



Vliv parametrů nitrídace na strukturu a vybrané mechanické vlastnosti

Bakalářská práce

Studijní program:

B0715A270008 Strojírenství

Autor práce:

Adam Hofman

Vedoucí práce:

Ing. Pavel Kejzlar, Ph.D.

Katedra materiálu

Konzultant práce:

Ing. Totka Bakalova, Ph.D.

Katedra materiálu





Zadání bakalářské práce

Vliv parametrů nitridace na strukturu a vybrané mechanické vlastnosti

Jméno a příjmení: **Adam Hofman**
Osobní číslo: S19000071
Studijní program: B0715A270008 Strojírenství
Zadávací katedra: Katedra materiálu
Akademický rok: **2021/2022**

Zásady pro vypracování:

1. Zpracujte rešerši na téma nitridace povrchů.
2. Z vybraných materiálů připravte zkušební vzorky.
3. Pomocí mikroskopických metod zhodnoťte vliv vybraných parametrů nitridace na strukturu.
4. Zhodnoťte vliv nitridace na výslednou tvrdost povrchu.
5. Zhodnoťte vliv nitridace na tribologické vlastnosti.
6. Zjištěné hodnoty zpracujte a formulujte závěry.

Rozsah grafických prací: –
Rozsah pracovní zprávy: 30-50 stran
Forma zpracování práce: tištěná/elektronická
Jazyk práce: Čeština



Seznam odborné literatury:

FAROKHZADEH, K. a A. EDRISY. 2.4 Surface Hardening by Gas Nitriding. *Comprehensive Materials Finishing* [online]. Elsevier, 2017, 2017, s. 107-136 ISBN 9780128032497. Dostupné z: doi:10.1016/B978-0-12-803581-8.09163-3
WINTER, K.-M., J. KALUCKI a D. KOSHEL. Process technologies for thermochemical surface engineering. *Thermochemical Surface Engineering of Steels* [online]. Elsevier, 2015, 2015, s. 141-206. ISBN 9780857095923. Dostupné z: doi:10.1533/9780857096524.1.141
BARRALLIER, L. Classical nitriding of heat treatable steel. *Thermochemical Surface Engineering of Steels* [online]. Elsevier, 2015, 2015, s. 393-412. ISBN 9780857095923. Dostupné z: doi:10.1533/9780857096524.3.393

Vedoucí práce: Ing. Pavel Kejzlar, Ph.D.
Katedra materiálu
Konzultant práce: Ing. Totka Bakalova, Ph.D.
Katedra materiálu
Datum zadání práce: 13. října 2021
Předpokládaný termín odevzdání: 3. února 2023

prof. Dr. Ing. Petr Lenfeld
děkan

L.S.

prof. Ing. Petr Louda, CSc.
vedoucí katedry

Prohlášení

Prohlašuji, že svou bakalářskou práci jsem vypracoval samostatně jako původní dílo s použitím uvedené literatury a na základě konzultací s vedoucím mé bakalářské práce a konzultantem.

Jsem si vědom toho, že na mou bakalářskou práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 Sb., o právu autorském, zejména § 60 – školní dílo.

Beru na vědomí, že Technická univerzita v Liberci nezasahuje do mých autorských práv užitím mé bakalářské práce pro vnitřní potřebu Technické univerzity v Liberci.

Užiji-li bakalářskou práci nebo poskytnu-li licenci k jejímu využití, jsem si vědom povinnosti informovat o této skutečnosti Technickou univerzitu v Liberci; v tomto případě má Technická univerzita v Liberci právo ode mne požadovat úhradu nákladů, které vynaložila na vytvoření díla, až do jejich skutečné výše.

Současně čestně prohlašuji, že text elektronické podoby práce vložený do IS/STAG se shoduje s textem tištěné podoby práce.

Beru na vědomí, že má bakalářská práce bude zveřejněna Technickou univerzitou v Liberci v souladu s § 47b zákona č. 111/1998 Sb., o vysokých školách a o změně a doplnění dalších zákonů (zákon o vysokých školách), ve znění pozdějších předpisů.

Jsem si vědom následků, které podle zákona o vysokých školách mohou vyplývat z porušení tohoto prohlášení.

12. května 2022

Adam Hofman

Poděkování

Rád bych tímto poděkoval vedoucímu bakalářské práce Ing. Pavlu Kejzlarovi, Ph.D. za věcné připomínky a rady v průběhu tvorby této práce a s tím spojenými experimenty. Dále paní Ing. Totce Bakalové Ph.D., která mi vždy ráda a ochotně pomohla a poradila v oblasti tribologie a tribologických testů. Tato práce by nemohla vzniknout bez kolektivu firmy Bodycote HT, kde bych rád jmenovitě poděkoval Kláře Tesárkové za vstřícnost a pomoc při řešení nástrah spojených s tvorbou závěrečné práce.

Také bych zde rád poděkoval své rodině a blízkým, kteří mě v mém studiu po celou dobu podporovali. Velké dík patří také mé partnerce Mgr. Michaelle Malé, která mě vždy nejen podporovala, ale denně se mnou prožívala radosti i pády bakalářského studia.

Abstrakt

Tato bakalářská práce se zabývá vlivem změny parametrů procesu iontové nitridace na výslednou strukturu a mechanické vlastnosti konstrukčních a nerezových ocelí. Práce je členěna do dvou částí, kterými jsou teoretická část a praktická část. Teoretická část práce se věnuje rešerši literatury a odborných článků v oblasti tepelného a chemicko-tepelného zpracování a v oblasti tribologie. Praktická část se zabývá pozorováním a porovnáním výsledných struktur materiálů 14 220 a 17 240. Dále jsou zkoumány tribologické vlastnosti, jako je koeficient tření a odolnost proti opotřebení nebo mechanické vlastnosti v podobě změny povrchové tvrdosti.

Klíčová slova: Chemicko-tepelné zpracování, iontová nitridace, tribologie, povrchová tvrdost, metalografická analýza, struktura

Abstract

This bachelor thesis deals with the influence of changes in the parameters of the ion nitriding process on the resulting structure and mechanical properties of structural and stainless steels. The work is divided into two parts, which are the theoretical and the practical part. The theoretical part of the work is devoted to a search of literature and technical articles in the field of heat and chemical-heat treatment and to the field of tribology. The practical part deals with the observation and comparison of the resulting structures of materials 14 220 and 17 240. Furthermore, tribological properties are examined, such as the coefficient of friction, wear resistance or mechanical properties in the form of surface hardness changes.

Key words: chemical-heat treatment, ion nitridation, tribology, surface hardness, metallographic analysis, structure

Obsah

Seznam jednotek a zkratek	9
Seznam obrázků.....	10
Seznam grafů	12
Seznam tabulek.....	13
1 Úvod.....	14
2 Teoretická část.....	15
2.1 Tepelné zpracování.....	15
2.1.1 Metastabilní diagram železo-uhlík	16
2.1.3 Transformační diagramy.....	17
2.2 Druhy tepelného zpracování.....	20
2.3 Chemicko-tepelné zpracování	23
2.3.1 Nitridace	24
2.3.2 Iontová nitridace	25
2.4 Tribologie	31
2.4.1 Tření	31
2.4.2 Opotřebenění	33
2.4.3 Tribologické zkoušky	34
3 Experimentální část	37
3.1 Chemicko-tepelné zpracování	37
3.1.1 Parametry iontové nitridace.....	38
3.1.2 Značení vzorků	40
3.2 Povrchová tvrdost.....	41
3.2.1 Výsledky měření povrchové tvrdosti.....	42
3.3 Drsnost povrchu.....	43
3.3.1 Výsledky drsnosti povrchu	44
3.4 Tribologické vlastnosti	47

3.4.1 Parametry tribologické zkoušky „ <i>Ball-on-Disc</i> “	48
3.4.2 Výsledné hodnoty koeficientu tření.....	49
3.4.3 Výsledky opotřebení.....	50
3.5 Metalografické hodnocení vzorků	53
3.5.1 Hodnocení optickým mikroskopem	57
3.5.2 Hodnocení elektronovým mikroskopem	58
3.5.3 Výsledky metalografického hodnocení vzorků	62
4 Diskuze	63
5 Závěr.....	68
6 Seznam použité literatury	69

Seznam jednotek a zkratek

Fe ₃ C	Karbid železa, cementit
NH ₃	Amoniak
CH ₄	Methan
HV	Měření tvrdosti dle Vickerse
γ', ε	Tuhé fáze sloučeninové vrstvy
DIN	Deutsche Industrie-Norm (Německá národní norma)
ČSN	Česká státní norma
EN	Evropská norma
ISO	International Organization for Standardization (Mezinárodní organizace pro normalizaci)
ASTM	American Society for Testing and Materials (Americká společnost pro zkoušení a materiály)
TUL	Technická Univerzita v Liberci
CXI	Ústav pro nanomateriály, pokročilé technologie a inovace
SEM	Scanning Electron Microscopy (skenovací elektronová mikroskopie)
EDS	Energy-dispersive spectroscopy (energiově disperzní spektroskopie))
FCC	Face centered cubic (kubická plošně centrovaná mřížka)
CoF	Coefficient of friction (koeficient tření)

Seznam obrázků

Obrázek 1	Obecné schéma tepelného zpracování [1].....	15
Obrázek 2	Metastabilní diagram Fe – Fe ₃ C [2].....	16
Obrázek 3	Schéma diagramu IRA pro eutektoidní oceli [2]	18
Obrázek 4	Schéma diagramu IRA pro a) podeutektoidní oceli b) nadeutektoidní oceli [2]	19
Obrázek 5	Schéma diagramu ARA [2].....	19
Obrázek 6	Druhy žhánání a oblast použití v diagramu Fe – Fe ₃ C [2]	20
Obrázek 7	Pásmo kalících teplot [2].....	21
Obrázek 8	Schéma popouštění oceli 19 830 [16]	22
Obrázek 9	Závislost tvrdosti a hloubky vrstvy na druhu zpracování [3].....	24
Obrázek 10:	Závislost změny doutnavého výboje na napětí a plošné hustotě proudu [6] ..	25
Obrázek 11	Iontová nitridace – anomální doutnavý výboj	26
Obrázek 12	Schéma dějů při iontové nitridaci [6].....	27
Obrázek 13	Složení nitridační vrstvy [3].....	28
Obrázek 14	Metalografický výbrus oceli 19 554 po naleptání.....	28
Obrázek 15	Schéma zařízení pro iontovou nitridaci [3].....	30
Obrázek 16	Schéma tření [7]	31
Obrázek 17	Případy vzájemného relativního pohybu [8].....	32
Obrázek 18	Rozdělení tření podle média ve styčné ploše [7]	32
Obrázek 19	Druhy tribologických zkoušek [12]	34
Obrázek 20	Zkouška pin/ball on disk [10]	35
Obrázek 21	Zařízení pro pulzní plazmovou nitridaci – Plateg.....	38
Obrázek 22	Detail průběhu vtlačování zkušební tělesa.....	41
Obrázek 23	Zařízení pro zkoušku tvrdosti Struers Duramin 40	41
Obrázek 24	Měření tvrdosti na vzorku 14A (d ₁ = 0,0141 mm, d ₂ = 0,0144 mm).....	41
Obrázek 25	Konfokální mikroskop SENSOFAR S Neox	43
Obrázek 26	Pozorovaná oblast po nasnímání a zpracování obrazu softwarem SensoSCAN S Neox (vzorek 17A).....	44
Obrázek 27	Tribometr Anton Paar TRB3 pro suché a kapalné prostředí.....	47
Obrázek 28	Vzorek 17A po upnutí do tribometru a před zahájením zkoušky Ball on Disc	48
Obrázek 30	Stopa po tribologickém testu Ball on Disc – materiál 17B.....	50
Obrázek 29	Stopa po tribologickém testu Ball on Disc – materiál 14B.....	50
Obrázek 31	Zeiss Axio Imager M2	53

Obrázek 32 Zeiss ULTRA Plus	53
Obrázek 33 Vzorčky po procesu řezání	54
Obrázek 34 Struers Secotom 50	54
Obrázek 35 Zapouzdřený vzorek.....	55
Obrázek 36 Struers CitoPress – 1	55
Obrázek 37 Struers Tegramin – 25.....	56
Obrázek 39 Změření sloučeninové vrstvy vzorku 14N (přibliženo 500x)	57
Obrázek 38 Změření sloučeninové vrstvy vzorku 14B (přibliženo 500x)	57
Obrázek 40 Změření sloučeninové a difuzní vrstvy vzorku 14N po naleptání (přibliženo 50x)	58
Obrázek 41 SEM povrchu vzorku 17A	59
Obrázek 42 SEM povrchu vzorku 17AR.....	59
Obrázek 43 EDS analýza povrchu vzorku 14A.....	60
Obrázek 44 EDS analýza povrchu vzorku 17A.....	60
Obrázek 46 Lineární analýza chemického složení vzorku 14B	61
Obrázek 45 Lineární analýza chemického složení vzorku 17B	61

Seznam grafů

Graf 1 Koeficientu tření z testu ball on disk [13]	36
Graf 2 Úbytek materiálu u testovaných vzorků [13]	36
Graf 3 Porovnání povrchové tvrdosti iontově nitridované vrstvy	42
Graf 4 Porovnání výsledků plošné drsnosti iontově nitridované vrstvy – parametr Sa	45
Graf 5 Porovnání výsledků plošné drsnosti iontově nitridované vrstvy – parametr Sz	46
Graf 7 Závislosti koeficientu tření na čase pro ocel třídy 17	49
Graf 6 Závislosti koeficientu tření na čase pro ocel třídy 14	49
Graf 8 Porovnání výsledků hloubky drážky po tribologickém testu	52
Graf 9 Porovnání výsledků opotřebení proti tělesa – kuličky	52
Graf 10 Detail závislosti koeficientu tření na čase v prvních 450 sekundách pro ocel třídy 14	64
Graf 11 Detail závislosti koeficientu tření na čase v prvních 450 sekundách pro ocel třídy 17	65

Seznam tabulek

Tabulka 1 Rozdělení procesů dle následného zpracování [3]	23
Tabulka 2 Vhodnost struktury sloučeninové vrstvy [3]	29
Tabulka 3 Chemické složení pozorovaných materiálů.....	37
Tabulka 4 Značení vzorků	40
Tabulka 5 Výsledky měření tvrdosti u oceli třídy 14	42
Tabulka 6 Výsledky měření tvrdosti u oceli třídy 17	42
Tabulka 7 Výsledky měření plošné drsnosti – parametru Sa u oceli třídy 14.....	44
Tabulka 8 Výsledky měření plošné drsnosti – parametru Sa u oceli třídy 17.....	45
Tabulka 9 Výsledky měření plošné drsnosti – parametru Sz u oceli třídy 14.....	45
Tabulka 10 Výsledky měření plošné drsnosti – parametru Sz u oceli třídy 17.....	46
Tabulka 11 Výsledky měření šířky stopy po tribologickém testu u oceli třídy 14.....	51
Tabulka 12 Výsledky měření šířky stopy po tribologickém testu u oceli třídy 17.....	51
Tabulka 13 Výsledky měření hloubky stopy po tribologickém testu u oceli třídy 14.....	51
Tabulka 14 Výsledky měření hloubky stopy po tribologickém testu u oceli třídy 17.....	51
Tabulka 15 EDS analýza povrchu iontově nitridovaných vzorků.....	62
Tabulka 16 Výsledky měření tloušťky jednotlivých vrstev	62
Tabulka 17 Trend zvyšování drsnosti povrchu s rostoucí tloušťkou sloučeninové vrstvy .	63

1 Úvod

Mechanické vlastnosti materiálu jsou přímo závislé na chemickém složení daného materiálu a jeho struktuře. V běžné praxi je za účelem dosažení požadovaných mechanických vlastností využíváno tepelné či chemicko-tepelné zpracování, které dle potřeby ovlivňuje strukturu základního materiálu. Snažíme se docílit optimální struktury, která odpovídá našemu způsobu využívání, a tudíž namáhání součásti.

V dnešní době jsou posuzovány nejen mechanické vlastnosti, ale i životnost dílů. Životnost je závislá zejména na ořezuvzdornosti, korozivzdornosti a výskytu únavových trhlin. Faktory ovlivňující životnost součásti se vyskytují především na povrchu součásti. A proto se dnešní průmysl stále více zaměřuje na ovlivnění povrchové vrstvy/struktury součásti.

Ovlivnění povrchové vrstvy u chemicko-tepelného zpracování je zajištěno difúzními pochody, čímž dochází k sycení povrchu dalšími prvky. U nitridace se jedná o sycení povrchu dusíkem. Klasické způsoby nitridace jsou velmi energeticky náročné a požadované tloušťky nitridované vrstvy je dosaženo klidně až po 50 hodinách trvajícím procesu. Proto je v dnešní době převládajícím způsobem nitridace právě iontová nitridace, kterou se tato bakalářská práce zabývá. Iontová nitridace je proces energeticky úspornější při dosažení požadované hloubky nitridované vrstvy, která se vyznačuje vysokou tvrdostí, odolností proti opotřebení a mezí únavy.

Tato práce zkoumá a porovnává vliv změny parametrů procesu iontové nitridace na výslednou strukturu a mechanické vlastnosti konstrukčních a nerezových ocelí.

