

# Vliv tepelného zpracování na mechanické vlastnosti a strukturu nerezové oceli 17-4PH vyrobenou technologií MIM

## Diplomová práce

*Studijní program:* N0715A270015 Strojní inženýrství  
*Studijní obor:* Materiály a technologie  
*Autor práce:* **Bc. Michal Hanus**  
*Vedoucí práce:* doc. Ing. Adam Hotař, Ph.D.  
*Konzultant práce:* Ing. Ivan Jebavý





## Zadání diplomové práce

# Vliv tepelného zpracování na mechanické vlastnosti a strukturu nerezové oceli 17-4PH vyrobenou technologií MIM

*Jméno a příjmení:* **Bc. Michal Hanus**  
*Osobní číslo:* S20000212  
*Studijní program:* N0715A270015 Strojní inženýrství  
*Studijní obor:* Materiály a technologie  
*Zadávající katedra:* Katedra materiálu  
*Akademický rok:* **2021/2022**

### Zásady pro vypracování:

1. Prostudujte literaturu a sepište rešerši týkající se tepelného zpracování ocelí s ohledem na technologii slinování
2. Proved'te tepelné zpracování a mechanické zkoušky vzorků po různém tepelném zpracování z oceli 17-4PH vyrobenou technologií MIM.
3. Vyhodno'te vliv tepelného zpracování na strukturu a mechanické vlastnosti.
4. Naměřené hodnoty porovnejte a zformulujte závěry.

*Rozsah grafických prací:* dle potřeby  
*Rozsah pracovní zprávy:* 25 – 40 stran  
*Forma zpracování práce:* tištěná/elektronická  
*Jazyk práce* Čeština



### **Seznam odborné literatury:**

[1] RANDALL, M. German a Bose ANIMESH. Injection Molding of Metals and Ceramics. New Jersey: Princeton, 1997. ISBN 187895461X.

[2] DAĐOUREK, Karel. Vybrané technologie povrchových úprav. Liberec: Technická univerzita v Liberci, 2007. ISBN 978-80-7372-168-8.

[3] ASM handbook. Volume 4, Heat treating. Materials Park: ASM International, 1991. ISBN 0-87170-379-3.

[4] TOTTEN, George E., ed. Steel heat treatment: metallurgy and technologies. 2nd ed. Boca Raton: CRC Press/Taylor & Francis, 2007. Steel heat treatment handbook. ISBN 978-0-8493-8455-4.

*Vedoucí práce:* doc. Ing. Adam Hotař, Ph.D.  
Katedra materiálů

*Konzultant práce:* Ing. Ivan Jebavý

*Datum zadání práce:* 13. října 2021

*Předpokládaný termín odevzdání:* 23. května 2022

L.S.

doc. Ing. Jaromír Moravec, Ph.D.

děkan

doc. Ing. Adam Hotař, Ph.D.

vedoucí katedry

V Liberci dne 13. října 2021

# Prohlášení

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

Jsem si vědom toho, že na mou diplomovou 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 diplomové práce pro vnitřní potřebu Technické univerzity v Liberci.

Užiji-li diplomovou 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 diplomová 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.

20. května 2022

Bc. Michal Hanus

## **Anotace**

Diplomová práce se zabývá vlivy tepelného zpracování na strukturu a mechanické vlastnosti nerezové oceli 17-4PH zpracované technologií MIM. Nejprve byl zkoumán vliv rozpouštěcího žíhání a následného vytvrzení na výslednou strukturu a mechanické vlastnosti nerezové oceli. V další fázi je diplomová práce zaměřena na porovnání vlastností povrchové vrstvy, která byla vytvořena chemicko-tepelným zpracováním.

### **Klíčová slova:**

17-4PH, MIM, debinding, slinování, precipitační vytvrzování, žíhání, mikropulzní plazmová nitridace, karbonitridace

## **Annotation**

The diploma thesis deals with the effects of heat treatment on the structure and mechanical properties of stainless steel 17-4PH processed by MIM technology. First, the effect of solution annealing and subsequent hardening on the resulting structure and mechanical properties of stainless steel was examined. As second, the thesis is focused on comparing the properties of surface layers, which were created by thermochemical treatments.

# Obsah

1. Úvod.....	8
2. Teoretická část.....	9
2.1. Injekční vstřikování kovů.....	10
2.1.1. Feedstock a jeho příprava.....	11
2.1.2. Vstřikování.....	17
2.1.3. Odstraňování pojiva (debinding).....	19
2.1.4. Slinování.....	23
2.2. Tepelné zpracování ocelí.....	24
2.2.1. Žihání.....	25
2.2.2. Kalení.....	28
2.2.3. Popouštění.....	32
2.3. Chemicko-tepelné zpracování ocelí.....	33
2.3.1. Cementace.....	34
2.3.2. Nitrocementace.....	36
2.3.3. Nitridace.....	36
2.3.4. Karbonitridace.....	41
2.4. Rozdělení nerezových ocelí.....	42
2.4.1. Nerezové oceli austenitické.....	43
2.4.2. Nerezové oceli feritické.....	43
2.4.3. Nerezové oceli martenzitické.....	43
2.4.4. Nerezové oceli duplexní.....	44
3. Experimentální část.....	45
3.1. Výroba vzorků z oceli 17-4PH.....	45
3.1.1. Lisování.....	45
3.1.2. Odstranění pojiva (debinding).....	47
3.1.3. Slinování.....	48

3.2. Chemické složení materiálu .....	50
3.3. Tepelné a chemicko-tepelné zpracování .....	50
3.4. Příprava zkušebních vzorků na metalografii .....	53
3.5. Strukturní analýza pomocí optického mikroskopu.....	54
3.6. Strukturní analýza pomocí SEM .....	64
3.7. Měření tvrdosti .....	68
3.8. Zkouška tahem .....	71
3.9. Zkouška rázem v ohybu .....	77
4. Diskuze.....	80
5. Závěr.....	83
Seznam použité literatury .....	84
Seznam obrázků .....	87
Seznam tabulek .....	90

# 1. Úvod

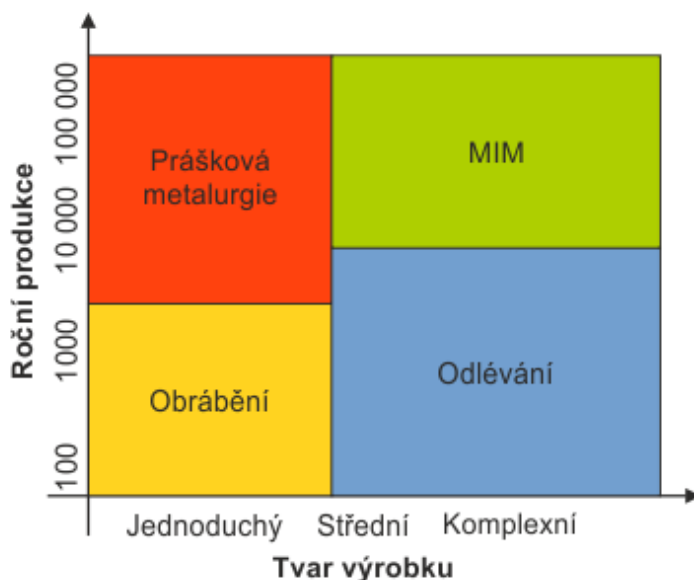
Technologie MIM (metal injection moulding) je moderní technologický postup využívající vysokotlakého vstřikování kovových prášků do forem. Technologie je díky své vysoké produktivitě, ale i vysokým vstupním nákladům na vstřikovací formu, ekonomicky výhodná pro výrobu dílů s ročním objemem od 5000 kusů. Mezi hlavní charakteristické znaky této technologie patří výroba malých, tvarově složitých a rozměrově přesných součástek s vynikající kvalitou povrchu do maximální hmotnosti 250 g. Další výhodou této technologie je možnost použití širokého spektra kovových materiálů – od konstrukčních a nerezových ocelí až po oceli nástrojové, titan či wolfram.

Cílem diplomové práce je porovnání a stanovení nejvhodnějšího postupu tepelného zpracování za účelem vytvoření vhodné struktury a mechanických vlastností dílů z nerezové oceli 17-4PH zpracovaných technologií MIM s ohledem na danou aplikaci. Pozornost je věnována struktuře a mechanickým vlastnostem po slinování, žíhání, vytvrzování a následným chemicko-tepelném zpracováním.



## 2. Teoretická část

Technologie MIM je pokročilým typem tradiční práškové metalurgie. Jedná se o kombinaci technologie vstřikování plastů a práškové metalurgie a poprvé byla patentována v osmdesátých letech dvacátého století v USA. V práškové metalurgii se součástky vyrábí ze směsí kovových i nekovových prášků, které se lisují a slinují za nižších teplot, než je teplota tání. Tato technologie se využívá především pro výrobu součástek, jejichž fyzikální a technologické vlastnosti nelze získat pomocí klasických výrobních způsobů nebo tehdy, je-li použití této metody ekonomicky výhodnější, buď z hlediska složitosti, náročnosti či množství dílů. [3] Naopak díly vyrobené technologií MIM splňují přísnější rozměrová kritéria, požadavky na kvalitu povrchu a opakovatelnost při sériových výrobcích. Nevýhodou jsou vysoké vstupní náklady na konstrukci a pořízení vstřikovací formy. Vhodné využití jednotlivých technologií popisuje diagram na *Obrázku 1*.

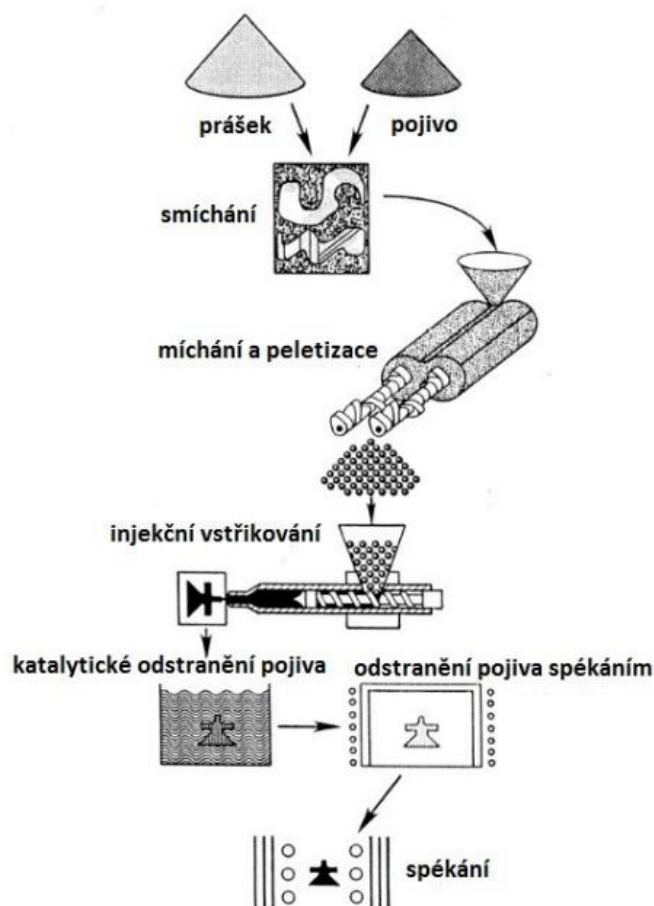


Obrázek 1: Porovnání jednotlivých technologií vzhledem k tvaru a roční produkci. [2]

Teoretická část obecně popisuje jednotlivé kroky technologie MIM od přípravy pojiva po slinování a dále se zabývá tepelným zpracováním. Od kroku slinování lze s díly vyrobenými touto technologií nakládat stejně, jako s konvenčně vyrobenými kovovými součástkami. Se součástkami vyrobenými technologií MIM lze tedy provádět standartní technologické operace (obrábění, svařování, tepelné zpracování).

## 2.1. Injekční vstřikování kovů

Jak již bylo uvedeno, technologie MIM vychází z dvou běžně používaných metod zpracování materiálů – práškové metalurgie a vstřikování termoplastů. Zjednodušené schéma procesu je popsáno na *Obrázku 2*.



*Obrázek 2: Technologické schéma injekčního vstřikování kovů*

Vstupní materiál pro technologii MIM se nazývá feedstock. Jedná se o granulát, který je tvořen požadovaným kovovým práškem a pojivem, které umožňuje „tečení“ materiálu při vstřikování. Vstřikování feedstocku pomocí vstřikovacích lisů je obdobné jako u vstřikování termoplastů. Vstřikovaný materiál v polotuhém stavu vyplňuje za působení tlaku a teploty tání pojiva temperovanou dutinu formy. Poté následuje fáze odstranění pojiva (tzv. debinding). Odstranění pojiva probíhá v závislosti na typu použitého pojivového systému. Dalším krokem je fáze slinování (sintrování), ta probíhá ve dvou krocích – nejprve dochází k sekundárnímu odstranění pojiva a poté těsně pod teplotou tání materiálu dochází ke spojení jednotlivých částic kovového prášku pomocí mřížkové difúze. Slinuté díly lze následně tepelně zpracovávat či povrchově upravovat stejně, jako konvenčně vyrobené kovové díly. [2]

### **2.1.1. Feedstock a jeho příprava**

Feedstock je směs kovového prášku a termoplastického pojiva, jejíž vlastnosti ovlivňují nejen vstřikování materiálu, ale také výsledné mechanické a fyzikální vlastnosti slinutého materiálu a úspěšnost celého procesu, zejména slinování. Vlastnosti feedstocku jsou závislé na několika faktorech – chemické složení pojiva, velikosti částic kovového prášku, typu kovového prášku, poměru mezi pojivem a práškem a metodě mísení a granulování (peletizaci). Pro ideální podmínky vstřikování musí být feedstock homogenní – jak z hlediska smísení kovových částic s pojivovým systémem, tak z hlediska velikosti granulí, aby docházelo k rovnoměrnému tání a tečení. Nehomogenní směsi způsobují vyšší tření. [1].

V praxi se používá několik druhů přípravy kovových prášků, které jsou detailně popsány níže. Způsob přípravy kovového prášku ovlivňuje především tvar částic kovu a tím i vlastnosti výsledného feedstocku. Pro výrobu feedstocku se obecně používají dva postupy, které lze velmi zjednodušeně popsat buď jako atomizaci a přípravu kovového prášku z již hotové požadované oceli nebo jako přípravu směsi v daných poměrech pro dosažení požadovaného složení oceli.

#### **Pojivové systémy**

Pojiva jsou dočasným prostředkem pro zachování požadovaného tvaru součásti před fází slinování. Ačkoliv by pojivo nemělo určovat konečné vlastnosti vyráběného dílu, má zásadní vliv na úspěšnost zpracování. Složení pojiva a techniky odstraňování pojiva jsou hlavními ukazateli mezi různými druhy injekčního vstřikování kovů. [1]

Obecně lze říci, že jsou pojivové systémy tvořeny třemi složkami s rozdílnými fyzikálně – chemickými vlastnostmi. Hlavní složkou je polymer (polyethylen, celulóza, vosk,...), který zajišťuje tečení feedstocku při vstřikování, ten je odstraněn během debindingu (z angličtiny: binders – pojiva, debinding – odstranění pojiv). Dále směs obsahuje plnivo, které se při debindingu nerozkládá a je odstraněno až během sintrace, to zaručuje zachování tvaru dílu (soudržnost kovových částic) i po debindingu. Poslední složkou je smáčedlo, které zaručuje ideální obalení všech kovových částic pojivovým systémem. Příkladem směsi pro termický debinding, která taje při 150 °C je: 65 obj.% parafínu (polymer), 30 obj % polyethylenu (plnivo pro soudržnost kovových částic) a 5 obj. % kyseliny stearové (mazadlo/smáčedlo). V komerčně dostupných feedstocích je obsah pojivové směsi asi 40 obj. %, u ocelových feedstocků. [1]

Pojivové systémy lze rozdělit do následujících skupin:

- Termoplastické směsi
- Reaktoplastické směsi
- Systémy založené na vodní bázi
- Zpevňovací systémy
- Anorganické systémy

Termoplastické a reaktoplastické směsi jsou dva nejčastěji používané pojivové systémy v technologii injekčního vstřikování kovů. Reaktoplastické polymery tvoří při zahřívání příčné vazby, které se stávají trvale tuhými. Dále je možnost použít termoplastické směsi, které jsou tepelně reverzibilní. Termoplastické polymery měknou ohřevem a tvrdnou ochlazením nezávisle na počtu cyklů. Tato vlastnost umožňuje recyklaci feedstocku, respektive nalisovaných dílů a vtokových soustav, u kterých nebylo odstraněno pojivo. Patří mezi ně většina běžně komerčních polymerů (polyethylen, polypropylen a polyoxymethylen). [1]

V *Tabulce 1* jsou znázorněny kategorie popisující ideální chování pojivového systému.

*Tabulka 1: Vlastnosti ideálního pojivového systému. [1]*

Charakteristika proudění
Viskozita pod 10 Pa.s při vstřikovací teplotě.
Malá změna viskozity v závislosti na teplotě během procesu vstřikování.
Velká změna viskozity během procesu ochlazování.
Minimální orientace proudění.
Interakce s kovovým práškem
Malý kontaktní úhel.
Dobrá adheze vůči kovovému prášku.
Chemická stálost při vyšších teplotách a tlaků.
Teplotní stabilita při procesu míchání a vstřikování.
Podmínky pro odstranění pojiva
Teplota rozkladu vyšší než teplota míchání a vstřikování.
Teplota rozkladu nižší než teplota slinování.
Kompletní odstranění po dosažení úplného slinutí kovového prášku.

Vlastnosti ideálního pojiva
Levné a dostupné.
Bezpečné pro životní prostředí.
Vysoká životnost při skladování (nenavlhavý).
Nedegraduje při opakovaném ohřívání.
Vysoká mazivost, teplotní vodivost, pevnost a tuhost.
Nízký koeficient roztažnosti.

## Kovový prášek

V práškové metalurgii je kladen velký důraz na vlastnosti a způsob výroby kovového prášku. Volba a aplikace kovového prášku závisí na velikosti, tvaru, distribuci a čistotě částic. Dále na chemickém složení a ekonomických aspektech. Všechny tyto vlastnosti ovlivňují fyzikální a technologické vlastnosti. Kovový prášek lze vyrábět následujícími postupy: [3]

### 1) Mechanicky

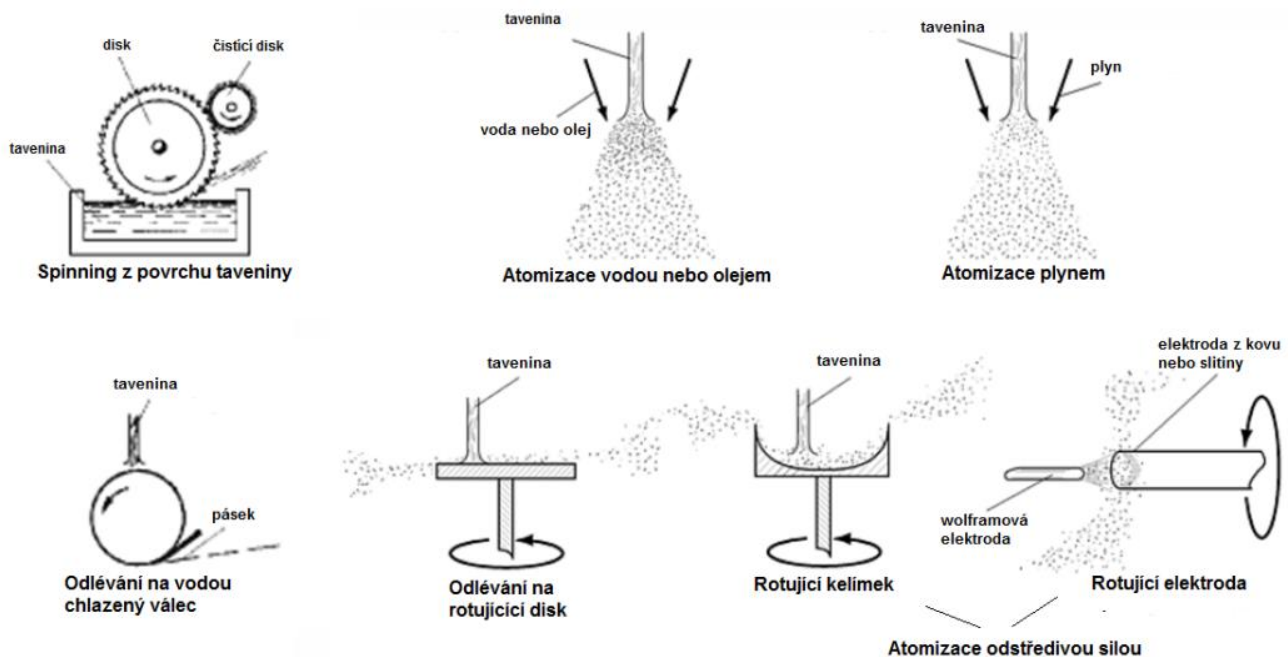
Důsledkem mechanického přenosu energie dochází k rozmělnění požadovaného materiálu. V materiálu vznikne mechanické napětí, které vede k porušení krystalů a k tvorbě malých částic. V dnešní době je tato metoda málo využívána. Slouží především jako doplňující metoda pro prášky vyrobené jinými postupy nebo pro rozemílání polotovarů. [3]

### 2) Fyzikálně-mechanicky

Jedná se o nejrozšířenější a nejpoužívanější postup výroby prášku. Princip spočívá v rozprašování (atomizaci) taveniny, která pomocí stlačeného plynu (popř. proudu tekutiny) a odstředivých sil vytváří drobné kapičky roztaveného kovu. Ty následně tuhnou kvůli rychlému ochlazení v chladicím mediu. Výsledné vlastnosti prášku (tvar, velikost, struktura, morfologie částic) jsou závislé na [3]:

- teplotě taveniny
- viskozitě a povrchovému napětí taveniny
- podmínky ochlazování a atomizace

Velikost atomizovaných částic klesá s rostoucí teplotou taveniny. Čím větší přehřátí, tím menší částice, tzn. snížení viskozity taveniny. Tvar částic je závislý na povrchovém napětí taveniny. Přidáním některých prvků (B, P aj.), lze povrchové napětí snížit a tím dosáhnout kulovitějšího tvaru částic. Dalším ovlivňujícím faktorem je rychlost ochlazování. Při vyšších rychlostech ochlazování lze dosáhnout jemnější a homogennější struktury. Některé možné postupy atomizace taveniny jsou znázorněny na *Obrázku 3*. [3]



*Obrázek 3: Schématické znázornění možných způsobů atomizace taveniny. [3]*

### 3) Chemický

Chemický způsob výroby kovového prášku je založen na principu redukce kovových sloučenin pomocí pevného nebo plynného redukčního činidla. Tímto způsobem lze vytvořit kovové prášky běžných, tak i těžkovitelných materiálů. Nejpoužívanějšími redukčními činidly jsou uhlík a vodík. Při výrobě železného prášku jsou použity oxidy železa ve formě rud nebo okují, které se redukují buď pevnými (koks, saze) nebo plynnými (CO, CH<sub>4</sub>) redukčními činidly. [3]

#### 4) Elektro-chemicky

Princip této metody spočívá v elektrolýze z vodného roztoku či roztavené soli. Elektrický proud zde vystupuje jako redukční činidlo. Při elektrolýze z vodných roztoků není potřeba vysokých teplot (do 60 °C). Používá se především pro výrobu prášku z kovů s nízkou afinitou ke kyslíku (Fe, Cu, Ni). Zatímco v případě elektrolýzy z roztavených solí je nutno použít vysoké teploty, a proto je vhodná pro kovy s vyšší reaktivitou (Be, Ta, Nb). [3]

Standartně se používají dvě elektrody připojené na stejnosměrný proud. Na katodě (záporná elektroda) dochází k redukci, kde se vylučují elektropozitivní složky (kov, vodík). Na anodě (kladná elektroda) dochází k oxidaci, kde se vylučují elektronegativní složky. [3]

Prášky vyrobené touto technologií vynikají především svojí čistotou, dobrou lisovatelností a vysokou pevností neslinitých dílů. Tvar částic je dán rychlostí nukleace a koncentrací kovových iontů.

