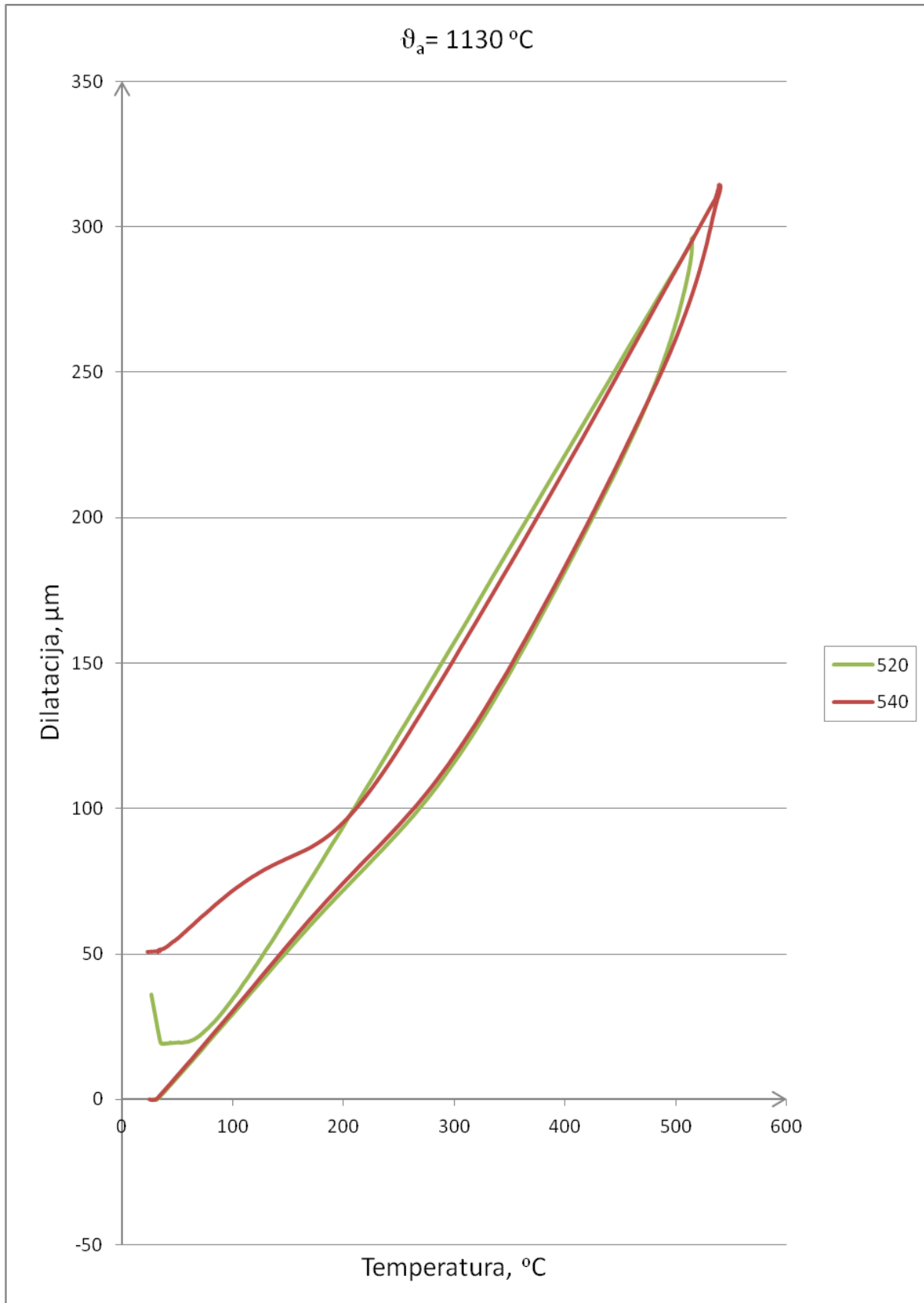
SLIKA 40. Dilatogram popuštanja za ispitne uzorke od čelika PM S390MC gašenih s temperature austenitizacije 1230 $^{\circ}\text{C}$ u struji dušika



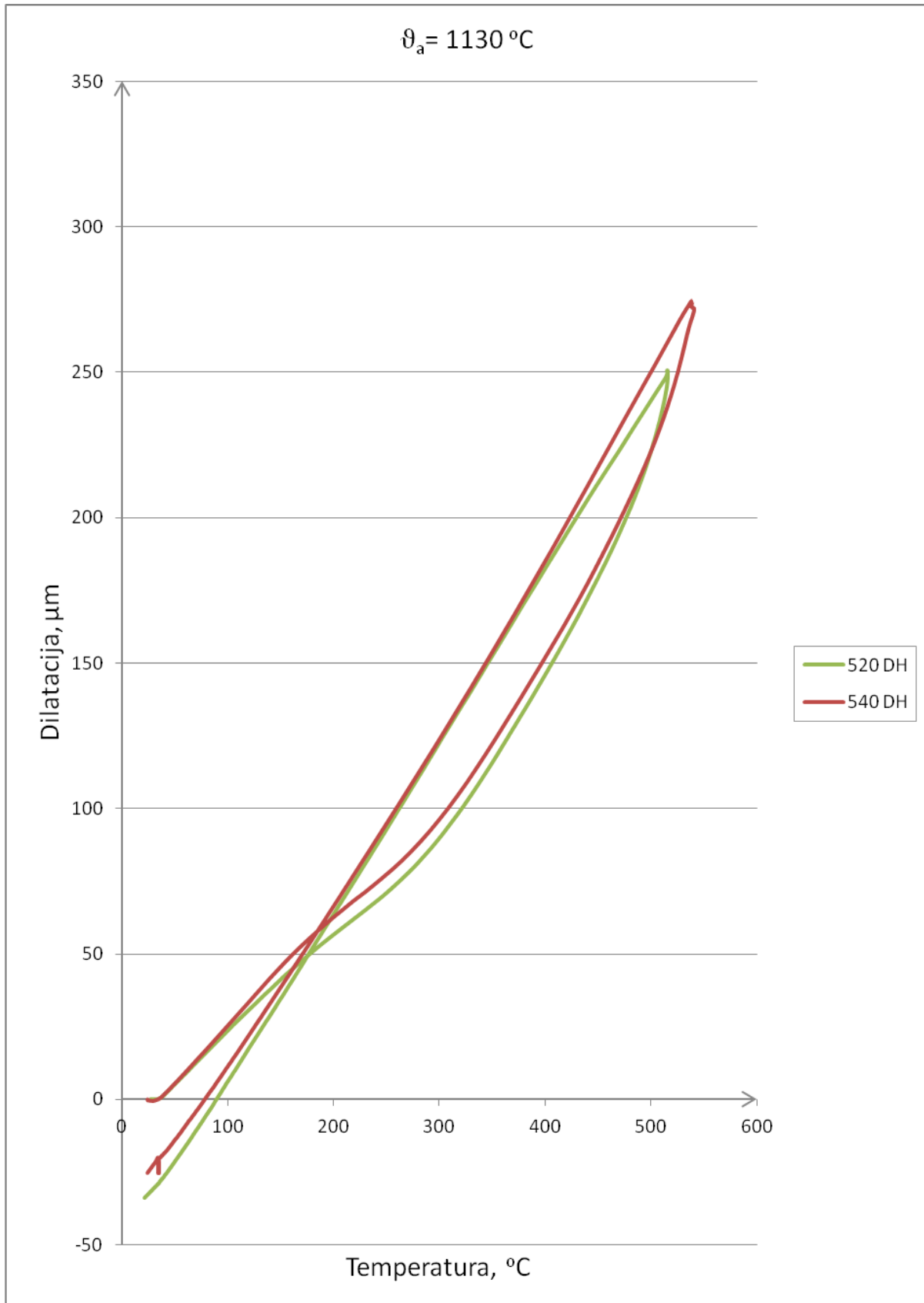
SLIKA 41. Dilatogram popuštanja za kaljene ispitne uzorke od čelika PM S390MC gašene u struji dušika s tri različite temperature austenitizacije



SLIKA 42. Dilatogram popuštanja za duboko hladene ispitne uzorke od čelika PM S390MC gašene u struji dušika s tri različite temperature austenitizacije



SLIKA 43. Dilatogram popuštanja kaljenih ispitnih uzoraka za dvije različite temperature popuštanja.