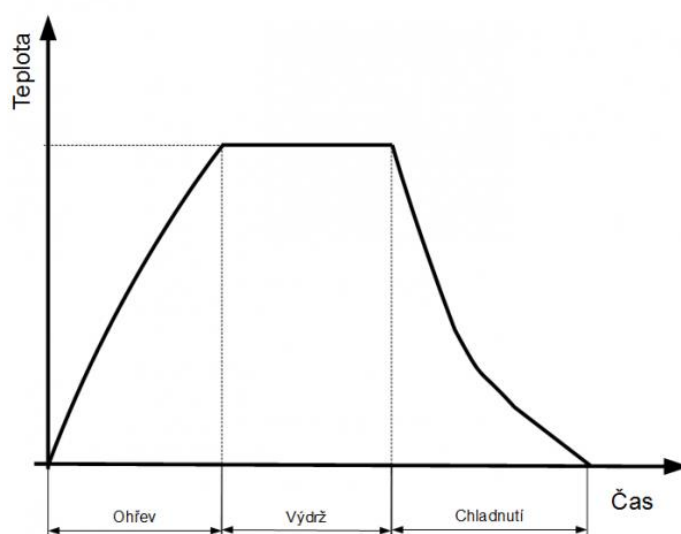
2 Teoretická část

2.1 Tepelné zpracování

Pod pojmem tepelné zpracování si představíme veškeré postupy, při nichž polotovar nebo materiál v tuhém stavu záměrně zahřejeme na předem definovanou teplotu a následně určitým způsobem ochladíme tak, aby získal požadované vlastnosti. [1]

Účelem tepelného zpracování je především zlepšení mechanických vlastností, kterými mohou být například: pevnost, tvrdost, tažnost, odolnost proti opotřebení, korozivzdornost apod. [2]

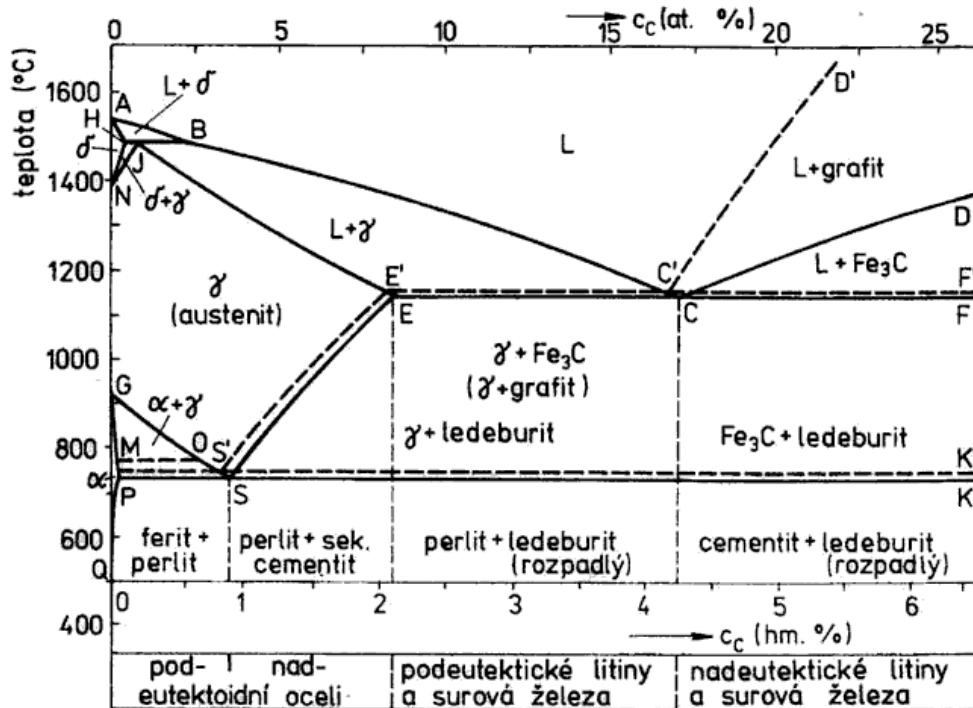
Principem tepelného zpracování jsou tři po sobě jdoucí operace: ohřev – výdrž na teplotě – ochlazení. Schématické znázornění můžeme vidět na obr. 1. Parametry každé operace jsou ovlivněny především druhem tepelného zpracování a velikostí zpracovávané součásti. Nejvíce proměnnými parametry jsou čas a teplota. Při tepelném zpracování nedochází ke změnám ve tvaru či skupenství zpracovávaného materiálu, jedná se o změny fázové a strukturní. [2]



Obrázek 1 Obecné schéma tepelného zpracování [1]

2.1.1 Metastabilní diagram železo-uhlík

Vlastnosti slitin železa ovlivňuje především uhlík. Při změnách teplot mění technické slitiny železa svou strukturu na základě metastabilní soustavy Fe-Fe₃C, v níž je uhlík vylučován ve formě cementitu viz plná čára na obr. 2. Cementit je intersticiální sloučenina Fe₃C. Litiny a surové železo tuhnou a vylučují uhlík ve formě grafitu, v tu chvíli se jedná o stabilní diagram Fe-C viz přerušovaná čára na obr. 2. Tato práce se bude dále zabývat výhradně zpracováním ocelí. Oceli jsou slitiny železa a uhlíku s obsahem uhlíku do 2,14 % (mohou být obsaženy další doprovodné a legující prvky). Eutektoidní bod, který je v obr. 2 označen písmenem „S“ rozděluje oceli na podeutektoidní oceli, kde se koncentrace uhlíku pohybuje v intervalu od 0 % do 0,765 %, dále na eutektoidní oceli, kde je 0,765 % uhlíku a na nadeutektoidní oceli, kde se koncentrace uhlíku pohybuje v intervalu od 0,765 % do 2,14 %. U litin, které se vyznačují obsahem uhlíku nad 2,14 %, se můžeme setkat s obdobným dělením podle eutektického bodu. [2]



Obrázek 2 Metastabilní diagram Fe – Fe₃C [2]

V metastabilním diagramu se vyskytují následující 3 základní fáze.

- *Austenit*: intersticiální tuhý roztok uhlíku v železe γ .
- *Ferit*: intersticiální tuhý roztok uhlíku v železe α .
- *Cementit*: intersticiální chemická sloučenina železa a uhlíku.

Struktury, které se v metastabilním diagramu (obr. 2) vyskytují, vznikají z výše uvedených tří fází.

- *Perlit*: eutektoidní směs feritu a cementitu.
- *Ledeburit*: směs austenitu a cementitu. [2]

2.1.3 Transformační diagramy

Transformační diagramy znázorňují teplotní a časovou závislost průběhu přeměn austenitu. Pro konkrétní ocel platí vždy jeden konkrétní diagram. Transformační diagramy dělíme na izotermické diagramy, jež udávají čas přeměny austenitu za izometrických podmínek, a anizotermické diagramy, které uvádí potřebný čas k přeměně austenitu při různých rychlostech ochlazování. [2]

Izotermický rozpad austenitu, zkráceně nazývaný IRA diagram: slitina se zahřeje do oblasti austenitu (v obr. 2 se jedná o spojnici bodů G-S-E), zde setrvá na určité teplotě, než dojde k úplné austenizaci. Následně dochází k prudkému ochlazení na určitou teplotu, kterou dále udržujeme konstantní a sledujeme rozpad austenitu v čase – rozpad za konstantní teploty

Anizotermický rozpad austenitu, dále jen ARA diagram: slitina se z oblasti austenitu ochlazuje plynule a je sledován průběh rozpadu. Výsledná struktura je tvořena směsí rozpadových struktur, které vznikají v závislosti na rychlosti ochlazování. [2]

Diagram IRA

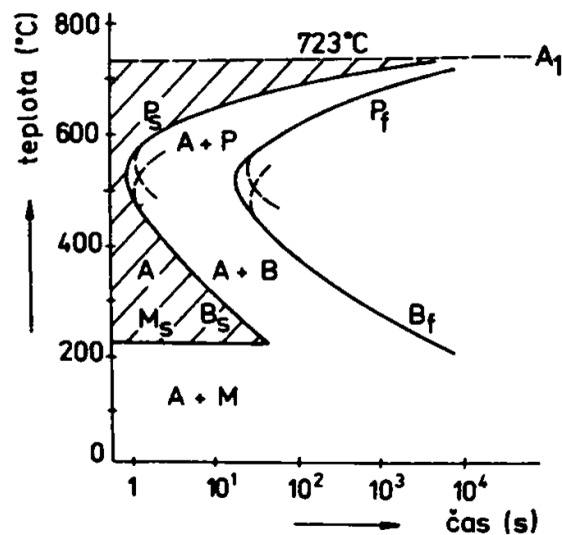
Diagram IRA, který můžeme vidět na obr. 3, je sestrojován na základě křivek rozpadu austenitu při různých teplotách. Dané teploty jsou menší než 727 °C. Polohu křivek v diagramu ovlivňuje obsah uhlíku v oceli, ale i další přísadové prvky. Z tohoto důvodu existují rozdílné diagramy pro podeutektoidní oceli a nadeutektoidní oceli viz obr. 4. [4]

V oblasti mezi teplotami 727 °C (A_1) až 550 °C se přechlazený austenit izotermicky rozpadá na perlit. Dochází zde k perlitické přeměně, která je charakteristická úplnou difúzní přeměnou austenitu, na které se podílí difúze železa i difúze uhlíku. Podle teploty, za které probíhá perlitická přeměna, můžeme perlit dělit na lamelární a globulární. Globulární perlit

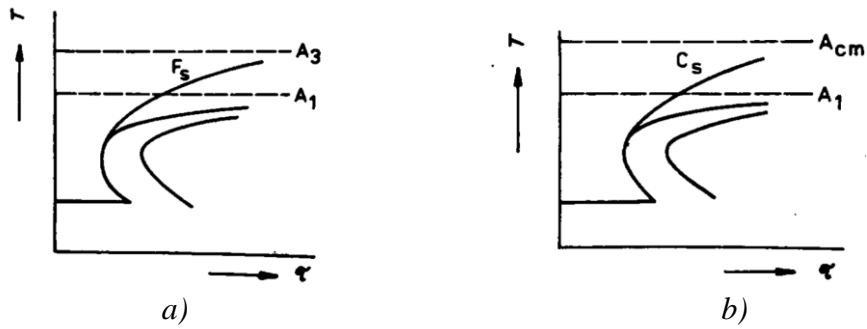
vzniká velmi pomalým ochlazováním v okolí teploty A_1 nebo žháním na měkko. Lamely Fe_3C se při vysokých teplotách sbalují do kuliček, a tím se snaží minimalizovat svou povrchovou energii. [2]

Pod teplotou $550\text{ }^\circ\text{C}$ až do teploty martenzit start se přechlazený austenit rozpadá na bainit. Bainitická přeměna je označována jako polodifúzní přeměna, kde difúze probíhá pouze u uhlíku. I bainit dělíme podle teploty, za které vzniká, na horní a dolní bainit. Horní bainit vzniká za teplot nad $350\text{ }^\circ\text{C}$ a oproti dolnímu bainitu je houževnatější, avšak stále pevnější než perlit. Dolní bainit vzniká pod teplotou $350\text{ }^\circ\text{C}$ a vykazuje vyšší pevnost na úkor nižší houževnatosti v porovnání s horním bainitem. [2]

Pod teplotou martenzit start probíhá martenzitická přeměna. Tato teplota přímo závisí na chemickém složení oceli. Obecně lze říct, že martenzitická přeměna je bezdifúzní. [2]



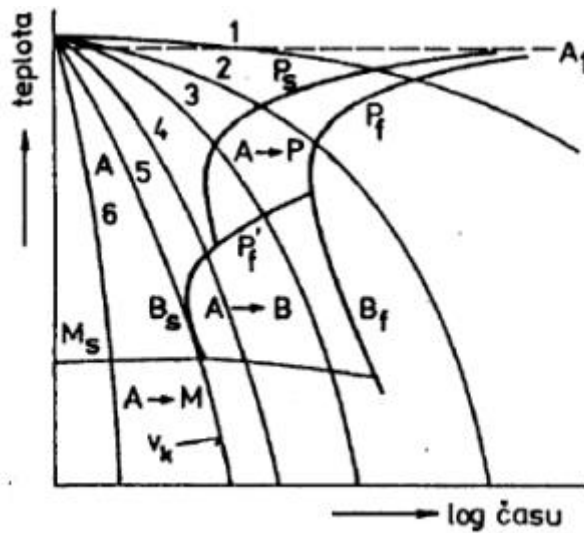
Obrázek 3 Schéma diagramu IRA pro eutektoidní oceli [2]



Obrázek 4 Schéma diagramu IRA pro a) podeutektoidní oceli b) nadeutektoidní oceli [2]

Diagram ARA

Diagram ARA, viz obr. 5, znázorňuje počátek a konec jednotlivých přeměn za plynulého ochlazování austenitu. Výsledná struktura oceli může být tvořena směsí jednotlivých struktur, podle rychlosti ochlazování. Nejnižší možnou rychlost, při níž je výslednou strukturou pouze martenzit nazýváme horní kritická ochlazovací rychlost. Rychlost, při níž se martenzitická struktura tvořit přestává, nazýváme dolní kritická ochlazovací rychlost. Tvar diagramu ovlivňuje obdobně jako u IRA diagramu chemické složení ocelí a podmínky austenitizace. [4]



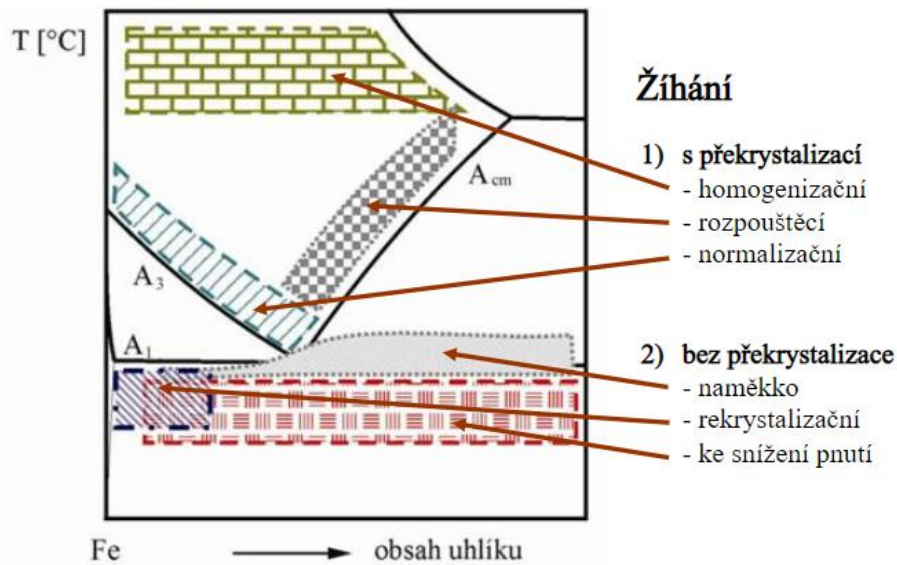
Obrázek 5 Schéma diagramu ARA [2]

2.2 Druhy tepelného zpracování

Žihání

Technologie žihání je tepelné zpracování, v jehož důsledku může docházet ke zmenšení strukturní nebo chemické heterogenity polotovaru. Žiháním klesá tvrdost, zlepšuje se obrobitelnost a tvářitelnost za studena. Dále žihání snižuje vnitřní pnutí, které vzniká při předchozím zpracování polotovaru. Žihání je běžně děleno na žihání bez překrystalizace a žihání s překrystalizací. Překrystalizační teplotou je dle metastabilního diagramu teplota 727 °C. Jednotlivé oblasti žihacích teplot a druhy žihání jsou znázorněny na obr. 6. [2]

Principem žihání je ohřev na žihací teplotu, která je závislá na druhu žihání a na žíhaném materiálu. Následuje výdrž na této teplotě po předem definovanou dobu a pomalé, plynulé ochlazování na běžnou teplotu. Ochlazení probíhá buď přímo v peci, která je dále nevytápěná, nebo v otevřeném prostoru na vzduchu. [4]

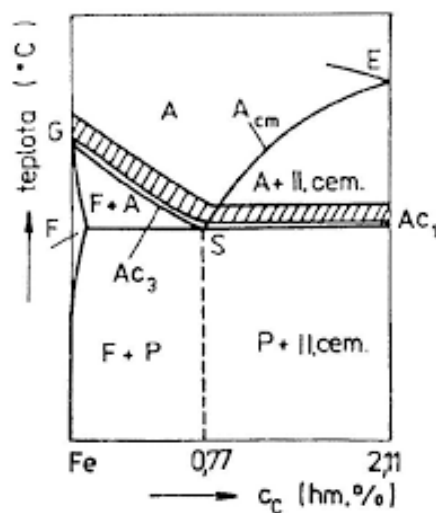


Obrázek 6 Druhy žihání a oblast použití v diagramu Fe – Fe₃C [2]

Kalení

Technologie kalení je tepelné zpracování, jehož účelem je dosažení nerovnovážného stavu oceli, která má vysokou tvrdost a odolnost proti opotřebení, avšak ztrácí houževnatost, a je tudíž křehká. Podle výsledné struktury rozdělujeme kalení na bainitické a martenzitické. Jak vyplývá z obr. 7, kde je vyobrazeno pásmo kalících teplot, jedná se o tepelné zpracování s překrystalizací. Některé oceli není možné zpracovávat kalením. Tyto oceli označujeme jako nekalitelné. Kalitelnost oceli je dána obsahem uhlíku, který musí být vyšší než 0,35 %. Dalšími pojmy, se kterým se setkáme u procesu kalení jsou tzv. zakalitelnost a prokalitelnost. Zakalitelnost je definována jako nejvyšší možná tvrdost oceli po procesu kalení, zatímco prokalitelností rozumíme možnost oceli dosáhnout tvrdosti dané právě zakalitelností do určité hloubky polotovaru. [1, 2]

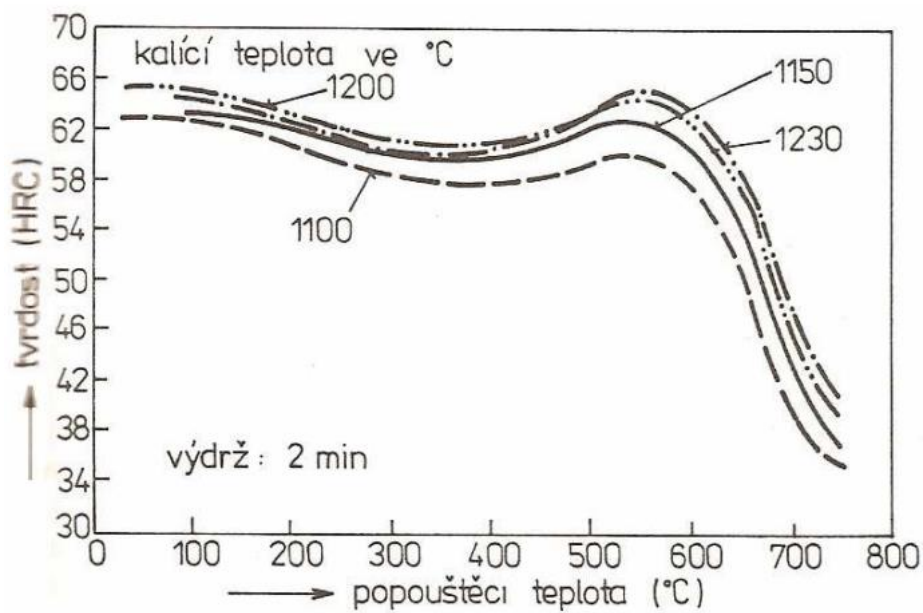
Postup kalení je proces zahřátí dané součásti na kalící teplotu, která je vždy nad teplotou překrystalizace a následné ochlazení takovou rychlostí, která je minimálně tak velká, aby bylo dosaženo kritické ochlazovací rychlosti. Pro dosažení požadované kritické rychlosti je ochlazovacím prostředím nejčastěji: voda, olej, roztavená solná lázeň či přetlak plynu (dusík, argon) apod. [2]



Obrázek 7 Pásmo kalících teplot [2]

Popouštění

Popouštění slouží k odstranění vnitřního pnutí, které u dané součásti vzniká bezprostředně po zakalení. Obecně je součást po procesu kalení křehká a v běžné praxi zřídka kdy použitelná. Popouštěcí teplota je vyšší než teplota okolí, a zakalenou součást přibližuje rovnovážnému stavu, čímž klesá tvrdost. Současně však dochází ke zvyšování houževnatosti. U některých druhů nástrojových ocelí s vysokým obsahem karbidotvorných prvků může docházet ke zvyšování tvrdosti. Tento jev je nazýván sekundární tvrdost viz obr. 8. Změny mechanických vlastností jsou přímo závislé na výši popouštěcí teploty. [2]