Porovnání jednotlivých technologií výroby prášků je uvedeno v *Tabulkách 2 a 3*. U charakteristiky prášků je nutná optimální kombinace velikosti a tvaru pro dosažení nejlepších vlastností. [1]

*Tabulka 2: Porovnání jednotlivých metod výroby prášku. [1]*

Srovnání technik výroby				
Technika	Velikost částic [μm]	Tvar částic	Materiál	Náklady
Atomizace v plynu	5 - 40	kulovitý	kovy a slitiny	vysoké
Atomizace vodou	6 - 40	zaoblený	kovy a slitiny	střední
Atomizace odstředivou silou	25 - 60	kulovitý	kovy a slitiny	střední až vysoké
Atomizace plazmou	2 - 40	kulovitý	keramika, kovy a slitiny	vysoké
Redukce oxidů	1 - 10	mnohoúhelníkový zaoblený	kovy	nízké
Drcení (mletí)	1 - 40	Nepravidelný	keramika	střední

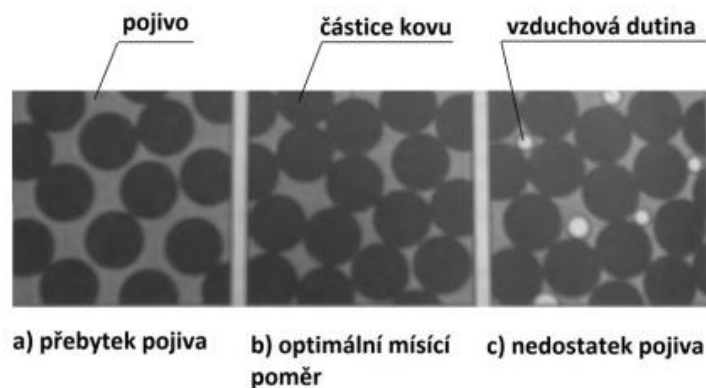
Tabulka 3: Porovnání vlastností prášku v závislosti na tvaru a velikosti částic. [1]

Technika	Výhody	Nevýhody
Malá velikost částic	rychlejší slinování menší vady výlisků tvarová stálost	pomalejší odstraňování pojiva vyšší náklady větší znečištění větší smrštění při slinování větší viskozita směsi větší shlukování
Kulovitý tvar částic	vyšší hustota menší viskozita směsi snazší tečení při vstřikování	nižší pevnost propadliny při debindingu vyšší cena
Nepravidelný tvar částic	vyšší hustota menší smrštění při slinování	nižší kvalita nehomogenní mikrostruktura pomalejší odstraňování pojiva vyšší sklon k segregaci

### Poměr mezi práškem a pojivem

Používaný feedstock v injekčním vstřikování kovů představuje vyváženou směs prášku a pojiva. Tento poměr významně určuje míru úspěšnosti celého procesu. Příliš málo pojiva má za následek vznik mnoha vnitřních dutin (porozity) a vysokou viskozitu, která způsobuje obtížné vstřikování. Velká porozita způsobuje vznik prasklin během debindingu z důvodu chybějícího materiálu. [1]

V opačném případě, kdy je ve směsi více pojiva, dochází k oddělení (separaci) pojiva od prášku během vstřikování a ke geometrické nestabilitě po debindingu. Jednotlivé případy poměrů pojiva prášku jsou znázorněny na *Obrázku 4*. [1]



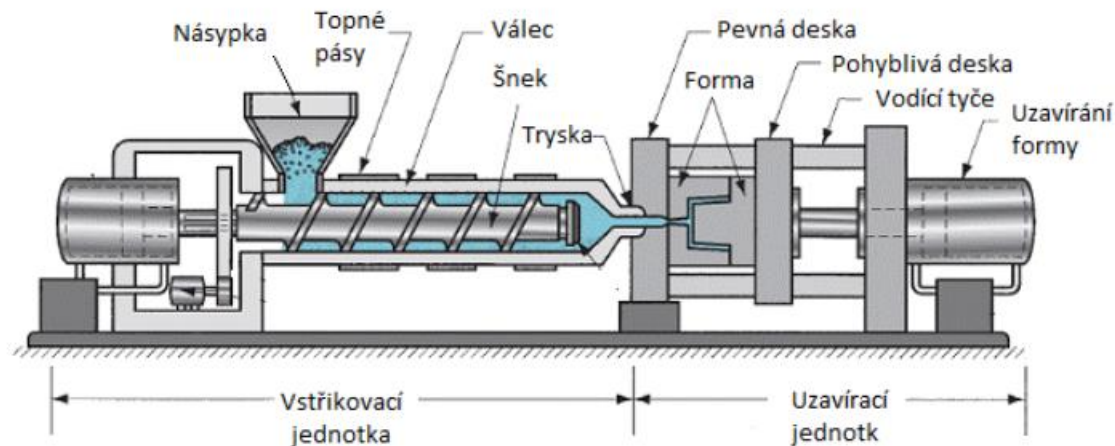
Obrázek 4: Poměry mezi pojivem a práškem. [1]



Abychom se vyhnuli výše uvedených případů, je potřeba zvolit optimální míšící poměr k dosažení požadovaných vlastností při vstřikování, debindingu a slinování. Ideální poměr je takový, kdy jsou částice prášku uspořádány co nejtěsněji u sebe bez vnějšího tlaku a veškerý prostor mezi nimi je vyplněn pojivem. [1]

### 2.1.2. Vstřikování

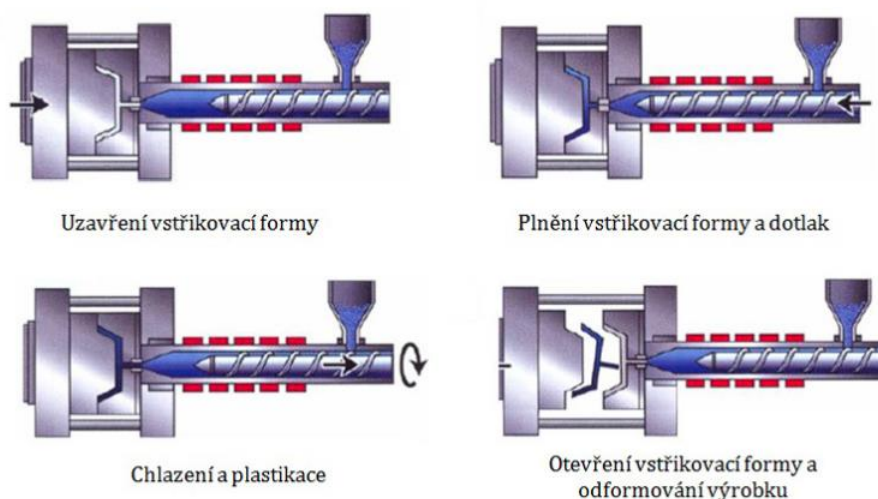
Při injekčním vstřikování kovů se využívá konvenčních vstřikovacích lisů na plasty. Vstřikovací lis se skládá ze dvou jednotek (vstřikovací a uzavírací). Vstřikovací jednotka má za úkol plastifikaci, promíchání a vstřiknutí plastifikovaného feedstocku. Uzavírací jednotka se skládá z pevné a pohyblivé desky, vodících tyčí, vyhazovačem a uzavíracím systémem. Úkolem uzavírací jednotky je otevírání a zavírání vstřikovací formy. Vstřikovací lis je schematicky znázorněn na *Obrázku 5*.



Obrázek 5: Schéma vstřikovacího lisu. [5]

Parametry vstřikovacího stroje musí vždy odpovídat velikosti vstřikovací formy – musí mít tedy dostatečnou uzavírací sílu a tlak. Uzavírací síla v kN je definována jako pětinasobek průměrné plochy celé dělicí roviny formy včetně dutin a rozváděcích kanálů. Dále se jedná o objem plastifikační jednotky a zpětný uzávěr šneku. Ten definuje přesnou vstřikovací dávku a zajišťuje její oddělení od zbytku taveniny v plastifikační jednotce. Pro správné fungování vstřikovacího procesu je potřeba doplnit vstřikovací lis o periferní zařízení. Jedná se především o temperační zařízení pro temperaci a chlazení vstřikovacích forem, zařízení pro dávkování, popřípadě i sušení granulátu, manipulátory a dopravníky pro manipulaci s výlisky a popřípadě i roboty pro následné výrobní operace (odstranění vtokových soustav, řezání závitů,..). [17]

Vstřikování je diskontinuální proces, který probíhá v cyklech a základem úspěšného fungování je tedy jeho stabilita a opakování (dosažení maximální isotropie). Vstřikovací cyklus lze rozdělit na čtyři hlavní fáze: plastifikační fáze, vstřikovací fáze, dotlaková fáze a fáze ochlazování. Jednotlivé fáze jsou popsány níže. Výstupem vstřikování kovových prášků je tzv. „green part“. Vstřikovací cyklus je schematicky znázorněn na *Obrázku 6*. [17]



*Obrázek 6: Schéma cyklu vstřikování [4]*

### **Plastifikační fáze**

Plastifikační fáze cyklu probíhá v plastifikačním válci, který je rozdělen do několika topných pásem. Cílem této fáze je zajištění teplotní a viskozitní homogenity v dávce taveniny před čelem šneku tak, aby došlo k optimálnímu naplnění tvarové dutiny formy taveninou. Klíčovými parametry této fáze jsou teplota, zpětný odpor šneku a odporová rychlost šneku. Případná teplotní a viskozitní nehomogenita způsobuje tokové čáry, studené spoje a vnitřní pnutí. [17]

### **Vstřikovací fáze**

Cílem této fáze je naplnění formy dutiny taveninou tak, aby rychlost čela proudu taveniny byla v každém místě průřezu tokové dráhy konstantní. Nevhodná rychlost vstřiku taveniny způsobuje podobné defekty, jako nehomogenita materiálu. Tedy vznik studených spojů, povrchové vady atd. U komplexních dílů, které mají v různých místech různé tloušťky stěny je možné pro stanovení optimální vstřikovací rychlosti využít počítačové simulace. Během vstřikovací fáze dochází také k přepnutí vstřikovacího tlaku na dotlak. Toto přepnutí nesmí způsobit propad na tlakové křivce a musí být plynulé. [17]

## **Dotlaková fáze**

Jak již bylo uvedeno výše, dotlaková fáze musí plynule navazovat na vstřikovací fázi. Při dotlakové fázi se využívá působení tzn. „polštáře“, tedy taveniny, která zůstává před čelem šneku po skončení dotlaku. Fáze dotlaku slouží k zajištění vyplnění celého objemu vstřikovací dutiny. Materiál z „polštáře“ pak tuhne na ústí vtokové soustavy a jeho hodnota (váha/objem) je jedním z parametrů, jak je možné sledovat reprodukovatelnost vstřikovacího cyklu. [17]

## **Fáze ochlazování**

Fáze ochlazení materiálu nastává již v okamžiku tečení taveniny do temperované formy. Po ukončení dotlakové fáze nastává ještě fáze chlazení bez tlaku, která končí vyhozením vylisku z dutiny formy. Parametry fáze ochlazování jsou teplota formy a doba ochlazování. Doba ochlazování musí být tak dlouhá, aby pojivo ve vylisku ztuhlo a z formy byl vyhozen díl, který se nebude deformovat. Temperace vstřikovací formy je zajištěna pomocí externího temperačního zařízení. [17]

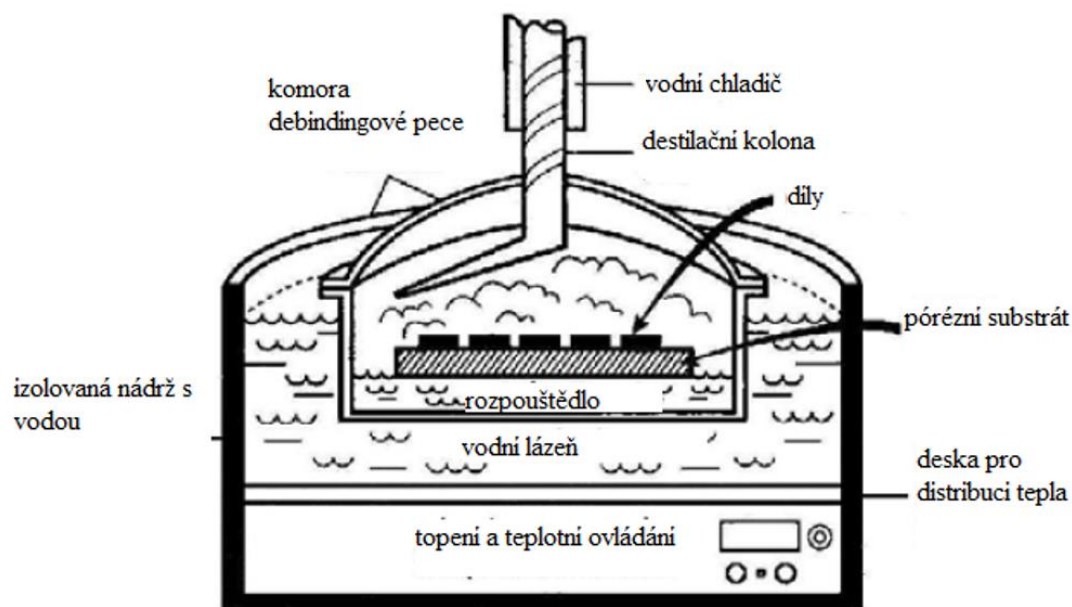
### **2.1.3. Odstraňování pojiva (debinding)**

Odstraňování pojiva (tzv. debinding) se provádí po nalisování dílu („green part“). Cílem procesu debindingu je odstranění většiny pojiva. Díly bez pojiva jsou křehké, pórovité a prašné a označují se jako „brown part“. Zásadními parametry pro odstraňování pojiva jsou: typ použitého pojivového systému (popsáno níže) a tloušťka stěn vylisku, která je přímo úměrná délce cyklu. Jestliže nedojde k dostatečnému odstranění pojiva během debindingu, díly se mohou při vyšších teplotách ve fázi sintrace deformovat a praskat. Popraskání dílů způsobuje příliš rychlé odpaření zbylého pojiva. V praxi je nutné pozorovat všechny výše uvedené parametry tak, aby došlo k optimalizaci délky procesu na co nejkratší možnou dobu. [1,6,7]

Níže jsou uvedené tři nejběžněji využívané způsoby odstraňování pojiva dle použitého pojivového systému.

## Odstraňování pojiva pomocí rozpouštědel

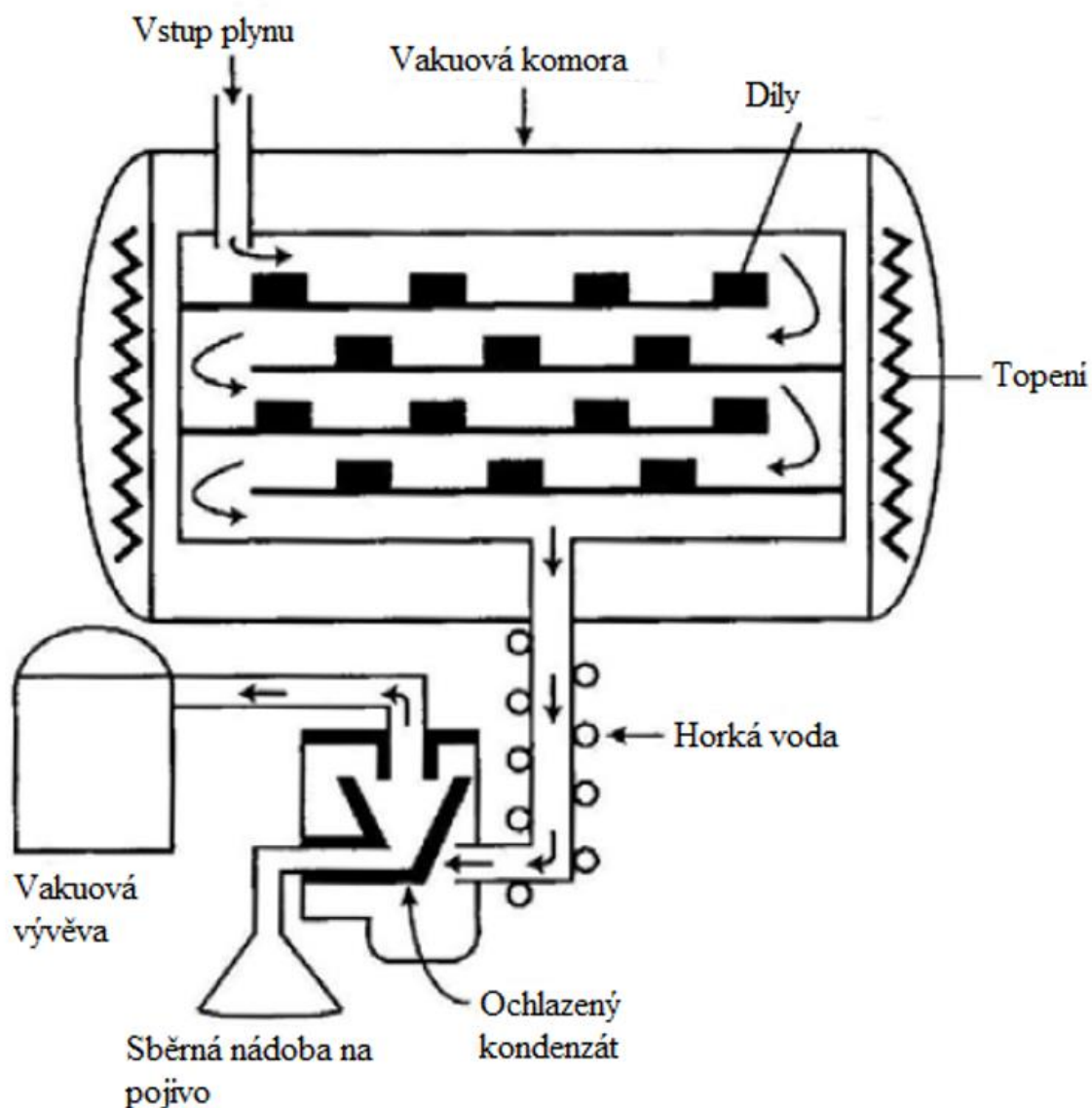
Další metoda využívá organických či vodných rozpouštědel na odstranění pojiva. Pojivový systém je tvořen složkami, které lze rozpustit v kapalině při nízkých teplotách. Ve většině případů se jedná o pojivové systémy na bázi vosků. Rozpouštědlo je voleno tak, aby v první fázi procesu debindingu rozpustilo pouze jednu složku pojivového systému. Metodu je možné provést dvěma způsoby. Díly mohou být namáčeny do zahřátého rozpouštědla, do kterého se rozpouští daná složka pojiva, popřípadě mohou být díly vystaveny působení par rozpouštědla a pojivo poté „zkapává“ (schéma tohoto procesu je zobrazeno na *Obrázku 7*. Rychlost procesu odstranění pojiva je závislá na mobilitě molekul, která je při vyšších teplotách větší. Obě tyto metody jsou časově velmi nákladné a z důvodu použití velkého množství rozpouštědel neekonomické, na druhou stranu jsou vstupní náklady pro provozní zařízení nižší. Další výhodou je, že tato technologie umožňuje odstranění pojiva z větších dílů, až do hmotnosti 2000 g, což například u katalytického odstranění pojiva je sice možné, ale proces by byl příliš nákladný. [6,18]



Obrázek 7: Schéma procesu odstranění pojiva v parách rozpouštědla [1]

## Tepelné odstraňování pojiva

Proces je označován také jako termální debinding. Vlivem působení zvýšené teploty ( $500^{\circ}\text{C}$ ) dochází buď k odpařování složek pojivového systému anebo k jejich rozkladu na nízkomolekulární složky (např. voda, metan,  $\text{CO}_2$ ). Hlavní složka pojivového systému musí být tedy tepelně rozložitelná. Během procesu v peci cirkuluje ochranná atmosféra plynu, která zajistí snadnější odstranění pojiva a zabrání oxidaci. [1] Na Obrázku 8 je zobrazeno schéma termálního debindingu.

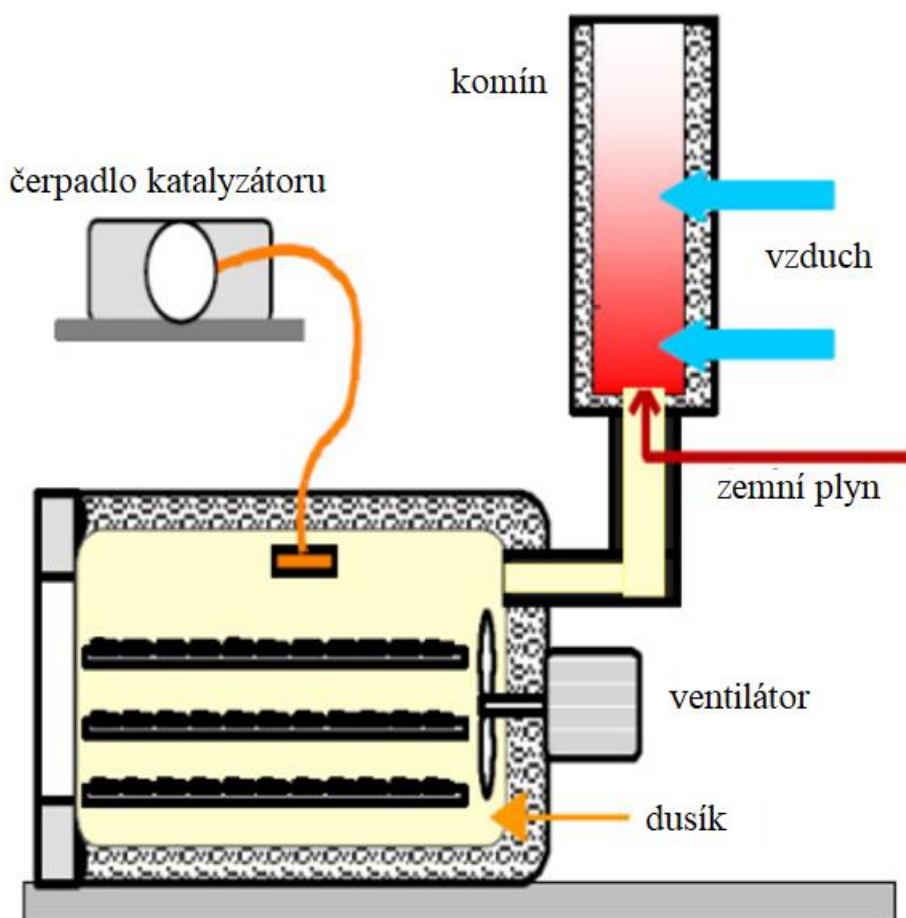


Obrázek 8: Schéma termálního debindingu [1]

## Katalytické odstranění pojiva

Při tomto procesu je použit polyacetanový pojivový systém (POM - polyoxymethylen), který poskytuje tvarovatelnost při vstřikování, pevnost a stálost tvaru po jeho částečném odstranění. Jako první s tímto pojivovým systémem přišla v roce 1991 společnost BASF, která je celosvětovým komerčním dodavatelem kovových, ale i keramických feedstocků na bázi POM, které vyžadují k odstranění pojiva právě katalytický debinding. [18]

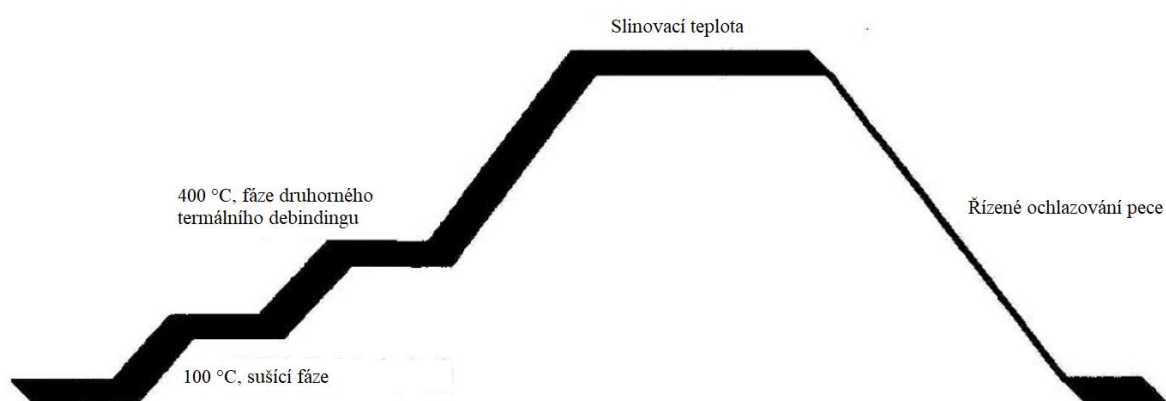
Katalytický debinding lze chápat jako kombinaci termálního debindingu s působením rozpouštědla, v tomto případě katalyzátoru. Ve většině případů se jako katalyzátor využívá oxid dusný. Do procesu však vstupuje kyselina dusičná, která se působením tepla rozkládá. Celý proces musí být řízen nejen z pohledu zvyšování teploty, ale i z pohledu nástupu působení katalyzátoru, aby nedošlo k příliš rychlé reakci a tím k popraskání dílů. Celý proces probíhá pod ochrannou atmosférou dusíku, který je rovnoměrně distribuován po celém objemu pálicí komory pomocí ventilátoru (v debindingové fázi i katalyzátor). Schéma katalytického procesu je znázorněno na *Obrázku 9*. [1,6,7,18]



Obrázek 9: Schéma katalytického odstranění pojiva [7]

#### 2.1.4. Slinování

Proces sintrace (slinování) je finálním krokem technologie MIM, který vede ke zhutněnému kovovému dílu. Cílem fáze slinování je uniformní a izotropické smrštění, tak aby nedocházelo k deformaci slinované součástky. Proces probíhá na třech řízených teplotních úrovních (viz. Obrázek 10) s postupným nástupem. Při teplotách mezi 400 – 500 ° C dochází k odstranění zbytků složek pojivového systému, který nebyl odstraněn v debindingové fázi. Samotné slinování probíhá v pevné fázi bez vzniku taveniny. To znamená, že se jedná o tepelně aktivovaný proces transportu materiálu řízený povrchovou energií materiálu, který je složený z jemných částic (velikost částic je definována již při výrobě feedstocku).



Obrázek 10: Obecné schéma pálicí křivky s jednotlivými fázemi (postupný nárůst teploty, debindingová fáze, fáze slinování a řízené chlazení). [19]

Fázi „výdrže“ na teplotě těsně pod teplotou tání materiálu lze rozdělit do tří kroků: počáteční – dochází ke smrštění 2-3 % a vzniku krčků mezi jednotlivými částicemi, prostřední – díl je zhutňován až na 90 % a dochází k zanikání pórů a růstu zrn, finální – konečné zhutnění a izolace pórů. Jak již bylo zmíněno výše, teplota slinování je nastavena těsně pod teplotou tání materiálu, například pro nerez a oceli se tato teplota pohybuje mezi 1120 a 1350 °C. I chlazení pece musí být řízené, aby nedocházelo k fázovým změnám v materiálu. Díky smrštění má finální slinutý díl požadované rozměry, s tím je potřeba počítat již při konstrukci vstřikovací formy a dosahuje 98 % nominální předepsané tabulkové hustoty daného materiálu. [19, 20, 21, 22]

Slinuté díly vyrobené technologií MIM je možné dále zpracovávat stejně, jako kovové díly vyrobené konvenčně používanými technologiemi. Díly se tepelně zpracovávají, povrchově upravují, doobrábějí na přesné rozměry a také je možné díly zpracovat pomocí technologie HIP (high isostatic pressure) a tím odstranit zbylé vnitřní póry a zcela je zhutnit.