SLIKA 44. Dilatogram popuštanja duboko hlađenih ispitnih uzoraka za dvije različite temperature popuštanja.

Uspoređujući ispitne uzorke gašene s različitim temperaturama austenitizacije (slike 41, 42), uočava se da će oni uzorci koji su bili gašeni sa veće temperature austenitizacije imati i veće produljenje. Razlog je to što će se na višim temperaturama austenitizacije rastvoriti više karbida pa će takvi uzorci imati više zaostalog austenita nakon gašenja. Zaostali austenit popuštanjem prelazi u martenzit što za posljedicu ima povećanje volumena odnosno produljenje uzorka. Te razlike su manje izražene (krivulje se gotovo poklapaju) kod duboko hlađenih uzoraka budući oni prije popuštanja imaju vrlo malo zaostalog austenita u mikrostrukturi.

Ako se uspoređuju uzorci koji su se popuštali na različitim temperaturama, jasno je da će manja produljenja biti kod uzoraka koji su popušteni na nižim temperaturama budući je ranije prekinuto dovođenje topline. To za posljedicu ima nižu M_s temperaturu, a samim time i slabiju pretvorbu $A_z \rightarrow M''$.

Kod duboko hlađenih uzoraka dilatacija na sobnoj temperaturi je negativna (kontrakcija) što znači da se volumen uzorka smanjio u odnosu na početni volumen. Ova kontrakcija je manje izražena kod ispitnih uzoraka gašenih sa viših temperatura austenitizacije. O tome treba voditi računa kod dijelova (alata) čije dimenzije moraju biti u propisanim tolerancijama. Jednako tako, kod alata koji se neće duboko hladiti, povećanje dimenzije će iznositi i preko $100\mu\text{m}$. Ukoliko se radi o alatima kompliciranih geometrija kod kojih je nemoguće ukloniti taj višak, on mora biti predviđen proračunom.

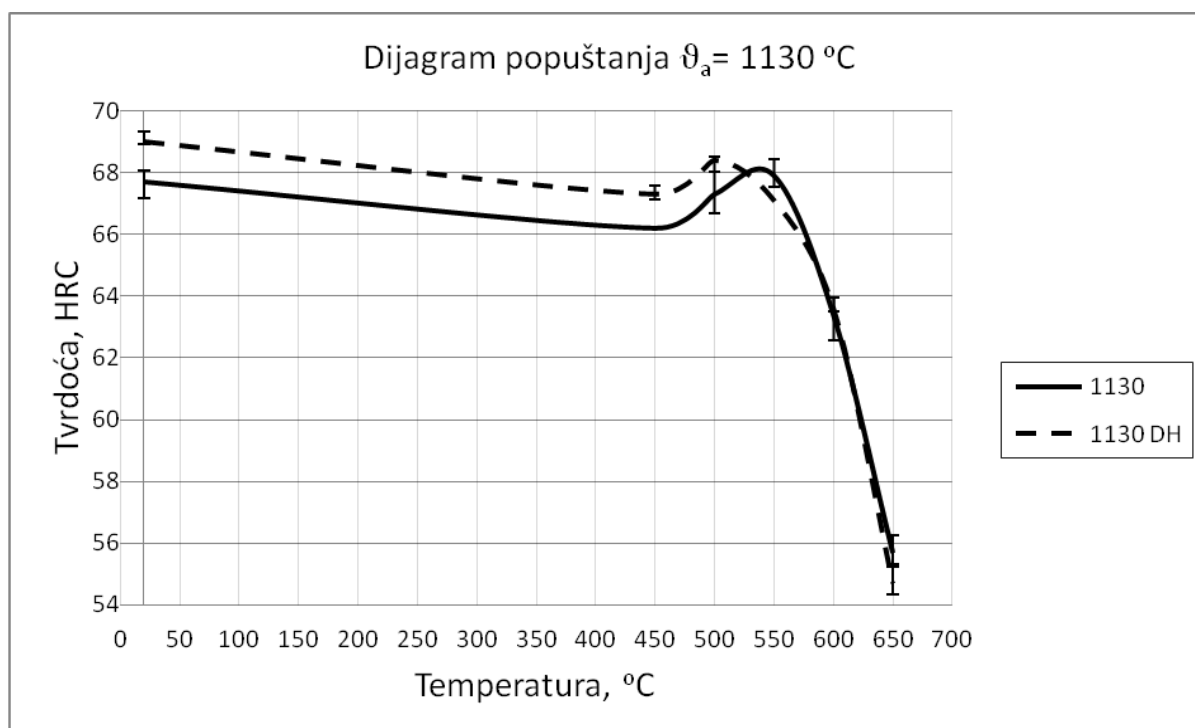
5.2 Snimanje i analiza dijagrama popuštanja čelika PM S390MC

Rezultati ispitivanja tvrdoća čelika PM S390 MC obzirom na različite temperature popuštanja prikazani su tablici 16. Pomoću izmjerenih tvrdoća konstruirani su dijagrami popuštanja. Na slikama od 45 do 47 prikazani su dijagrami popuštanja za tri različite temperature austenitizacije i polazna stanja prije popuštanja. Na svakom dijagramu popuštanja su prikazane dvije krivulje, puna krivulja se odnosi na popuštanje kaljenih ispitnih uzoraka, a crtkana se odnosi na kaljene i duboko hladene uzorke. Početak krivulja popuštanja je na sobnoj temperaturi (20 °C), odnosno početni iznos tvrdoće na krivulji popuštanja odgovara polaznom stanju prije popuštanja. Te vrijednosti u tablici 16 označene su crvenom bojom.

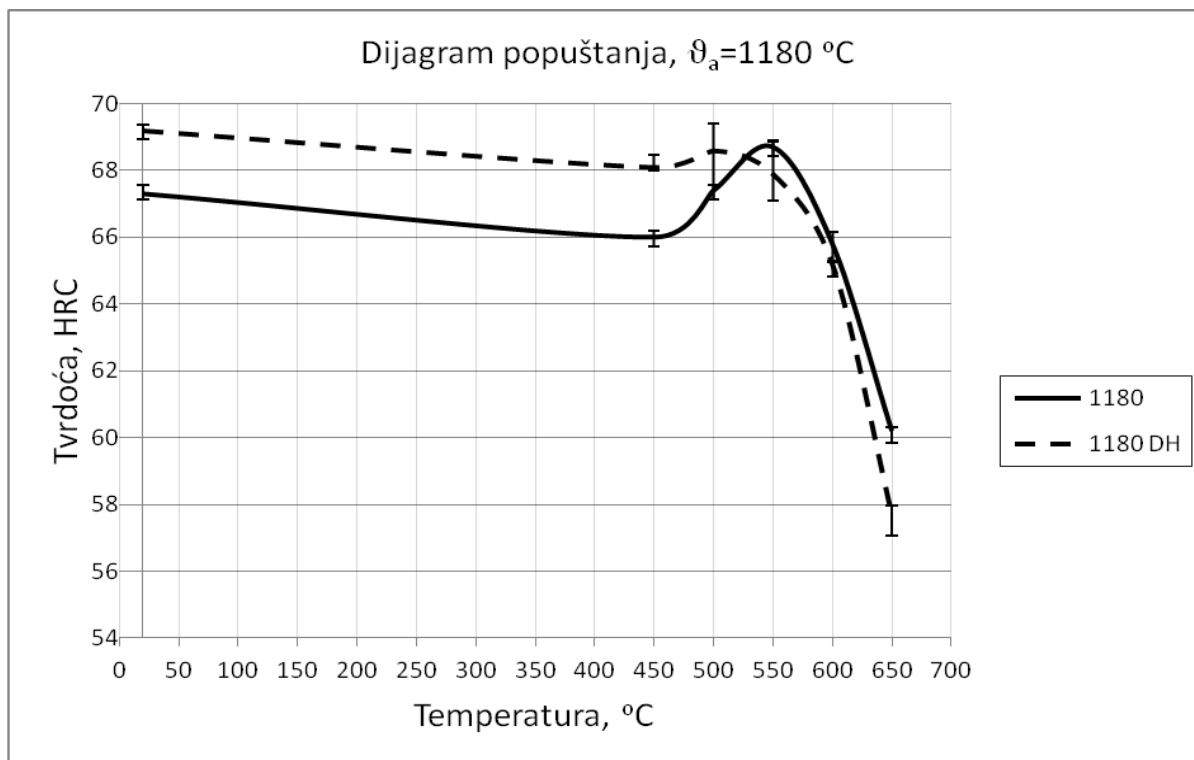
TABLICA 16. Rezultati ispitivanja tvrdoće čelika PM S390MC za različite načine kaljenja (sa i bez dubokog hlađenja stanja) i za različite temperature popuštanja