Obrázek 8 Schéma popouštění oceli 19 830 [16]

2.3 Chemicko-tepelné zpracování

Podstatou chemicko-tepelného zpracování je syčení povrchu ocelí dalšími prvky a dosažení změn v chemickém složení povrchové vrstvy. Změnou chemického složení ovlivňujeme mechanické a fyzikálně chemické vlastnosti polotovaru. Nejběžnějším cílem chemicko-tepelného zpracování je zvýšení tvrdosti a odolnosti proti opotřebení povrchu při zachování neovlivněného, tedy houževnatého, jádra (nitrocementace, karbonitridace). Obdobné výsledky očekáváme také u povrchového kalení, kde ale dochází ke změnám strukturním (v povrchové vrstvě), nikoli ke změnám chemického složení. Další druhy chemicko-tepelného zpracování slouží například ke zvýšení korozivzdornosti či odolnosti proti žáru (hliníkování, difuzní chromování). [4]

Chemické ovlivnění povrchové vrstvy je dáno ohřevem polotovaru v aktivním prostředí, které může být plynné, kapalně nebo sypké. Při dosažení potřebné teploty začne docházet k disociaci atomů z aktivního prostředí a následné absorpci do povrchu polotovaru, kde dále probíhá difuze v mřížce materiálu ve směru od jeho povrchu. Disociace, absorpce a difuze jsou základními procesy chemicko-tepelného zpracování a jejich průběh závisí především na zvoleném druhu zpracování a na druhu oceli. Některé druhy chemicko-tepelného zpracování vyžadují další operace, kterými bývají z pravidla kalení a popouštění za nízkých teplot, více viz tabulka 1. [2]

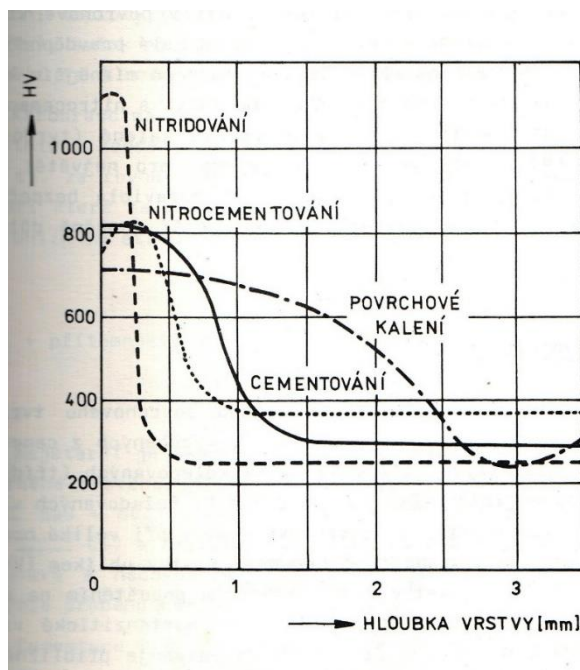
Bez dalšího tepelného zpracování	S následným tepelným zpracováním
Nitridování	Cementování
Chromování	Nitrocementování
Difuzní sírování	Boridování
Karbonitridace	

Tabulka 1 Rozdělení procesů dle následného zpracování [3]

Základní prvky, které difundují do povrchu součásti, jsou uhlík (cementování), dusík (nitridování), dusík a uhlík (nitrocementování), bór (boridování), chrom (chromování), síra a dusík (sulfonitridování), hliník (hliníkování), křemík (křemíkování). [3]

2.3.1 Nitridace

Nitridováním je označováno chemicko-tepelné zpracování, při kterém dochází k sycení tenké povrchové vrstvy polotovaru dusíkem, a tím se vytváří tvrdé nitridy za účelem zvýšení tvrdosti, která může po nitridaci dosahovat až 1200 HV (viz obr. 9) bez nutnosti následného tepelného zpracování. Nitridací můžeme docílit i zvýšení odolnosti proti korozi a únavě. [3]



Obrázek 9 Závislost tvrdosti a hloubky vrstvy na druhu zpracování [3]

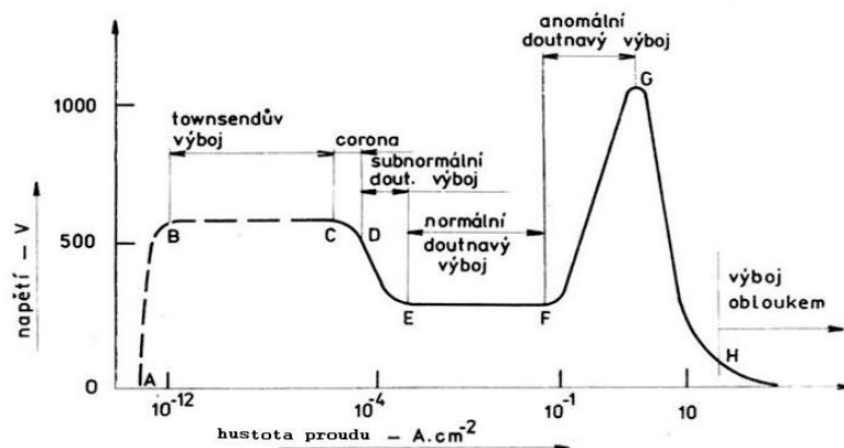
Nitridace probíhá v plynném prostředí (plynný čpavek), kapalném prostředí nebo v plasmatu. Proces nitridace je realizován především v rozmezí teplot 470–550 °C. Vlivem nízké teploty probíhá celý proces značně pomalu, tudíž je nutno setrvat na nitridační teplotě delší dobu za účelem dosažení požadované hloubky nitridované vrstvy. Například tloušťka nitridované vrstvy 0,6 mm je dosažitelná až po 70 hodinách, což vede ke značné nákladnosti celého procesu. Vhodnými materiály pro nitridaci jsou zušlechťené oceli s 0,3-0,5 % uhlíku. Při použití materiálů s obsahem hliníku a chromu dochází k výraznému nárůstu tvrdosti. Obzvláště nevhodnými materiály jsou polotovary s oduhličeným povrchem a s vyloučeným feritem na hranicích zrn u podkalených ocelí. [4]

Po nitridaci je potřeba provést dokončovací operaci broušení, neboť nitridováním se objem polotovaru zvětšuje. [3]

2.3.2 Iontová nitridace

Iontová nitridace patří k těm nejpoužívanějším. I v této variantě nitridace je nutná přítomnost atomárního dusíku, který je za zvýšených teplot schopen difundovat do krystalové mřížky polotovaru. Iontová nitridace probíhá ve vakuové nádobě, kam jsou vloženy zpracovávané díly, které jsou zapojeny jako katoda. Nádoba je odborně označována jako recipient, který je zapojen jako anoda. V recipientu je udržován nízký tlak a vnitřní atmosféru tvoří směs plynů (N_2 , H_2 , Ar, NH_3 , CH_4), největší zastoupení mají vodík a dusík. [5, 6]

Po přivedení elektrického proudu o napětí pohybujícího se v intervalu od 400 do 1000 V vzniká mezi anodou a katodou elektrické pole. Hodnota napětí je znázorněna na obr. 10, který popisuje závislost napětí a plošné hustoty proudu na druhu doutnavého výboje. Nejen napětí, ale i proud a tlak musí být tedy nastaveny v oblasti odpovídající anomálnímu výboji. [6]



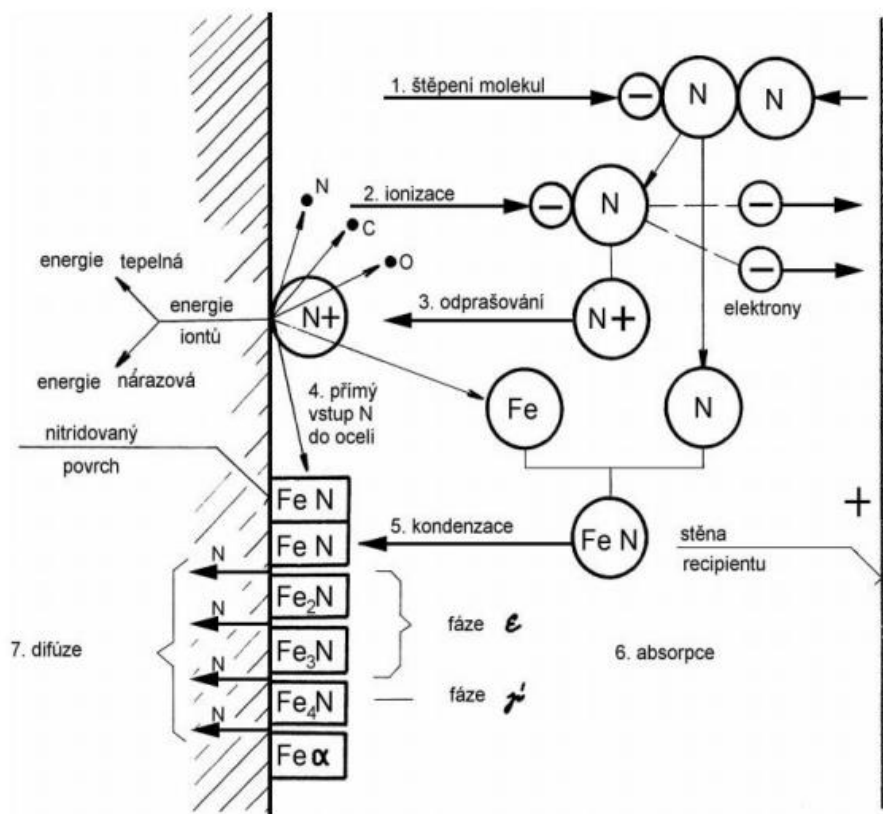
Obrázek 10: Závislost změny doutnavého výboje na napětí a plošné hustotě proudu [6]

Ve vzniklém elektrickém poli dochází k pohybu molekul plynů a vlivem nárazů k jejich dalšímu štěpení a ionizaci. Kladné ionty jsou urychlovány a přitahovány katodou, což je povrch zpracovávaného dílu. Nárůst kinetické energie kladných iontů není lineární a ke skokovému nárustu dochází v těsné blízkosti povrchu dílu, konkrétně v oblasti katodového úbytku napětí. Na základě této skutečnosti je většina dějů soustředěna do bezprostřední blízkosti povrchu dílu, bez ohledu na jeho velikost či tvar a bez ohledu na vzdálenost od stěny recipientu (anody). Z toho vyplývá, že anomální doutnavý výboj má plošný charakter a jeho „svícení“ kopíruje tvar dílu viz obr. 11. [6]



Obrázek 11 Iontová nitridace – anomální doutnavý výboj

Děj probíhající při iontové nitridaci je schematicky vyobrazen na obr. 12, kde kladné ionty nepřetržitě „bombardují“ povrch součástí a při nárazu je jejich kinetická energie transformována na energii tepelnou, která zahřívá celou součást, což vede k zahřátí na dostatečnou teplotu pro průběh nitridace. Teoreticky by tak nebyl nutný žádný externí zdroj tepla, avšak dnešní zařízení externím zdrojem tepla disponují, a to pro lepší regulaci teploty uvnitř recipientu. Při nárazu zároveň dochází k vyrážení atomů železa a dalších prvků (například kyslíku, uhlíku a dusíku) z povrchu součásti, což je odborně nazýváno katodové odprašování nebo jen odprašování. Reakce s odprašenými atomy vede k dusíkem bohatých nitridů železa, které jsou opět urychlovány proti povrchu součásti, kde kondenzují a difundují pod povrch, čímž vzniká nitridační vrstva. [6]



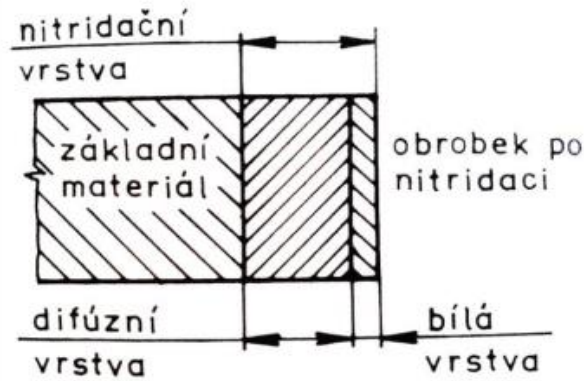
Obrázek 12 Schéma dějů při iontové nitridaci [6]

Fázové složení iontově nitridovaných vrstev

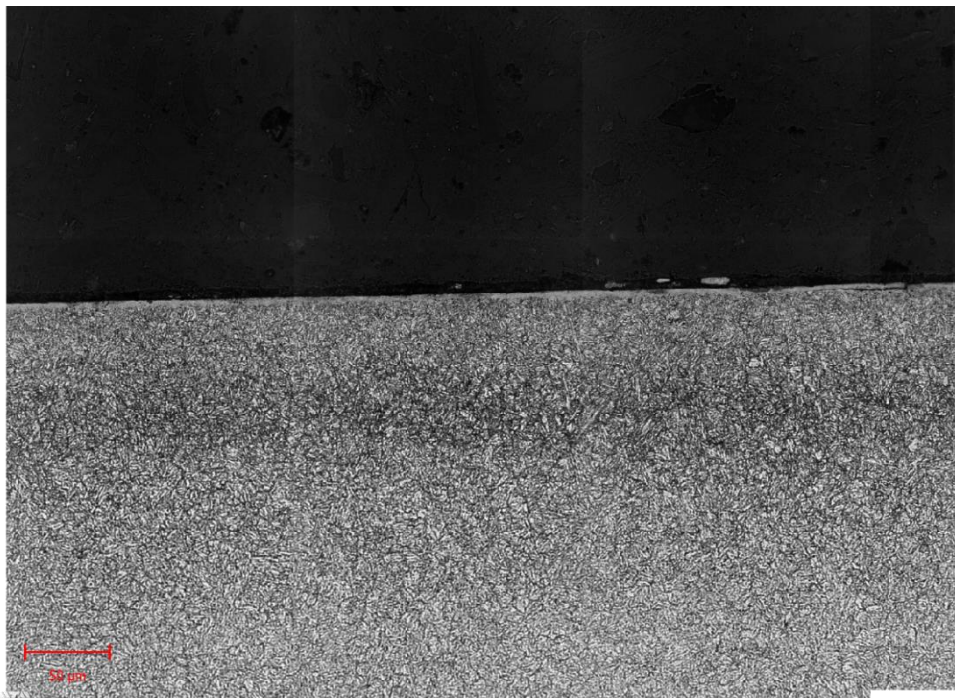
Vrstva vzniklá procesem iontové nitridace je rozdělena do dvou částí. První jen několik mikrometrů tlustá vrstva je přímo na povrchu polotovaru a je nazývána bílá vrstva. Tento název vznikl na základě anglického označení „white layer“ a díky bílé barvě na metalografickém výbrusu. V běžné praxi může být také označována jako sloučeninová vrstva, neboť se z chemického složení jedná o intermetalickou sloučeninu železa a dusíku. Sloučeninová vrstva dosahuje vysokých tvrdostí až 1500 HV při správné volbě materiálu a podmínkách procesu. Dále zde můžeme pozorovat výbornou odolnost proti opotřebení a korozivzdornost. Pod sloučeninovou vrstvou je difúzní vrstva, která dosahuje hloubky v řádu desetin milimetru. [6]

Schematicky je složení nitridační vrstvy vidět na obr. 13. Ovlivněná vrstva je také vidět na obr. 14 u metalografického výbrusu a naleptání. V tomto případě byla vzorkem nástrojová ocel 19 554 s nitridační teplotou

480 °C a délkou procesu 20 hodin. Difúzní vrstva je po naleptání nitalem tmavší než základní materiál polotovaru.



Obrázek 13 Složení nitridační vrstvy [3]



Obrázek 14 Metalografický výbrus oceli 19 554 po naleptání

Strukturu sloučeninové vrstvy lze ovlivňovat, čímž můžeme docílit dvou různých fází, případně jejich kombinace a následně docílit vhodné vlastnosti vrstvy v závislosti na charakteru namáhání. Hlavním nástrojem pro ovlivnění výsledné fáze je změna ve složení nitridační atmosféry. Při použití atmosféry bez přítomnosti uhlíku dosáhneme fáze γ' , což je intermetalická sloučenina nitridu železa Fe_4N s plošně středěnou krychlovou mřížkou. Tato monofáze může dosahovat hloubky až $8 \mu\text{m}$ a vyznačuje se vysokou tvrdostí. Přidáním přibližně 0,5 % uhlíku do nitridační atmosféry dosáhneme fáze ϵ , což je intermetalická sloučenina nitridu železa Fe_{2-3}N s šesticelovou mřížkou. Tato monofázová struktura se vyznačuje vysokou korozivzdorností a může dosahovat hloubky až $30 \mu\text{m}$. [6]

Kombinace těchto dvou struktur se nedoporučuje, protože dochází ke vzniku heterogenní směsi fází γ' a ϵ , s odlišnými krystalickými mřížkami. Vzniká vnitřní pnutí a následný vznik mikroskopických trhlin. [6]

V praxi je také využíváno možnosti úplného potlačení sloučeninové vrstvy a ponechání pouze difúzní vrstvy za účelem zvýšení meze únavy. Porovnání vhodnosti použití jednotlivých fází je viditelné v tabulce 2. [6]

Charakter namáhání	Obsah legovaných prvků v oceli	Fázové složení bílé vrstvy			Difúzní vrstva
		γ' fáze	ϵ fáze	$\gamma' + \epsilon$	
otěrem	nízký	+	++	Vícefázová vrstva není vhodná	-
	střední	++	+		-
	vysoký	-	-		++
únavou	nízký	+	++		-
	střední	+	+		++
	vysoký	-	-		++
korozi	nízký	-	++		-
	střední	+	++		-
	vysoký	-	+		+

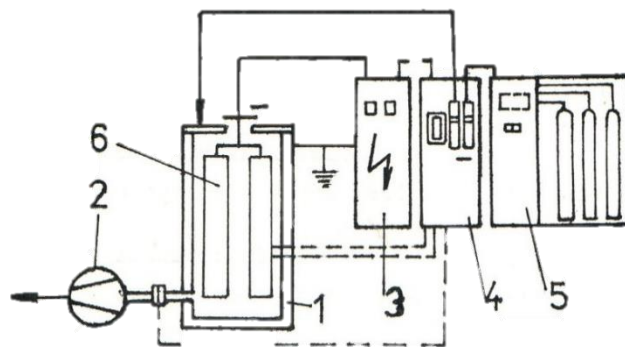
Tabulka 2 Vhodnost struktury sloučeninové vrstvy [3]

- nevhodné, + vhodné, ++ velmi vhodné

Zařízení pro iontovou nitridaci

Na obr. 15 je schéma zařízení pro iontovou nitridaci, které se skládá z pěti základních částí.