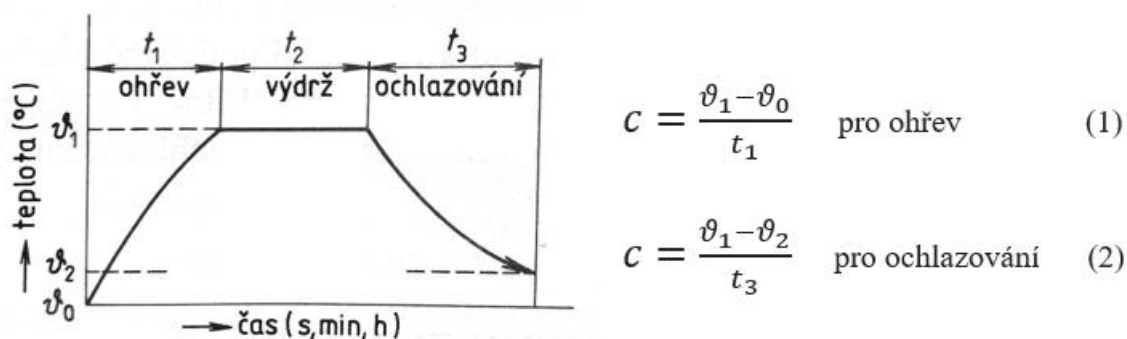
## 2.2. Tepelné zpracování ocelí

Tepelné zpracování oceli je jednou z nejdůležitějších technologií ve strojírenství. Jedná se o změny struktury a vlastností ocelí v důsledku fázových přeměn. Tato změna je zapříčiněná polymorfií slitin železa. Vlastnosti nově vzniklých fází závisejí na chemickém složení, na rychlosti ohřevu, na rychlosti ochlazování, na velikosti teploty a době prodlevy (výdrže). [8]

Tepelným zpracováním jsou ovlivněny především mechanické vlastnosti (pevnost, tvrdost, tažnost, vrubová houževnatost a odolnost proti opotřebení). Dále při fázových přeměnách dochází ke změnám struktury, změnám fyzikálních (elektrický odpor, elektromagnetická indukce) a technologických (tvařitelnost, obrobitelnost) vlastností. [10]

V praxi rozdělujeme dva typy fázových přeměn, kde v prvním případě je difúze podporována (žihání) nebo ve druhém případě je difúze potlačována (kalení). [9]

Princip tepelného zpracování spočívá v ohřátí (rovnice 1) součásti na požadovanou teplotu, poté následuje výdrž a ochlazení (rovnice 2). Rychlost ochlazení závisí na požadovaných výsledných vlastnostech součásti. Schéma postupu tepelného zpracování je znázorněno na *Obrázku 11*.



Obrázek 11: Schéma průběhu tepelného zpracování. [10]

- |  |                         |
|--|-------------------------|
| kde $\vartheta_0$ – výchozí teplota před ohřevem     | $t_1$ – čas ohřevu      |
| $\vartheta_1$ – teplota ohřevu                       | $t_3$ – čas ochlazování |
| $\vartheta_2$ – požadovaná teplota na konci chlazení | $c$ – rychlost ohřevu   |

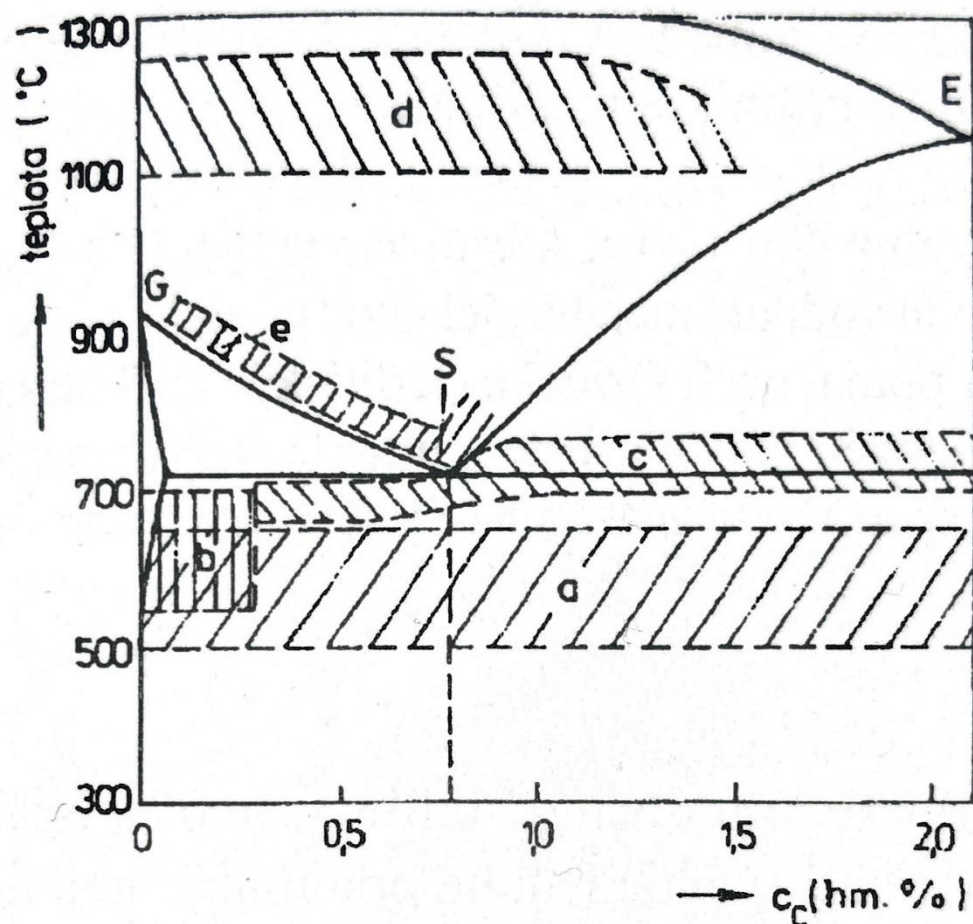


### 2.2.1. Žihání

Tepelné zpracování, při kterém je součást ohřívána na požadovanou teplotu a po dostatečné výdrži pomalu ochlazena, se nazývá žihání. Cílem toho procesu je dosažení určité úrovně rovnovážného stavu. Výsledkem žihání je získání struktury homogenního a jemnozrného charakteru. Žihání je použito v mnoha technologických procesech. Během žihání dochází například ke zvýšení houževnatosti (dobrá obrobitelnost a tvářitelnost), ke snížení chemické heterogenity, odstranění nežádoucích prvků a snížení vnitřního pnutí součásti. [9,10]

Žihací procesy jsou rozděleny podle probíhajících přeměn na dvě skupiny:

- žihání bez překrystalizace
- žihání s překrystalizací



Obrázek 12: Schéma žihacích teplot (žihání bez rekrystalizace: a – ke snížení pnutí, b – rekrystalizační, c – na měkko, žihání s rekrystalizací: d – homogenizační, e – normalizační). [11]

Při žihání bez překrytí nepřesáhne teplota křivku  $A_{c1}$ . V ocelích při tomto procesu dochází ke změně rozpustnosti uhlíku a dusíku, rozpadají se nerovnovážné fáze a dochází k odpevňovacím pochodům. Většinou se žihá na teploty, které jsou vyšší než jsou součásti vystaveny při funkci. [8]

### **Žihání ke stabilizaci rozměrů**

Cílem tohoto žihání je dosažení co největší stability rozměrů. Tato metoda je používána především pro kalibry a přesná měřidla. Jedná se o úmyslné, dlouhodobé popuštění martenzitu a snaha o dokonalý rozpad zbytkového austenitu. U nízkolegovaných ocelí se součást ohřeje na teplotu okolo  $120\text{ }^{\circ}\text{C}$ , u ocelí s vyšším procentem legujících prvků se používají teploty okolo  $160\text{ }^{\circ}\text{C}$  a dlouhé výdrže. [8]

### **Umělé stárnutí ocelí**

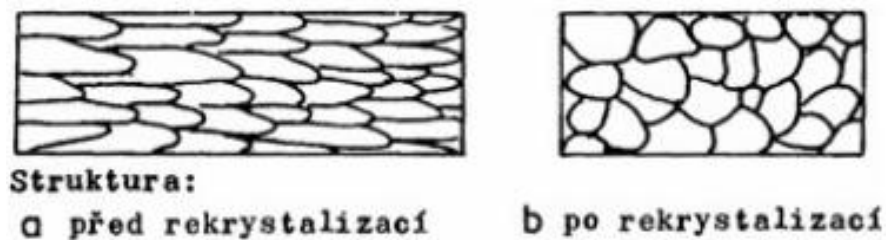
Při tomto procesu je snaha o rychlejší precipitaci dusíku a uhlíku, které jsou volně rozpuštěny ve feritu. Tato metoda je určena pro nízkouhlíkové oceli do  $0,2\text{ hm. \% C.}$ , u ocelí nad  $0,3\text{ hm \% C}$  je stárnutí zanedbatelné. Precipitace dusíku probíhá nejintenzivněji při teplotách  $150\text{ }^{\circ}\text{C}$ , u uhlíku jsou to teploty okolo  $250\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Pomocí stárnutí dochází ke změně plastických a křehkolomových vlastností. [8]

### **Žihání na snížení zbytkových pnutí**

Snahou při tomto procesu je snížení zbytkových pnutí vzniklých při předchozích operacích (svařování, tuhnutí) bez záměrné změny struktury a s minimálními změnami mechanických vlastností před tepelným zpracováním. Princip spočívá v pomalém ohřevu na teplotu okolo  $450$  až  $650\text{ }^{\circ}\text{C}$  a následné výdrži okolo dvou hodin. Velký důraz je kladen na pomalé ochlazování ( $30 - 50\text{ }^{\circ}\text{C.h}^{-1}$ ), kde je snaha zamezit tvorbě nových napětových stavů. [8]

### **Žihání rekrytalizační**

Hlavním cílem toho procesu je obnovení tvárných vlastností po tváření za studena. Při rekrytalizačním žihání ( $550 - 700\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) dochází k odstranění deformovaných zrn, během žihání vznikají nová zrna, jejichž tvar, orientace a velikost je podobná stavu před tvářením. Dle stupně deformace se volí velikost teploty a délka výdrže. Změna tvaru a orientaci zrn lze vidět na *Obrázku 13*. [8,9]



Obrázek 13: Změna zrn po rekrytalizačním žihání. [8,9]

### Žihání na měkko

Během žihání na měkko dochází k transformaci lamelárního perlitu na perlit globulární. Postup žihání spočívá v ohřátí součásti těsně pod teplotu austenitizace, dlouhé výdrži a v následném velmi pomalému ochlazování ( $50 \text{ }^\circ\text{C}\cdot\text{h}^{-1}$ ). U ocelí nad 0,4 hm. %, u eutektoidních a nadeutektoidních dochází vlivem žihání k poklesu tvrdosti a tím ke zvýšení obrobitelnosti. Další výhodou je homogenizace struktury, která je vhodná pro následující kalení. U podeutektoidních ocelí je teplota žihání pod  $A_{c1}$  s několikahodinovou výdrží. U nadeutektoidních a nástrojových ocelí se používají teploty těsně nad  $A_{c1}$ , kdy za pomoci povrchového napětí lamely cementitu případně i karbidů sbalují do kuliček. [8,10]

### Rozpouštěcí (austenitizační) žihání.

Během rozpouštěcího žihání dochází k rozpuštění karbidů, nitridů a dalších minoritních fází v austenitu. Nedochází však k překrytalizaci matrice. Rozpuštěním legujících prvků v austenitu dojde k vytvoření přesyceného tuhého roztoku. Velikost teploty a délka výdrže závisí na druhu a obsahu precipitátů.. [8,10]

### Normalizační žihání

Normalizačního žihání se využívá především u odlitků, výkovků či vylisků za studena. Výsledkem je dosažení jemnozrné a rovnoměrné struktury bez vnitřních pnutí. Žihací teploty jsou těsně nad teplotou  $A_{c3}$  (podeutektoidní) nebo nad  $A_{cm}$  (nadeutektoidní). Jedná se tedy o žihání s překrytalizací. Ochlazování probíhá na klidném vzduchu ( $100 \text{ až } 200 \text{ }^\circ\text{C}\cdot\text{h}^{-1}$ ). [8,10]

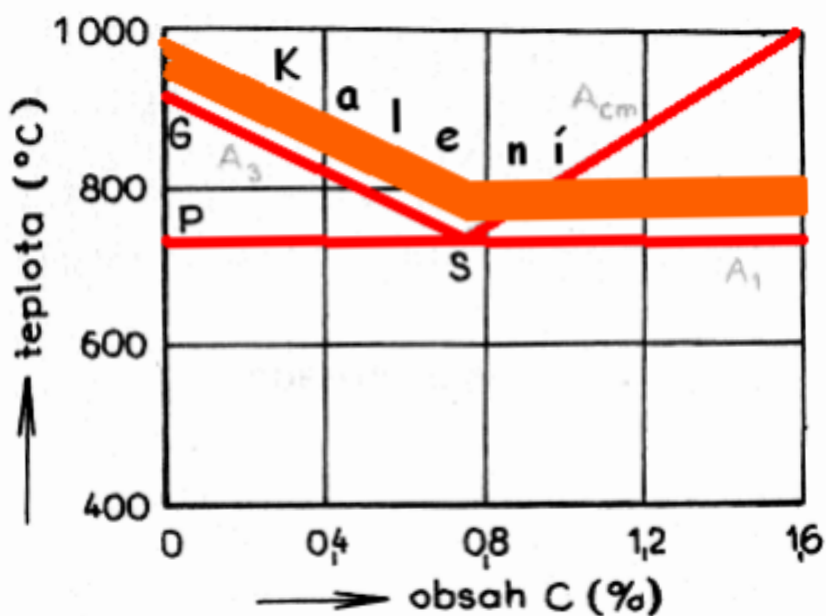
## Homogenizační žhání

Dalším typem rekrystalizačního žhání je žhání homogenizační. Při tomto procesu je snaha o dosažení rovnoměrného chemického rozložení prvků ve struktuře ocelí (snížení heterogenity). Žhací teploty dosahují teplot 1100 až 1250 °C. Využívá se pro odstranění dendritické struktury u odlitků popř. ingotů. [8,10]

### 2.2.2. Kalení

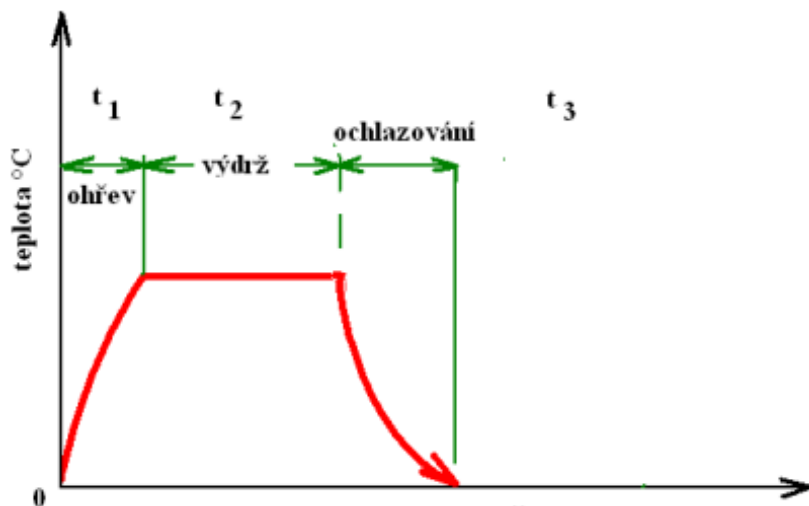
Kalení je využíváno na zvýšení mechanických vlastností ocelí (pevnost a tvrdost). Při tomto procesu je nutné, aby ocel obsahovala minimálně 0,3 hm. %C. Oceli pod 0,2 hm. % jsou označovány jako „nekalitelné“, nedojde tak k dostatečnému přesycení tuhého roztoku a výsledná tvrdost po kalení je nízká. Výsledkem kalení je vytvoření částečného nebo zcela nerovnovážného stavu. [8,9]

Kalením se rozumí postup tepelného zpracování, kde je součást ohřata na austenitizační teplotu, u podeutektoidních ocelí nad  $A_{c3}$  u nadeutektoidních nad  $A_{cm}$  (Obrázek 14). Hodnota teploty nesmí být příliš vysoká, aby nedocházelo k hrubnutí zrna a zvýšení podílu zbytkového austenitu. [8,10]



Obrázek 14: Oblast vhodných teplot pro kalení. [9]

Po dostatečně dlouhé výdrži, při které dojde k úplné austenitizaci, se součást ochladí nadkritickou rychlostí. Schéma popisující proces kalení je na *Obrázku 15*. Dojde tak k převedení perlitické nebo perliticko-feritické struktury na strukturu tvořenou martenzitem popř. bainitem. [8,10]



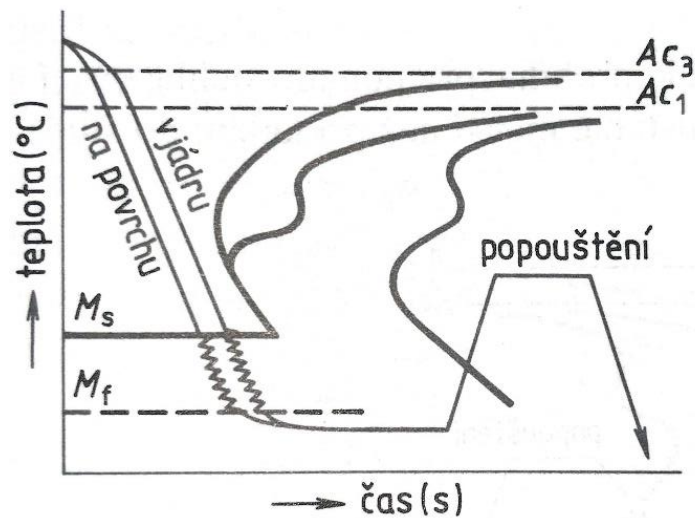
Obrázek 15.: Schéma principu kalení. [9]

Důsledkem kalení je „násilné“ uzavření uhlíku uvnitř krystalové mřížky, a tudíž k její deformaci. Ve struktuře vzniká velké vnitřní pnutí, zvyšuje se tvrdost, pevnost a klesá vrubová houževnatost. Tyto jevy mohou vést k vytvoření trhlin, lomům či geometrickým deformacím. Hlavními faktory při kalení je teplota austenitizace, délka výdrže, rychlost ochlazování, množství rozpuštěného uhlíku v austenitu v okamžiku zakalení. Dalším rozhodujícím parametrem při procesu kalení jsou legující prvky, které zvyšují mechanické vlastnosti, zakalitelnost a prokalitelnost kalené oceli. [8,9]

V praxi tepelného zpracování se setkáváme s různými postupy kalení, viz. níže. Volba vhodného způsobu závisí zejména na požadovaných vlastnostech kalného výrobku, jeho velikosti, tvaru a druhu použité oceli. [8]

### **Kalení nepřetržitě**

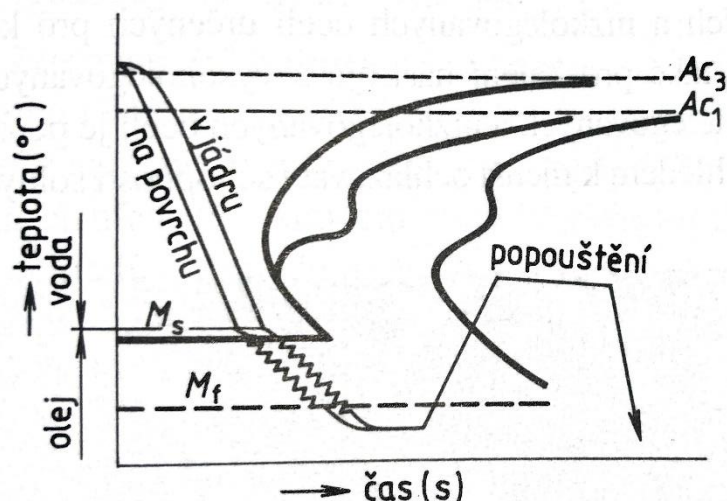
Jedná se o nejjednodušší způsob kalení, kdy je součást po ohřevu ihned ochlazena pod teplotu martenzitické přeměny. Na *Obrázku 16* je znázorněn proces nepřetržitého kalení. Nevýhodou toho procesu je častý vznik trhlin a tvorba velkých deformací. [8,10]



Obrázek 16: Schéma nepřetržitého kalení. [12]

### Lomené kalení

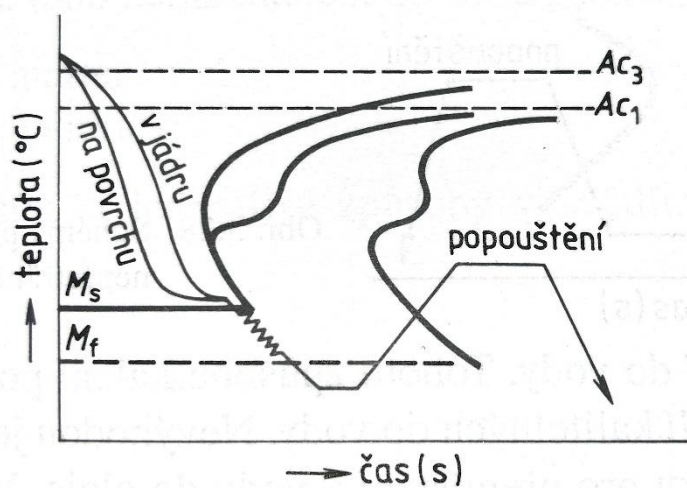
Tento způsob kalení se využívá především u tvarově složitějších součástek, kdy je snaha o dosažení minimálních deformací. Dochází tak ke zmenšení ochlazovací rychlosti v průběhu přeměny austenitu na martenzit. Ohřev a výdrž je obdobná jako u nepřetržitého kalení. Během ochlazování je využito dvou kalicích médií *Obrázek 17*. Nejprve je součást ochlazována v lázni s vyšším stupněm ochlazování. Těsně před protnutí křivky martenzit start je součást z lázně vyjmuta a vložena do druhé lázně s nižší ochlazovací schopností. Nevýhodou je obtížné odhadnutí teploty pro změnu kalící lázně. [8,10]



Obrázek 17: Schéma lomeného kalení. [12]

## Termální kalení

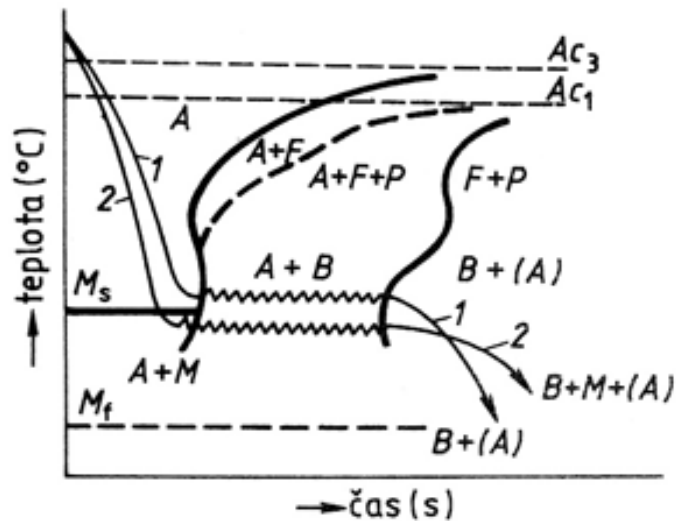
Cílem termálního kalení je snížení deformace oddělením tepelných a strukturních pnutí mezi jádrem a povrchem součásti. Nejprve je součást ochlazena těsně nad teplotu martenzitu start. Na této teplotě setrvává do té doby, než se vyrovnají teploty mezi povrchem a jádrem *Obrázek 18*. Poté je součást z kalící lázně vyjmuta a dochlazena na vzduchu. Termální kalení je používáno především pro menší, tvarově složitější výrobky. [8,10]



Obrázek 18: Schéma termálního kalení. [12]

## Izotermické bainitické zušlechťování

Účelem tohoto procesu je získání požadovaných mechanických vlastností přímo po kalení bez nutnosti dalšího popouštění. Součást je kalena do lázně o teplotě těsně nad martenzitu start *Obrázek 19*, ve které setrvává až do ukončení bainitické přeměny (křivka bainit finish). Struktura je tvořena dle teploty kalící lázně buď horním bainitem (400-550 °C) nebo dolním bainitem (300-400 °C) a zbytkovým austenitem. Výsledná struktura má vyšší vrubovou houževnatost a mez únavy než struktura tvořená martenzitem. Rovněž zbytková pnutí a nebezpečí vzniku trhlin je při tomto způsobu tepelného zpracování minimální. [8,10]



Obrázek 19: Schéma izotermického bainitického zušlechťování. [12]

## Kalení se zmrazováním

Cílem toho procesu je snížení podílu zbytkového austenitu ve struktuře po zakalení. Tím se zvýší tvrdost, pevnost a rozměrová stabilita součásti. Zmrazování se používá pro oceli, které mají křivku martenzit finish v záporných hodnotách. Musí proběhnout ihned po zakalení, aby se zbytkový austenit nestačil stabilizovat. Během procesu vzniká v součásti značné vnitřní pnutí, a tak je nutno součást po zmražení dále popouštět na nízké teploty. [8,10]

### 2.2.3. Popouštění

Popouštění je proces, který následuje ihned po zakalení součásti. Probíhá pod teplotou  $A_1$ , kdy dochází k odstranění vnitřního pnutí. Pomocí popouštění dojde k zamezení tvorby trhlin důsledkem velkého vnitřního pnutí, sníží se tak tvrdost a zvýší houževnatost. Princip spočívá v ohřátí, následné výdrži a pomalém ochlazení součásti. Zvolená popouštěcí teplota je závislá na požadavcích (poměr mezi pevností a houževnatostí) a chemickém složení oceli. [8,10]

### Popouštění za nízkých teplot

Jedná se o popouštění při teplotách od 120 do 350 °C. Při teplotách okolo 180 °C dochází ke zmenšení obsahu zbytkového austenitu. Z jehlicovitého martenzitu dojde k vyloučení uhlíku v podobě karbidů, který je vyloučen ve směru martenzitických jehlic. Dojde tak k výraznému poklesu křehkosti při zachování vysoké tvrdosti a ke stabilizaci rozměrů. Jestliže bude popouštěcí teplota nad 250 °C, dojde k rozpadu zbytkového austenitu na nízkouhlíkový martenzit. Při vyšších teplotách (okolo 350 °C) vznikne struktura tvořená dolním bainitem, která dosahuje optimálního poměru mezi tvrdostí a houževnatostí. [8,10]



## Popouštění za vysokých teplot

V případě vysokoteplotního popouštění dochází k získání struktury s příznivějšími mechanickými vlastnostmi. Zejména získání vysoké houževnatosti při vysoké mezi kluzu a mezi únavy. Teploty se pohybují od 350 do 650 °C, přičemž dochází k lineárnímu poklesu pevnosti s rostoucí teplotou. Při tomto popouštění zaniká jehlicovitá struktura a dochází k tvorbě kulovitých částic. Výsledná struktura je tak tvořená feriticko-cementitickou směsí a nazývá se sorbitem. [8,10]