Temperatura austenitizacije	Duboko hlađenje	Temperature popuštanja (°C)	Oznaka uzorka	Tvrdoća (HRC)
1130°C	NE	0	1.A	67,7
		450	1.AA	66,2
		500	1.AB	67,3
		550	1.AC	67,9
		600	1.AD	63,4
		650	1.AE	55,7
	DA	0	1.B	69,0
		450	1.BA	67,3
		500	1.BB	68,4
		550	1.BC	67,1
		600	1.BD	63,6
		650	1.BE	54,7
1180°C	NE	0	2.A	67,3
		450	2.AA	66,0
		500	2.AB	67,4
		550	2.AC	68,8
		600	2.AD	65,8
		650	2.AE	60,2
	DA	0	2.B	69,2
		450	2.BA	68,1
		500	2.BB	68,6
		550	2.BC	67,9
		600	2.BD	65,2
		650	2.BE	57,7
1230°C	NE	0	3.A	66,5
		450	3.AA	64,9
		500	3.AB	66,1
		550	3.AC	69,0
		600	3.AD	67,6
		650	3.AE	62,7
	DA	0	3.B	68,3
		450	3.BA	67,7
		500	3.BB	69,1
		550	3.BC	68,4
		600	3.BD	66,8
		650	3.BE	61,2

Nakon provedbe popuštanja na temperaturi od 400⁰C uočava se uobičajeni pad tvrdoće u odnosu na polazno stanje (uslijed pojave popuštanja primarnog martenzita i izlučivanja cementita popuštanja). Popuštanjem na temperature više od 450 °C pojavljuje se efekt sekundarnog otvrdnuća. Iznad 450⁰C počinje stvaranje legiranih karbida popuštanja (K_p), destabilizacija zaostalog austenita A_z i snižavanje udjela ugljika otopljenog u njemu. Zaostali austenit sa sniženim udjelom ugljika ima višu temperaturu početka martenzitne pretvorbe (M_s'') u odnosu na visoko ugljični i visoko legirani austenit u kaljenom stanju. Kaljeni i duboko hlađeni uzorci maksimalnu tvrdoću pokazuju nakon popuštanja na temperaturi od 500 °C, a kaljeni uzorci na temperaturi od 550 °C. Razlog otvrdnuću su karbidi popuštanja i sekundarni martenzit. Do temperature od 500 °C izluči se većina karbida (ne svi), daljnjim zagrijavanjem dolazi do dodatne destabilizacije A_z (M') što za posljedicu ima još veće povišenje temperature M_s'' odnosno još potpuniju pretvorbu $A_z \rightarrow M''$ tijekom hlađenja. Duboko hlađeni uzorci imaju neznatnu količinu A_z te tvrdoća tih uzoraka ne ovisi puno od te pretvorbe za razliku od tvrdoće samo gašenih uzoraka. To je razlog zašto je na dijagramu maksimum duboko hlađenih uzoraka na nižoj temperaturi od kaljenih uzoraka.

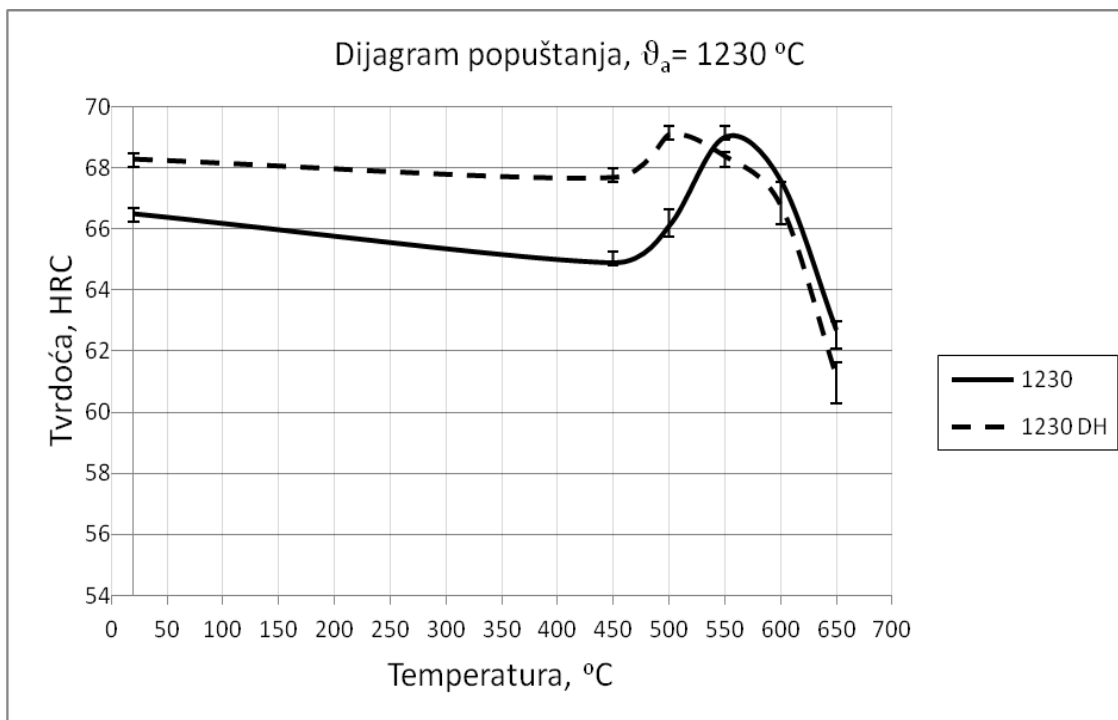


SLIKA 45. Dijagram popuštanja za duboko hlađene i gašene uzorke koji su bili austenitizirani na 1130 °C



SLIKA 46. Dijagram popuštanja za duboko hladene i gašene uzorke koji su bili austenitizirani na $1180\text{ }^\circ\text{C}$

Usporedbom krivulja popuštanja kod ispitnih uzoraka koji su prethodno bili kaljeni s krivuljama kaljenih i duboko hlađenih uzoraka uočava se viša tvrdoća popuštanja duboko hlađenih uzoraka do pojave sekundarnog otvrdnuća. Nakon što krivulje popuštanja za oba polazna stanja ispitnih uzoraka postignu maksimum, obje krivulje popuštanja počinju progresivan pad prema tvrdoćama ispod 60 HRC s povišenjem temperature popuštanja iznad $600\text{ }^\circ\text{C}$. Kod kaljenih i duboko hlađenih uzoraka taj pad je u početku (do $550\text{ }^\circ\text{C}$) nešto blaži, ali je kasnije intenzivniji nego u slučaju prethodno kaljenih uzoraka. Na najvišoj ispitanoj temperaturi popuštanja ($650\text{ }^\circ\text{C}$) duboko hlađeni uzorci imaju nešto manju tvrdoću od kaljenih bez obzira na temperaturu austenitizacije.



SLIKA 47. Dijagram popuštanja za duboko hladene i gašene uzorke koji su bili austenitizirani na $1230\text{ }^\circ\text{C}$

Tvrdoće iz krivulja popuštanja za istu temperaturu austenitizacije, ali različito gašenje (s i bez dubokog hlađenja) poprimaju isti iznos na temperaturi popuštanja između $500\text{ }^\circ\text{C}$ i $550\text{ }^\circ\text{C}$. Kako se povećava temperatura austenitizacije tako je i točka sjecišta krivulja popuštanja pomaknuta u desno prema većim temperaturama. Za $\theta_a = 1130\text{ }^\circ\text{C}$ sjecište je na $525\text{ }^\circ\text{C}$, za $\theta_a = 1180\text{ }^\circ\text{C}$ na $530\text{ }^\circ\text{C}$, a za $\theta_a = 1230\text{ }^\circ\text{C}$ na $540\text{ }^\circ\text{C}$. Sjecište se pomiče u desno jer će se na višim temperaturama austenitizacije rastvoriti više karbida. To za posljedicu ima više A_z prije popuštanja kod kaljenih uzoraka, što znači da će se morati povisiti temperatura M_s kako bi se što veća količina A_z mogla pretvoriti u M . Visina temperature M_s je proporcionalna sa destabilizacijom A_z odnosno sa visinom temperature popuštanja. Iz istog razloga je veća razlika između minimalne i maksimalne tvrdoće kod kaljenih uzoraka na većim temperaturama austenitizacije. To nije slučaj kod duboko hlađenih uzoraka pošto oni imaju vrlo malu količinu A_z u mikrostrukturi. Snižavanje tvrdoće na najvišim temperaturama popuštanja ($600\text{ }^\circ\text{C}$, $650\text{ }^\circ\text{C}$) više je izraženo kod uzoraka gašenih s nižih temperatura austenitizacije bez obzira na primjenu dubokog hlađenja. Maksimalne vrijednosti tvrdoća ne razlikuju se značajnije obzirom na duboko hlađenje, ali se primjećuje porast maksimalnih vrijednosti obzirom na povećanje temperatura austenitizacije.