- 1) Vakuová nádoba – recipient: jedná se o prostor, kde vzniká potřebné elektrické pole. Recipient slouží jako anoda a součásti vložené uvnitř jsou katodou.
- 2) Vakuový systém: slouží k odčerpání vzduchu a vytvoření vakua. Po přívodu nitridační atmosféry do prostoru recipientu se vakuový systém stará o regulaci předepsaného tlaku, který se v běžném provozu pohybuje v intervalu od 100 do 800 Pa.
- 3) Zdroj: zajišťuje přívod stejnosměrného proudu, potřebného k vytvoření anomálního doutnavého výboje. Napětí potřebné pro proces iontové nitridace bývá v intervalu od 250 do 1000 V.
- 4) Řídící jednotka: zajišťuje průběh celého procesu dle předem nastavených parametrů a na základě údajů přicházejících ze snímačů a čidel. Celý proces iontové nitridace se tímto stává automatizovaný a není nutná přítomnost obsluhy.
- 5) Plynová stanice: zajišťuje přípravu nitridační atmosféry, případně přívod dalších plynů. [6]



Obrázek 15 Schéma zařízení pro iontovou nitridaci [3]

2.4 Tribologie

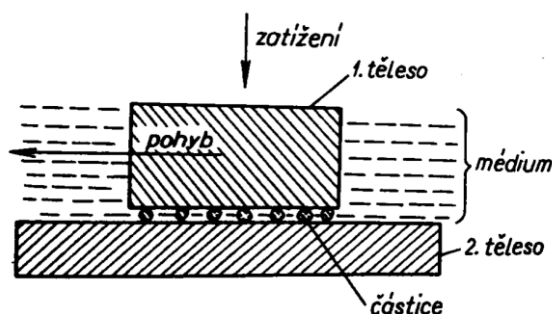
Tribologie je vědním oborem, který se zabývá především vzájemným pohybem, nebo snahou o vzájemný pohyb dvou těles. Pojem tribologie je relativně nový, k jeho výraznějšímu rozšíření došlo po roce 1966 na tzv. londýnském výboru pro mazání ve zprávě „Committee on Lubrication Report“. Pojem tribologie je složen ze dvou řeckých slov *tribos* – tření a *logos* – věda. [8]

Tribologie zkoumá kromě ztráty energie, která je zapříčiněna třecími silami, i ztrátu materiálu při vzájemném pohybu, kterou nazýváme opotřebením. Těmto energetickým či materiálovým ztrátám se snažíme ve většině strojních aplikací předcházet, k čemuž využíváme maziva, která jsou také podoborem tribologie. V následujících podkapitolách si blíže vysvětlíme pojmy tření a opotřebením. [8]

2.4.1 Tření

Tření definoval už Leonardo da Vinci následovně „*Tření je odpor proti pohybu, vznikající mezi dvěma tělesy v oblasti dotyku jejich povrchů, v tečném směru k nim.*“. V dnešní době je tato definice stále přesná a uznávaná, avšak dnes rozlišujeme více druhů tření. Pro úplnost je dobré uvést, že výše uvedená definice je pro tření vnější. Můžeme se setkat také se třením vnitřním, vyskytující se například u kapalin, které je v běžné praxi označováno jako viskozita (vazkost). [8]

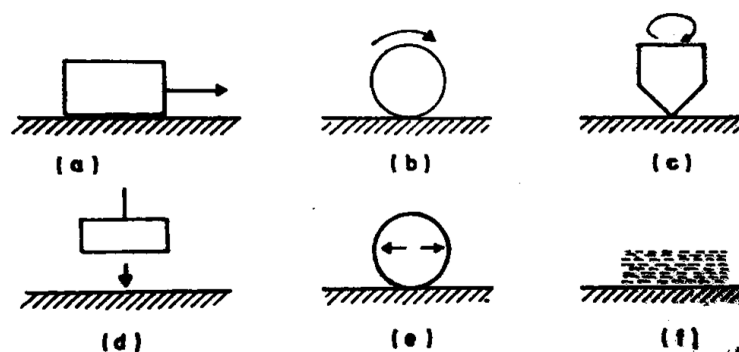
Na povahu tření lze obecně nahlížet dvěma způsoby. Za prvé jako na tření užitečné, které se vyskytuje u brzdných systémů, třecích spojek nebo u běžného kontaktu podrážek bot s podložkou. Druhý způsob vnímá tření jako jev nežádoucí, který se vyskytuje častěji než tření užitečné. Setkáme se s ním například u ložisek, ozubených kol, či při kontaktu válce a pístu. Odhaduje se, že třením a jeho důsledky vznikají energetické ztráty, které činí až třetinu vyprodukované energie v průmyslově vyspělých zemích. Schéma tření můžeme vidět na obr. 16. [8]



Obrázek 16 Schéma tření [7]

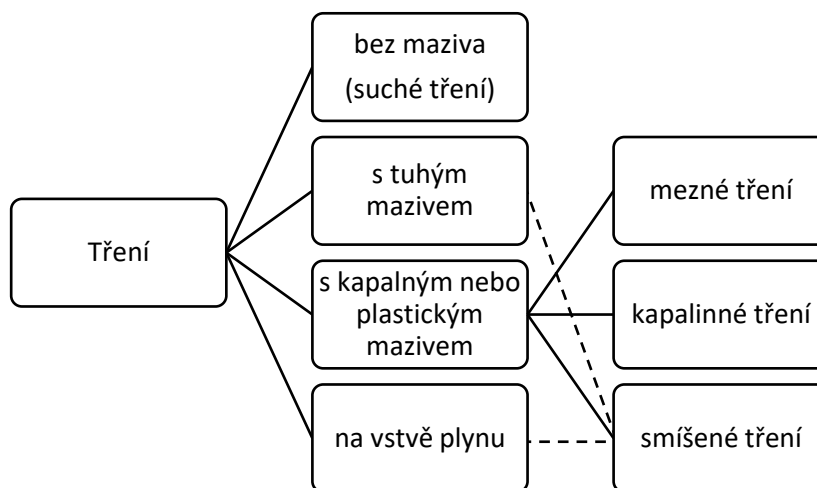
Tření dále dělíme podle vzájemného pohybu jednotlivých součástí. Tření může být za klidu tzv. statické nebo za pohybu dynamické. Zatímco statické tření vzniká za podmínek, kdy jsou obě tělesa v klidu, dynamické tření rozdělujeme podle druhu pohybu, který těleso (tělesa) vykonávají. Tyto pohyby jsou schematicky znázorněny na obrázku č. 17. [8]

Mezi základní a nejčastěji vyskytované pohyby můžeme zařadit kluzný pohyb (a), valivý pohyb (b) a rotační pohyb (c). Dalšími pohyby mohou být náraz (d), kmitání (e), nebo tok (f). V běžné praxi se většinou setkáváme s kombinací více pohybů najednou. [8]



Obrázek 17 Případy vzájemného relativního pohybu [8]

Dalším způsobem, kterým můžeme nahlížet na dělení tření, je dle podmínek vzájemného kontaktu styčných ploch, při kterých dotyk vzniká. Rozhodujícím prvkem je, zda je mezi styčnými plochami použito mazivo a v jaké formě. Toto rozdělení je blíže znázorněno na obr. 18 [7]



Obrázek 18 Rozdělení tření podle média ve styčné ploše [7]

Zákony tření

Studium tření společně s teorií mechaniky jsou stavebními kameny pro tři zákony tření. Tyto zákony vycházejí už z poznatků da Vinciho, Amontonse a Coloumba, avšak stále jsou platné a uznávané. Pro tuto práci bude důležitý hned první zákon tření. [7]

- První zákon tření

Velikost třecí síly je přímo úměrná působícímu zatížení.

- Druhý zákon tření

Velikost třecí síly je nezávislá na celkové stykové ploše.

- Třetí zákon tření (Coulombův poznatek)

Tření je nezávislé na rychlosti pohybu.

Na základě prvního zákona tření vzniká následující vztah.

$$\mu = \frac{F_T}{F_N} \quad (1)$$

Poměr třecí síly (F_T) a normálové síly (F_N) je konstantní a je nazýván jako součinitel (koeficient) tření. Součinitel tření je hodnota získávaná experimentálně, která mimo výše zmíněný vztah přímo závisí i na dalších parametrech. Mezi ně řadíme materiály těles, které jsou ve vzájemném kontaktu, jakost povrchu styčných ploch, či případně přítomnost dalších složek – maziv, plynů apod. [11]

2.4.2 Opotřebení

Tento pojem je definován jako změna geometrie nebo jakosti povrchu funkčních částí tuhého tělesa v důsledku působení jiného tuhého tělesa nebo substance. Při styku dvou ploch nastává odstraňování nebo přemisťování částic hmoty u jednoho nebo obou zúčastněných materiálů. Pro většinu strojních součástí se snažíme opotřebení i rychlost opotřebení co nejvíce eliminovat, čímž snižujeme spotřebu energie a prodlužujeme životnost daného stroje či strojní součásti. Opotřebení nemusí být vždy nutně nežádoucí, například u dokončovacích technologií (broušení, leštění) je právě změna geometrie i jakosti povrchu účelem. [7]

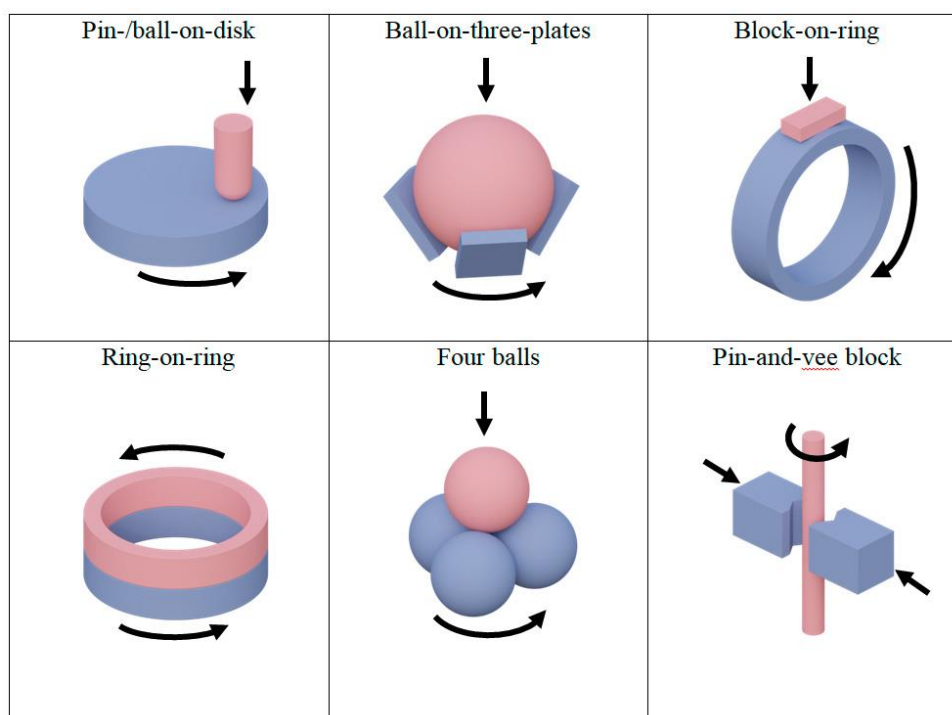
Dle normy ČNS 01 5050 rozděluje opotřebení na adhezivní, abrazivní, erozní, korozní, únavové a vibrační. V běžné praxi se zřídka setkáváme pouze s jedním z výše vypsanych druhů. Ve většině případů se jedná o kombinaci dvou a více druhů opotřebení, čímž vzniká mnoho dalších variant. [8]

Velikost a rychlost opotřebení je závislá na vnějších faktorech i vstupních podmínkách zúčastněných těles. Jedná se především o složení povrchové vrstvy a její vlastnosti, dále o povrchovou úpravu, přítomnost média v místě vzájemného kontaktu, druh a relativní rychlost pohybu a v poslední řadě o velikost zatížení (normálové síly). [8]

2.4.3 Tribologické zkoušky

V oblasti tření, opotřebení a mazání se využívá celá řada zkušebních metod. Obecně lze říct, že většinu výsledků z těchto oblastí jinak než experimentálně získat nelze. Mezi nejčastěji využívané zkušební metody řadíme následující:

- „Pin/ball-on-disk“
- „Ball-on-three-plates“
- „Ring-on-ring“
- „Four balls“
- „Block-on-ring“
- „Pin-and-vee block“ [12]

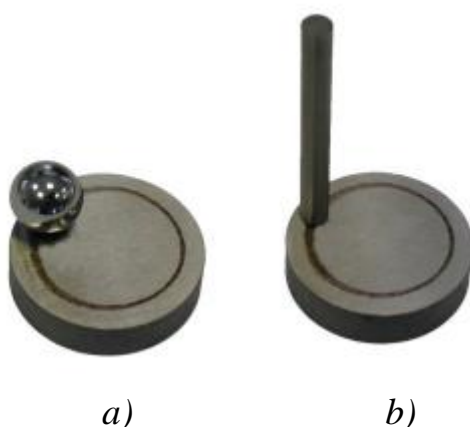


Obrázek 19 Druhy tribologických zkoušek [12]

Pin/ball-on-disk

Tribologická zkušební metoda „Pin/Ball-on-disk“ je metodou, se kterou se v běžné praxi setkáme nejčastěji. I v našem případě bude právě tato metoda použita v experimentální části pro zjištění koeficientu tření a opotřebení. Principem této metody je přiložení tělíška, kterým je váleček – pin (b) nebo kulička – ball (a) na zkoumaný vzorek (disk), viz obr. 20. Tělíško je pevně upnuto do zkušebního zařízení tak, aby se předešlo rotaci či jinému nežádoucímu pohybu. V předem definované vzdálenosti od středu otáčení je tělíško zatíženo konkrétní silou a následně vykonává stanovený počet otáček. Tělíško zanechává na vzorku stopu o určité hloubce a tvaru, která je následně blíže analyzována. Z finální analýzy získáváme výsledky otěruvzdornosti. [9]

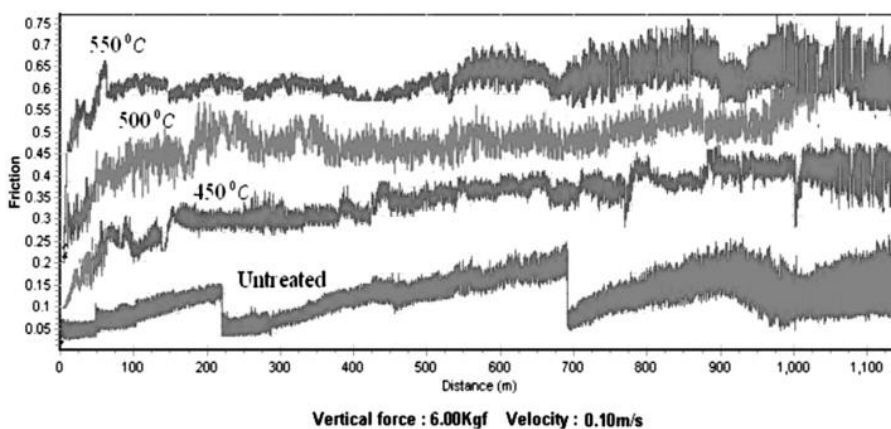
Výsledky této zkušební metody ovlivňuje mnoho faktorů, jako například: geometrie a materiál použitého tělíška, relativní rychlost pohybu mezi tělíškem a vzorkem, vzniklá teplota na povrchu vzorku, přítomnost maziva, kvalita povrchu vzorku atd. [10]



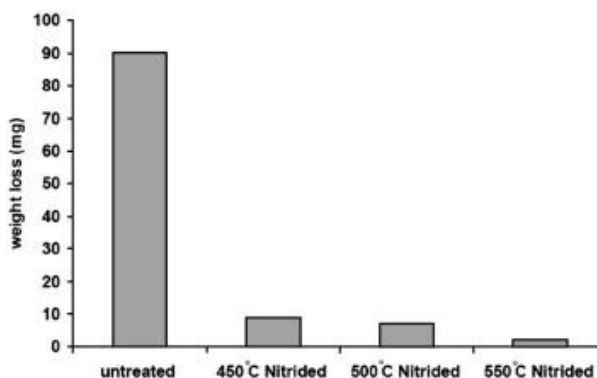
Obrázek 20 Zkouška pin/ball on disk [10]

Na základě publikace vědeckého článku M. Atapoura [13], který se mimo jiné zabýval tribologickými vlastnostmi iontově nitrídané oceli, bylo možné získat představu o výsledcích tribologického testu „ball on disk“. Ve studii Atapoura byla použita ocel DIN 1.4871, která má v normě ČSN ekvivalent v podobě oceli 17 465. Tyto vzorky byly následně podrobeny iontové nitrídaci po dobu 7 hodin za působení třech různých teplot 450 °C, 500 °C a 550 °C při následujícím složení atmosféry: 75% vodík a 25% dusík.

Výsledky tribologických zkoušek ukazují, že koeficient tření po iontové nitridaci výrazně vzrostl a jeho nárůst byl přímo ovlivněn teplotou zpracování. Nezpracovaný vzorek měl ustálenou hodnotu koeficientu tření okolo hodnoty 0.1, zatímco vzorek po iontové nitridaci za teploty 550 °C dosahoval hodnot koeficientu tření okolo 0.75, což byla nejvyšší hodnota ze všech vzorků. K porovnání procesu chemicko-tepelného zpracování a následného koeficientu tření slouží graf 1. Opačných výsledků se dočkáme při hodnocení opotřebení, kde zpracované vzorky dosahují násobně lepších hodnot než vzorky nezpracované. Všechny vzorky byly srovnány do sloupcového grafu (Graf 2) podle úbytku materiálu po dokončení testu ball on disk. [13]



Graf 1 Koeficientu tření z testu ball on disk [13]



Graf 2 Úbytek materiálu u testovaných vzorků [13]

3 Experimentální část

3.1 Chemicko-tepelné zpracování

Pro experimentální část této práce a proces iontové nitridace byl vybrán jeden zástupce z třídy konstrukčních ocelí, ocel 14 220 a jeden zástupce z třídy nerezových ocelí, ocel 17 240. Všechny vzorky byly broušeny a leštěny, abychom docílili nejvhodnější jakosti povrchu pro následný proces nitridace.

Zkoumané materiály

	Chemické složení v %:				
ČSN	C	Cr	Mn	Si	Ni
14 220	0,14 – 0,19	0,80 – 1,10	1,10 – 1,40	0,17 – 0,37	-
17 240	< 0,07	17 – 19,5	< 2,0	-	8,0 – 10,5

Tabulka 3 Chemické složení pozorovaných materiálů

Ocel 14 220 je typická pro menší hřídele, ozubená kola, šneky, vačkové hřídele apod. Ocel je vhodná k cementování, objemovému tváření za tepla, po žihání i za studena a vyznačuje se dobrou svařitelností. [14]

Ocel 17 240 je nejpoužívanější druhem nerezové oceli. Vyznačuje se dobrou odolností vůči vodě, vodní páře, vzdušné vlhkosti a slabým organickým a anorganickým sloučeninám. Ocel je vhodná k tváření za studena a svařování. [2]

3.1.1 Parametry iontové nitridace

Proces probíhal ve firmě Bodycote HT s.r.o, která disponuje zařízením pro pulzní plazmovou nitridaci – Plateg, které je nafoceno na obr. 21. Zařízení Plateg má od výrobce udávané následující specifikace.