## 2.3. Chemicko-tepelné zpracování ocelí

Chemicko-tepelné zpracování je proces, při kterém je dosahováno požadovaných změn struktury a vlastností, které jsou provázány se změnou chemického složení zpracovaného dílu. Existuje několik způsobů, jak těchto změn dosáhnout. První změna může probíhat v celém objemu. V takovém případě se jedná o objemové chemicko-tepelné zpracování (např. odvodíkování). Ve druhém případě dochází ke změnám pouze v povrchových vrstvách – povrchové chemicko-tepelné zpracování. [8]

V praxi je nejpoužívanější technologie povrchového chemicko-tepelného zpracování, při kterém dochází, pomocí difúzního sycení povrchu (kovy i nekovy), k vzniku rozdílných mechanických a fyzikálních vlastností mezi povrchem a jádrem součásti. [8]

Změnou vlastností může být dosaženo pomocí:

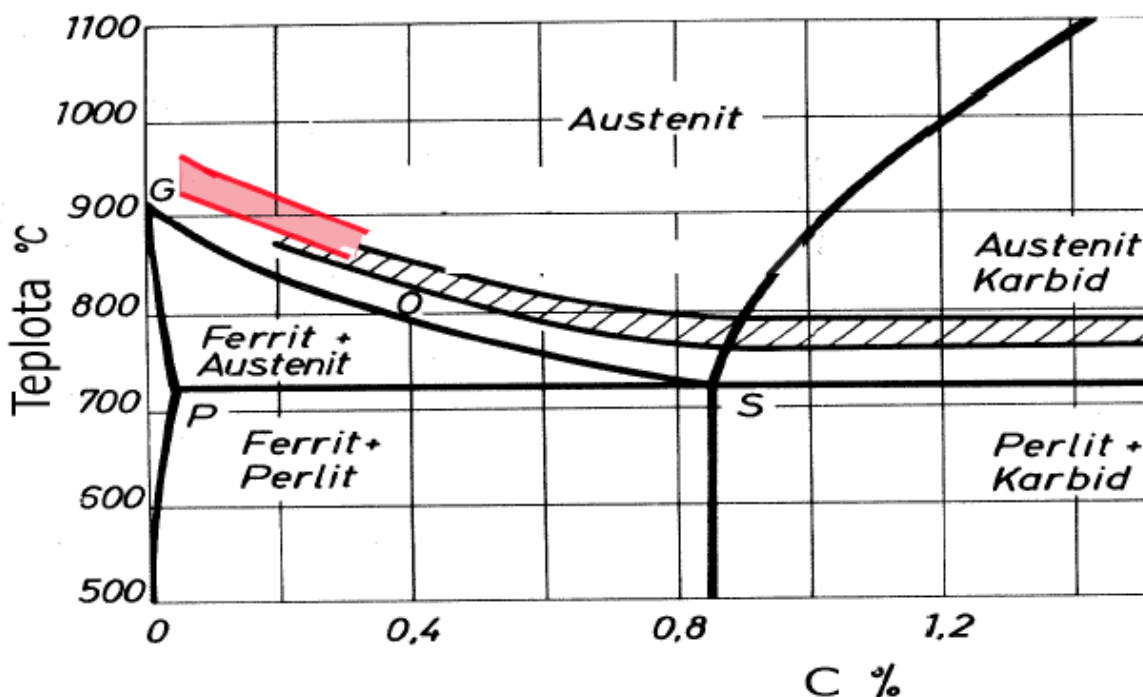
- úprava chemického složení povrchu s následným tepelným zpracováním (cementace, nitrocementace)
- úprava povrchu pouze sycením bez tepelného zpracování (nitridace, karbonitridace)

Hlavní výhodou tohoto zpracování je zvýšení tvrdosti povrchu, odolnosti proti opotřebení a odolnosti proti cyklickému namáhání při zachování houževnatého jádra. Další výhodou je zvýšení odolnosti proti korozi či žáru. [8]

### 2.3.1. Cementace

Cementace je jedna z nejpoužívanějších technologií chemicko-tepelného zpracování. Při cementování dochází k sycení povrchu uhlíkem buď v pevném, kapalném, plynném prostředí či ve vakuu. Cementování probíhá při teplotách vždy nad teplotou  $A_3$  Obrázek 20 v austenitickém stavu, kde je rozpustnost uhlíku v austenitu nejméně 0,8 %. Hloubka cementované vrstvy je nejčastěji do 1 mm. V ojedinělých případech lze také cementovat do větších hloubek (do 2 mm). V praxi se velké vrstvy nepoužívají, z důvodu dlouhých cementačních časů, kdy difúze uhlíku ve větších hloubkách značně klesá. [8, 13]

Obsah a rozložení uhlíku v cementační vrstvě závisí na použitém cementačním prostředí, na výši cementační teploty, době výdrže na cementační teplotě a na chemickém složení cementované oceli (především na obsahu uhlíku a karbidotvorných prvků). [8]



Obrázek 20: Červeně značená oblast vyznačující vhodné cementační teploty. [13]

Hlavním účelem cementování je obohacení povrchové vrstvy uhlíkem. Poté po dostatečně dlouhém sycení je nutno součást s nasycenou vrstvou zakalit a poté popustit. Popuštění musí následovat ihned po zakalení. Kvůli velkým pnutím v cementované vrstvě by mohlo dojít ke vzniku prasklin. Vznikne tak velmi tvrdá vrstva s dobrou odolností proti otěru. Při cementování také dojde ke zvýšení únavové pevnosti. [8, 13]

Podmínkou pro vytvoření tvrdého povrchu a houževnatého jádra je použití vhodné cementační oceli. Z pravidla se používají nízkouhlíkové a nízkolegované oceli o obsahu uhlíku maximálně do 0,25 %. Kvůli malému obsahu uhlíku vznikne měkký a houževnatý martenzit, který vytvoří houževnaté jádro součásti. Dalším důvodem nižšího procenta uhlíku je snadnější difúze během cementování. [8, 13]

### **Cementace v tuhém prostředí**

Tato metoda zpracování je již zastaralá. Využívá se směsi dřevěného uhlí a uhličitanu barnatého k nasycení povrchové vrstvy. Po ohřátí součásti na cementační teplotu se ze směsi začne uvolňovat CO (nositel uhlíku), ze kterého se při kontaktu se syceným povrchem rozkládá na oxid uhličitý a aktivní atom uhlíku. Aktivní atomy uhlíku pak vnikají do povrchu a difuzními pochody dál do materiálu. Nevýhodou je špatná kontrola atmosféry, která má za důsledek vytvoření nerovnoměrné vrstvy, jak z pohledu koncentrace, tak tloušťky. [8, 13]

### **Cementace k kapalném prostředí**

U této metody je využito kyanidových lázní, které jsou vhodné pro cementování malých a středně velkých výrobků. Nositelem uhlíku jsou kyanidy. Kyanidy jsou však jedovaté, proto se v dnešní době se od této technologie ustoupilo z důvodu velké jedovatosti kyanidů. Výsledkem cementování je homogenní tenká vrstva. [8, 13]

### **Cementace v plynném prostředí**

Cementování v plynném prostředí je velmi efektivní a technologicky výhodný způsob chemicko-tepelného zpracování. U této metody je nositelem uhlíku směs plynů (CO, CO<sub>2</sub>, methan, propan). Princip spočívá v ohřátí součástí na cementační teplotu (okolo 900 °C) a dlouhé výdrži na této teplotě. Zároveň je v peci tvořena cementační atmosféra o uhlíkovém potenciálu 0,9 – 1,2 %C. Při této teplotě dochází k sycení povrchové vrstvy uhlíkem. Poté dojde k poklesu teploty a ke snížení uhlíkového potenciálu na hodnotu 0,7 – 0,8 %C, kde dochází k pronikání uhlíku do hlubších vrstev (difuzní perioda). Po dostatečné difúzi nastává pozvolné ochlazení nebo kalení, které povrchovou vrstvu vytvrdí a vznikne tak tvrdá vrstva s dobrou odolností proti opotřebení. [8, 13]

## **Cementace ve vakuu**

Použití vakuového cementování se docílí výrazného zkrácení doby nauhličování. Teploty vakuové cementace se pohybují v rozmezí od 950 do 1050 °C při tlaku 1 až 10 Pa. Po dosažení požadované cementační teploty se do vakuové pece přivede čistý uhlovodík (CH<sub>4</sub>, C<sub>3</sub>H<sub>8</sub>) pod tlakem 5 až 50 kPa. Proudění plynů může být kontinuální nebo lze použít metodu pulzní, při které dochází k opakovanému plnění a evakuování. Cementovaný povrch je kvalitnější než při použití klasické plynné atmosféry. Další výhodou této technologie jsou krátké výrobní cykly a čistota procesu. [8, 13]

### **2.3.2. Nitrocementace**

Podstatou nitrocementace je sycení povrchu uhlíkem a dusíkem. Princip zpracování je podobný jako u cementování. U nitrocementace se teploty pohybují mezi 840 až 860 °C. Vytvoření tvrdé vrstvy je dosaženo sycením a následným rychlým ochlazením, aby nastala přeměna uhlíko-dusíkového austenitu v martenzit. Přítomnost difuze dusíku do austenitu napomáhá rychlejší difuzi uhlíku. Nižší teploty nitrocementace přispívají k menším deformacím při prudkém ochlazení a k jemnějšímu austenitickému zrně. Přítomnost dusíku zvyšuje stabilitu austenitu, a proto výsledná struktura po zakalení obsahuje vyšší procento zbytkového austenitu. Přítomnost zbytkového austenitu v martenzitické struktuře zakalených součástí, má za následek nižší tvrdost vrstvy, vyšší houževnatost, únavovou pevnost a plasticitu. [8, 13]

### **2.3.3. Nitridace**

Nitridace je proces chemicko-tepelného zpracování, při kterém dochází k sycení povrchu dusíkem v plynném či kapalném prostředí. Nitridační teploty se volí v rozmezí 470 až 590 °C. Při nižších teplotách se difuze dusíku značně zpomaluje. Vyšší teploty jsou nežádoucí kvůli možnému vzniku křehkého eutektoidu (tzv. brownitu). Oproti cementování se docílí vytvrzení povrchu, bez nutnosti následného tepelného zpracování. Je to tedy dosaženo požadovaných mechanických vlastností již během procesu sycení. Cílem nitridace je vytvoření tenké a tvrdé povrchové vrstvy, která obsahuje vysoce disperzní nitridy slitinových prvků s vysokou afinitou k dusíku (W, Cr, Al, Ti). Tyto nitridy si zachovávají velkou tvrdost a odolnost proti otěru i za vyšších teplot. [8, 13].

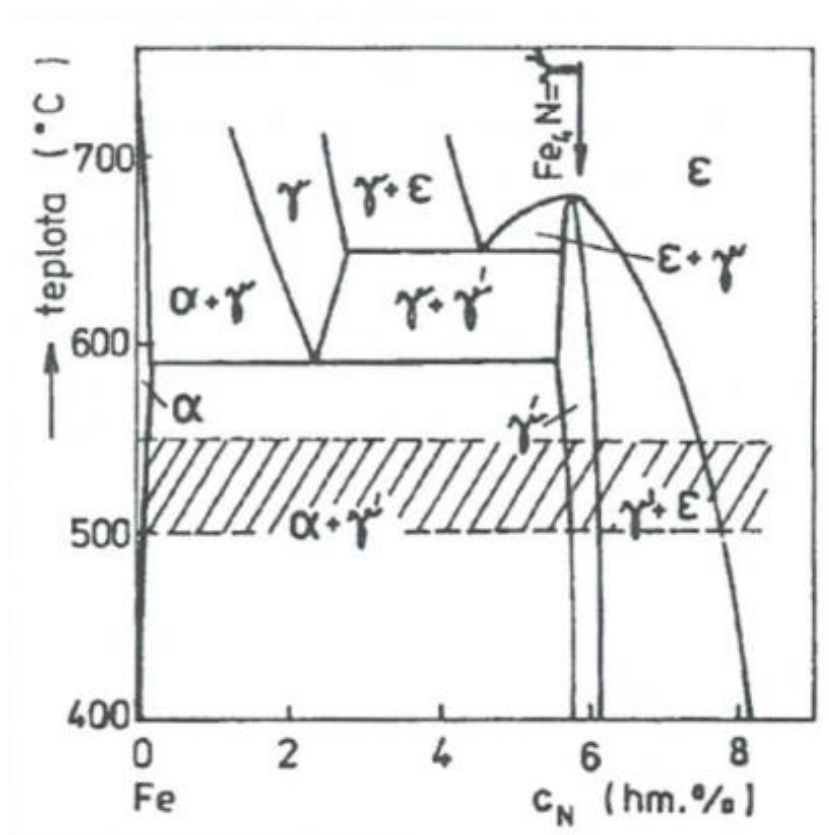
Použití nitridace je daleko univerzálnější než u cementace. Nitridace může sloužit

k několika různým účelům: [8]

- zvýšení tvrdosti povrchu
- zvýšení ořezavzdornosti a snížení koeficientu tření
- zvýšení korozivzdornosti
- zlepšení únavových vlastností.

Při nitridaci dochází ke vzniku tuhých roztoků nitridů železa, viz. diagram Fe-N (Obrázek 21).

[8, 11]



Obrázek 21: Diagram Fe-N – vyšrafovaná oblast pásma nitridace. [11]

Ve struktuře nitridované vrstvy lze nalézt:

- $\alpha$  – (tuhý roztok dusíku v železe  $\alpha$ ) jedná se o dusíkový ferit, který obsahuje maximálně 0,10 % dusíku při teplotě 590 °C. Tvoří kubickou prostorově středěnou krystalovou mřížku.
- $\gamma$  – (tuhý roztok dusíku v železe  $\gamma$ ) vzniká nad teplotou 590 °C s maximálním obsahem 2,8 % dusíku. Tvoří kubickou plošně středěnou krystalovou mřížku.

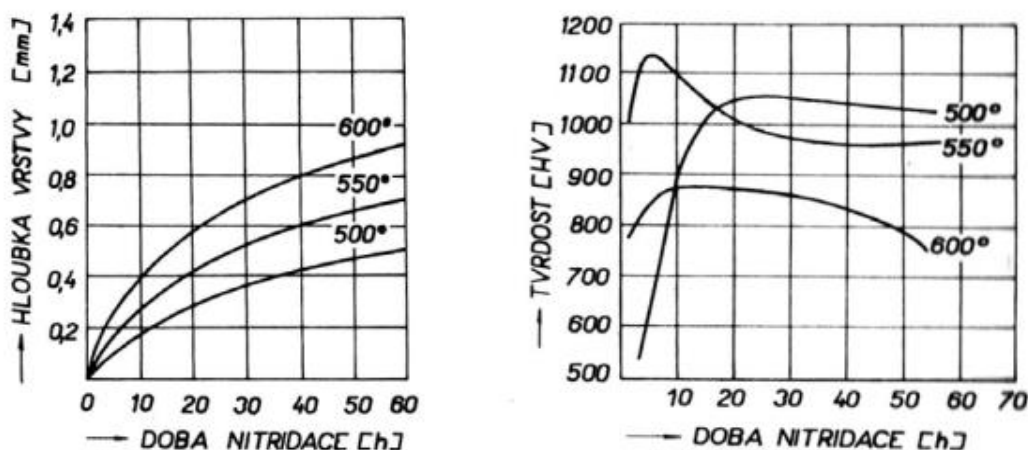
- $\gamma'$ - (nitrid  $\text{Fe}_4\text{N}$ ) obsah dusíku se pohybuje v rozmezí 5,3-5,75 %N. Tato fáze je často označována jako čistý nitrid. Fáze  $\gamma'$  je stálá do teploty 672 °C. Tvoří kubickou plošně středěnou krystalovou mřížku. Od fáze  $\gamma$  se liší hodnotou mřížkového parametru. Čistá  $\gamma'$  fáze se vyznačuje maximální otěruvzdorností, má nejvyšší tvrdost a je relativně houževnatá.
- $\epsilon$  – (nitrid  $\text{Fe}_2\text{N}$ ) obsah dusíku se pohybuje v rozmezí 4,35-11 %N. Tvoří hexagonální mřížkou s nejtěsnějším uspořádáním atomů. Fáze  $\epsilon$  má nízký koeficient tření, nižší otěruvzdornost. Na druhou stranu má vysokou odolnost proti korozi. Dosahuje tvrdosti 250 až 300 HV. Je-li v oceli přítomen ve větším množství i uhlík, vzniká karbonitrid  $\text{Fe}_{2-3}(\text{C}, \text{N})$ , který je křehčí a má tvrdost 400 až 450 HV.
- $\xi$  – (nitrid  $\text{Fe}_2\text{N}$ ) obsah dusíku se pohybuje v rozmezí 11,07 – 11,18 %N. Stabilní za teploty 490 ° C. Tento nitrid je velmi křehký a proto nežádoucí. Krystalizuje v ortorombické mřížce.
- v diagramu Fe-N se nachází kromě fází také eutektoid nazývaný jako **brownit**. Obsah dusíku v brownitu je 2,35 %, eutektoidní teplota 590 °C. Brownit je velmi křehký, a proto je v praxi tato struktura nežádoucí.

Oceli vhodné pro nitridaci mají obsah od 0,2 až 0,6 %C. V případě většího množství uhlíku hrozí potlačení difuze dusíku, a proto je dosažení požadované vrstvy zdlouhavější. Pokud ocel obsahuje menší procento uhlíku, tak dochází k tvorbě tlusté a křehké vrstvy. Podstatnou roli zde hrají legující prvky, které napomáhají ke zlepšení mechanických vlastností povrchové vrstvy. Během nitridace se dusík přednostně slučuje s prvky s vyšší afinitou k dusíku (Al, Cr), které vytvoří s dusíkem velmi tvrdé nitridy. [8, 13]

V praxi se využívá třech nitridačních prostředí. Mezi nejpoužívanější patří nitridace v plynném prostředí, kde je povrch součásti sycen technicky čistým čpavkem nebo směsnou atmosférou čpavku s dusíkem. Dalším prostředím je nitridace v roztavených solích, které jsou na bázi kyanidů. Modernější metodou nitridace je tzv. iontová (plazmová). [8, 13]

## Nitridace v plynném prostředí

Nitridování probíhá v plynném prostředí, které je tvořeno čpavkem ( $\text{NH}_3$ ). Teplota nitridování se pohybuje od 500 do 560 °C. Proces se skládá ze dvou neoddělitelných částí – tepelného procesu a chemického procesu. Na průběh nitridace má vliv teplota nitridace, která určuje míru disociace (tj. štěpení molekul za vzniku aktivních atomů) a průběh difuze. Zvýšením teploty nitridace se zvyšuje hloubka nitridované vrstvy, ale klesá její tvrdost *Obrázek 22*. [13, 14]



Obrázek 22: Vlevo – vliv teploty na hloubku nitridace, vpravo – vliv teploty na tvrdost vrstvy. [13]

Při chemickém rozpadu čpavku na dusík a vodík dochází k absorbování atomů dusíku do povrchu oceli a část atomů dusíku vytvoří molekuly  $\text{N}_2$ . Atomy dusíku se začnou slučovat s legujícími prvky a železem. Dojde tak k vytvoření velmi tvrdé vrstvy nitridů, které zlepšují vlastnosti povrchové vrstvy součásti, jako je odolnost proti opotřebení, otěru a zadírání. [13, 14]

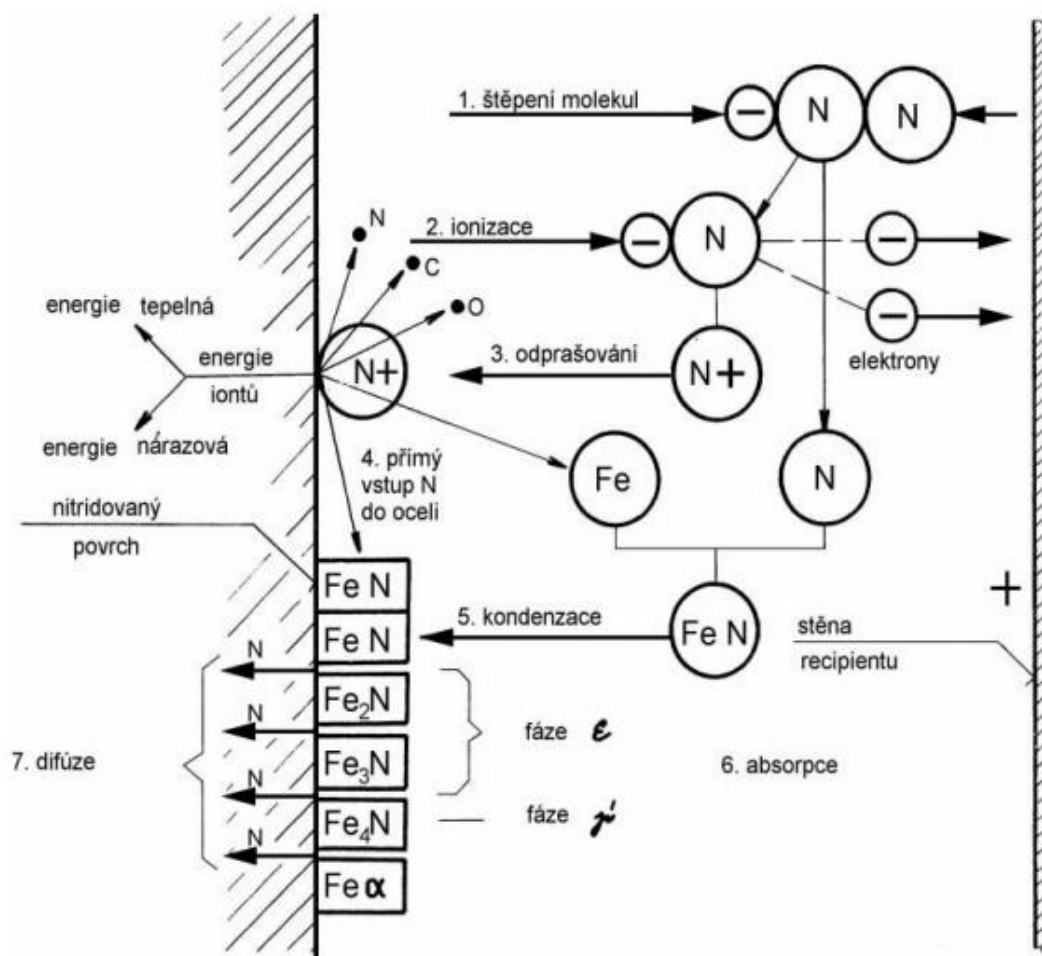
V praxi k dosažení optimálních vlastností jádra a tvrzené vrstvy, se často využívá kalení a následné popouštění na vysoké teploty, kdy musí být popouštěcí teplota vyšší než teplota nitridační. Vhodná struktura pro nitridování je tedy struktura tvořená sorbitem. Dále musí být výrobky dokonale odmaštěny, vysušeny a rozmístěny v peci, aby byl vhodný přístup aktivní nitridační atmosféry. [13, 14]

## Nitridace v roztavených solích

Nitridace probíhá v roztavených solích z kyanidů a kyanatanů. V lázních se vyskytuje kromě dusíku i malé množství uhlíku. Proto lze nitridaci v roztavených solích považovat spíše za karbonitridaci. [8]

## Iontová nitridace

Iontová nitridace (plazmová) využívá k sycení povrchu dusík ve formě ionizovaného plazmatu. Ten kromě iontů obsahuje i značné množství neutrálně nabitých částic. Nitridované součásti jsou vloženy do pece (tzv. recipientu) a zapojeny jako katoda. Recipient je připojen jako anoda, ve kterém se udržuje snížený tlak zředěné směsi plynů. Průběh iontové nitridace je znázorněn na Obrázku 23. [8, 14]



Obrázek 23: Průběh iontové nitridace. [8]

Při iontové nitridaci je použit stejnosměrný proud o napětí 400 až 1000 V. Vznikne tedy elektrické pole mezi recipientem (anoda) a součástí (katoda). Parametry (proud, napětí, tlak) elektrického pole musí odpovídat oblasti anomálního doutnavého výboje. Nejprve dochází k uvolňování primárních elektronů po srážce s molekulami dochází ke štěpení a následné ionizaci. Kladné ionty jsou urychlovány ke katodě (povrch součásti). [8, 14]



K nejvyššímu nárůstu rychlosti dochází blízko povrchu součásti. Kinetická energie kladných iontů není tedy lineární a tudíž největší intenzita dějů probíhá v těsné blízkosti povrchu. Po dopadu kladných částic dochází k přeměně kinetické energie na energii tepelnou a součást je ohřívána. Současně dopadající ionty vyrážejí z povrchu oceli atomy železa a jiné prvky (tzv. odprašování). Vlivem odprašování dochází ke vzniku nitridů železa bohatých na dusík. Velkou výhodou iontové nitridace je možnost nitridování chromových ocelí, kdy dochází během odprašení k depasivaci povrchové vrstvy. [8, 14]

#### **2.3.4. Karbonitridace**

V případě karbonitridace dochází k sycení povrchu součásti dusíkem a uhlíkem. Ve srovnání s nitridací je karbonitridace rychlejší proces. Na povrchu vznikají karbonitridy  $\epsilon$  a karbonitridy legur. Dojde tak ke zvýšení tvrdosti, třecích vlastností, odolnosti proti zadírání a zlepšení korozních vlastností. [8]

Obdobně jako u ostatních chemicko-tepelných zpracování lze karbonitridovat v pevném, plynném a kapalném prostředí.