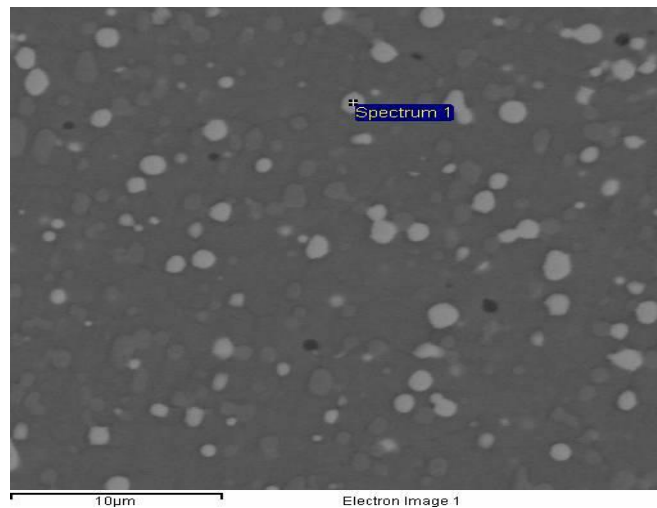
5.3 Mikrostrukturna analiza popuštanja čelika PM S390MC

Mikrostrukturna analiza provedena je na ispitnim uzorcima (tablica 17.) koji su se koristili u dilatometričkim ispitivanjima. Ispitnim uzorcima iz tablice 17 mikrostruktura je snimljena svjetlosnim i SEM mikroskopom. Na elektronskom mikroskopu Tescon Vega TS 5136 LS napravljena je EDS (eng. energy dispersive x-ray spectroscopy) analiza uzoraka radi utvrđivanja prisutnosti kemijskih elemenata. Na slikama 48, 49 i 50 su prikazana: mjesta (mikrostrukturne faze) na kojima je provedena EDS analiza. Sastavni dio slika su i rezultati EDS analize prisutnih kemijskih elemenata na ispitnom mjestu i EDS spektar kemijskih elemenata prisutnih na ispitivanom mjestu.

Na slikama od 51 do 54 prikazana je mikrostruktura snimljena svjetlosnim mikroskopom pri povećanju 1000:1. Na slikama od 55 do 58 prikazana je mikrostruktura snimljena na SEM mikroskopu pri istom povećanju, a na slikama od 59 do 62 pri povećanju 5000:1.

TABLICA 17. Oznake ispitnih uzoraka za analizu mikrostrukture i njihova toplinska obrada

Oznaka uzorka	Provedena toplinska obrada		
	Temperatura austenitizacije	Duboko hlađenje	Temperatura popuštanja
1 AC	1130 °C	NE	550 °C
1 BC	1130 °C	DA	550 °C
3 AC	1230 °C	NE	550 °C
3 BC	1230 °C	DA	550 °C



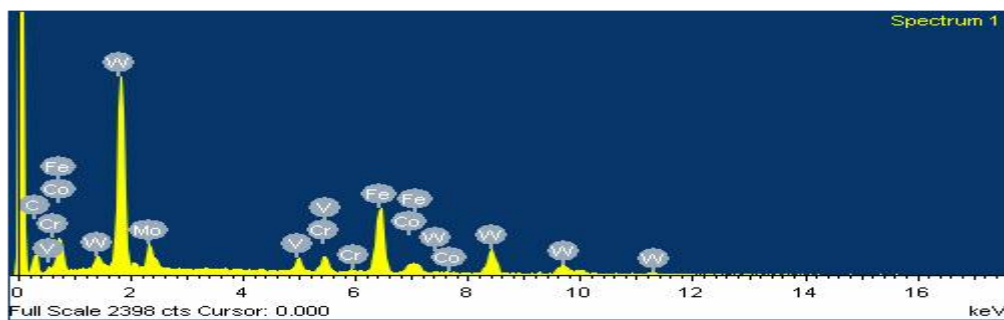
Nagriženo 3% NITAL

Spectrum processing :
No peaks omitted

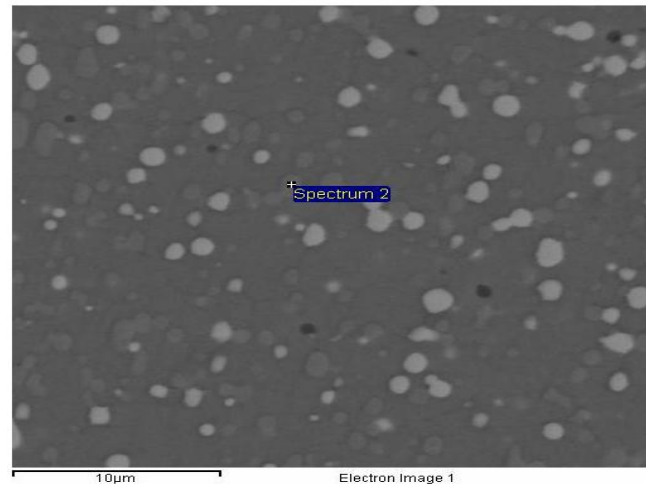
Processing option : All elements analyzed (Normalised)
Number of iterations = 3

Standard :
C CaCO₃ 1-Jun-1999 12:00 AM
V V 1-Jun-1999 12:00 AM
Cr Cr 1-Jun-1999 12:00 AM
Fe Fe 1-Jun-1999 12:00 AM
Co Co 1-Jun-1999 12:00 AM
Mo Mo 1-Jun-1999 12:00 AM
W W 1-Jun-1999 12:00 AM

Element	Weight%	Atomic%
C K	16.95	61.94
V K	2.59	2.23
Cr K	3.03	2.56
Fe K	21.46	16.87
Co K	2.87	2.14
Mo L	7.20	3.29
W M	45.90	10.96
Totals	100.00	



SLIKA 48. EDS analiza karbida tipa M_6C na metalografskom uzorku od čelika PM S390 MC (kaljeno 1130°C/dušik i popušteno 550°C/2h/zrak) (uzorak 1AC)



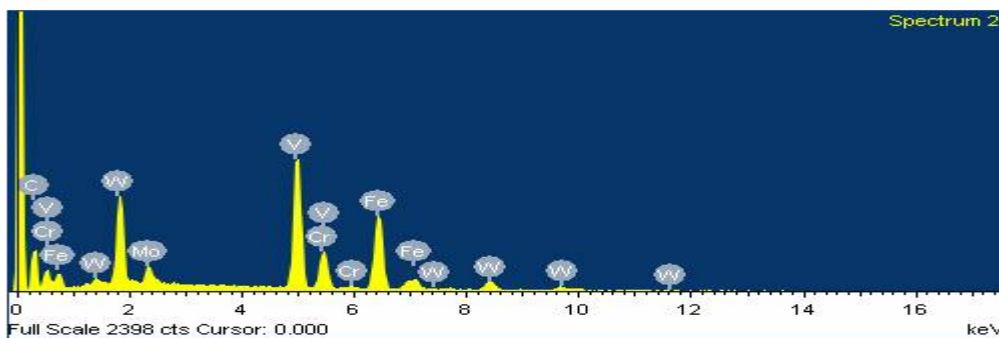
Nagriženo 3% NITAL

Spectrum processing :
No peaks omitted

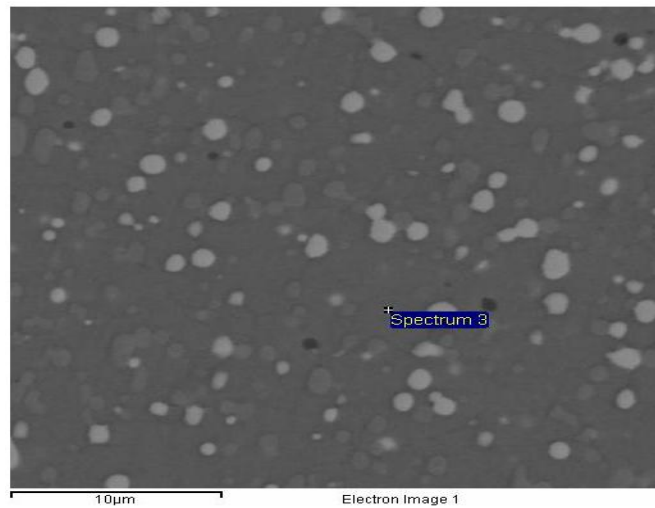
Processing option : All elements analyzed (Normalised)
Number of iterations = 3