- Teplota: 380 – 600 °C
- Čas: 0,5 – 120 h
- Tlak: 100 – 400 Pa
- Napětí: 400 – 600 V
- Proud: 20 – 800 A
- Průtoky směsi plynů: 1 – 20 l/min
- Teplotní homogenita: ± 5 °C
- Řízení teploty: 3 termočlánky
- Velikost vsázky: pr.800×2200 mm
- Nosnost: 2500 kg



Obrázek 21 Zařízení pro pulzní plazmovou nitridaci – Plateg

Pro tuto práci byly zvoleny dva nejčastěji používané procesy iontové nitridace a jeden způsob nízkotlaké nitridace ve firmě Bodycote, které budou dále vzájemně porovnávány.

Proces A – 480 °C / 20 hodin

Jedná se o běžný pracovní postup při iontové nitridaci, kde je teplota nastavena na 480 °C a délka procesu je 20 hodin. Tlak udržovaný v recipientu během nitridačního kroku je 250 Pa. Poměr použitých plynů v procesu je know-how firmy Bodycote, avšak nitridační atmosféru tvořily převážně následující plyny: dusík, vodík, argon a methan.

Proces B – 520 °C / 16 hodin

Teplota procesu byla nastavena na 520 °C a délka nitridačního kroku na 16 hodin. Tlak byl opět udržován na hodnotě 250 Pa. Směs plynů je stejná, jako v přechozím procesu „A“.

Proces N – NITRAL

Proces nitridace zvaný NITRAL je patentován firmou BMI jako proces nízkotlaké nitridace. Tlak je tedy volen v intervalu 100–400 mBar a nitridace probíhá při teplotách 400–600 °C. Atmosféra je tvořena následujícími plyny: čpavek – je disociován a atomární N₂ je základní složkou pro nitridaci, dusík – inertní plyn, upravuje optimální poměr plynů v pracovní atmosféře, oxid dusný – silně oxidační plyn, který urychluje disociaci a absorpci čpavku. Tento proces chemicko-tepelného zpracování je vhodný pro konstrukční oceli a pro nástrojové oceli s maximálním obsahem chromu 6 %. Hlavní výhodou je krátký čas, a tudíž ekonomika celého procesu a fakt, že veškeré plochy součásti jsou nitridované. Jedná se o období plynové nitridace.

V procesu používaném firmou Bodycote je teplota nastavena na 545 °C, pracovní tlak je 350 mBar a délka procesu 6 hodin.

3.1.2 Značení vzorků

Vzorky byly značeny v závislosti na typu procesu, kterým byly zpracovány a na třídě oceli. Proces NITRAL je nevhodný pro zpracování oceli 17 240 kvůli vysokému obsahu chromu viz popis procesu N.

Označení AR je zkratkou anglického „as received“ a označuje materiál bez chemicko-tepelného zpracování. Jedná se tedy o základní/vstupní materiál.

	AR	Proces A	Proces B	Proces N
14 220	14AR	14A	14B	14N
17 240	17AR	17A	17B	-

Tabulka 4 Značení vzorků

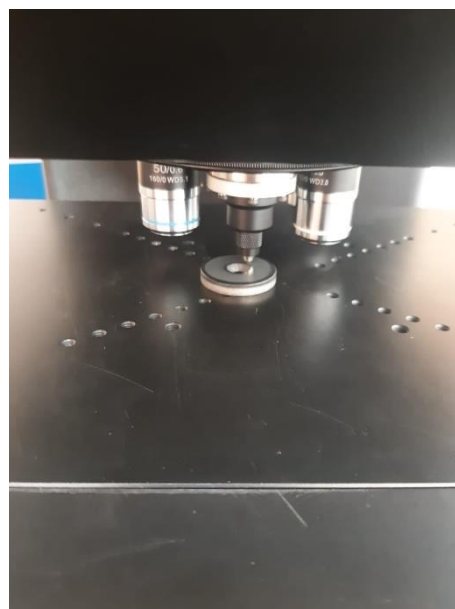
3.2 Povrchová tvrdost

Měření povrchové tvrdosti bylo prováděno na Katedře materiálů TUL přístrojem značky Struers s názvem Duramin 40, který je na obrázku 23. Jedná se o měření tvrdosti dle Vickerse podle normy ČSN EN ISO 6507-1, kdy je do zkušebního tělesa vtláčován diamantový pravidelný čtyřboký jehlan o definovaném vrcholovém úhlu 136° . Následně je změřena délka úhlopříček vtisku a vypočtena tvrdost materiálu.

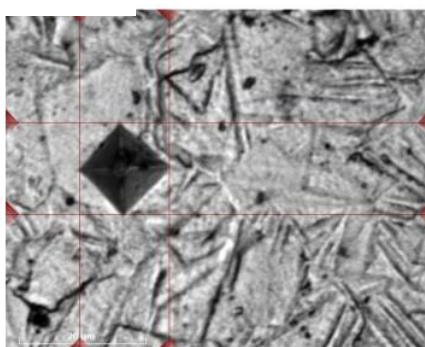
Pro měření tvrdosti iontově nitrídané vrstvy bylo zvoleno zatížení HV0,1 neboli 0,98 N. Zatížení působilo po dobu 10 sekund.



Obrázek 23 Zařízení pro zkoušku tvrdosti Struers Duramin 40



Obrázek 22 Detail průběhu vtláčování zkušebního tělesa



Obrázek 24 Měření tvrdosti na vzorku 14A ($d_1 = 0,0141$ mm, $d_2 = 0,0144$ mm)

3.2.1 Výsledky měření povrchové tvrdosti

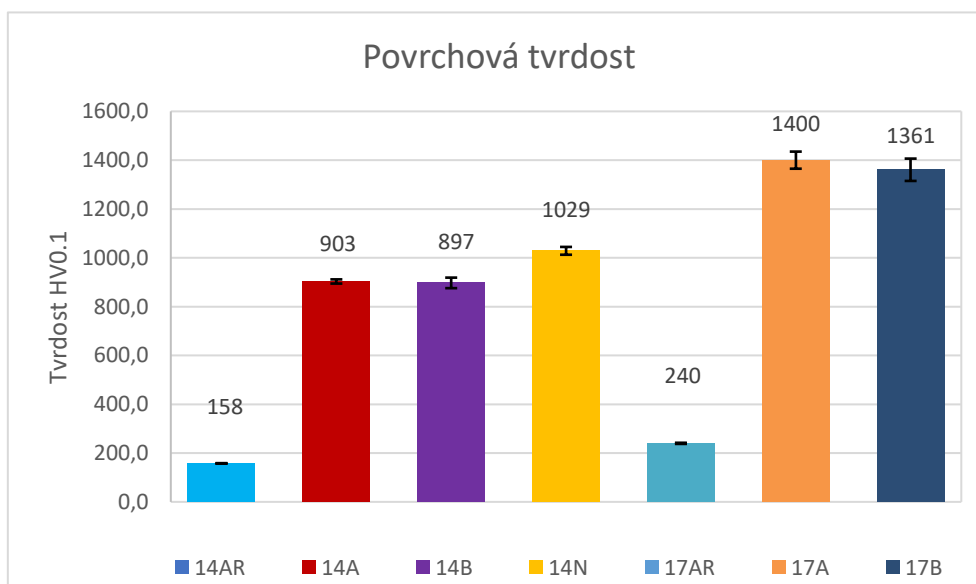
Výsledky jsou uvedeny v následujících tabulkách 5, 6. V tabulkách s výsledky je také uvedena nejistota typu A, která je vypočtena jako střední směrodatná odchylka. Výsledky jsou následně vzájemně porovnány v grafu 3.

		14AR	14A	14B	14N
Tvrdość HV0,1	1.	157	889	868	1050
	2.	159	909	884	1024
	3.	157	904	911	1006
	4.	-	910	925	1035
	Průměr:	158	903	897	1029
	Směrodatná odchylka:	1	9	22	16

Tabulka 5 Výsledky měření tvrdosti u oceli třídy 14

		17AR	17A	17B
Tvrdość HV0,1	1.	240	1380	1424
	2.	243	1375	1295
	3.	237	1461	1363
	4.	-	1385	1361
	Průměr:	240	1400	1361
	Směrodatná odchylka:	2	35	46

Tabulka 6 Výsledky měření tvrdosti u oceli třídy 17



Graf 3 Porovnání povrchové tvrdosti iontově nitridované vrstvy

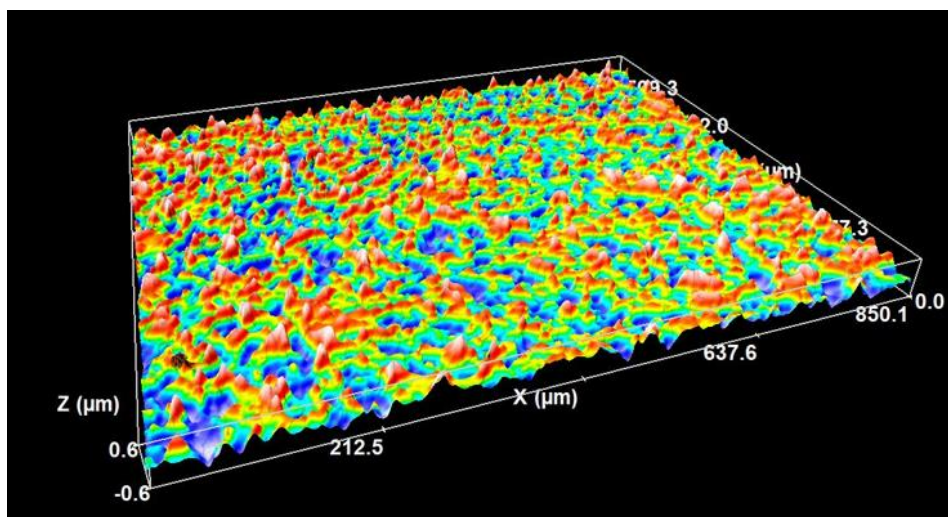
3.3 Drsnost povrchu

Dalším porovnávaným parametrem byla drsnost povrchu před zpracováním a po jednotlivých procesech nitridace. Měření bylo opět prováděno na katedře materiálů TUL. Použitým zařízením byl konfokální mikroskop SENSOFAR S Neox, který je zachycen na obr. 25. Konfokální mikroskop byl použit s objektivem Nikon EPI 20×, kde udávaná číslovka „20“ je hodnotou zvětšení.

Měření probíhalo dle normy ČSN EN ISO 25178 a určovali jsme parametry plošné drsnosti povrchu. Plošná drsnost je zapisována písmenem velké S (popřípadě V), které je doplněno o jedno až dvě dodatková písmena. Jednalo se především o parametr S_a , který je definován jako průměrná aritmetická výška (průměrná drsnost 3D povrchu). Druhý měřený parametr je označován jako S_z a jedná se o maximální výšku povrchu (rozdíl výšek mezi nejnižší prohlubní a nejvyšším výstupkem).



Obrázek 25 Konfokální mikroskop SENSOFAR S Neox



Obrázek 26 Pozorovaná oblast po nasnímání a zpracování obrazu softwarem SensoSCAN S Neox (vzorek 17A)

3.3.1 Výsledky drsnosti povrchu

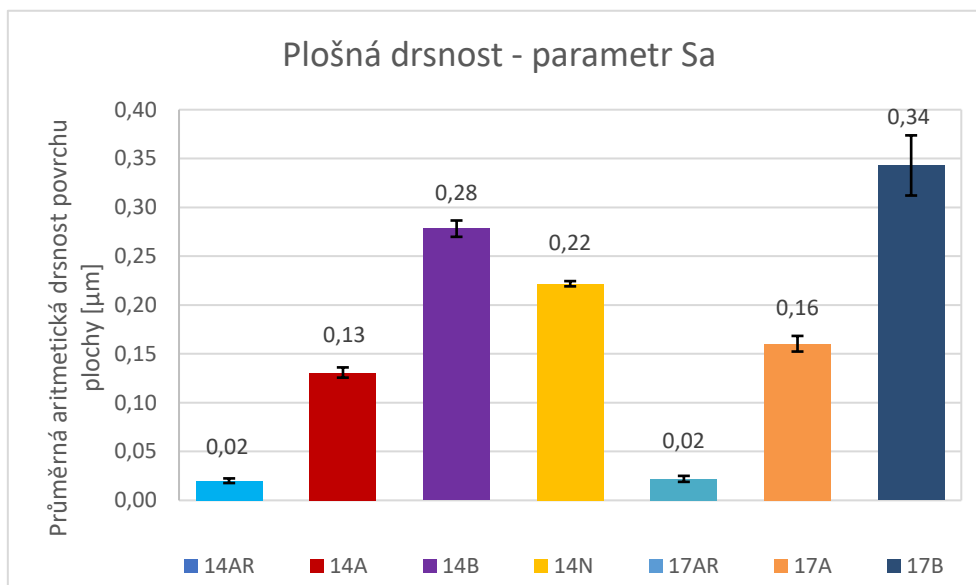
Každý vzorek byl měřen na více místech a z jednotlivých měření byla vypočtena průměrná hodnota. Do tabulek s výsledky (tabulky 7 až 10) byla uvedena nejistota typu A, která byla vypočtena jako střední směrodatná odchylka. Vzájemné porovnání měřených parametrů je v grafech 4 a 5.

		14AR	14A	14B	14N
Sa [μm] :	1.	0,02	0,13	0,29	0,22
	2.	0,02	0,12	0,28	0,22
	3.	0,02	0,14	0,27	0,22
	4.	0,02	0,13	0,28	0,22
	5.	0,02	0,13	0,27	0,22
	6.	0,03	0,13	0,28	0,22
	Průměr [μm] :	0,02	0,13	0,28	0,22
	Směrodatná odchylka [μm] :	0,00	0,01	0,01	0,00

Tabulka 7 Výsledky měření plošné drsnosti – parametru Sa u oceli třídy 14

		17AR	17A	17B
Sa [μm] :	1.	0,03	0,17	0,35
	2.	0,02	0,17	0,32
	3.	0,02	0,16	0,32
	4.	0,02	0,16	0,31
	5.	0,02	0,15	0,36
	6.	0,03	0,16	0,40
	Průměr [μm] :	0,02	0,16	0,34
	Směrodatná odchylka [μm] :	0,00	0,01	0,03

Tabulka 8 Výsledky měření plošné drsnosti – parametru Sa u oceli třídy 17



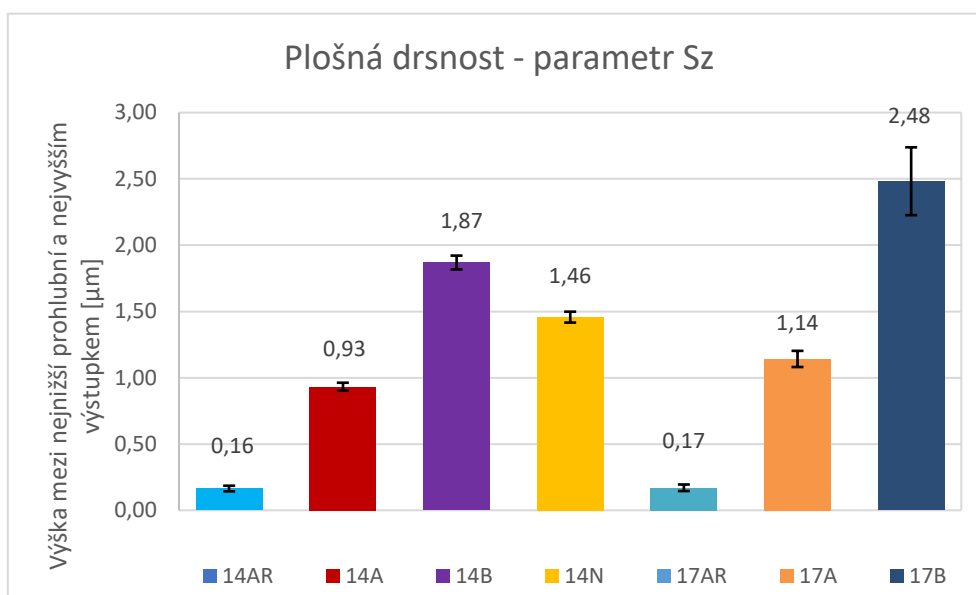
Graf 4 Porovnání výsledků plošné drsnosti iontově nitridované vrstvy – parametr Sa

		14AR	14A	14B	14N
Sz [μm] :	1.	0,16	0,94	1,94	1,40
	2.	0,15	0,89	1,87	1,51
	3.	0,15	0,98	1,84	1,47
	4.	0,15	0,94	1,85	1,46
	5.	0,16	0,91	1,79	1,49
	6.	0,21	0,93	1,93	1,40
	Průměr [μm] :	0,16	0,93	1,87	1,46
	Směrodatná odchylka [μm] :	0,02	0,03	0,05	0,04

Tabulka 9 Výsledky měření plošné drsnosti – parametru Sz u oceli třídy 14

		17AR	17A	17B
Sz [μm] :	1.	0,18	1,23	2,53
	2.	0,21	1,22	2,45
	3.	0,17	1,11	2,14
	4.	0,17	1,07	2,24
	5.	0,13	1,09	2,60
	6.	0,16	1,12	2,93
	Průměr [μm] :	0,17	1,14	2,48
	Směrodatná odchylka [μm] :	0,02	0,06	0,26

Tabulka 10 Výsledky měření plošné drsnosti – parametru Sz u oceli třídy 17



Graf 5 Porovnání výsledků plošné drsnosti iontově nitridované vrstvy – parametr Sz

3.4 Tribologické vlastnosti

Pro hodnocení koeficientu tření a odolnosti otěru využíváme Tribometr značky Anton Paar s označením TRB3, viz obr. 27, který je určen k měření třecích vlastností mazaných a nemazaných kontaktů v širokém rozsahu otáček a zatížení. Tribometr nám umožňuje seznámení s problematikou třecí dvojice a míry opotřebení při kontaktu dvou materiálů při tření na sucho nebo s lubrikantem. Přístroj umožňuje měření dle norem ASTM G99, ASTM G133 a DIN 50324. Tribologický systém pro ověřování kluzných vlastností můžeme použít při testování železných i neželezných kovů, keramiky, polymerů, papíru, kompozitu, tenkých i tlustých povlaků, jakož i pevných maziv, mazacích kapalin či olejů nebo tuhých maziv. Nabízí se tribologické testovací režimy Pin-on-Disc, Ball-on-Disc a Lineární vratný tribologický test.