**Pevné prostředí** využívá cementačního prášku společně s organickými částmi obsahující dusík. Dusík se ve směsi nachází ve formě rohoviny či pasty na bázi kyanidů. V současnosti tato metoda nenachází v praxi uplatnění. [8]

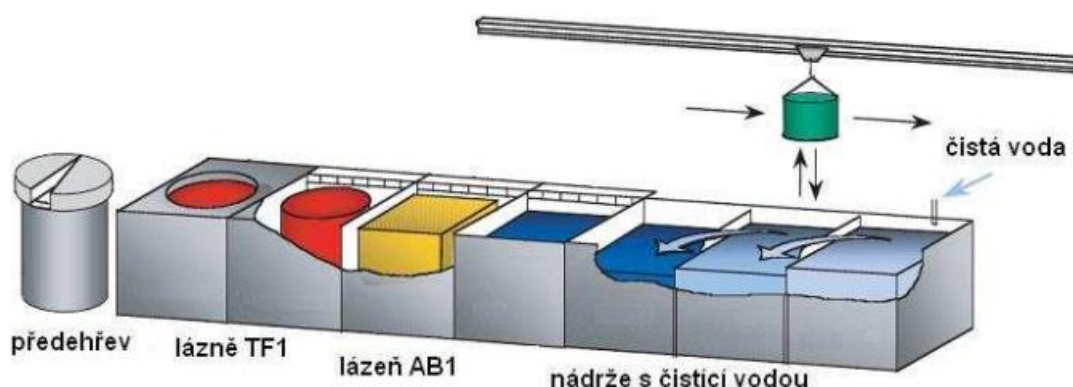
V případě **plynného prostředí** je technologie totožná s plynnou nitridací. Jediný rozdíl je ve složení aktivní atmosféry, která je obohacena o uhlík. Ten je do pece vpouštěn ve formě uhlovodíku. Karbonitridační teploty jsou v rozmezí od 500 do 600 °C. [8]

**Karbonitridace v kapalném prostředí** probíhá v solných lázních. Lázeň obsahuje 25 až 35 % kyanidů (NaCN, KCN) a 30 až 40 % kyanatanů (NaCNO, KCNO). Karbonitridační teploty se pohybují v rozmezí od 520 až 770 °C po dobu 60 až 120 minut. V lázních probíhá samovolná oxidace, která je nekontrolovatelná, a proto je nutné lázně účinně míchat a profukovat vzduchem, aby se docílilo co nejmenšího rozptylu vlastností v karbonitridované vrstvě. [8, 15]

## Teniferace

V praxi se velmi často využívá karbonitridace v solných lázních, které mají obchodní označení Teniferace či ARCOR. V tomto případě se jedná o šetrnou metodu k životnímu prostředí. Jako dárce dusíku používá nejedovatý kyanatan sodný a kyanatan draselný. V průběhu reakce se na povrchu obrobku alkalický kyanatan přeměňuje na uhličitán. [15]

Schéma zpracování je znázorněno na *Obrázku 24*. Princip karbonitridace spočívá v kaskádovém uspořádání lázní, kde je potřeba nejprve součást přehřát na teplotu 350 až 400 °C. Poté se součást přesune do první solné lázně (TF1), kde probíhá sycení povrchu po dobu 60 až 120 minut, při teplotě okolo 580 °C. Po dostatečném sycení následuje ochlazení. Lze ochlazovat v různých mediích (voda, vzduch, dusík), ale v praxi je však nejčastěji používaná oxidační ochlazovací lázeň (AB1). Oxidační ochlazování probíhá v teplotním rozsahu mezi 420 až 370 °C. Tato lázeň vedle šetrného ochlazení, které co nejméně ovlivní rozměrové charakteristiky součásti, poskytuje další výhody – především výrazné zvýšení korozní odolnosti a zlepšení kluzných vlastností povrchu. Další lázeň je tzv. čistící, kde dochází k dochlazení součásti a jejímu očištění od zbytků soli. [15]



*Obrázek 24: Průběh karbonitridace pomocí technologie Teniferace. [15]*

## 2.4. Rozdělení nerezových ocelí

Za nerezové (korozivzdorné) oceli lze považovat oceli o minimálním obsahu 10,5 % Cr a s maximálním obsahem 1,2 % C. Toto rozdělení je charakterizováno dle normy ČSN EN 10088-1. Jedná se díky velkému množství legujících prvků o oceli vysokolegované. Korozivzdorné oceli kvůli vysokému obsahu chromu, který zajišťuje pasivaci povrchové vrstvy, jsou schopny odolávat korozi v oxidačním prostředí. Dále lze korozivzdorné oceli rozdělit na austenitické, feritické, martenzitické a duplexní. [16]

### **2.4.1. Nerezové oceli austenitické**

Austenitické nerezové oceli obsahují méně než 0,10 % uhlíku, 16–22 % chromu, 8–40 % niklu, 0–5 % molybdenu a případně dusík. Austenitickou strukturu zajišťuje dostatečný obsah austenitotvorných prvků (nikl, mangan, uhlík a dusík), oceli jsou nemagnetické. Mají nízkou mez kluzu 230–300 MPa, ale vysokou houževnatost až 240 J.cm<sup>2</sup> při -196 °C a tažnost 45–65 %, díky které jsou vhodné ke tváření za studena. Nejrozšířenější jsou nerezové oceli s obsahem 0,08 % C, 18 % Cr a 10 % Ni. Tyto oceli se nejvíce používají v potravinářském průmyslu (označovány jako „stainless steel“). [16]

Nejpoužívanější austenitické oceli:

- ČSN 17240 (1.4301, AISI 304)
- ČSN 17349 (1.4404, AISI 316L)

### **2.4.2. Nerezové oceli feritické**

Feritické oceli se vyznačují strukturou tvořenou feritem, kdy při teplotách běžného tepelného zpracování od 750 do 900 °C nedosáhnou přeměny na austenit, a proto nejsou schopné zakalení na martenzitickou strukturu. Rozpustnost uhlíku ve feritu je značně nižší než v austenitu, a proto zde dochází k tvorbě karbidů chromu. Feritické oceli jsou legovány chromem, molybdenem, křemíkem a hliníkem (feritotvorné prvky). Feritická nerezová ocel je magnetická a nelze ji pomocí tepelného zpracování vytvrdit. [16]

Nejpoužívanější feritické oceli:

- ČSN 17 020 (1.4000, AISI 403)
- ČSN 17 040 (1.4016, AISI 430)

### **2.4.3. Nerezové oceli martenzitické**

Martenzitická nerezová ocel s obsahem 12- 18 % Cr a do 1,5 % C je schopna zakalení z austenitizační teploty. Pomocí zušlechtění (kalení a popuštění) lze dosáhnout až 2 000 MPa pevnosti v tahu. Dále mohou být vytvrzeny a zpevněny legováním mědi, titanu či hliníku. Martenzitické oceli jsou feromagnetické. [16]

Nejpoužívanější martenzitické oceli:

- ČSN 17 024 (1.4031, AISI 420)
- ČSN 17 145 (1.4057, AISI 431)

#### **2.4.4. Nerezové oceli duplexní**

Nerezové oceli duplexní mají strukturu tvořenou kombinací austenitu a feritu. Podíl těchto dvou fází je závislý na přítomnosti feritotvorných a austenitotvorných prvků. Dvoufázová směs umožňuje vytvoření jemnozrnější struktury. Díky přítomnosti obou fází lze dosáhnout vyšší meze kluzu (zhruba 400–500 MPa), dobré svařitelnosti, dostatečné houževnatosti (nižší než u austenitických a vyšší než u feritických ocelí) a zvýšení odolnosti proti korozi pod napětím. Nejtypičtější složení pro duplexní oceli je 22–23 % Cr, 4,5–6,5 % Ni a 3–3,5 % Mo.

Nejpoužívanější duplexní oceli:

- ČSN 17 381 (1.4462, AISI 418LN)
- AISI 329 (1.4460)

### 3. Experimentální část

Cílem diplomové práce je porovnání struktury a mechanických vlastností nerezové oceli 17-4PH vyrobené technologií MIM, která byla různými způsoby tepelně zpracována (Tabulka 4). V prvním kroku byly porovnány vzorky v syrovém (1 (SIN)), vyžíhaném (5 (SIN – ŽÍ)) a precipitačně vytvrzeném stavu (2 (SIN – VYT) a 4 (SIN – ŽÍ - VYT)). Další část práce je zaměřena na vliv chemicko-tepelného zpracování, konkrétně na plazmovou nitridaci a karbonitridaci v lázni, na povrchové vlastnosti a strukturu (3 (SIN – VYT – MPPN), 4 (SIN – VYT – ARCOR), 7 (SIN – ŽÍ – VYT – MPPN) a 8 (SIN – ŽÍ – VYT – ARCOR)).

Tabulka 4: Provedené postupy tepelného zpracování.

Vzorek č.	Druh tepelného zpracování		
1 (SIN)	Pouze slinuto 1350 °C		
2 (SIN - VYT)	Precip. vytvrzování H900 (480 °C/1h)		
3 (SIN - VYT - MPPN)	Precip. vytvrzování H900 (480 °C/1h)	Mikropulzní plazmová nitridace 520°C/14h	
4 (SIN - VYT - ARCOR)	Precip. vytvrzování H900 (480 °C/1h)	Karbonitridace – ARCOR – 590 °C / 90 min	
5 (SIN - ŽÍ)	Žihání 1040 °C / 30 min		
6 (SIN - ŽÍ - VYT)	Žihání 1040 °C / 30 min	Precip. vytvrzování H900 (480 °C/1h)	
7 (SIN - ŽÍ - VYT - MPPN)	Žihání 1040 °C / 30 min	Precip. vytvrzování H900 (480 °C/1h)	Mikropulzní plazmová nitridace 520°C/14h
8 (SIN - ŽÍ - VYT - ARCOR)	Žihání 1040 °C / 30 min	Precip. vytvrzování H900 (480 °C/1h)	Karbonitridace – ARCOR 590 °C / 90 min

#### 3.1. Výroba vzorků z oceli 17-4PH

Na experiment byla použita martenzitická nerezová ocel 17-4PH. Vstupní surovina (feedstock) byla dodána od firmy BASF GmbH ve formě granulí, určených k injekčnímu vstřikování kovů (MIM).

##### 3.1.1. Lisování

Zkušební vzorky byly vyrobeny na konvenčním vstřikovacím lisu od firmy ARBURG spol. s r.o. (Obrázek 25 a 26). V Tabulce 5 a 6 jsou znázorněny nejdůležitější vstřikovací parametry pro vstřikování rázového a tahového tělíska. Teploty formy a materiálu jsou voleny dle výrobce feedstocku. Uzavírací síla je definována velikostí formy (plocha dělicí roviny). Objem dávky, doba chlazení a velikost vstřikovacího tlaku jsou voleny dle velikosti výrobku.

Tabulka 5: Vstřikovací parametry pro rázová tělíska.

Parametry vstřikování pro rázové tělíska:	
Uzavírací síla formy	200 kN
Teplota formy	128 °C
Teplota feedstocku při vstřikování	190 °C
Vstřikovací tlak	1300 bar
Dotlak	1200 bar
Čas dotlaku	5 s
Objem dávky	9,5 cm <sup>3</sup>
Doba chlazení	20 s

Tabulka 6: Vstřikovací parametry pro tahová tělíska.

Parametry vstřikování pro tahové tělíska:	
Uzavírací síla formy	700 kN
Teplota formy	130 °C
Teplota feedstocku při vstřikování	190 °C
Vstřikovací tlak	1800 bar
Dotlak	1700 bar
Čas dotlaku	5 s
Objem dávky	20,5 cm <sup>3</sup>
Doba chlazení	30 s



Obrázek 25: Lisování rázového tělíska



Obrázek 26: Lisování tahového tělíska.

### 3.1.2. Odstranění pojiva (debinding)

Pojivový systém je založen na bázi POM (polyoxymethylen). Tudíž je k odstranění pojiva použit katalytický princip, který je kombinací termálního debindingu za přítomnosti rozpouštědla ve formě katalyzátoru. Jako katalyzátor byla použita 99% kyselina dusičná.

Odstranění pojiva proběhlo v debindingové peci od firmy CLASIC s.r.o. Nejprve byl do pece vpuštěn dusík, poté začal ohřev o rychlosti 1,5 °C/min. Po dosažení teploty 113 °C došlo k zapnutí spalovacího hořáku, jehož úkolem je spalování formaldehydu, který se uvolňuje během reakce. Díly setrvávají na teplotě 113 °C 120 min.

Po dvouhodinové výdrží nastává první debindingová fáze, kdy je do pece čerpána kyselina dusičná. Ta se termálně rozkládá na oxid dusný, který slouží jako katalyzátor. Atmosféra tvořena dusíkem a oxidem dusným, je pomocí ventilátoru rovnoměrně distribuována v celém objemu pece. První debindingová fáze trvá 30 min.

Při druhé debindingové fázi je do pece vpuštěno více kyseliny dusičné a odstraňování pojiva je intenzivnější. Druhá fáze trvá 480 min při teplotě 120 °C. Po dostatečné výdrží dojde k ukončení čerpání kyseliny a následuje pomalé ochlazování.

### 3.1.3. Slinování

Slinování následuje po odstranění pojiva. Proces slinování je finálním krokem v technologii MIM. Dochází ke zhutnění kovového prášku a odstranění zbytkové složky pojivového systému. Slinování probíhá pod teplotou tání slinované nerezové oceli v ochranné redukční atmosféře tvořené vodíkem. Pomocí vodíkové atmosféry je dosaženo nejvyšší hustoty a nejnižší tvrdosti ve srovnání s jinými ochrannými atmosférami. Zkušební tělíska jsou položena na korundové podložky (izolační funkce) a poté na molybdenové plechy, aby během procesu slinování nedošlo k difuznímu spojení mezi plechem a tělísky. Slinutá tělíska jsou zobrazena na *Obrázcích 27 a 28*. Na slinování byla použita slinovací pec od firmy ELNIK Systems.



*Obrázek 27: Slinutá rázová tělíska.*





*Obrázek 28: Slinutá tahová tělíska.*

Proces slinování byl řízen v několika teplotních úrovních. První fáze byla tzv. „sušící“, kdy dochází k sušení dílů při teplotě 100 °C po dobu 10 min.

Ve druhém kroku byla zkušební tělíska ohřata rychlostí 3 °C/min na teplotu 450 °C, na teplotě setrvala 60 min. Při tomto procesu dochází k termálnímu debindingu, kde se vyloučí zbytek pojivové složky.

Dalším krokem je stupňovitý ohřev, díky němuž je zajištěna teplotní homogenita uvnitř slinovací pece. Nejprve se zkušební tělíska ohřívají na teplotu 600 °C (3 °C/min) a setrvávají na výdrž 30 min. Poté následuje ohřev na teplotu 950 °C (5 °C/min) a výdrž 30 min.

Finálním krokem je fáze slinovací, při které je rychlost ohřívání 5 °C/min na teplotu 1350 °C, s následnou výdrží 60 min. Při této výdrži dochází ke zhutňování kovových částic a k velkému objemovému smrštění. Díly se tak stávají „stříbrnými“ a dosahují 98% teoretické hustoty. Ochlazování z 1350 °C probíhá při rychlosti 5 °C/min.

### 3.2. Chemické složení materiálu

Chemické složení zkoumané nerezové oceli bylo stanoveno pomocí jiskrového emisního spektrometru Q4 TASMÁN (*Tabulka 7*). Nerezová ocel použitá pro experiment má označení dle normy ASTM 17-4 PH. Jedná se tedy o martenzitickou, precipitačně vytvrditelnou nerezovou ocel. Dle tabulkových hodnot by měla obsahovat méně než 0,07 hm. % C. Z legujících prvků je procentuálně nejvíce zastoupen chrom v rozmezí od 15 – 17,5 hm. %. Při takovémto obsahu chromu se ocel stává korozivzdorná. Dále je v oceli obsaženo vyšší procento niklu a mědi (3 – 5 hm. %). Díky nimž se zvyšuje pevnost a odolnost vůči korozi. Hodnoty obsahů prvků korespondovaly s předepsanými v normě ASTM.

*Tabulka 7: Chemické složení prvků ASTM 17-4PH, spektrální analýza.*

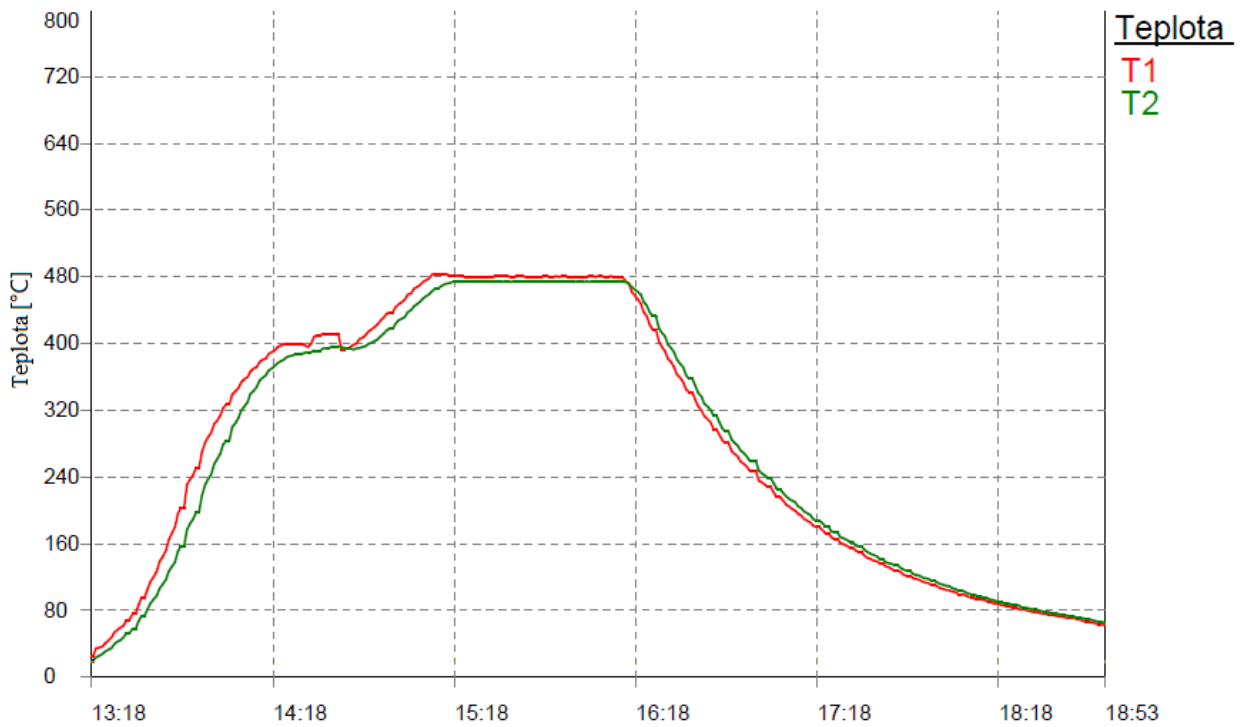
C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni
0,053	0,347	0,21	0,018	0,0086	16,9	4,39
Al	Cu	Co	W	Mo	Nb	Fe
0,0029	4,21	0,025	0,13	0,068	0,199	zbytek

### 3.3. Tepelné a chemicko-tepelné zpracování

V experimentu bylo použito několik způsobů tepelného zpracování. Jednotlivé postupy jsou znázorněny v *Tabulce 4*. Každý z provedených postupů vychází ze slinutého stavu.

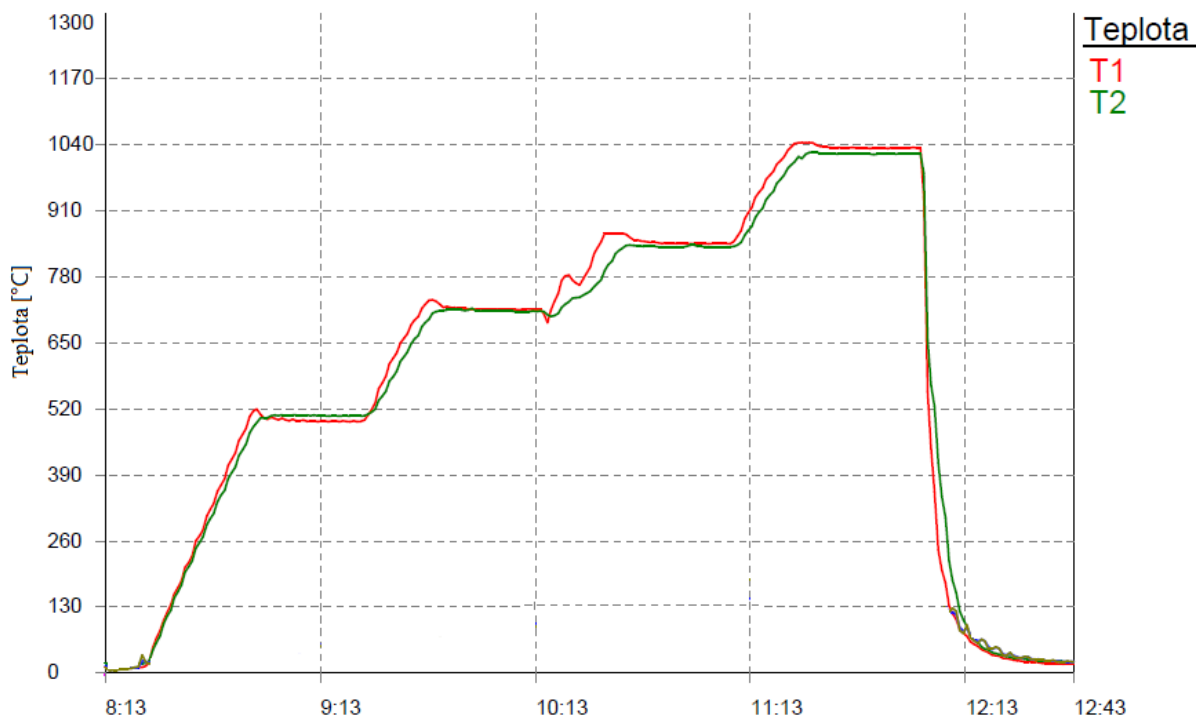
Ve všech případech výroby zkušebních vzorků bylo použito slinování při teplotě 1350 °C v ochranné atmosféře tvořené vodíkem. Nadcházející tepelné zpracování se u jednotlivých vzorků liší.

**Precipitační vytvrzování** bylo provedeno u vzorků 2 až 8. Probíhalo při teplotách 480 °C po dobu jedné hodiny ve vakuové atmosféře (*Obrázek 29*). Po vytvrzování následovalo řízené ochlazování v peci. Precipitační vytvrzení mělo za důsledek vylučování fází ve shlucích precipitátů, které výrazně zvýšily pevnost zpracovaných vzorků.



Obrázek 29: Graf precipitačního vytvrzování, T1 – teplota na kraji pece [°C], T2 – teplota uprostřed pece [°C].

Během procesu slinování dochází k vytvoření strukturálních defektů (vnitřní pnutí). Na jejich odstranění byla provedena operace **rozpouštěcího žihání**. Rozpouštěcí žihání bylo použito u vzorků č. 5 až 8. Při žihání bylo využito stupňovitého ohřevu, aby byla zajištěna teplotní homogenita uvnitř pece. Žihání probíhalo při teplotě 1040 °C s výdrží 30 min ve vakuové atmosféře (Obrázek 30).



Obrázek 30: Graf rozpouštěcího žhání, T1 – teplota na kraji pece [°C], T2 – teplota uprostřed pece [°C].

Druhá část diplomová práce je zaměřena na chemicko-tepelné zpracování (Tabulka 4).

U vzorků 3 (SIN – VYT – MPPN) a 7 (SIN – ŽÍ – VYT – MPPN) byla použita **mikropulzní plazmové nitridace**. V případě nerezových ocelí je velký problém s pasivní povrchovou vrstvou. Pomocí standartní nitridace v plynu nebylo možné vzorky nanitridovat, proto byla použita mikropulzní plazmová nitridace, která je schopna pomocí naprašování aktivovat pasivační vrstvu a povrch vzorků vytvrdit. Tímto způsobem lze tedy nitridovat nerezové oceli a jiné materiály s pasivními kovovými vrstvami. Plazmová nitridace probíhala při teplotě 520 °C a výdrží 14 hodin.

U vzorků 4 (SIN – VYT – ARCOR) a 8 (SIN – ŽÍ – VYT – ARCOR) byla použita technologie **karbonitridace** s následnou oxidací v kapalném prostředí (tzv. **Teniferace** či **ARCOR**). Vzorky byly přehřáté na teplotu 400 °C a následně ponořeny do karbonitridační lázně o teplotě 590 °C, kde probíhalo sycení po dobu 90 minut. Poté byly vzorky přesunuty do oxidační lázně o teplotě 420 °C s výdrží 15 min. Finálním krokem se vzorky dochlady v čistící lázni a zbavily se zbytků soli.

### **3.4. Příprava zkušebních vzorků na metalografii**

Zkušební vzorky na metalografii byly vytvořeny z rázových tělísek. Z každé sady vzorků byl pomocí metalografické pily BRILLANT 220 odříznut kvádr o rozměrech 10x5x10 mm. Poté se odříznuté vzorky (každý zvlášť) vložily do metalografického lisu OPAL X-PRESS, kde byly zasypány vodivou epoxidovou pryskyřicí a za pomoci tepla zalisovány.