Standard :
C CaCO₃ 1-Jun-1999 12:00 AM
V V 1-Jun-1999 12:00 AM
Cr Cr 1-Jun-1999 12:00 AM
Fe Fe 1-Jun-1999 12:00 AM
Mo Mo 1-Jun-1999 12:00 AM
W W 1-Jun-1999 12:00 AM

Element	Weight%	Atomic%
C K	25.06	65.19
V K	23.95	14.69
Cr K	4.50	2.70
Fe K	22.80	12.75
Mo L	4.14	1.35
W M	19.56	3.32
Totals	100.00	



SLIKA 49. EDS analiza karbida tipa MC na metalografskom uzorku od čelika PM S390 MC (kaljeno 1130⁰C/dušik i popušteno 550⁰C/2h/zrak) (uzorak 1AC)



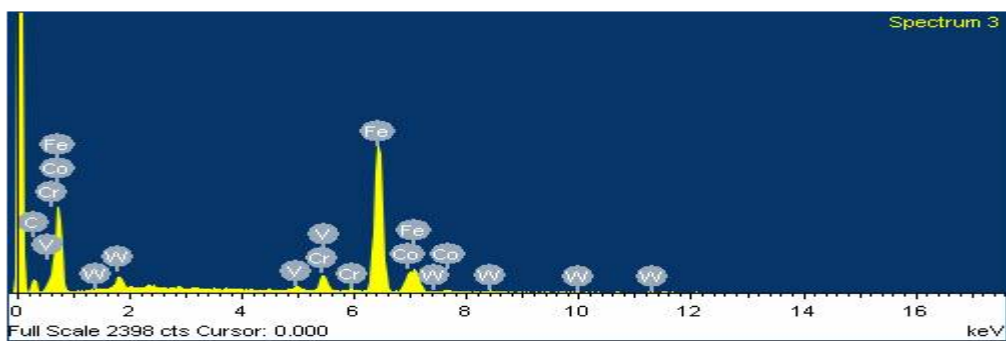
Nagriženo 3% NITAL

Spectrum processing :
No peaks omitted

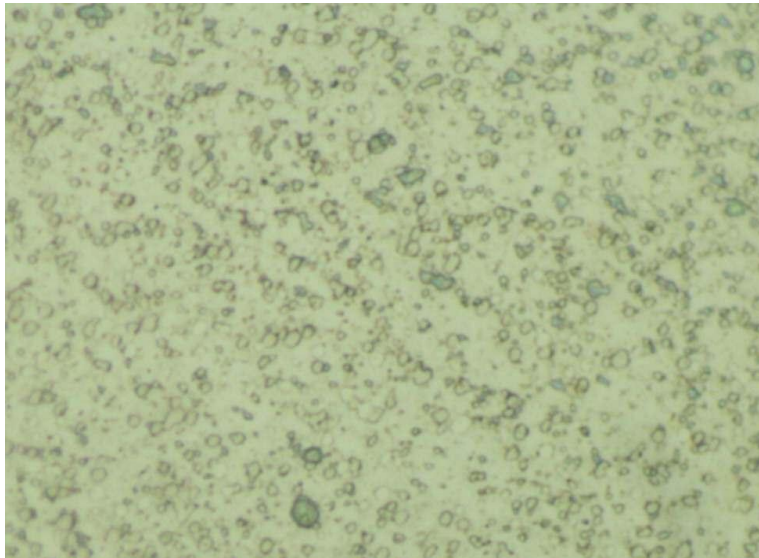
Processing option : All elements analyzed (Normalised)
Number of iterations = 3

Standard :
C CaCO₃ 1-Jun-1999 12:00 AM
V V 1-Jun-1999 12:00 AM
Cr Cr 1-Jun-1999 12:00 AM
Fe Fe 1-Jun-1999 12:00 AM
Co Co 1-Jun-1999 12:00 AM
W W 1-Jun-1999 12:00 AM

Element	Weight%	Atomic%
C K	12.84	41.65
V K	1.01	0.78
Cr K	4.24	3.18
Fe K	68.89	48.07
Co K	7.95	5.26
W M	5.07	1.07
Totals	100.00	

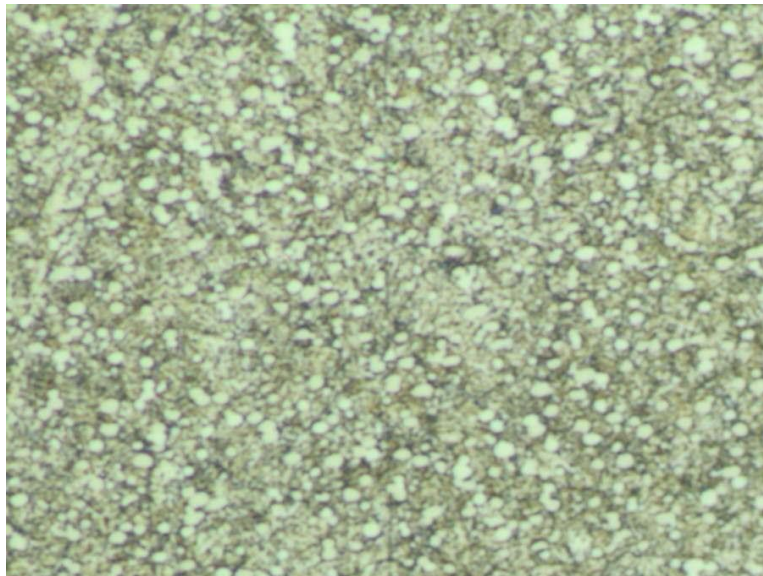


SLIKA 50. EDS analiza metalne osnove na metalografskom uzorku od čelika PM S390 (kaljeno 1130⁰C/dušik i popušteno 550⁰C/2h/zrak) (uzorak 1AC)



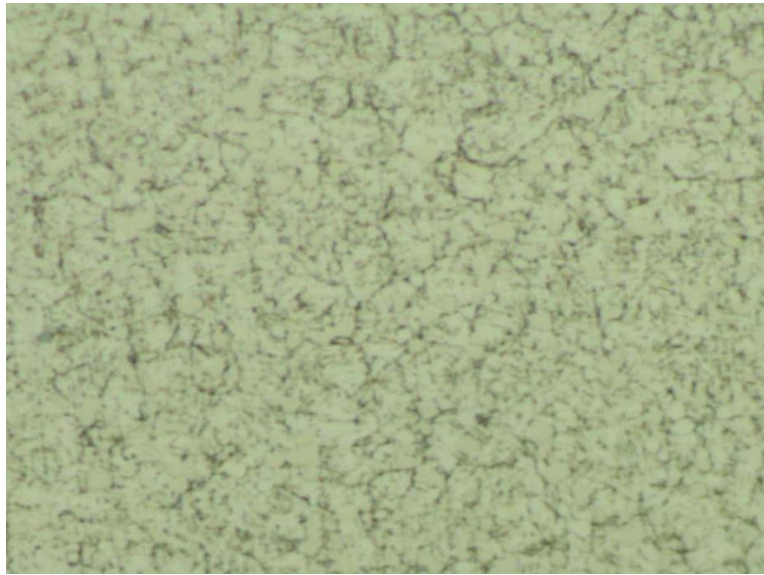
Nagriženo 3% NITAL

SLIKA 51. Mikrostruktura brzoreznog čelika PM S390 MC (uzorak 1AC): kaljeno 1130°C/6 min/dušik i popušteno 550 °C/2h; svjetlosna mikroskopija, povećanje 1000:1