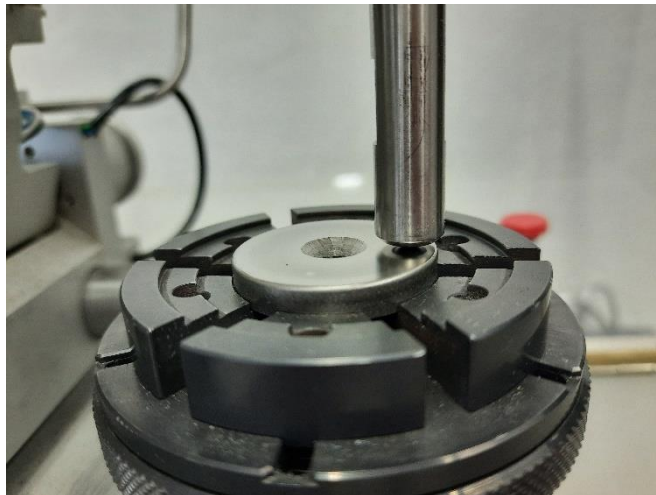


Obrázek 27 Tribometr Anton Paar TRB3 pro suché a kapalné prostředí

3.4.1 Parametry tribologické zkoušky „Ball-on-Disc“

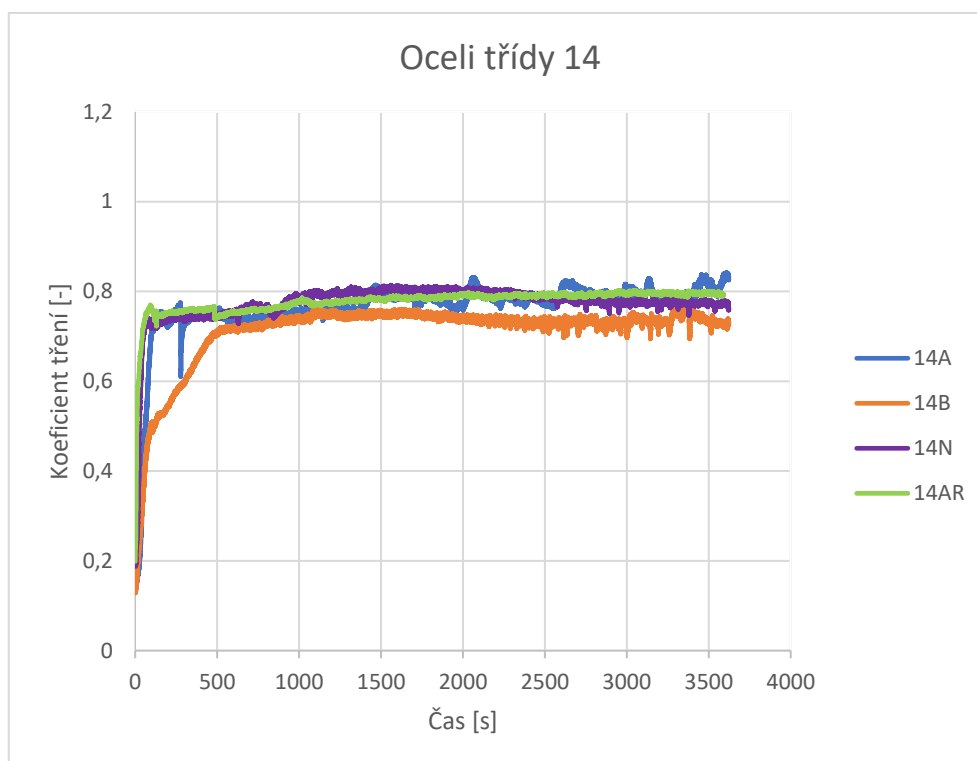
Zkouška „Ball-on-Disc“ je blíže popsána v kapitole 4.3.1

- Zatížení: 10 N
- Otáčky: 60 ot/min
- Lineární rychlost: 6,92 cm/s
- Čas: 30 minut
- Vzdálenost – délka ujeté dráhy: 250 metrů
- Teplota v průběhu testu: 21 ± 2 °C
- Vlhkost: 38 ± 2 %
- Materiál kuličky: Si₃N₄ (oxid křemičitý)
- Průměr kuličky: 6 mm
- Tvrdost kuličky: <1600(HV₁₀)

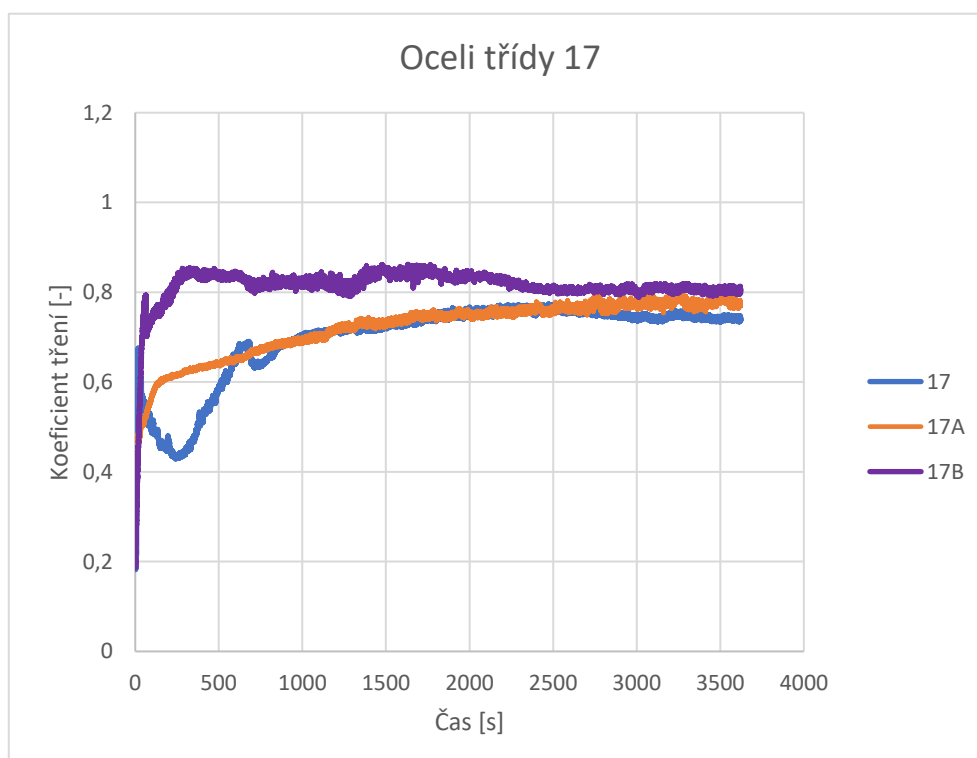


Obrázek 28 Vzorek 17A po upnutí do tribometru a před zahájením zkoušky Ball on Disc

3.4.2 Výsledné hodnoty koeficientu tření



Graf 7 Závislosti koeficientu tření na čase pro ocel třídy 14

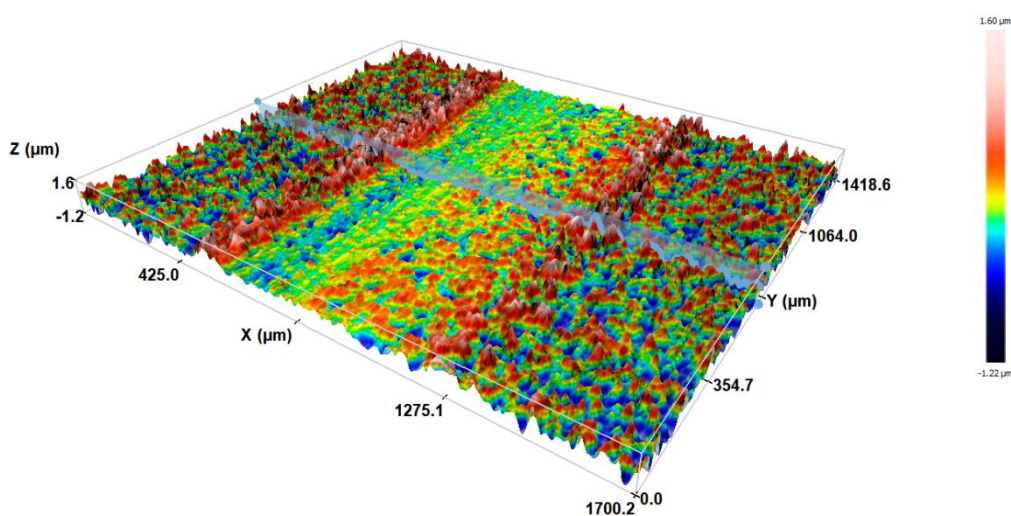


Graf 6 Závislosti koeficientu tření na čase pro ocel třídy 17

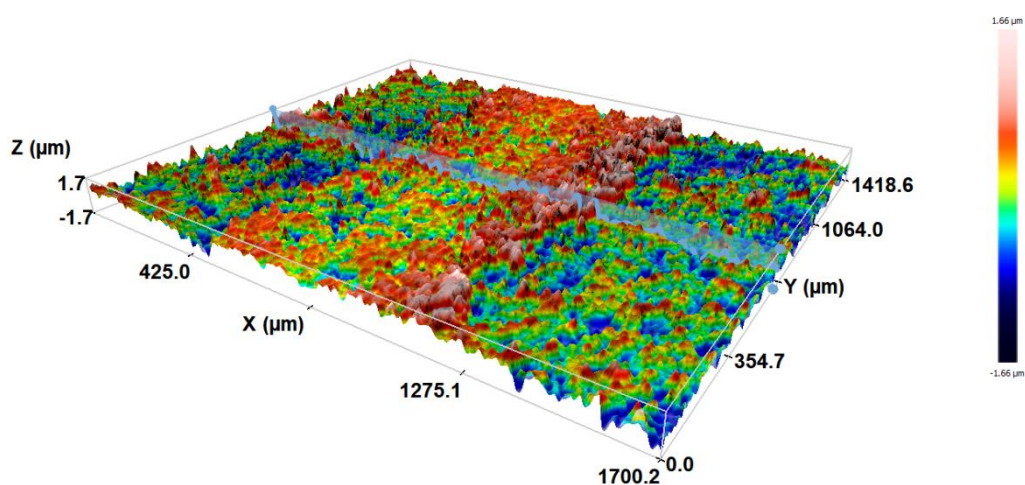
3.4.3 Výsledky opotřebení

Velikost (šířka a hloubka) stopy, která byla vytvořena na základě kontaktu kuličky a testovaného vzorku byla měřena pomocí konfokálního mikroskopu SENSOFAR S Neox, který je na obr. 28. Konfokální mikroskop byl použit s objektivem Nikon EPI 10×. Drážka vzniklá tribologickými testem byla měřena na čtyřech místech a jednotlivá měření byla natočena vždy o 90° dle normy ČSN EN 1071-13.

Na obrázku 29 a 30 je vidět stopa po tribologickém testu, která je přibližena a zobrazena konfokálním mikroskopem.



Obrázek 30 Stopa po tribologickém testu Ball on Disc – materiál 14B



Obrázek 29 Stopa po tribologickém testu Ball on Disc – materiál 17B

Šířka drážky

		14AR	14A	14B	14N
Šířka [μm] :	1.	946,7	576,8	927,4	910,8
	2.	920,5	593,5	920,5	977,1
	3.	1080	564,5	862,8	974,4
	4.	921,8	614,2	891,4	971,8
Průměr [μm] :		967,3	587,2	900,5	958,5
Směrodatná odchylka [μm] :		65,9	18,7	25,6	27,6

Tabulka 11 Výsledky měření šířky stopy po tribologickém testu u oceli třídy 14

		17AR	17A	17B
Šířka [μm] :	1.	823,9	710,7	696,9
	2.	901,2	736,9	720,4
	3.	669,4	667,6	731,8
	4.	984,2	741,2	753,5
Průměr [μm] :		844,7	714,1	725,6
Směrodatná odchylka [μm] :		116	29,3	20,4

Tabulka 12 Výsledky měření šířky stopy po tribologickém testu u oceli třídy 17

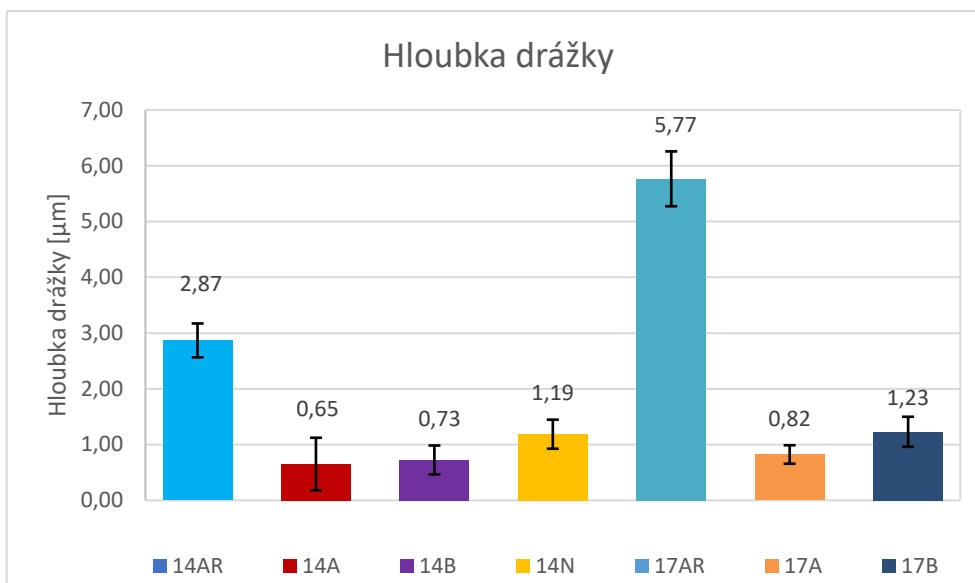
Hloubka drážky

		14AR	14A	14B	14N
Hloubka [μm] :	1.	2,92	0,11	0,42	0,76
	2.	2,36	1,4	0,58	1,2
	3.	3,14	0,38	1,11	1,39
	4.	3,05	0,77	0,79	1,40
Průměr [μm] :		2,87	0,65	0,73	1,19
Směrodatná odchylka [μm] :		0,30	0,47	0,26	0,26

Tabulka 13 Výsledky měření hloubky stopy po tribologickém testu u oceli třídy 14

		17AR	17A	17B
Hloubka [μm] :	1.	5,88	0,72	0,94
	2.	5,10	0,61	1,31
	3.	5,62	0,98	1,03
	4.	6,46	0,99	1,63
Průměr [μm] :		5,77	0,82	1,23
Směrodatná odchylka [μm] :		0,49	0,17	0,27

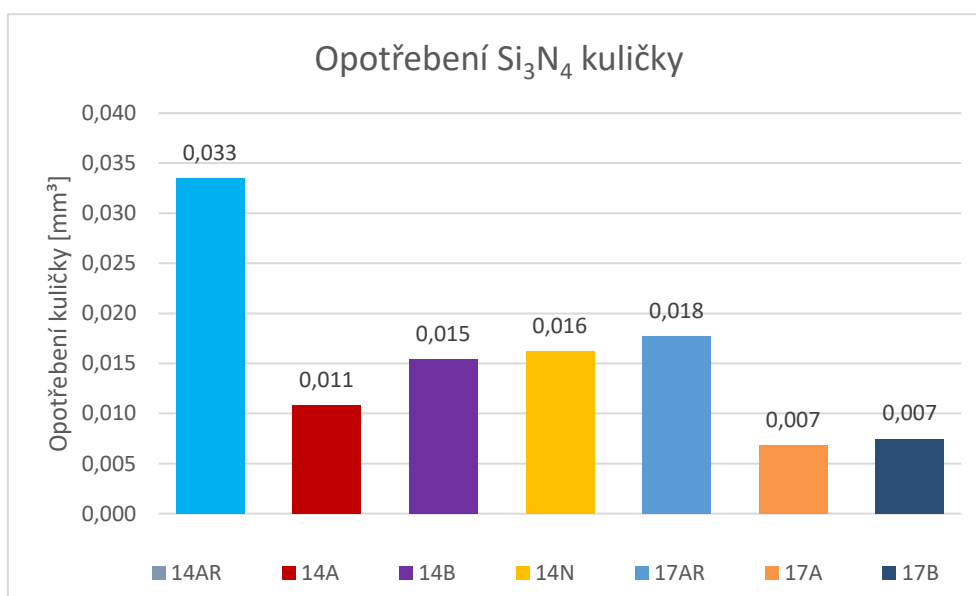
Tabulka 14 Výsledky měření hloubky stopy po tribologickém testu u oceli třídy 17



Graf 8 Porovnání výsledků hloubky drážky po tribologickém testu

Opotřebení kuličky

Dalším hodnoceným parametrem bylo měření opotřebení kuličky.



Graf 9 Porovnání výsledků opotřebení proti tělesa – kuličky

3.5 Metalografické hodnocení vzorků

Metalografické vyhodnocení účinků iontové nitridace bylo provedeno na optickém mikroskopu Zeiss Axio Imager M2 viz obr. 31, který je součástí Laboratoře mikroskopie na ústavu CXI při TUL. Druhým použitým zařízením byl rastrovací elektronový mikroskop Zeiss ULTRA Plus viz obr. 32.



Obrázek 31 Zeiss Axio Imager M2



Obrázek 32 Zeiss ULTRA Plus

Před samotným využitím mikroskopů byl ze vzorku zhotoven metalografický výbrus. Příprava metalografického výbrusu se skládá z následujících kroků.

- **Dělení materiálu:** vzorek byl rozříznut pomocí přesné pily značky Struers s názvem Secotom 50 a dělicího kotouče s oxidy hliníku a pryskyřicovou matricí viz obr. 34.

Otáčky přístroje byly nastaveny na 4500 ot/min a rychlost posuvu na 0,225 mm/s. Dělení probíhalo za neustálého chlazení, abychom předešli nežádoucímu teplotnímu ovlivnění vzorku. Jako chladicí kapalina byla použita voda s příměsí emulze CorroZip značky struers. Na obr. 33 můžeme vidět výsledek po prvním kroku přípravy metalografického výbrusu.



Obrázek 34 Struers Secotom 50



Obrázek 33 Vzorky po procesu řezání

- **Zalévání vzorků:** pro tuto práci byla zvolena metoda zalévání za tepla. Tato metoda je výhodná pro vzorky po iontové nitridaci, neboť nitridy tvoří pouze povrchovou vrstvičku, a je tedy nutné dobré zachování hran. Pro zalévání vzorků je třeba zalévací lis. Zalévací lis použitý v rámci této práce je značky Struers s názvem CitoPress – 1 viz obr. 36.

Principem zalévání vzorků je umístění vzorku do zalévacího válce, kde je vzorek zasypán granulovaným polymerem. Zalévací válec je dále vytápěn až na teplotu 180 °C a na vzorek je vyvíjen tlak, aby došlo k těsnému obklopení tekutým plastem.

Testované vzorky byly zality do materiálu s obchodním názvem PolyFast, což je černá bakelitová pryskyřice s uhlíkovým plnivem pro zalisování za tepla. Vhodné pro zachování hran a zkoumání v SEM.

Teplota procesu byla nastavena na 180 °C, čas ohřevu na 4 minuty, tlak v průběhu ohřevu na 350 bar a doba chlazení na 2 minuty. Chlazení válce je realizováno proudící vodou. Zapouzdřený vzorek je vidět na obr. 35.