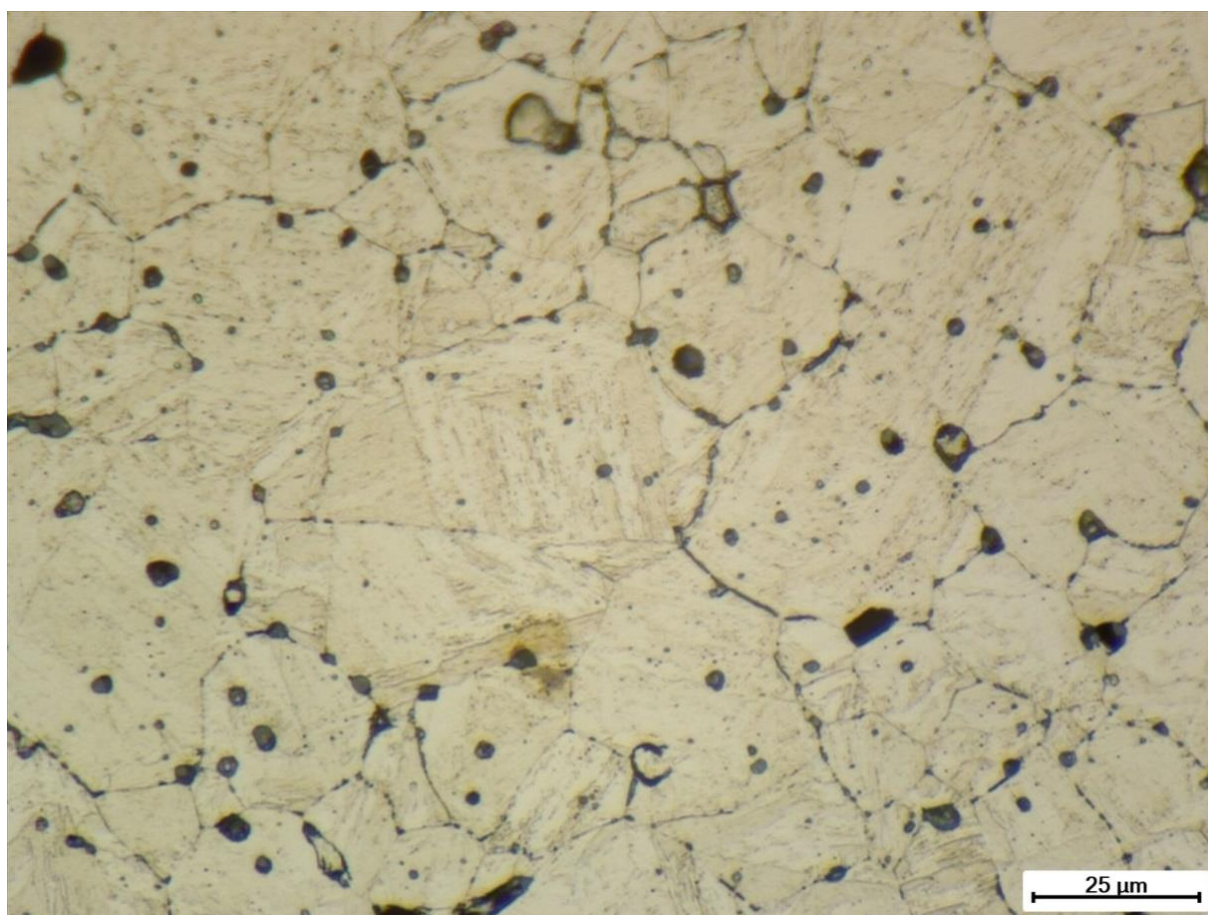
Broušení a leštění vzorků proběhlo na automatické leštičce SAPHIR 550. První byl použit SiC papír, který srovnal vzorky do roviny. Dále byla použita diamantová suspenze o velikosti částic 9  $\mu\text{m}$ , 3  $\mu\text{m}$  a na finální leštění 1  $\mu\text{m}$ .

Na zviditelnění struktury bylo použito leptadlo na bázi kyseliny chlorovodíkové (Rollason).

### 3.5. Strukturní analýza pomocí optického mikroskopu

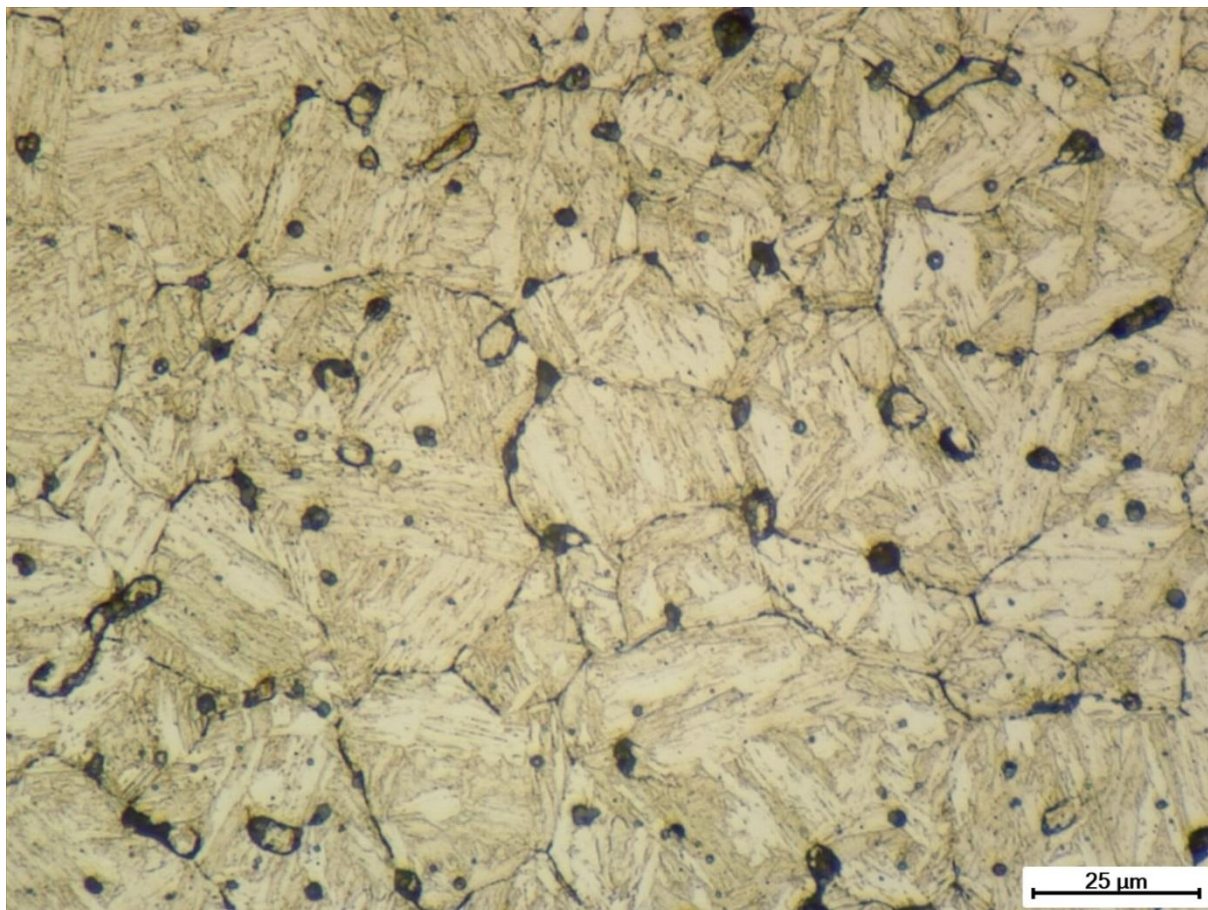
Na analýzu struktury byl použit digitální mikroskop LEICA DVM6. Na všech zkoumaných strukturách jsou viditelné tmavé strukturní defekty. Nevýhodou technologie MIM je poměrně velká pórovitost struktury, která byla velmi zřetelná na každém zkoumaném vzorku.

Nejdříve byla zkoumána struktura jádra jednotlivých postupů tepelného zpracování. U vzorku **1 (SIN)** jsou patrné oblasti hranice slinutých zrn, kde je malé množství feritu (*Obrázek 31*). V jednotlivých krystalech je viditelná struktura deskovitého (nízkouhlíkového) martenzitu (světlé oblasti). Tmavé částice jsou buď precipitáty či póry, viz. kapitola 3.6.



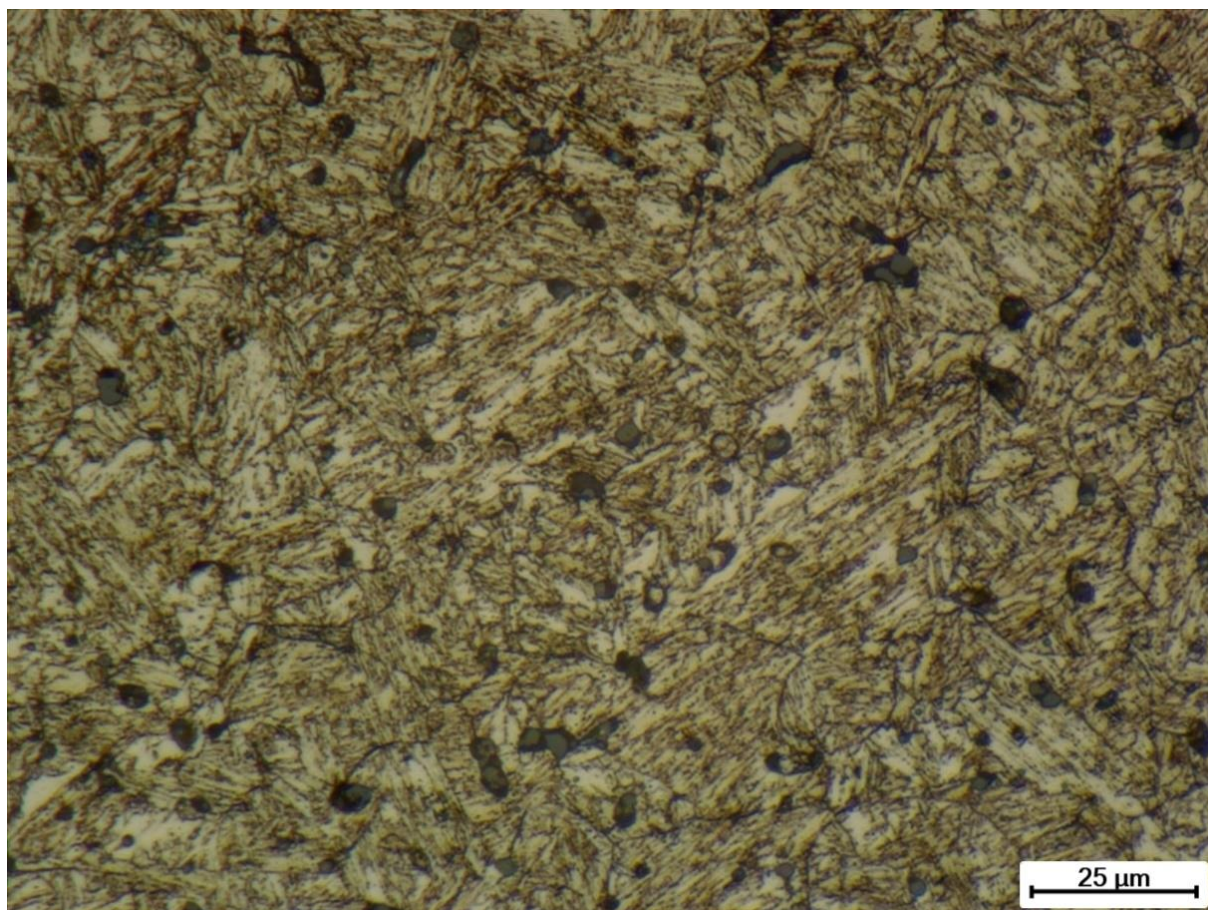
*Obrázek 31: Analýza struktury pomocí optického mikroskopu - vzorek 1 (SIN).*

Po provedeném tepelném zpracování u vzorku 2 (SIN – VYT) uvnitř desek martenzitu (světlé oblasti) jsou jednotlivé oblasti s precipitátem (hnědé oblasti). Velikost zrn je obdobná jako v případě vzorku č. 1. V některých místech jsou viditelnější hranice zrn. Struktura je zobrazena na *Obrázku 32*.



*Obrázek 32: Analýza struktury pomocí optického mikroskopu - vzorek 2 (SIN – VYT).*

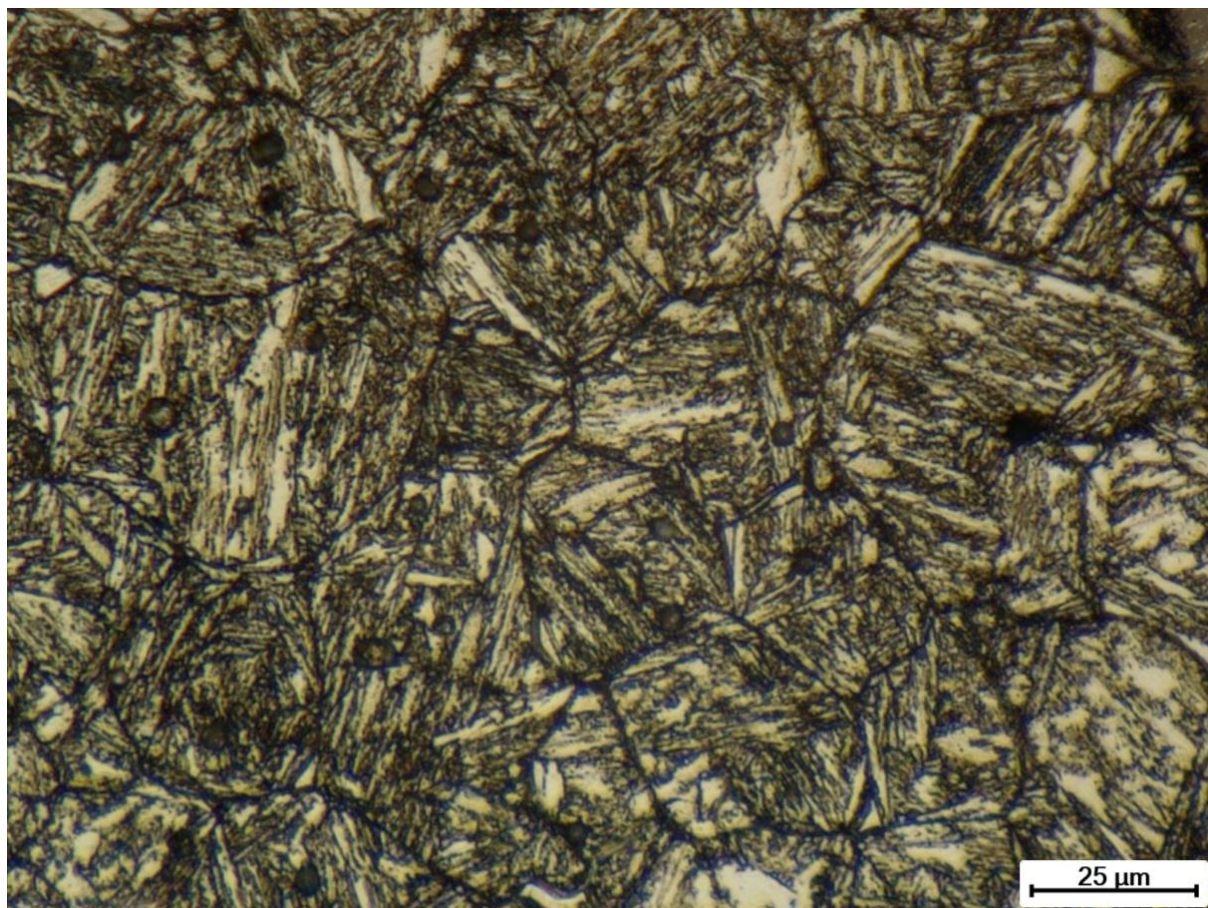
Struktura u vzorku **3** (SIN – VYT – MPPN) a **7** (SIN – ŽÍ - VYT – MPPN) je podobné. Jedná se o vzorky zpracované mikropulzní plazmovou nitridací. Oblasti s precipitátem jsou daleko výraznější. Zvýraznění bylo zapříčiněno přestárnutím, díky vysoké nitridační teplotě. Současně se již i rozpadá nízkouhlíkový martenzit na ferit a cementit. Je patrná vyšší koncentrace precipitátu na hranicích zrn spolu s cementitem (tmavé oblasti hranic zrn). Struktura jádra vzorků je znázorněna na *Obrázku 33*.



*Obrázek 33: Analýza struktury pomocí optického mikroskopu – vzorek 3 (SIN – VYT – MPPN).*

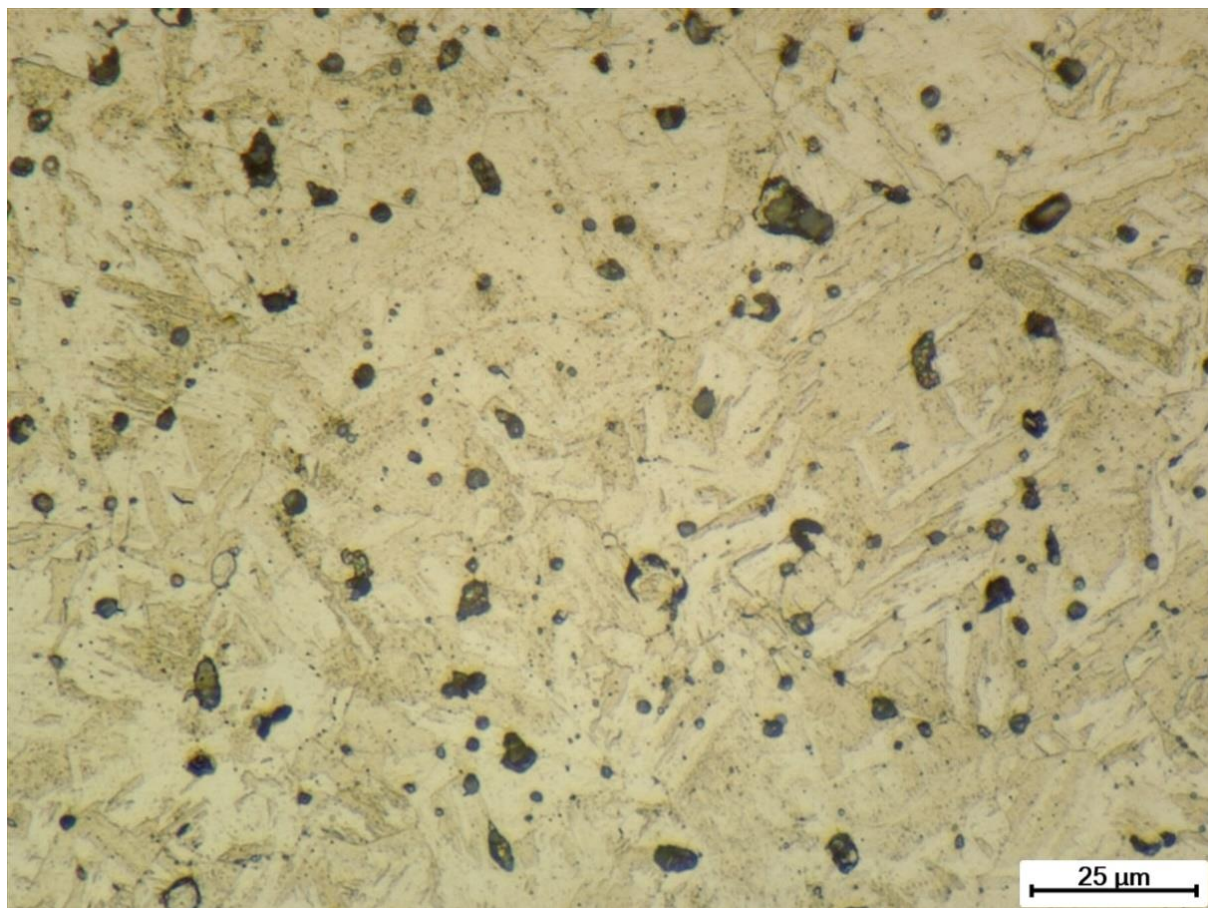


Další analyzovaná struktura jádra byla provedena u vzorků **4 (SIN – VYT – ARCOR)** a **8 (SIN – ŽÍ – VYT – ARCOR)**. Jedná se vzorky po chemicko-tepelném zpracování, zpracované technologií ARCOR. V porovnání se vzorky, které byly zpracované MPPN, jsou vzorky ARCOROVANÉ výrazně přestárlejší. Doba výdrže v tomto případě není klíčová, ale velký vliv při stárnutí má teplota, která je při ARCORU 590 °C, zatímco u MPPN je pouze 520 °C. To má za následek snížení podílu martenzitu, zvýšení podílu feritu a hrubého precipitátu. Struktura je zobrazena na *Obrázku 34*.



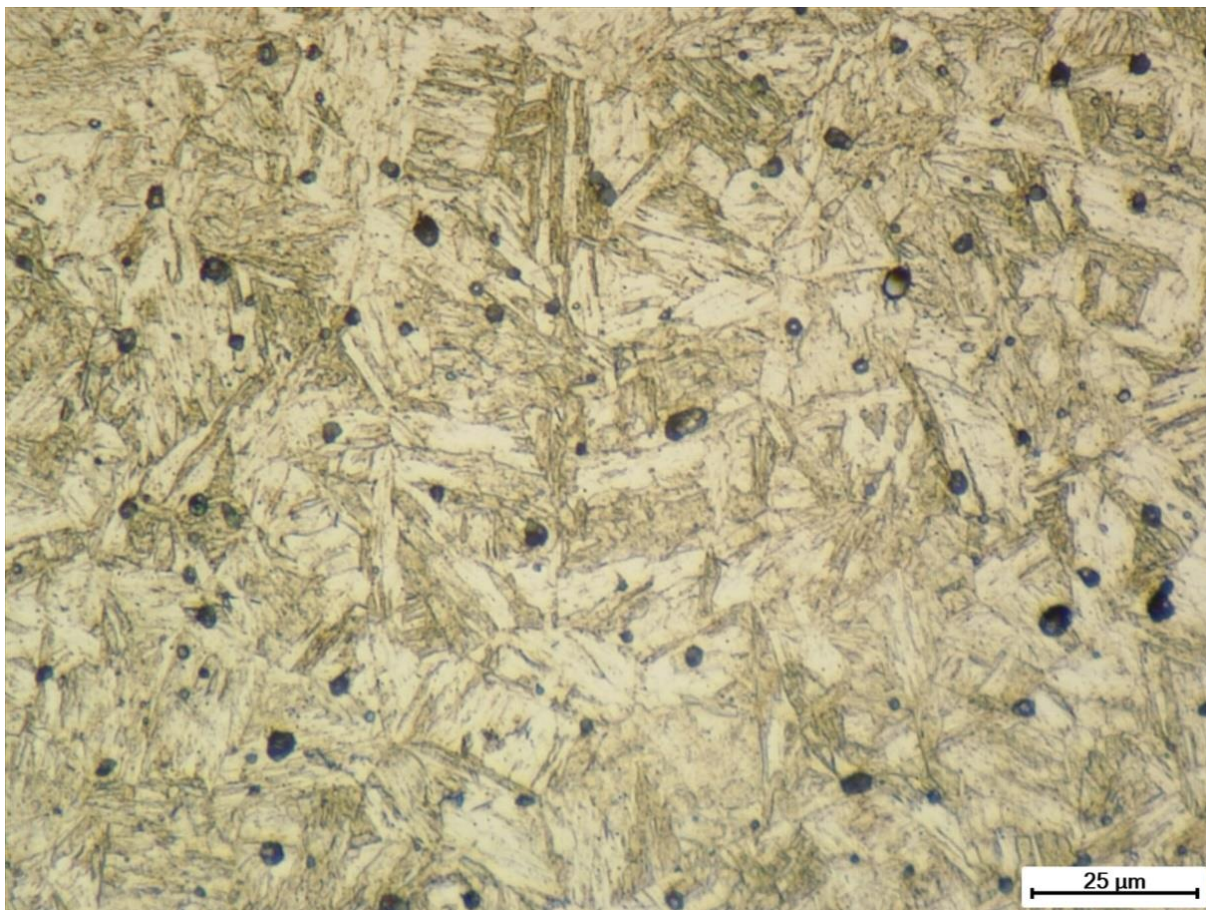
*Obrázek 34: Analýza struktury pomocí optického mikroskopu – vzorek 4 (SIN – VYT – ARCOR).*

Struktura vzorku **5 (SIN – ŽÍ)**, který byl slinut a vyžihán, je znázorněna na *Obrázku 35*. Kde je viditelné jemné zvýraznění hranic zrn a jemná precipitace. Při tomto tepelném zpracování se struktura přiblížila stabilitě, došlo tak ke snížení strukturních vnitřních pnutí (odstranění defektů po slinutí) a tím ke zvýšení houževnatosti.



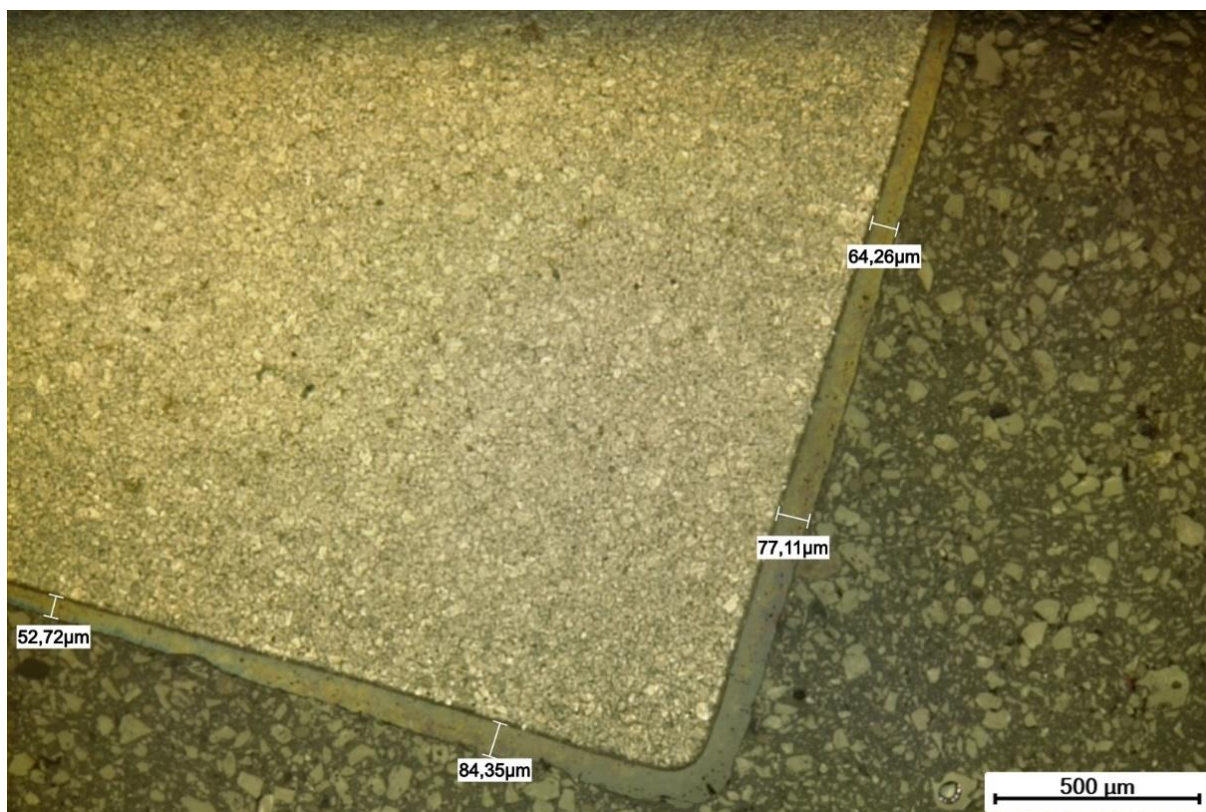
*Obrázek 35: Analýza struktury pomocí optického mikroskopu – vzorek 5 (SIN – ŽÍ).*

Poslední vyhodnocení struktury jádra bylo provedeno na vzorku **6** (SIN – ŽÍ – VYT). Ten je velmi podobný vzorku 2 (SIN – VYT), který byl pouze precipitačně vytvrzen. Po provedeném precipitačním vytvrzení jsou zvýrazněny tmavé oblasti precipitátu. Struktura jádra je zobrazena na *Obrázku 36*.