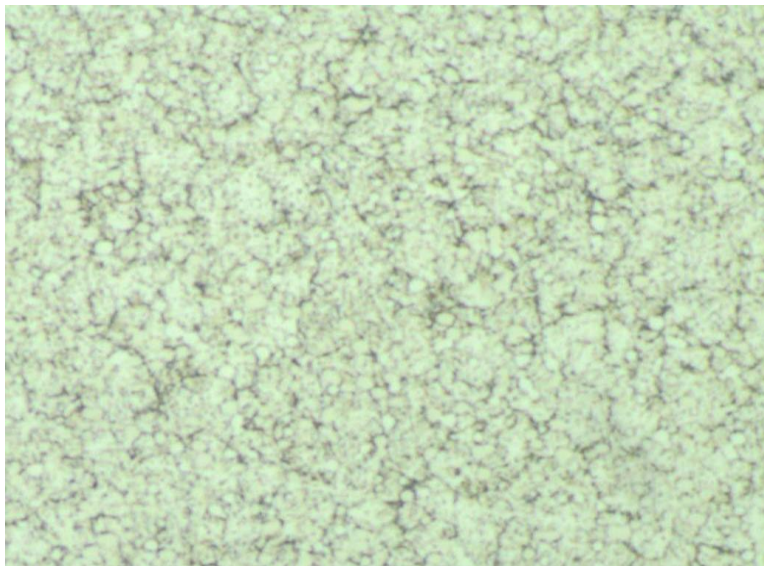
Nagriženo 3% NITAL

SLIKA 52. Mikrostruktura brzoreznog čelika PM S390 MC (uzorak 1BC): kaljeno 1130 °C/6 min/dušik, duboko hladeno -196°C/24h i popušteno 550 °C/2h; svjetlosna mikroskopija, povećanje 1000:1



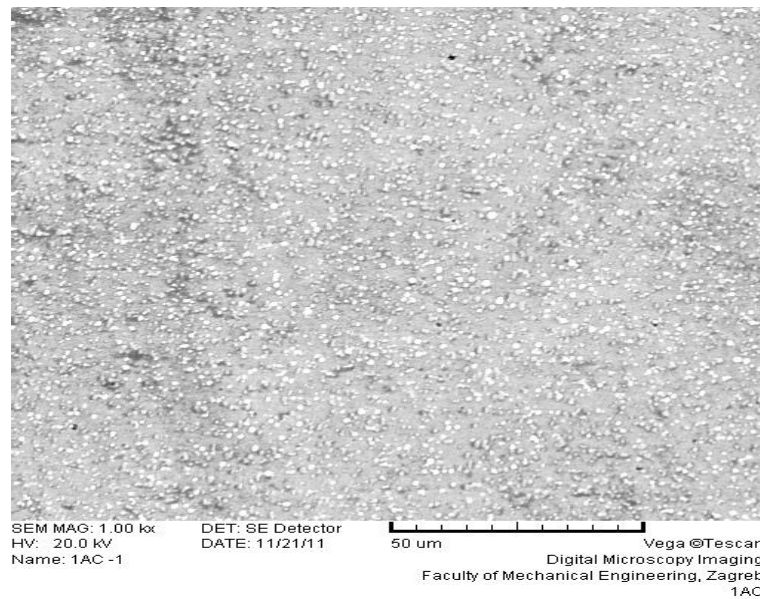
Nagriženo 3% NITAL

SLIKA 53. Mikrostruktura brzoreznog čelika PM S390 MC (uzorak 3AC): kaljeno 1230°C/2 min/dušik i popušteno 550 °C/2h; svjetlosna mikroskopija, povećanje 1000:1



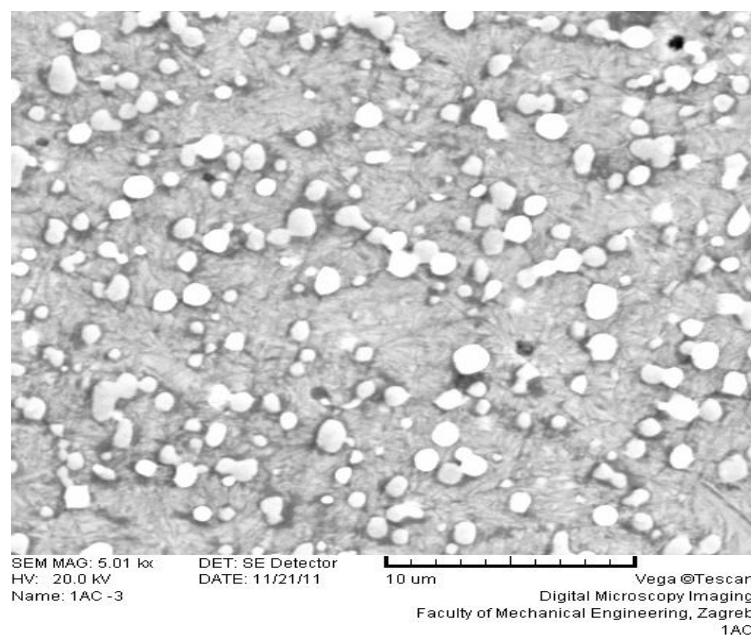
Nagriženo 3% NITAL

SLIKA 54. Mikrostruktura brzoreznog čelika PM S390 MC (uzorak 3BC): kaljeno 1230 °C/6 min/dušik, duboko hladeno -196°C/24h i popušteno 550 °C/2h; svjetlosna mikroskopija, povećanje 1000:1



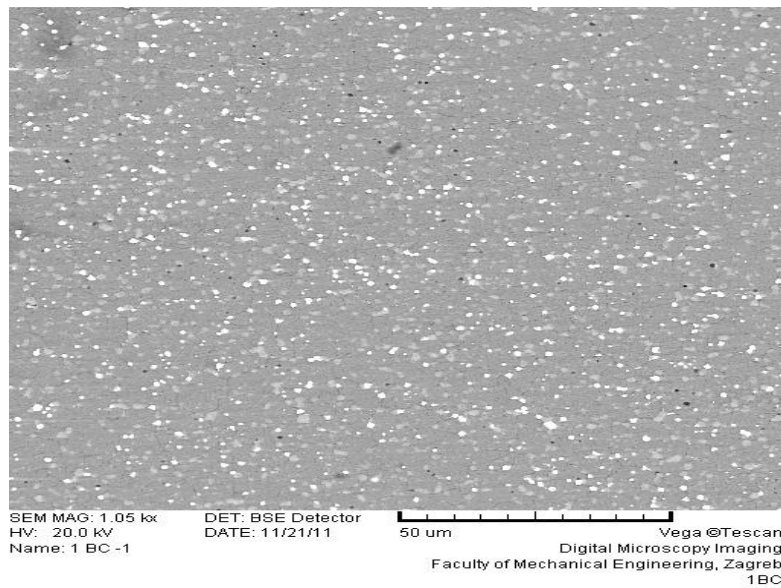
Nagriženo 3% NITAL

SLIKA 55. Mikrostruktura brzoreznog čelika PM S390 MC (uzorak 1AC): kaljeno 1130°C/6 min/dušik i popušteno 550 °C/2h; povećanje 1000:1



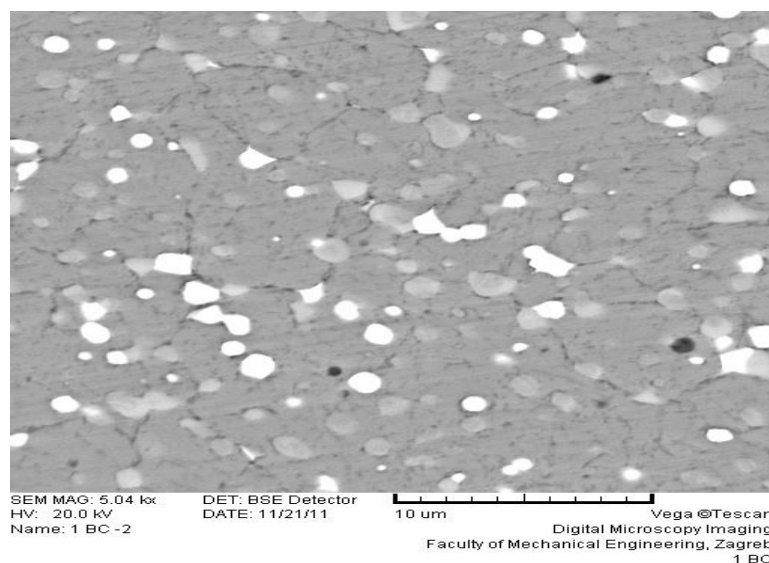
Nagriženo 3% NITAL

SLIKA 56. Mikrostruktura brzoreznog čelika PM S390 MC (uzorak 1AC): kaljeno 1130°C/6 min/dušik i popušteno 550 °C/2h; povećanje 5000:1