Obrázek 36 Struers CitoPress – 1



Obrázek 35 Zapouzdřený vzorek

- **Broušení a leštění:** broušení a leštění je dalším krokem v přípravě metalografického výbrusu. Naším cílem bylo dosažení rovné a leštěné plochy s minimem narušení pozorované struktury. Množství cyklů u broušení i leštění je přímo závislé na materiálu a jeho zpracování, a dále na pozorované oblasti (makrostruktura/mikrostruktura).

Broušení i leštění probíhalo na stejném zařízení značky Struers s názvem Tegamin – 25 viz obr. 37.

Broušení probíhalo ve třech krocích a vždy byl použit jako brusný materiál karbid křemíku ve formě brusného papíru o různé zrnitosti (P320, P1200, P2000). V průběhu celého procesu broušení byla jako chladivo použita voda.

Pro leštění bylo použito saténové tkané plátno s diamantovou suspenzí o velikosti zrn 3 μm . Posledním krokem bylo oxidační leštění, kdy byla na plátno přidána suspenze s koloidním křemíkem a obchodním názvem OP-U NonDry. Při leštění docházelo k chemické reakci mezi suspenzí a vzorkem, která zajistila prvotní naleptání struktury.



Obrázek 37 Struers Tegamin – 25

3.5.1 Hodnocení optickým mikroskopem

Po zhotovení metalografického výbrusu, tedy i částečném naleptání pomocí poslední fáze leštění, byla iontově nitridovaná struktura pozorována na optickém mikroskopu. Výsledkem pozorování je obr. 38 a 39, kde bylo možné změřit bílou vrstvu u materiálu 14B a 14N. U ostatních vzorků nebylo předchozí naleptání (mechanicko-chemickým oxidickým leštěním) dostatečné a ovlivněná struktura nebyla viditelná či měřitelná.

Bílá vrstva: 14B = 7,9 μm a 14N = 5,6 μm



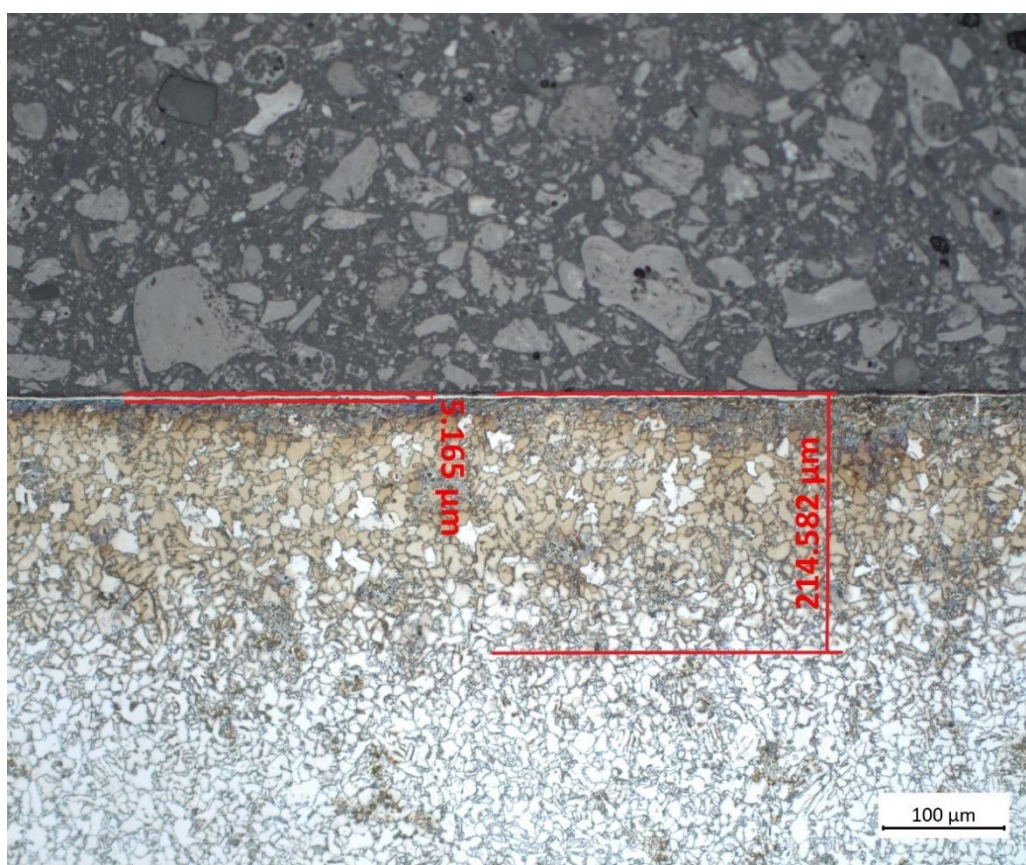
Obrázek 38 Změření sloučeninové vrstvy vzorku 14N (přibliženo 500x)



Obrázek 39 Změření sloučeninové vrstvy vzorku 14B (přibliženo 500x)

Pro bližší pozorování nitridované vrstvy bylo nutné v dalším kroku leptat. Leptání bylo prováděno za účelem zviditelnění mikrostruktury a samotný proces leptání byl prováděn Nitalem o koncentraci 4 % pro konstrukční oceli. Pro nerezovou ocel bylo použito leptadlo Rollason skládající se z 5 g chloridu železitého, 50 ml kyseliny solné a 100 ml vody. Důvodem použití Rollasonu byl především vysoký obsahu chromu v materiálu 17 240; Nital tuto strukturu naleptal. Příklad naleptané struktury a z ní změřené difuzní hloubky je na obr. 40, kde je struktura vzorku 14N zvětšena 50× a leptána přibližně 8 vteřin.

Difuzní ovlivněná oblast: = 214,6 μm , sloučeninová vrstva = 5,2 μm .



Obrázek 40 Změření sloučeninové a difuzní vrstvy vzorku 14N po naleptání (přibliženo 50x)

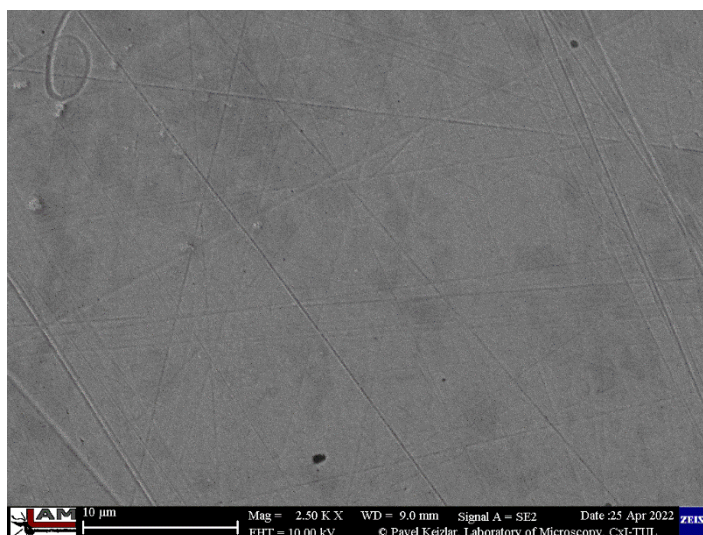
3.5.2 Hodnocení elektronovým mikroskopem

U hodnocení vzorků elektronovým mikroskopem byla provedena SEM a EDS analýza. Pomocí SEM analýzy je možné zobrazit povrch vzorku ve vysokém rozlišení. EDS analýza využívá excitace atomů vzorku primárními elektrony pro stanovení lokálního chemického složení materiálu v dané oblasti.

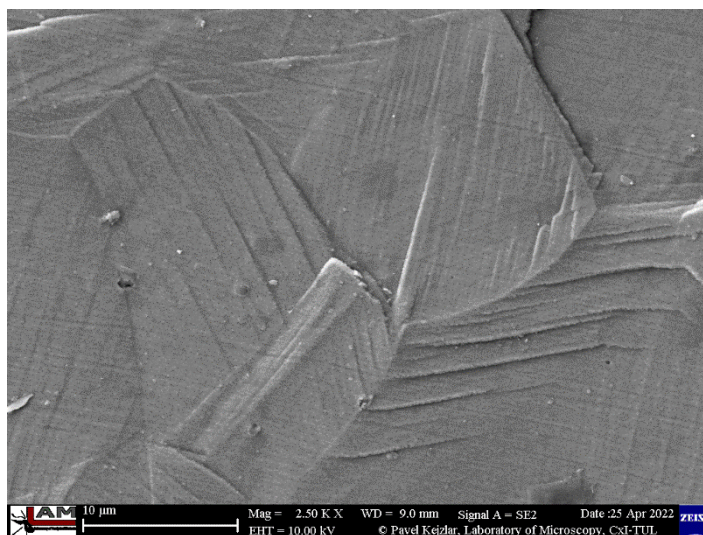
V této fázi experimentu bylo prvním krokem změření chemického složení povrchu iontově nitridované součásti. Následně změření gradientu chemického složení vzorku. Nástrojem pro oba výše zmíněné kroky je v této práci EDS analýza.

Pomocí SEM byly následně změřeny hloubky sloučeninových vrstev, které pomocí optického mikroskopu v předchozí kapitole a v kombinaci s naleptáním nebylo možné přesně změřit.

Příkladem snímků povrchu získané pomocí SEM je vzorek 17AR, viz obr. 42, ke kterému je přidán snímek vzorku 17A viz obr. 41. Zvětšení na obr.41 a 42 je 2500×. Jedná se tedy o porovnání povrchu před a po chemicko-tepelném zpracování.



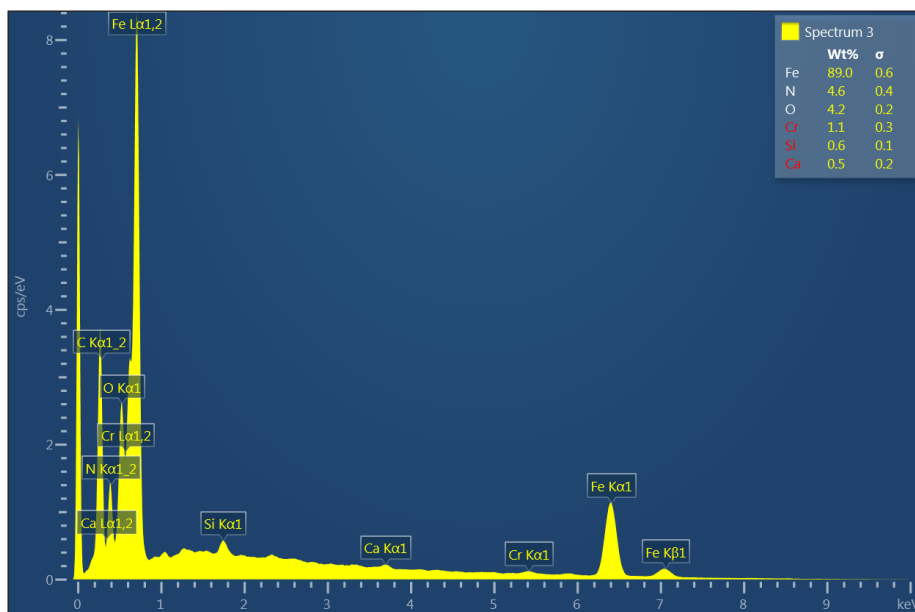
Obrázek 42 SEM povrchu vzorku 17AR



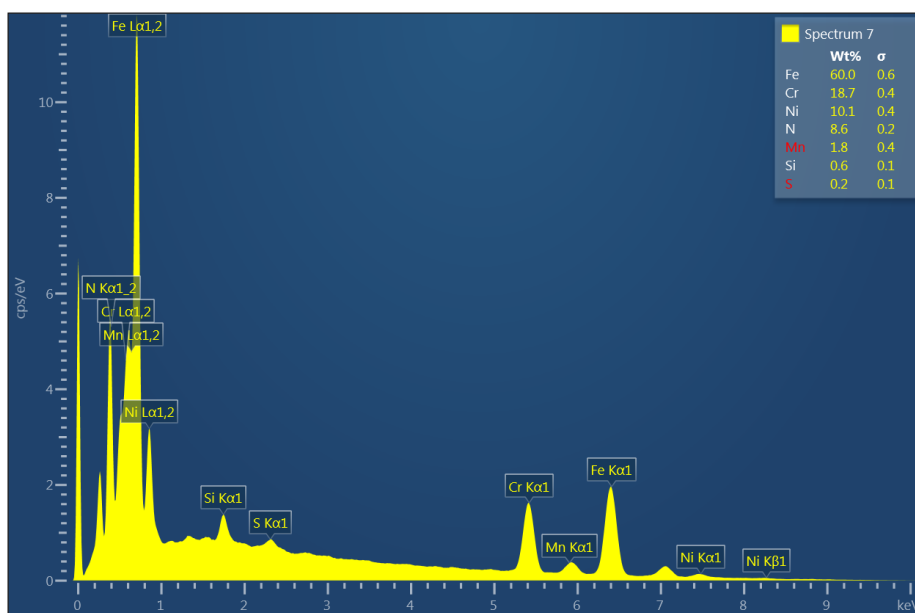
Obrázek 41 SEM povrchu vzorku 17A

Na obr. 43 a 44 je zobrazené chemické spektrum získané EDS analýzou povrchu vzorků. Vliv rozdílného chemického složení u nezpracovaných materiálů je viditelný i na složení následné nitridované vrstvy, např. na množství dusíku, které je u nerezové oceli téměř ve dvojnásobném množství oproti oceli konstrukční.

Obr. 43 představuje chemické spektrum vzorku 14A a obr. 44 představuje chemické spektrum vzorku 17A. Uváděné hodnoty koncentrace zastoupených prvků jsou v hmotnostních procentech.

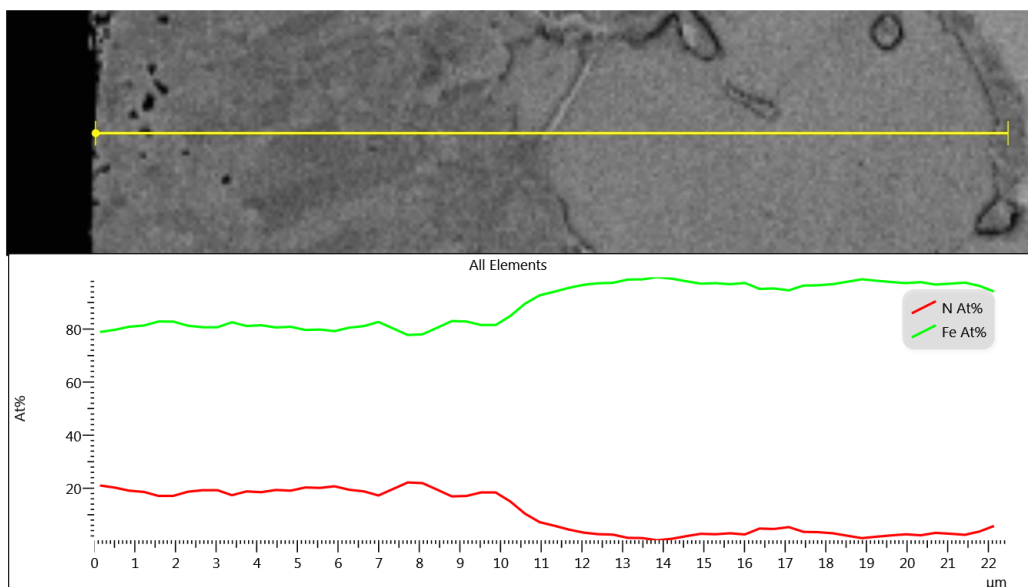


Obrázek 43 EDS analýza povrchu vzorku 14A

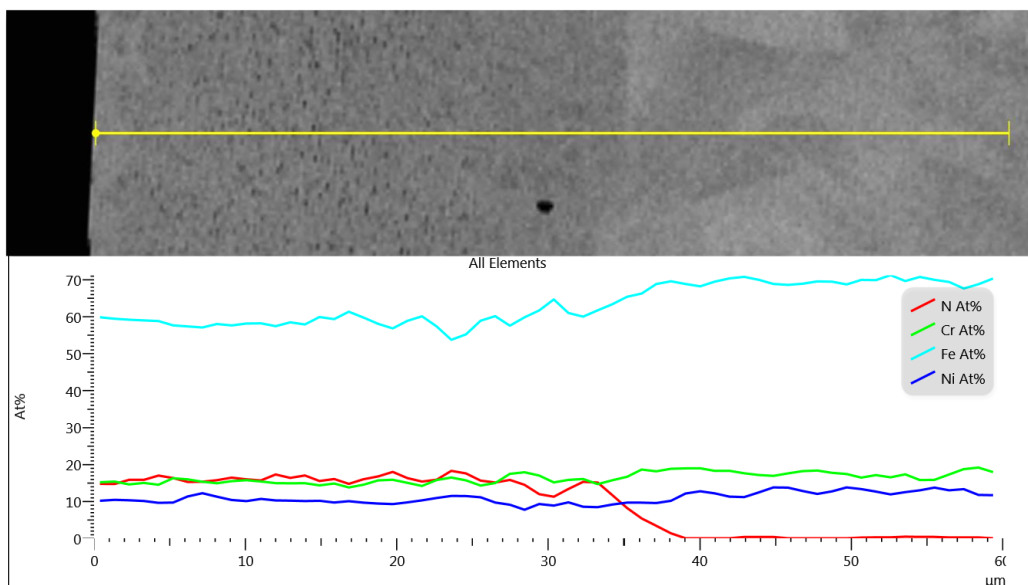


Obrázek 44 EDS analýza povrchu vzorku 17A

Liniová EDS analýza byla prováděna na výbrusu a byla měřena od povrchu vzorku směrem k jádru. Příkladem měření gradientu chemického složení jsou materiály 14B a 17B, které lze opět vzájemně porovnat. Na obr. 46 je liniová analýza chemického složení pro vzorek 14B a na obr. 45 je stejná analýza provedena na vzorku 17B. Z uvedených grafů lze odečíst hloubku sloučeninové vrstvy, která je u vzorku 14B 10,5 μm a u vzorku 17B přibližně 35 μm .



Obrázek 45 Lineární analýza chemického složení vzorku 14B



Obrázek 46 Lineární analýza chemického složení vzorku 17B

3.5.3 Výsledky metalografického hodnocení vzorků

Prvním výsledkem měření je chemické spektrum povrchu iontově nitrídané součásti. Výsledky jsou vypsány v tabulce 15 a kvantitativní zastoupení jednotlivých prvků je vyjádřeno v atomárních procentech.

Atomární procenta [%]

	N	Cr	Si	O	Mn	Ni	Fe
14AR	-	1,1	0,3	-	1,2	-	97,4
14A	14,8	1,0	0,9	11,7	-	-	71,1
14B	15,0	1,1	0,3	4,7	1,3	-	77,5
14N	15,8	0,4	0,2	5,8	0,6	-	77,2
17AR	-	16,1	1,1	-	1,8	8,9	61,5
17A	26,8	15,8	1,0	-	1,5	7,6	47,2
17B	13,2	11,3	0,8	8,4	-	5,6	60,8

Tabulka 15 EDS analýza povrchu iontově nitrídaných vzorků

Tabulka 16 popisuje výsledky měření hloubky jednotlivých vrstev iontové nitrídanice. Tato tabulka obsahuje získané hodnoty jak z optického mikroskopu, tak z elektronového. Jedná se o hloubky sloučeninových a difúzních vrstev.