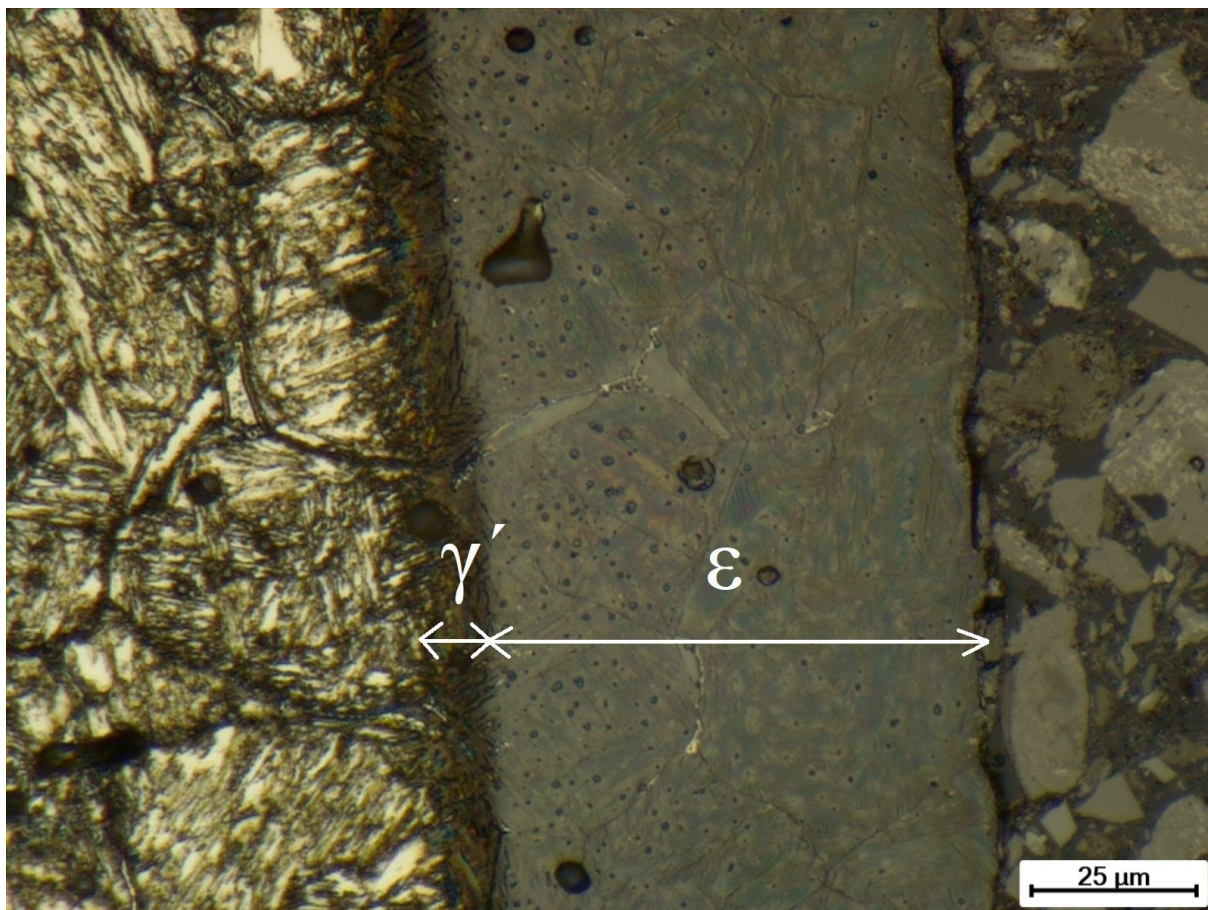


*Obrázek 36: Analýza struktury pomocí optického mikroskopu – vzorek 5 (SIN – ŽÍ – VYT).*

Další část strukturní analýzy byla zaměřena na povrchové vrstvy vzorků po CHTZ. Vrstva vytvořená pomocí **mikropulzní plazmové nitridace** vykazovala nehomogenní tloušťku (Obrázek 37). V rozích dosahovala tloušťka vrstvy okolo 85  $\mu\text{m}$ , ale ve střední části okolo 50  $\mu\text{m}$ . Povrchová vrstva se skládá z tmavší a tenčí vrstvy nitridu  $\gamma'$  a tlustší vrstvy nitridu  $\epsilon$  (Obrázek 38). To je typické pro oceli s nízkým obsahem uhlíku. Jestliže by ocel vykazovala vyšší procento uhlíku, vrstva  $\gamma'$  by zanikla. Z důvodu malé difuze dusíku do martenzitu zde není patrná difuzní vrstva (viz. kapitola 3.6).

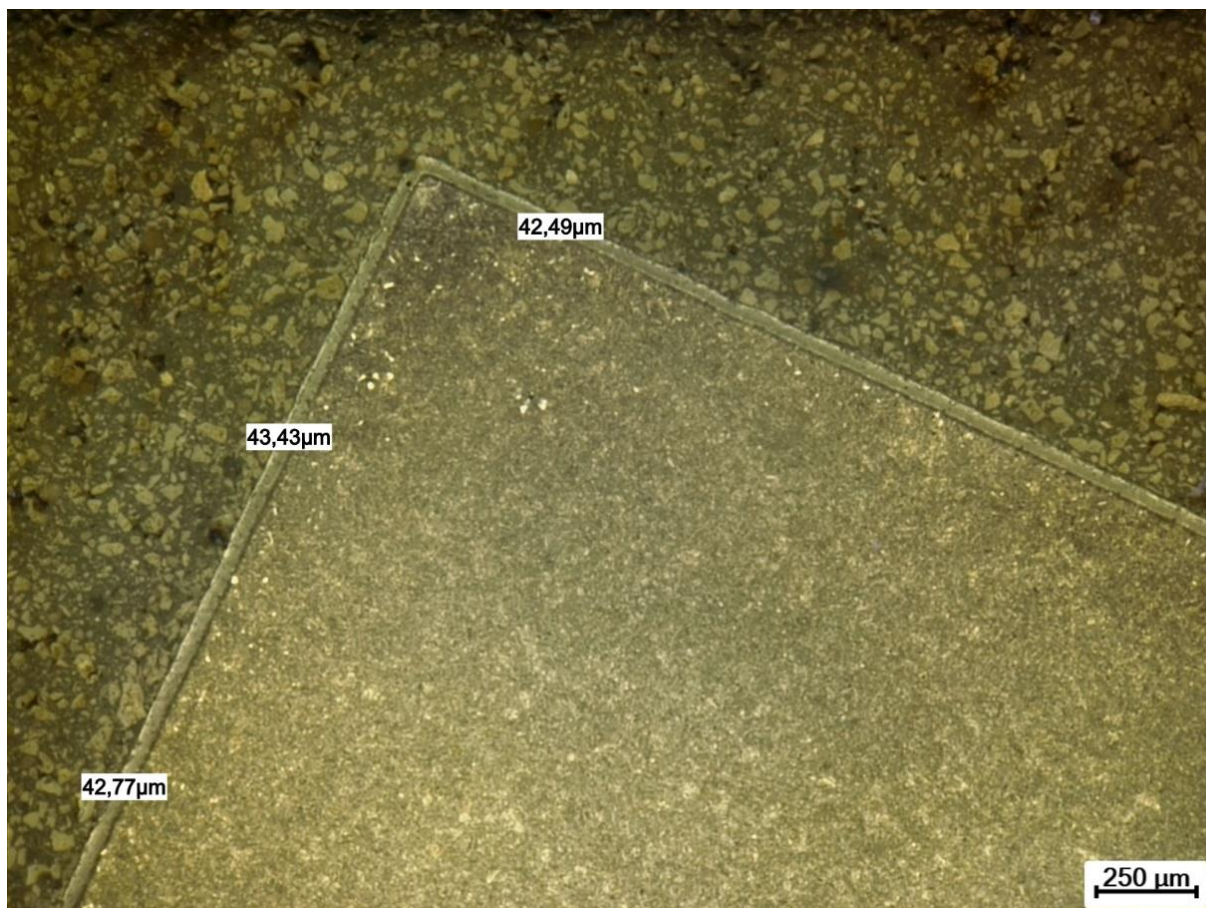


Obrázek 37: Analýza struktury nehomogenní tloušťky vrstvy pomocí optického mikroskopu - vzorek 3 (SIN – VYT – MPPN).



Obrázek 38: Analýza struktury vrstvy pomocí optického mikroskopu - vzorek 3 (SIN – VYT – MPPN).

U vzorků zpracované technologií **ARCOR**, byla změřena rovnoměrná tloušťka vrstvy s tloušťkou cca 40  $\mu\text{m}$  (Obrázek 39). Dále je vrstva tvořena pouze karbonitridem  $\epsilon$ . Vzhledem k přítomnosti uhlíku, jenž potlačuje vytvoření nitridu  $\gamma'$ , je viditelný nitrid  $\gamma'$  pouze místy. Struktura vrstvy je daleko heterogennější než u vrstvy po plazmové nitridaci (Obrázek 40). Na povrchu vrstvy lze vidět stopy oxinitridu až oxidu (světlé útvary na povrchu).



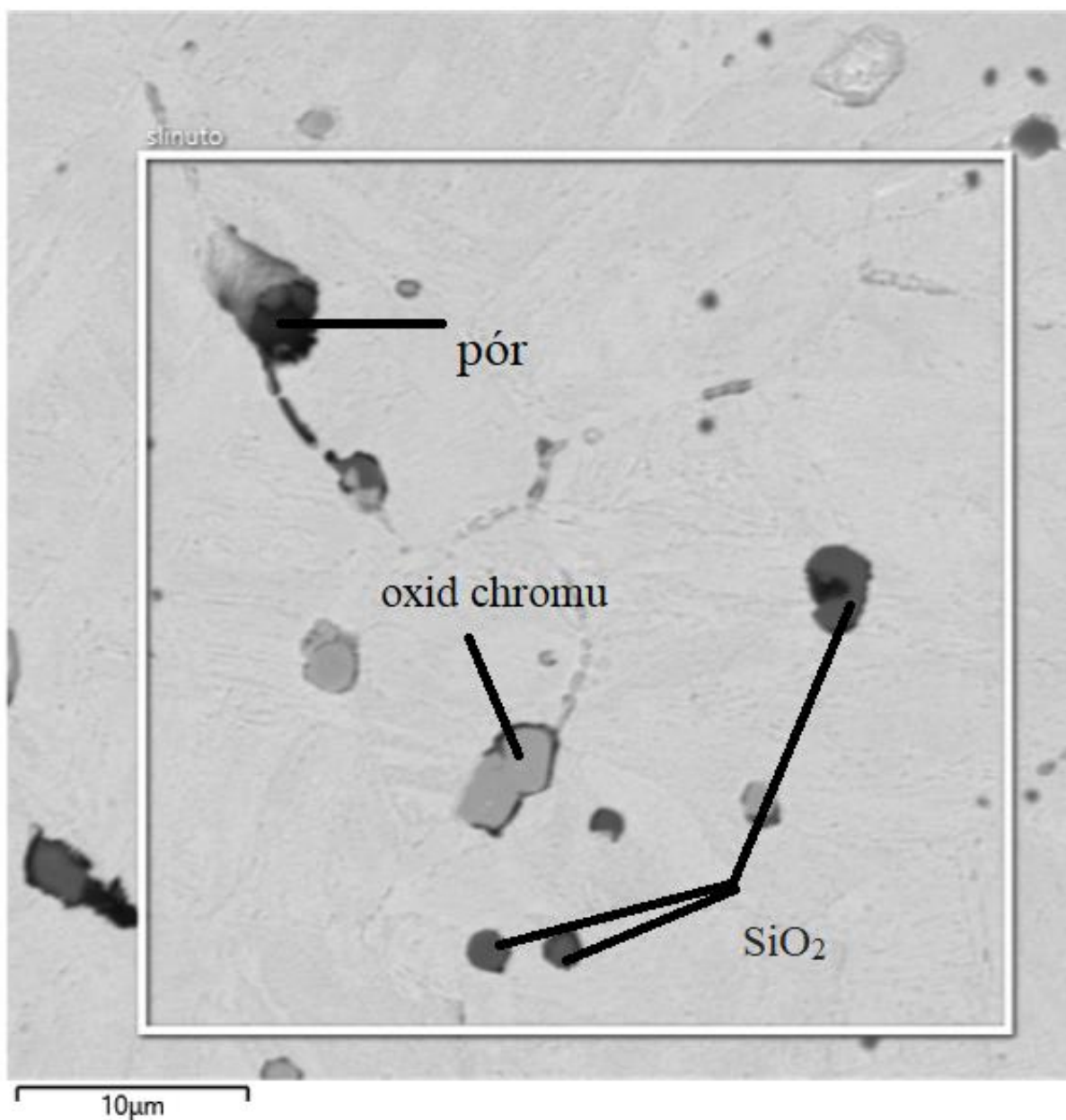
Obrázek 39: Analýza struktury nehomogenní tloušťky vrstvy pomocí optického mikroskopu vzorek 4 (SIN – VYT – ARCOR).



Obrázek 40: Analýza struktury vrstvy pomocí optického mikroskopu - vzorek 4 (SIN – VYT – ARCOR).

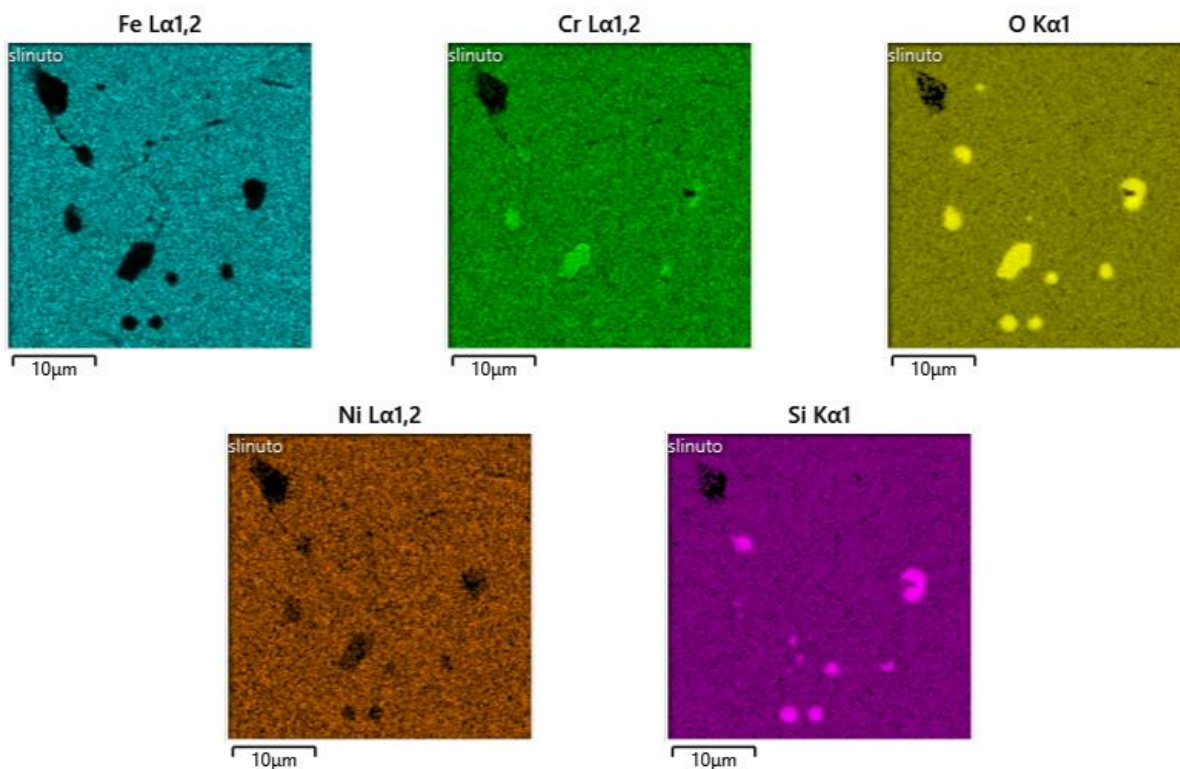
### 3.6. Strukturální analýza pomocí SEM

Na analýzu chemického složení struktury byl použit elektronový skenovací mikroskop TESCAN MIRA 3. Nejprve bylo zkoumáno chemické složení na slinutém vzorku **1** (SIN) (Obrázek 41). Dle analýzy vybrané oblasti bylo zjištěno, velké zastoupení oxidu křemičitého a oxidu chromu (Obrázek 42).



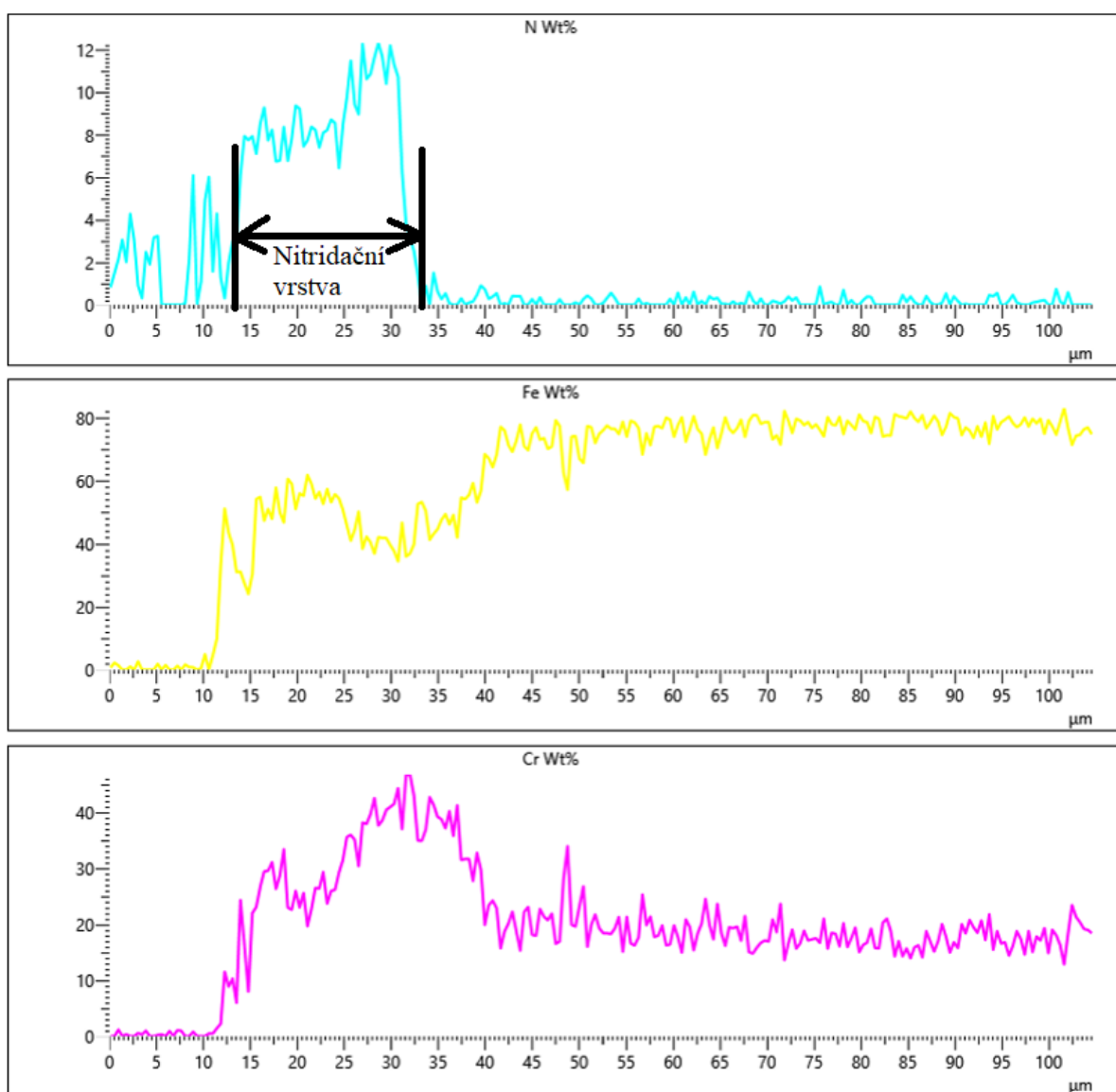
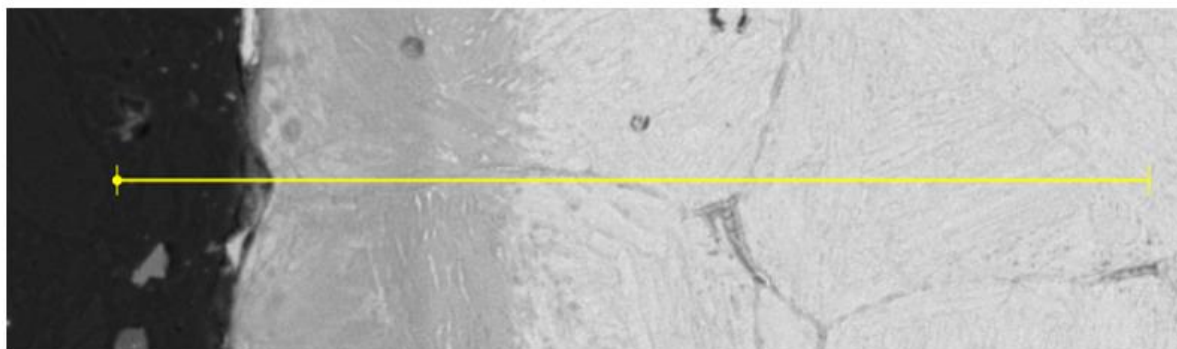
Obrázek 41: Oblast zkoumaná elektronovým skenovacím mikroskopem – vzorek 1 (SIN).





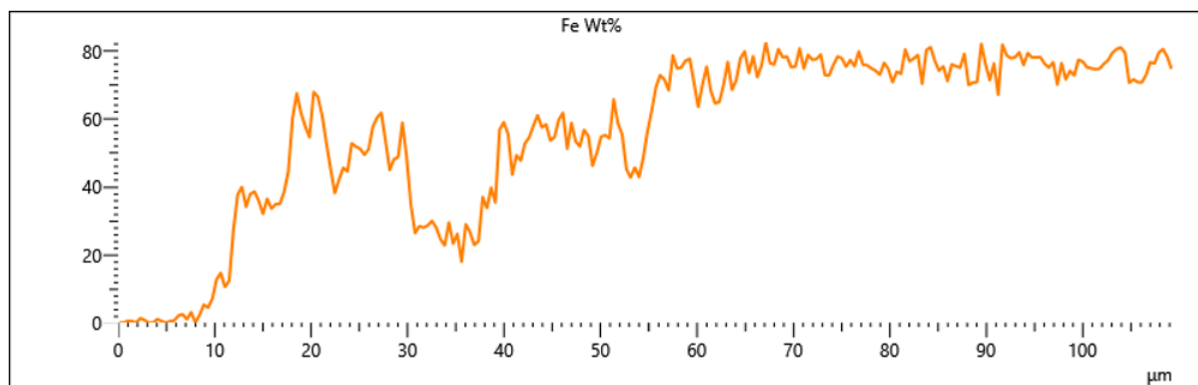
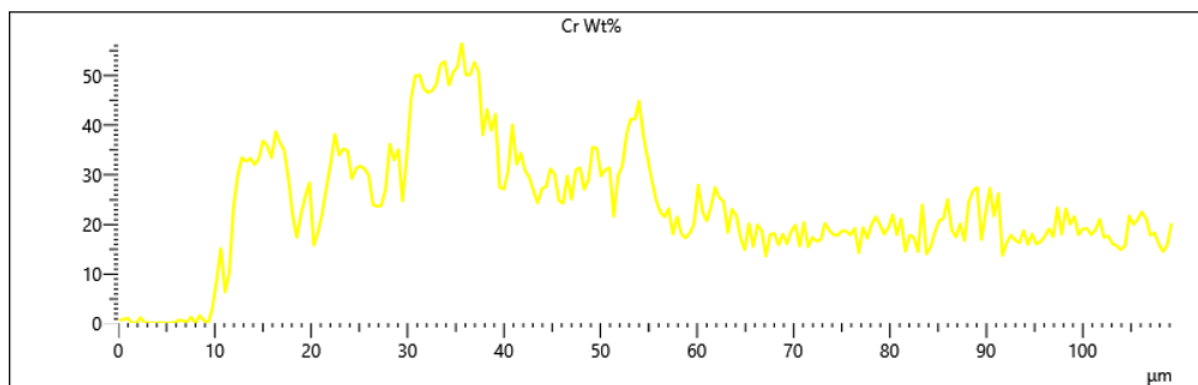
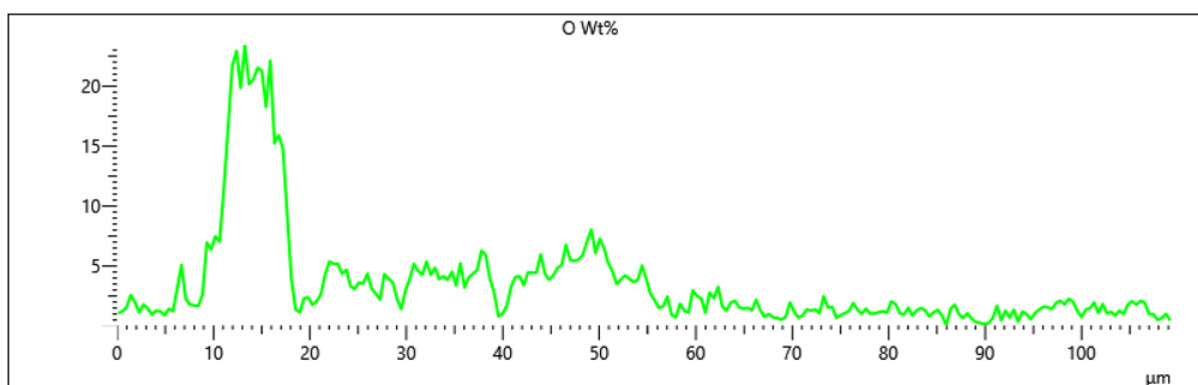
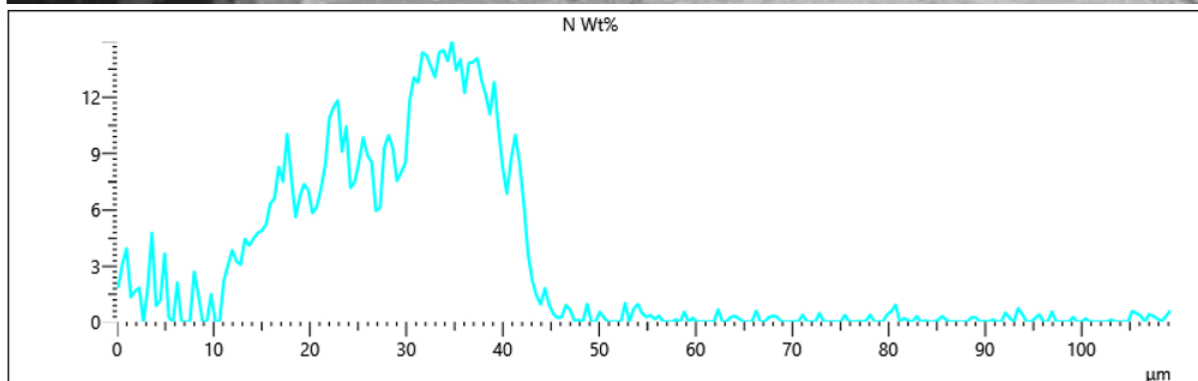
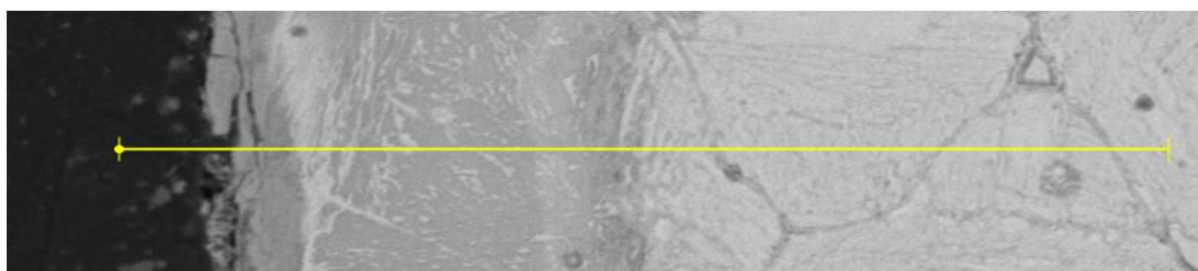
Obrázek 42: Chemická analýza zkoumané oblasti – vzorek 1 (SIN).