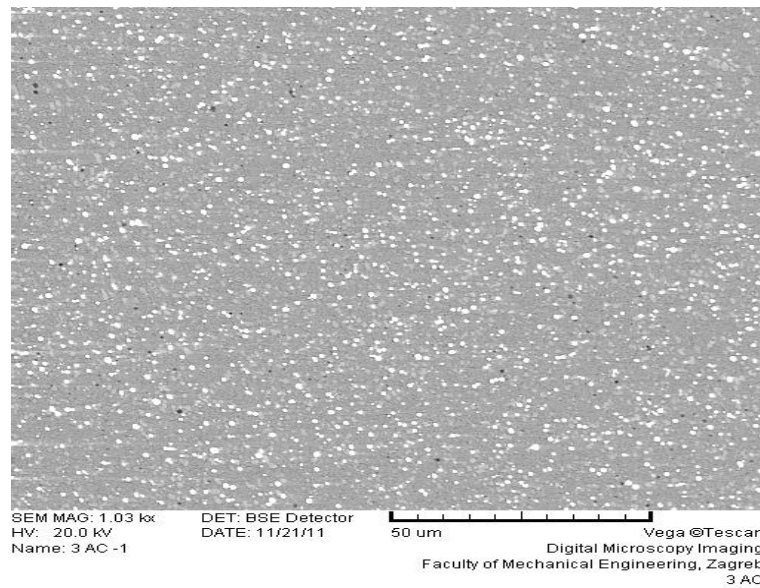
Nagriženo 3% NITAL

SLIKA 57. Mikrostruktura brzoreznog čelika PM S390 MC (uzorak 1BC):kaljeno 1130 °C/6 min/dušik, duboko hladeno -196°C/24h i popušteno 550°C/2h; povećanje 1000:1



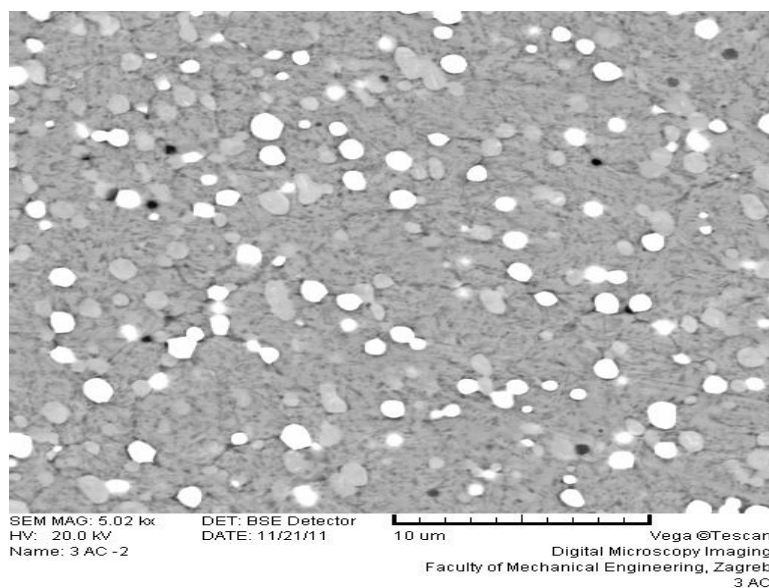
Nagriženo 3% NITAL

SLIKA 58. Mikrostruktura brzoreznog čelika PM S390 MC (uzorak 1BC):kaljeno 1130 °C/6 min/dušik, duboko hladeno -196°C/24h i popušteno 550°C/2h; povećanje 5000:1



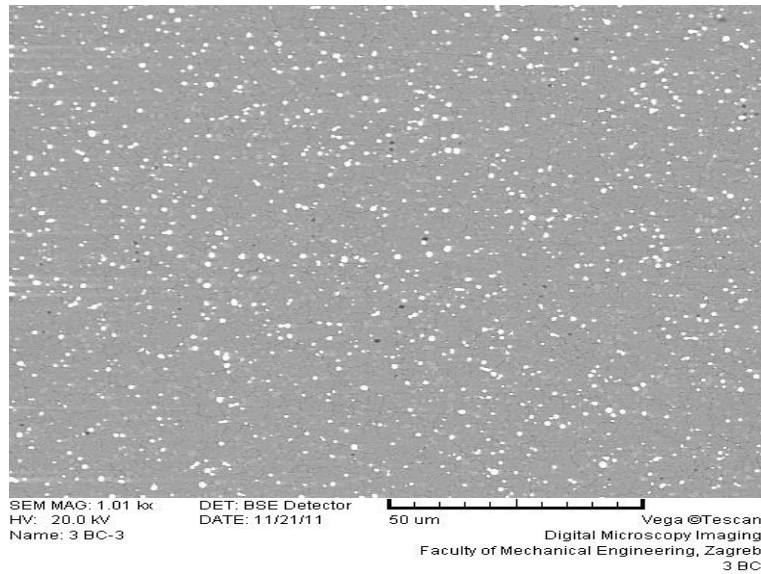
Nagriženo 3% NITAL

SLIKA 59. Mikrostruktura brzoreznog čelika PM S390 MC (uzorak 3AC): kaljeno 1230°C/2 min/dušik i popušteno 550 °C/2h; povećanje 1000:1



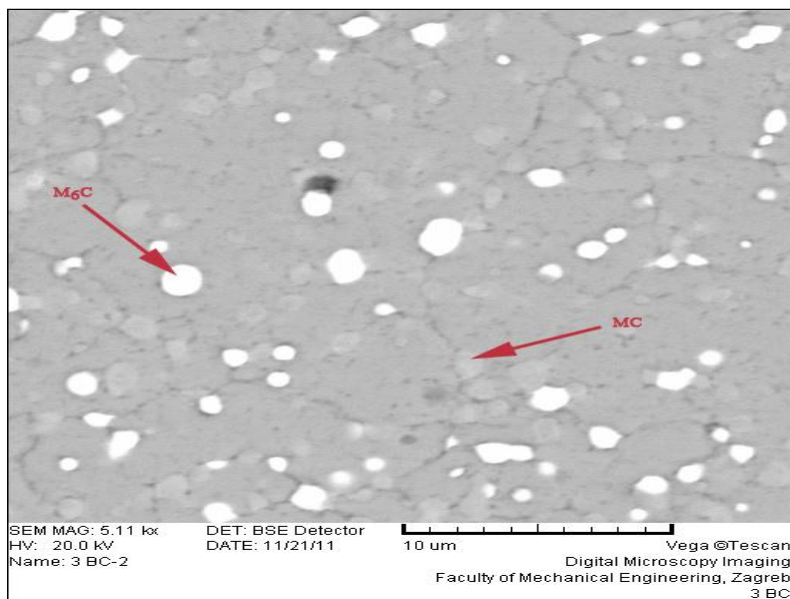
Nagriženo 3% NITAL

SLIKA 60. Mikrostruktura brzoreznog čelika PM S390 MC (uzorak 3AC): kaljeno 1230°C/2 min/dušik i popušteno 550 °C/2h; povećanje 5000:1



Nagriženo 3% NITAL

SLIKA 61. Mikrostruktura brzoreznog čelika PM S390 MC (uzorak 3BC): kaljeno 1230 °C/2 min/dušik, duboko hladeno -196°C/24h i popušteno 550°C/2h; povećanje 1000:1



Nagriženo 3% NITAL

SLIKA 62. Mikrostruktura brzoreznog čelika PM S390 MC (uzorak 3BC): kaljeno 1230 °C/2 min/dušik, duboko hladeno -196°C/24h i popušteno 550 °C/2h; povećanje 5000:1

Iz slika mikrostrukture je vidljiv ravnomjieran raspored karbida u matrici popuštenog martenzita. Prema EDS analizi i literaturi [1] karbidi u brzoreznom čeliku PM S390 MC su tipa M_6C i MC koji su su označeni na slici 62. Srednji promjer karbida prema [36] iznosi između 0,95 do 1,19 μm . Na analiziranim slikama mikrostrukture ne uočavaju se značajne razlike između duboko hlađenih i konvencionalno obrađenih ispitnih uzoraka.