	Sloučeninová vrstva [μm]	Difúzní vrstva [μm]
14A	$2,2 \pm 1,2$	$776,1 \pm 12,8$
14B	$7,9 \pm 1,9$	$358,8 \pm 9,7$
14N	$5,6 \pm 0,9$	$202,6 \pm 8,5$
17A	$12,9 \pm 1,6$	$328,2 \pm 5,3$
17B	$34,2 \pm 2,3$	$411,4 \pm 6,7$

Tabulka 16 Výsledky měření tloušťky jednotlivých vrstev

4 Diskuze

Tvrдость

Z naměřených výsledků povrchové tvrdosti dle Vickerse lze jednoznačně říct, že po procesu iontové nitridace bylo u všech vzorků docíleno výrazného nárůstu tvrdosti oproti vstupnímu materiálu.

Po procesu A i B konstrukčních ocelí pozorujeme stejný nárůst povrchové tvrdosti, kde povrchová tvrdost vzrostla téměř o 570 %. Proces N vykázal ještě větší povrchovou tvrdost (1029 HV_{0,1}); zde je nárůst tvrdosti o 650 %.

Po procesu A i B u nerezových ocelí je výsledek opět shodný a výsledná tvrdost je přibližně 1400 HV_{0,1}, což je nárůst tvrdosti o 580 %. Vyšší obsah chromu u nerezových ocelí zapříčinil vysokou povrchovou tvrdost materiálu po iontové nitridaci v souladu s [4]. Příčinou vyšší dosažitelné tvrdosti může být vyšší rozpustnost N v intersticiálních polohách FCC mřížky austenitu a současně možnost tvorby tvrdých CrN. Nejvyšší hodnotu tvrdosti ze všech pozorovaných vzorků dosáhl materiál 17A (1400 ± 35 HV_{0,1}). Hodnoty naměřené tvrdosti jsou sumarizovány v grafu 3.

Drsnost

Plošná drsnost povrchu je ve všech případech iontové nitridace výrazně vyšší než u vstupního polotovaru, který byl leštěný a plošná drsnost u něj byla změřena 0,02 μm. Z dostupné literatury [15] víme, že povrchová drsnost iontově nitridované součásti je ovlivněna dvěma faktory. Prvním faktorem je proces odprašování povrchových vrstev, který je závislý na nitridační atmosféře a ta je v našich procesech neznámá. Druhým parametrem, který se podílí na zvyšování drsnosti povrchu, je tvorba sloučeninové vrstvy. Sloučeninová vrstva byla v experimentální části změřena a při porovnání výsledků plošné drsnosti povrchu a hloubky sloučeninové vrstvy můžeme vidět trend zvyšování drsnosti povrchu s rostoucí tloušťkou sloučeninové vrstvy viz tabulka 17.

	14A	14B	14N	17A	17B
S.V. [μm]	2,2±1,2	7,9±1,9	5,6±0,9	12,9±1,6	34,3±2,3
Sa [μm]	0,13±0,01	0,28±0,01	0,22	0,16±0,01	0,34±0,03

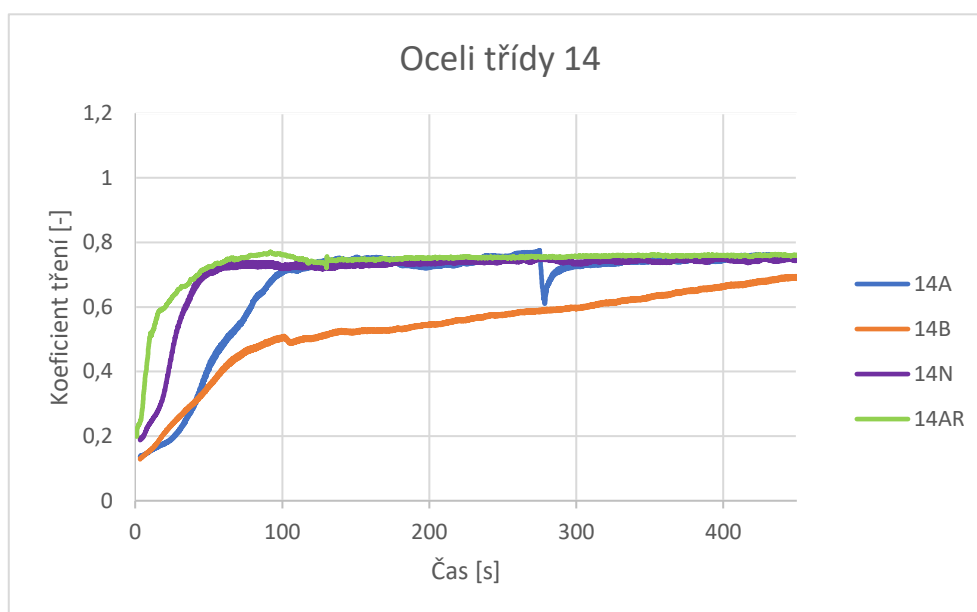
Tabulka 17 Trend zvyšování drsnosti povrchu s rostoucí tloušťkou sloučeninové vrstvy

Vliv zvýšené drsnosti můžeme také pozorovat v grafech závislosti koeficientu tření na čase, kde u vzorků s vyšší drsností dochází k výrazně vyššímu „rozkmítání“ hodnot koeficientu tření.

Tribologie

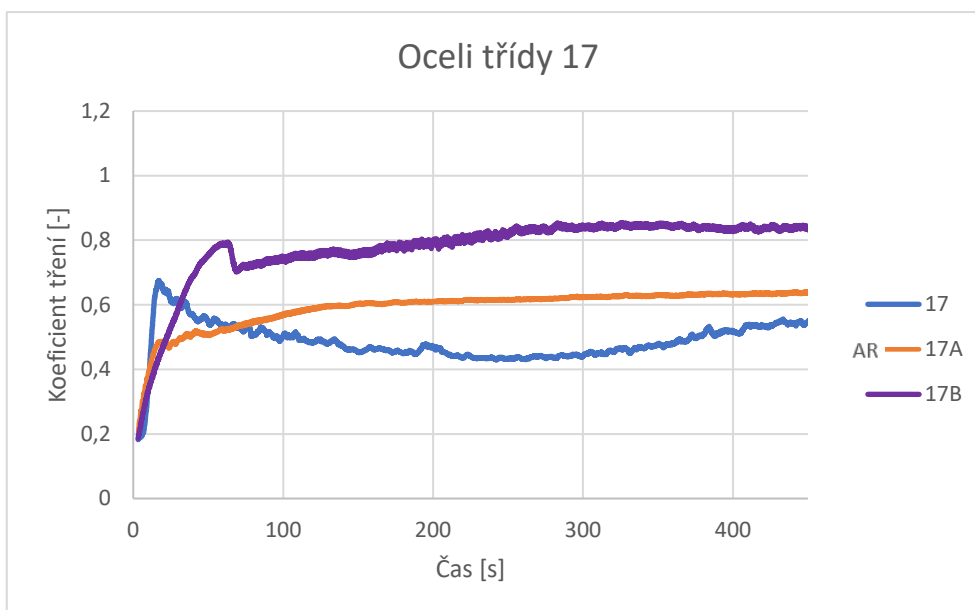
Koeficient tření (CoF) byl hodnocen metodou „Ball-on-disc“. Grafy závislostí CoF na čase jsou uvedeny v grafech 6, 7 a detaily zaměřené na počáteční stádia v grafu 10 a 11.

Proces A u konstrukční oceli 14 220 měl za následek snížení počátečního koeficientu tření a snížení strmosti náběhové křivky. Modifikace „B“ vykazuje nejlepší vlastnosti z pohledu CoF. V počátku vykazuje nejnižší hodnotu statického koeficientu tření i nejnižší strmost nárůstu náběhové křivky. V průběhu celého měření vykazuje současně nejnižší hodnoty CoF ze všech testovaných modifikací. U vzorku 14N naměřené hodnoty CoF přibližně odpovídají hodnotám zjištěným u vzorku ve výchozím stavu (14AR). Lze pozorovat pouze zmírnění sklonu náběhové křivky v počáteční fázi experimentu.



Graf 10 Detail závislosti koeficientu tření na čase v prvních 450 sekundách pro ocel třídy 14

U zástupců nerezových ocelí jsou viditelné výrazné rozdíly ve statických koeficientech tření, které se pohybují v intervalu od 0,48 do 0,79. Proces A vykazuje statický koeficient tření $\mu = 0,48$, což je o 29 % menší hodnota než statický koeficient nezpracovaného vzorku (0,67). Naopak proces B vykazuje hodnotu statického koeficientu tření o 18 % vyšší, tedy $\mu = 0,79$. Dále můžeme pozorovat lepší vlastnosti z pohledu tření – menší sklon náběžové křivky u obou procesů chemicko-tepelného zpracování. U vzorku 17B je pozorovatelná menší směrnice náběžové křivky. Vzorek 17B má větší hloubku sloučeninové vrstvy (34,3 μm) a tudíž delší dobu trvání nižšího koeficientu tření při náběhu oproti vzorku 17A.



Graf 11 Detail závislosti koeficientu tření na čase v prvních 450 sekundách pro ocel třídy 17

Pomocí konfokálního mikroskopu byla měřena hloubka a šířka stopy a opotřebení kuličky po tribologickém testu. Nejrelevantnějším parametrem ilustrujícím míru otěruvzdornosti vzorku je hloubka drážky, naměřené hodnoty jsou uvedeny v grafu 8. U všech vzorků po nitridaci bylo pozorováno významné snížení hloubky drážky, tedy došlo k výraznému zvýšení otěruvzdornosti oproti základnímu materiálu. Toto zjištění koresponduje s výsledky publikovanými v článku M. Atapoura [13]. U oceli 14 220 byly po procesu nitridace naměřeny přibližně 4× menší hloubky drážky; u oceli 17 240 byl pokles hloubky drážky přibližně 6ti-násobný. Při porovnání hloubky drážek u nezpracovaných vzorků 14AR a 17AR vykazuje výrazně vyšší opotřebení vzorek 17AR navzdory jeho vyšší povrchové tvrdosti.

Nižší otěruvzdornost materiálu 17 240 je pravděpodobně zapříčiněna austenitickou maticí s FCC mřížkou. Ze zjištěných dat vyplývá závislost mezi koeficientem tření a hloubkou stopy (mírou opotřebení). Hloubka stopy roste s rostoucí hodnotou koeficientu tření.

EDS analýza

Prostřednictvím liniové EDS analýzy bylo možné snadno identifikovat výskyt a tloušťku sloučeninové vrstvy. Z naměřených atomárních poměrů Fe/N je možné odhadnout, že u oceli 14 220 primárně vznikala fáze Fe_4N . U vzorku 17A byla v porovnání s ostatními vzorky naměřena vyšší koncentrace N (až 30 at. % oproti 20 % u ostatních vzorků), což může naznačovat vznik ϵ fáze. Tomu by odpovídala i vyšší otěruvzdornost indikovaná z naměřené hloubky drážky. U oceli 17 240 pravděpodobně mohly vznikat také částice CrN na výbrusu viditelné jako drobné tmavé tečky. Tuto hypotézu by však bylo třeba ověřit například pomocí TEM analýzy.

Měřené tloušťky sloučeninových a difúzních vrstev jsou uvedeny v tabulce 16. Z měření vyplývá, že proces B je lepší volbou pro získání silnější sloučeninové vrstvy. Nejvyšší hodnoty tloušťky sloučeninové vrstvy jsou u procesu 17B, který má sloučeninovou vrstvu tlustou $34,2 \pm 2,3 \mu m$. Difúzní vrstva je naopak největší u vzorku 14A ($776 \mu m$).

Dle zjištěných výsledků měření můžeme považovat proces „A“ za nejlepší volbu z pohledu zvýšení odolnosti proti opotřebení. Pokud bude cílem konstruktéra navrhnout součást s odolností proti opotřebení v kombinaci s nízkými náklady na proces chemicko-tepelného zpracování, jeví se i proces „N“ jako vhodný. Vzhledem k výrazně kratším procesním časům (6 h oproti 20 h, resp. 16 hodinám) lze úpravu N pokládat za velmi přínosnou, kde je stále míra opotřebení o více jak polovinu nižší a délka procesu přibližně 3× kratší. Opotřebení bylo v našem případě měřeno za laboratorní teploty, která často neodpovídá teplotě při provozu součásti ve strojním celku, proto by bylo vhodné provést další výzkum třecích vlastností za zvýšených teplot.

U všech vzorků jsme dosáhli vzniku sloučeninové vrstvy a s tím spojeného nárustu povrchové tvrdosti. V určitých případech je lepší alternativou potlačení vzniku sloučeninové vrstvy, která má společně s vysokou tvrdostí také vysokou křehkost a popraskaná vrstva může dále sloužit jako abrazivo při kontaktu dvou těles.

V grafu 11 je vidět „sedlo“, které se vytvořilo u vzorku 17AR. Pro lepší pochopení a vysvětlení vzniklé křivky grafu by bylo nutno provést více měření.

V návaznosti na tuto práci by bylo vhodné pokračovat charakterizací sloučeninové vrstvy pomocí transmisního elektronového mikroskopu (TEM) a rentgenové difrakční analýzy (XRD) k určení fáze sloučeninové vrstvy. Zajímavým výsledkem měření je i tloušťka difúzní vrstvy. Difúze je za vyšší teploty obecně rychlejší, u našich vzorků se ale setkáváme se zpomalením difúze s rostoucí sloučeninovou vrstvou, která se tak zřejmě může projevat jako difúzní bariéra.

5 Závěr

Tato práce se zabývala vlivem iontové nitridace na konstrukční a nerezové oceli. Bakalářská práce obsahuje srovnání mechanických a tribologických vlastností pro 3 vzorky konstrukční oceli a 2 vzorky nerezové oceli. Vzorky byly podrobeny iontové nitridaci, avšak za odlišných parametrů procesu. Parametry procesu byly zvoleny na základě zkušeností firmy Bodycote HT a jejich nejčastěji využívaných procesů. Do porovnání byl zařazen i proces Nitral, který je obdobou plynové nitridace a firmou Bodycote HT taktéž hojně využíván především pro jeho ekonomičnost.

V teoretické části práce byla provedena odborná rešerše na téma tepelného a chemicko-tepelného zpracování. Byl zde představen princip iontové nitridace, možnost vzniku určitých fází a vrstev a s tím spojené výhody.

V experimentální části bakalářské práce byly pomocí moderních technologií zkoumány a následně porovnávány mechanické a tribologické vlastnosti zpracovaných vzorků. Dále byl ze vzorků zhotoven metalografický výbrus, na kterém byla měřena tloušťka sloučeninové vrstvy a difúzně ovlivněné oblasti. Pomocí elektronového mikroskopu byla provedena lineární EDS analýza od povrchu směrem k jádru vzorku, kde byl vidět postupný pokles obsahu dusíku.

Obecně lze tvrdit, že veškeré postupy iontové nitridace na námi pozorovaných vzorcích vedly ke zvýšení povrchové tvrdosti, snížení koeficientu tření v řádu prvních desítek sekund a výrazné zvýšení odolnosti proti opotřebení.

6 Seznam použité literatury

- [1] HLUCHÝ, Miroslav a Jan KOLOUCH. Strojírenská technologie 1. 4., rev. vyd. Praha: Scientia, 2007. ISBN 978-80-86960-26-5.
- [2] PLUHAŘ, Jaroslav. Nauka o materiálech. Praha: Státní nakladatelství technické literatury, 1989.
- [3] HRUBÝ, Vojtěch a Alois HOLEMÁŘ. Katalog technologických listů iontové nitridace. Brno: STROJTECH, 1991
- [4] JECH, Jaroslav. Tepelné zpracování oceli: metalografická příručka. 3. vyd. Praha: SNTL – Nakladatelství technické literatury, 1977.
- [5] WINTER, K.-M., J. KALUCKI a D. KOSHEL. Process technologies for thermochemical surface engineering. Thermochemical Surface Engineering of Steels [online]. Elsevier, 2015, 2015, s. 141-206. ISBN 9780857095923. Dostupné z: doi:10.1533/9780857096524.1.141
- [6] HOLEMÁŘ, Alois a Vojtěch HRUBÝ. Iontová nitridace v praxi. Praha: Státní nakladatelství technické literatury, 1989.
- [7] VOCEL, Milan. Tření a opotřebenění strojních součástí. Praha: SNTL – Nakladatelství technické literatury, 1976.
- [8] ŠTĚPINA, Václav a Václav VESELÝ. Maziva v tribologii: celoštátní vysokoškolská příručka pro vysoké školy technické. Bratislava: Veda, 1985.
- [9] SOSNOWSKA, Katarzyna a Karel DAŘOUREK. Vliv povrchových úprav na třecí vlastnosti materiálů. Technická Univerzita v Liberci, 2009. Dostupné také z: <https://dspace.tul.cz/handle/15240/2722>
- [10] GAMROT, Agnieszka a František STUHLÍK. Analýza vlivu chemicko-tepelného zpracování konstrukčních ocelí na tribologické vlastnosti povrchů. Technická Univerzita v Liberci, 2008. Dostupné také z: <https://dspace.tul.cz/handle/15240/8522>
- [11] PFEFFEROVÁ, Lenka. Analýza tribologických vlastností keramických materiálů. Technická Univerzita v Liberci, 2011. Dostupné také z: <https://dspace.tul.cz/handle/15240/39044>

- [12] Basics of tribology. Anton Paar [online]. [cit. 2022-04-01]. Dostupné z: <https://wiki.anton-paar.com/cz-cs/basics-of-tribology/>
- [13] ATAPOUR, M. a F. ASHRAFIZADEH. Tribology and cyclic oxidation behavior of plasma nitrided valve steel. Surface and Coatings Technology [online]. 2008, 202(20), 4922-4929 [cit. 2022-04-04]. ISSN 02578972. Dostupné z: doi:10.1016/j.surfcoat.2008.04.051
- [14] LEINVEBER, Jiří a Pavel VÁVRA. Strojnické tabulky: pomocná učebnice pro školy technického zaměření. 5., upr. vyd. Úvaly: Albra, 2011. ISBN 978-80-7361-081-4.
- [15] NOVÁK, P., D. VOJTĚCH, J. ŠERÁK a V. KNOTEK. Vliv složení nitrídační atmosféry na strukturu a vlastnosti plazmově nitridované pm nástrojové oceli legované niobem. 2005, 6.
- [16] VONDRA, Jiří. HSS stopkové frézy s PVD povlaky a jejich využití v praxi. Brno, 2017. Diplomová práce. Vysoké učení technické v Brně. Vedoucí práce Ing. Aleš Jaroš, Ph.D.