6. ZAKLJUČAK

U teorijskom dijelu rada pokazao se pozitivan utjecaj dubokog hlađenja na mehanička i tribološka svojstva brzoreznih čelika. Primjenom postupka dubokog hlađenja tijekom toplinske obrade alatnih čelika, otpornost na trošenje, tvrdoća i žilavost, u većini slučajeva pokazuju bolje rezultate nego kada se provodi konvencionalna toplinska obrada. To znači da će takvi alati imati duži životni vijek u odnosu na konvencionalno toplinski obrađene alate. U kojoj mjeri će se dubokim hlađenjem produžiti trajnost alata ovisi o materijalu alata, vrsti alata i uvjetima rada alata.

U eksperimentalnom dijelu ispitan je utjecaj dubokog hlađenja na brzorezni čelik PM S390MC dobiven metalurgijom praha. Ovaj čelik pokazuje bolja mehanička i tribološka svojstva u odnosu na konvencionalno proizvedene brzorezne čelike. Dubokim hlađenjem kaljenog čelika PM S390 MC može se dodatno povisiti otpornost na trošenje i radni vijek alata izrađenih od ovog čelika.

Prema eksperimentalno određenim krivuljama popuštanja, najveće sekundarno otvrduće kaljenog i duboko hlađenog čelika PM S390MC pojavljuje se nakon visokotemperaturnog popuštanja na temperaturi oko 530 °C. Na višim temperaturama popuštanja (iznad 530°C) bolju otpornost na popuštanje pokazali su ispitni uzorci koji su nakon kaljenja odmah popušteni, bez primjene dubokog hlađenja. To sugerira da je za rezne alate od ispitivanog čelika, kod kojih temperature u alatu ne prelaze 530 °C, prikladnija primjena kaljenja, dubokog hlađenja i jednostrukog popuštanja. Za više temperature alata čini se prikladnija primjena kaljenja i trostrukog visokotemperaturnog popuštanja. Nakon 600 °C tvrdoća se značajno smanjuje bez obzira na prethodnu toplinsku obradu.

Dilatometrička ispitivanja pokazala su kontrakciju duboko hlađenih ispitnih uzoraka. Ispitni uzorci koji su bili prije popuštanja u dilatometru kaljeni (bez dubokog hlađenja) nakon popuštanja pokazali su produljenje. Produljenje je bilo veće što je temperatura austenitizacije bila viša. To je posljedica veće količine zaostalog austenita u kaljenom stanju.

Mikrostrukturna i EDS analiza pokazala su prisutnost vrlo sitnih i ravnomjerno raspoređenih karbida u metalnoj matrici popušenog martenzita, bez značajnije razlike između konvencionalno kaljenih i popuštenih uzoraka i onih koji su bili duboko hlađeni nakon kaljenja.

7. LITERATURA

- [1] S. Kožuh: "Specijalni čelici", skripta, Metalurški fakultet, Sisak 2010.
- [2] M. Novosel, F. Cajner, D. Krumes: Alatni materijali, Fakultet strojarstva, Slavonski Brod, 1996
- [3] T. Udiljak : Predavanja iz kolegija Postupci obrada odvajanjem čestica, Fakultet strojarstva i brodogradnje, Zagreb 2008.
- [4] T. Filetin, F. Kovačiček, J. Indof: Svojstva i primjena materijala, Fakultet strojarstva i brodogradnje, Zagreb 2002.
- [5] S.Šolić: Utjecaj mikrostrukture brzoreznog čelika na tribološka svojstva reznih alata- Doktorski rad, Fakultet strojarstva i brodogradnje Zagreb 2010.
- [6] M. Franz: Materijali IV, Fakultet strojarstva i brodogradnje, Zagreb 1997.
- [7] D. Landek: Podloge za vježbe iz kolegija Toplinska obrada i površinska zaštita, Fakultet strojarstva i brodogradnje 2010 Zagreb.
- [8] D. N. Collins: Cryogenic treatment of tool steels, Advance materials & processes 12/98, 23-29
- [9] M. Stupnišek, F. Cajner: Osnove toplinske obrade metala, Fakultet strojarstva i brodogradnje, Zagreb 2001.
- [10] D. Landek: Materijali i proizvodni postupci- predavanja ak. god. 2011/2012, Fakultet strojarstva i brodogradnje Zagreb
- [11] T. Yzugandhar, P.K. Krishnan: Cryogenic treatment and its effect on tool steel, 671-684
- [12] M. Pellizari: Influence of deep cryogenic treatment on the heat treatment of steel and selected non ferrous alloys, Proceeding of International Conference: New challenges in Heat treatment and surface engineering, 09-12 06 2009, Cavtat, Croatia
- [13] V.Ivušić, M. Franz: Materijali I- Autorizirana predavanja, Fakultet strojarstva i brodogradnje, Zagreb 2006/2007.
- [14] http://www.riteh.uniri.hr/znanost/oglasna/Doktorska_disertacija_Smokvina_Hanza.pdf
- [15] http://fs-server.unimb.si/si/inst/itm/lm/GRADIVA_UC/Toplotna_obdelava_jekel/martenzit.html.
- [16] V. Ivušić : Tribologija, Fakultet strojarstva i brodogradnje, Zagreb 1998.

- [17] D. Yun, L. Xiaoping and X. Hangshen : Deep cryogenic treatment of high-speed steel and its mechanism, Heat treatment of metals 1998.3, 55-59
- [18] M. Pellizzari and A. Molinari : Deep cryogenic treatment of cold work tool steel, 6th International tooling conference 2002, 657-669
- [19] F. Cajner, V. Leskovšek, D. Landek, H. Cajner: Effect of deep-cryogenic treatment on high speed steel properties, Materials and Manufacturing Processes, 24, 2009, 743–746
- [20] D.J. Kamody: Using deep cryogenics to advantage, Advanced materials & processes 12/98, 215-218
- [21] D. N. Collins & J. Dormer, Deep cryogenic treatment of a D2 cold-work tool steel, Heat treatment of metals, 1997,
- [22] C.C. Wang, F.S. Chen: Wear resistance study on cryogenic treated AISI D2 tool steel, Tatung University, July 2006.
- [23] V. Leskovšek, M. Kalin, J. Vižintin: Influence of deep-cryogenic treatment on wear resistance of vacuum heat-treated HSS, Vacuum 2006, 507-518
- [24] ... Sub-zero Treatment of steels, Technology/Processes/Equipment, Linde Gas special edition, 2006
- [25] I. Jung, IWT- Stručni kolokvij 9. rujna 2007.
- [26] A. Kulumburg, E. Putzgruber, F. Korntheuer und E. Kaiser: Beitrag Zum Tiefkühlen Von Schnellarbeitsstählen, Heat treatment of metals 47(1992)5, 318-323
- [27] C.L. Gogte, D.R. Peshwe, R.K. Paretkar: Cryogenic treatment database, Nagpur, Maharashtra, India 2010.
- [28] J. Gontarev, M. Doberšak, J. Medved, P. Mrvar: Solidification of hypereutectoid high speed steel for rolls-article, University of Ljubljana 2011.
- [29] F. Cajner, H. Rafael: Posebni materijali-Alatni materijali, Vježba 4: Dilatometrija; ak. god. 2011/2012 FSB Zagreb
- [30] <http://www.df.uns.ac.rs/download/Magistarski-GoranStrbac.pdf>
- [31] S. Salopek: Pripravak i karakterizacija nanostrukturiranih SOL-GEL TiO₂ prevlaka na nehrđajućem čeliku, FSB Zagreb 2011.

[32] Z. Schauperl: Karakterizacija materijala- autorizirana predavanja, Fakultet strojarstva i brodogradnje, Zagreb 2007/08.

[33] N. S. Kalsi, R. Sehgal, V.S. Sharma: Cryogenic Treatment of Tool Materials: A Review, Materials and Manufacturing Processes 1077-1100, 2010

[34] www.bohler-uddeholm.hr

[35] D. Landek: Mikrostruktura alatnih čelika, Alatni materijali-vježba 3, Fakultet strojarstva i brodogradnje, Zagreb 2011./2012

[36] D. Rabuzin: Utjecaj dubokog hlađenja na mikrostrukturu i svojstva brzoreznih čelika, Završni rad, Fakultet strojarstva i brodogradnje,, 2008