Dále byla provedena liniová mikroanalýza na stejném el. mikroskopu. Pro stanovení chemického složení vrstvy u vzorků po CHTZ. U **plazmově nitridovaných** vzorků byla povrchová vrstva tvořena vyšším obsahem chromu, dusíku a nižším obsahem železa (Obrázek 43). To dokládá, že nitridační vrstva je složená z nitridů železa a chromu. Z průběhu obsahu dusíku je zřejmé, že se pod nitridační vrstvou nenachází difuzní vrstva.



Obrázek 43: Linie zkoumání chemického složení na elektronovém mikroskopu na vzorku 3 (SIN – VYT – MPPN).

Liniová analýza chemického složení vrstvy u vzorků arcurovaných je na *Obrázku 44*.



Obrázek 44: Linie zkoumání chemického složení na elektronovém mikroskopu na vzorku 4 (SIN – VYT – ARCOR).

Zvýšený obsah kyslíku na povrchu dokládá přítomnost oxidonitridu či oxidů. Pod touto vrstvou se nachází vrstva karbonitridů železa a chromu. Dále směrem do jádra prudce klesá obsah dusíku (pod vrstvou karbonitridů), to ukazuje na absenci difuzní vrstvy.

### 3.7. Měření tvrdosti

Měření tvrdosti jádra a povrchu bylo provedeno metodou HV1. Veškeré tvrdosti byly změřeny pomocí automatického tvrdoměru Struers Duramin-40. Tvrdost jádra byla měřena na metalografických výbrusech ve středu vzorku. Povrchová tvrdost byla provedena pouze u vzorků, které prošly chemicko-tepelným zpracováním. Přehled tvrdostí je znázorněn v *Tabulce 8 až 15*.

*Tabulka 8: Přehled tvrdostí u postupu č. 1 (SIN).*

<b>Postup 1 (SIN)</b>		
č. měření	Tvrdost jádra HV1	Tvrdost povrchu HV1
1	375	-
2	385	-
3	381	-
4	388	-
5	390	-
Ø	384±6	-

*Tabulka 9: Přehled tvrdostí u postupu č. 2 (SIN - VYT).*

<b>Postup 2 (SIN - VYT)</b>		
č. měření	Tvrdost jádra HV1	Tvrdost povrchu HV1
1	410	-
2	413	-
3	408	-
4	415	-
5	411	-
Ø	411±3	-

Tabulka 10: Přehled tvrdostí u postupu č. 3 (SIN – VYT - MPPN).

<b>Postup 3 (SIN – VYT – MPPN)</b>		
č. měření	Tvrdomost jádra HV1	Tvrdomost povrchu HV1
1	328	1260
2	332	1240
3	336	1283
4	337	1254
5	332	1267
Ø	333±4	1261±16

Tabulka 11: Přehled tvrdostí u postupu č. 4 (SIN – VYT – ARCOR).

<b>Postup 4 (SIN – VYT – ARCOR)</b>		
č. měření	Tvrdomost jádra HV1	Tvrdomost povrchu HV1
1	331	980
2	335	973
3	336	985
4	328	980
5	325	980
Ø	331±5	980±4

Tabulka 12: Přehled tvrdostí u postupu č. 5 (SIN – ŽÍ).

<b>Postup 5 (SIN – ŽÍ)</b>		
č. měření	Tvrdomost jádra HV1	Tvrdomost povrchu HV1
1	340	-
2	346	-
3	336	-
4	338	-
5	340	-
Ø	340±4	-

Tabulka 13: Přehled tvrdostí u postupu č. 6 (SIN – ŽÍ – VYT).

<b>Postup 6 (SIN – ŽÍ – VYT)</b>		
č. měření	Tvrdość jádra HV1	Tvrdość povrchu HV1
1	411	-
2	418	-
3	422	-
4	426	-
5	415	-
Ø	418±6	-

Tabulka 14: Přehled tvrdostí u postupu č. 7 (SIN – ŽÍ – VYT - MPPN).

<b>Postup 7 (SIN - ŽÍ - VYT - MPPN)</b>		
č. měření	Tvrdość jádra HV1	Tvrdość povrchu HV1
1	322	1290
2	314	1275
3	318	1295
4	324	1290
5	330	1290
Ø	322±6	1288±8

Tabulka 15: Přehled tvrdostí u postupu č. 8 (SIN – ŽÍ – VYT - ARCOR)

<b>Postup 8 (SIN - ŽÍ - VYT - ARCOR)</b>		
č. měření	Tvrdość jádra HV1	Tvrdość povrchu HV1
1	301	1053
2	305	1046
3	308	1053
4	302	1059
5	310	1059
Ø	305±4	1054±5

Nejvyšších tvrdostí jádra dosahují vzorky, které byly zpracovány postupem **2 (SIN – VYT)** a **6 (SIN – ŽÍ – VYT)**. U těchto vzorků nedošlo vlivem chemicko-tepelného zpracování k přestárnutí, a tudíž ke snížení tvrdosti. Nejvyšší povrchové tvrdosti bylo dosaženo u vzorků **3 (SIN – VYT – MPPN)** a **7 (SIN – ŽÍ – VYT – MPPN)**, u kterých bylo pomocí mikropulzní plazmové nitridace dosaženo tvrdostí až 1250 HV1.

### 3.8. Zkouška tahem

Jedná se o statickou zkoušku, kde je vzorek postupně zatěžován tahovou silou. Pro statickou zkoušku tahem byly vyrobeny tahová tělíska technologií MIM dle normy ISO 2740. Analyzované tahové tělísko je zobrazeno na *Obrázku 45*. Zkouška tahem se řídí normou ČSN EN 10 002-1, kdy je pomocí *Rovnice 3* vypočtena mez pevnosti v tahu. Hodnoty meze pevnosti a prodloužení jsou v *Tabulce 16*. Z důvodu heterogenní struktury a velké porozity nejsou červeně zvýrazněné hodnoty započteny do aritmetického průměru výběrového souboru a směrodatné odchylky.



*Obrázek 45: Tahové tělísko*

$$R_m = \frac{F_m}{S_0} \quad (3)$$

kde:  $R_m$  – mez pevnosti [MPa]

$F_m$  – maximální zatížení [N]

$S_0$  – průřez zkušebního tělesa [mm<sup>2</sup>]

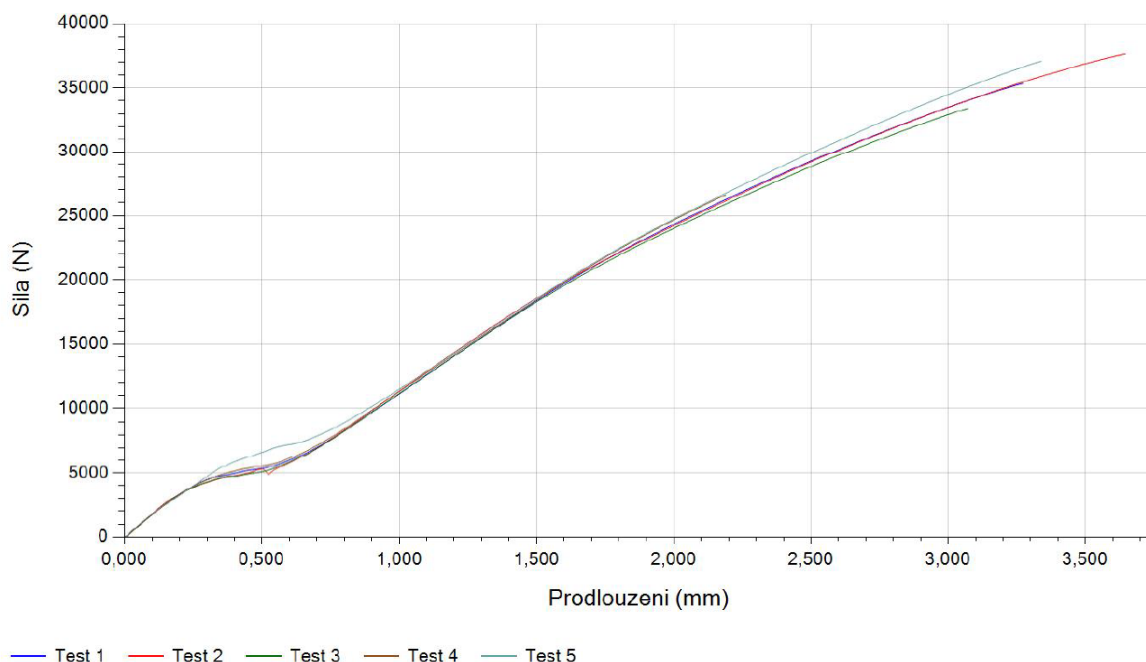
Na experimentální část bylo použito 37 tahových tělísek, které jsou pomocí hydraulických čelistí přetrhnuty na trhacím stroji Testometric M500-100CT. Celková délka vzorku byla 125 mm, avšak zkoumaná délka činila 50 mm o průměru 6 mm.

Tabulka 16: Hodnoty meze pevnosti a prodloužení při statické zkoušce tahem.

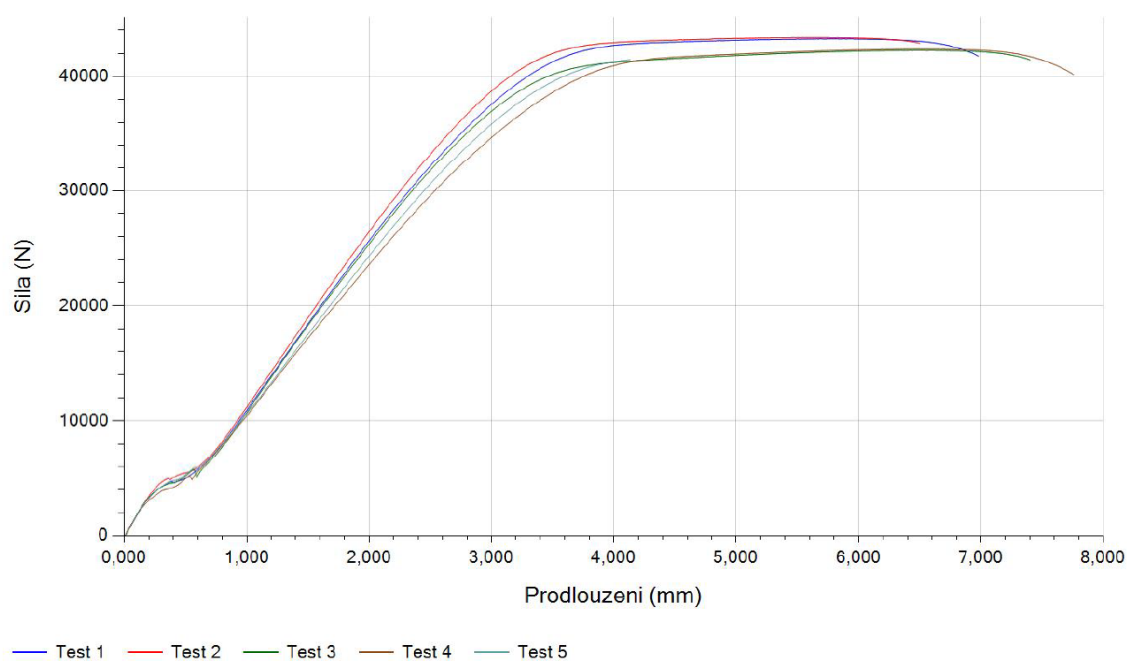
Postup tep. zpracování	Č. měření	Maximální zatížení [N]	Mez pevnosti [MPa]	Prodloužení [mm]
1 (SIN)	1	35346	1190	3,28
1 (SIN)	2	37612	1266	3,65
1 (SIN)	3	33408	1125	3,09
1 (SIN)	4	26605	896	2,22
1 (SIN)	5	37063	1248	3,35
<b>1 (SIN)</b>	<b>Ø</b>	<b>35857±1897</b>	<b>1207±64</b>	<b>3,34±0,23</b>
2 (SIN - VYT)	1	43262	1456	6,95
2 (SIN - VYT)	2	43379	1460	6,68
2 (SIN - VYT)	3	42269	1423	7,64
2 (SIN - VYT)	4	42384	1427	7,78
2 (SIN - VYT)	5	41445	1395	4,88
<b>2 (SIN - VYT)</b>	<b>Ø</b>	<b>42824±578</b>	<b>1442±19</b>	<b>7,26±0,53</b>
3 (SIN - VYT - MPPN)	1	36941	1244	5,66
3 (SIN - VYT - MPPN)	2	36716	1236	4,69
3 (SIN - VYT - MPPN)	3	38250	1288	5,71
3 (SIN - VYT - MPPN)	4	37675	1268	5,81
<b>3 (SIN - VYT - MPPN)</b>	<b>Ø</b>	<b>37622±656</b>	<b>1266±22</b>	<b>5,73±0,08</b>
4 (SIN - VYT - ARCOR)	1	36976	1245	5,93
4 (SIN - VYT - ARCOR)	2	36716	1236	4,35
4 (SIN - VYT - ARCOR)	3	37513	1263	5,97
4 (SIN - VYT - ARCOR)	4	36966	1244	5,91
4 (SIN - VYT - ARCOR)	5	37286	1255	6,07
<b>4 (SIN - VYT - ARCOR)</b>	<b>Ø</b>	<b>37185±264</b>	<b>1252±9</b>	<b>5,97±0,07</b>
5 (SIN - ŽÍ)	1	38085	1282	5,9
5 (SIN - ŽÍ)	2	37064	1248	5,45
5 (SIN - ŽÍ)	3	37161	1251	5,57
5 (SIN - ŽÍ)	4	36980	1245	5,58
5 (SIN - ŽÍ)	5	36762	1238	5,54
<b>5 (SIN - ŽÍ)</b>	<b>Ø</b>	<b>37210±511</b>	<b>1253±17</b>	<b>5,61±0,17</b>
6 (SIN - ŽÍ - VYT)	1	40594	1367	7,53
6 (SIN - ŽÍ - VYT)	2	40305	1357	7,47
6 (SIN - ŽÍ - VYT)	3	40362	1359	7,27
6 (SIN - ŽÍ - VYT)	4	39623	1334	7,09
6 (SIN - ŽÍ - VYT)	5	40894	1377	4,58
<b>6 (SIN - ŽÍ - VYT)</b>	<b>Ø</b>	<b>40221±418</b>	<b>1354±14</b>	<b>7,34±0,20</b>
7 (SIN - ŽÍ - VYT - MPPN)	1	33015	1111	6,69
7 (SIN - ŽÍ - VYT - MPPN)	2	32855	1106	6,43
7 (SIN - ŽÍ - VYT - MPPN)	3	33335	1122	6,42
7 (SIN - ŽÍ - VYT - MPPN)	4	33241	1119	3,9
<b>7 (SIN - ŽÍ - VYT - MPPN)</b>	<b>Ø</b>	<b>33068±244</b>	<b>1113±8</b>	<b>6,51±0,15</b>
8 (SIN - ŽÍ - VYT - ARCOR)	1	33896	1141	6,08
8 (SIN - ŽÍ - VYT - ARCOR)	2	35536	1196	4,97
8 (SIN - ŽÍ - VYT - ARCOR)	3	35119	1182	6,27
8 (SIN - ŽÍ - VYT - ARCOR)	4	35140	1183	5,99
8 (SIN - ŽÍ - VYT - ARCOR)	5	34147	1150	6,18
<b>8 (SIN - ŽÍ - VYT - ARCOR)</b>	<b>Ø</b>	<b>34576±648</b>	<b>1164±22</b>	<b>6,13±0,12</b>



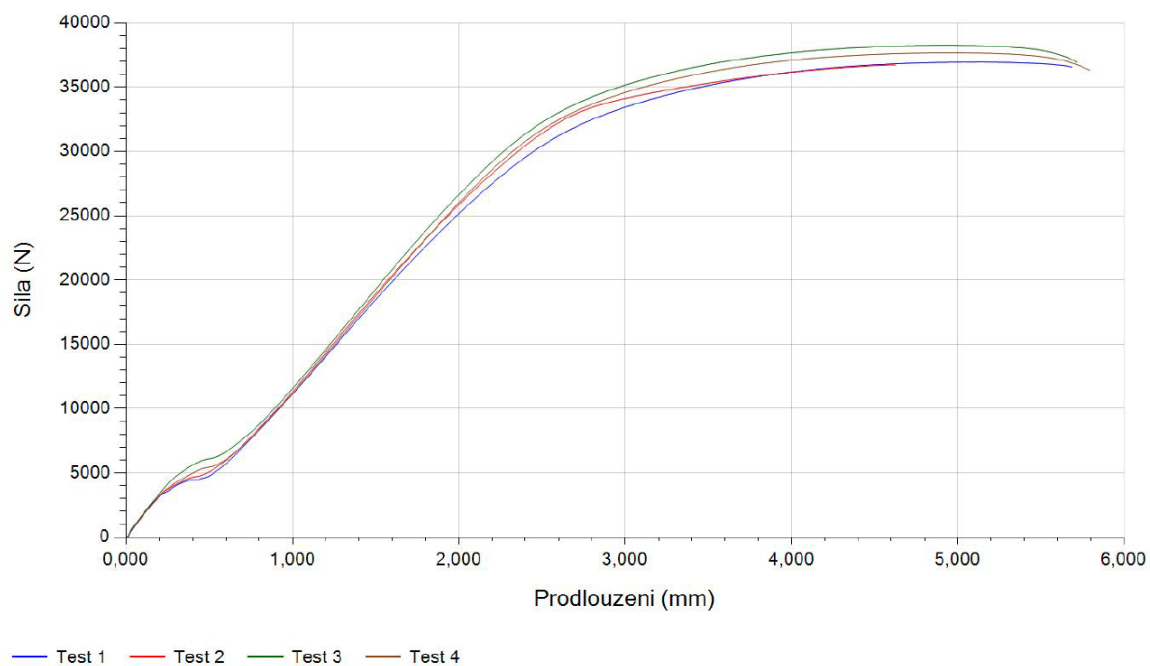
Nejvyšší meze pevnosti dosahují vzorky 2 a 6, které byly precipitačně vytvrzeny, bez následného tepelného zpracování. Důvodem tak bylo zachování vytvrzené struktury, která nebyla ovlivněna vyšší teplotou při chemicko-tepelném zpracování. Hodnoty maximálního zatížení a prodloužení jsou na *Obrázcích 46 až 53*.



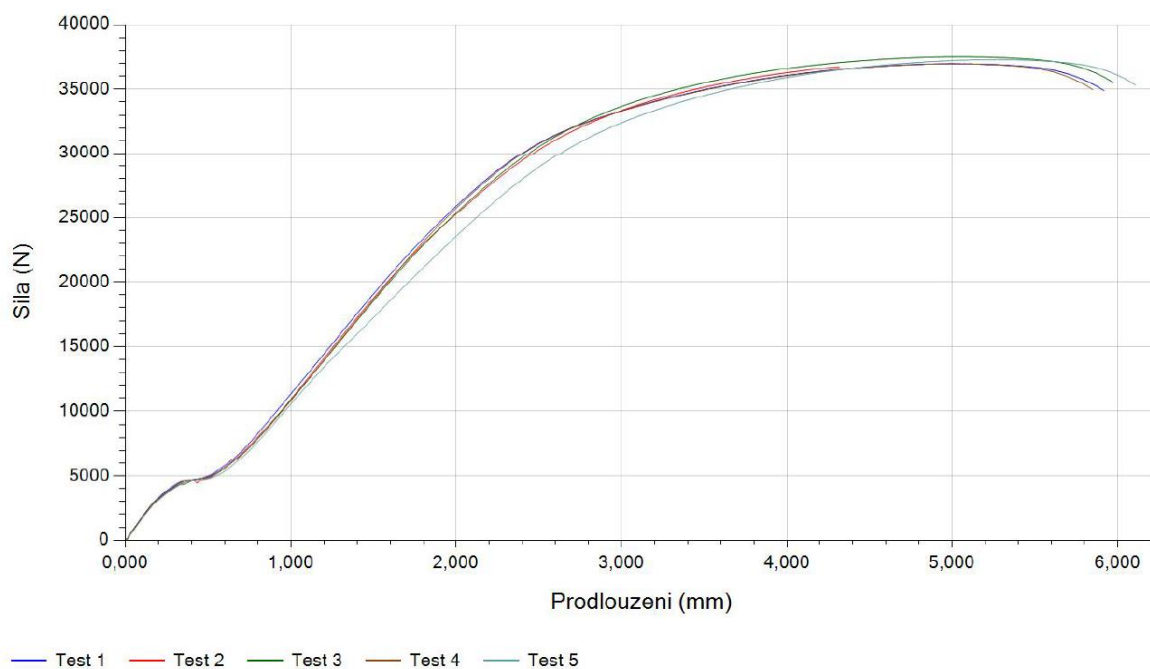
Obrázek 46: Graf tahové zkoušky vzorku č. 1 (SIN).



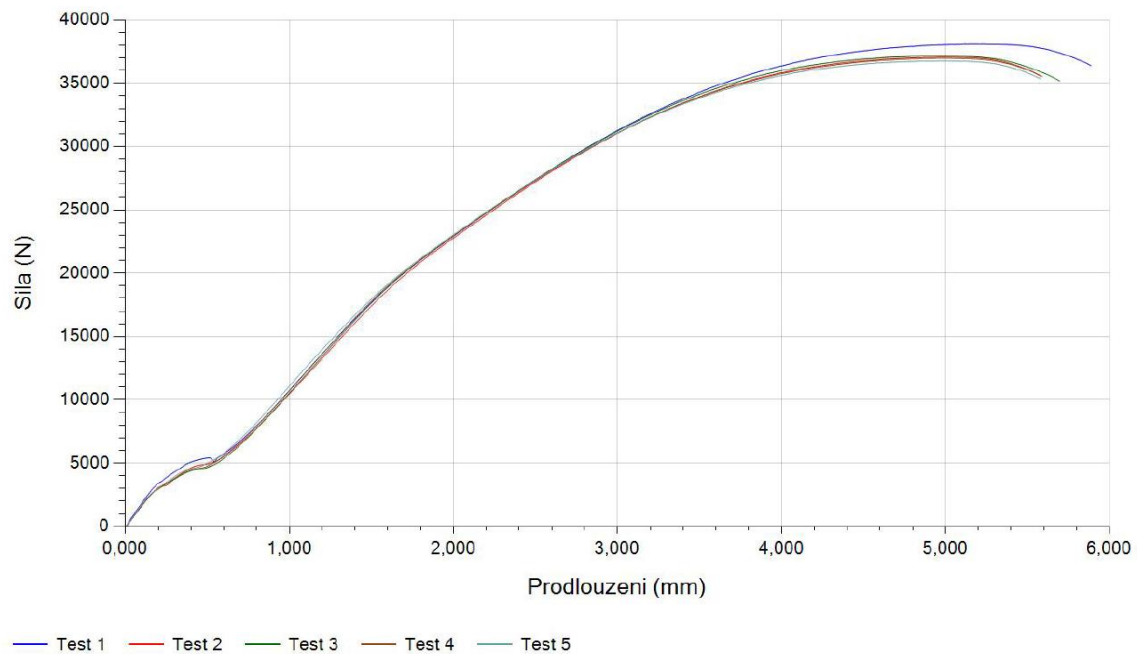
Obrázek 47: Graf tahové zkoušky vzorku č. 2 (SIN - VYT).



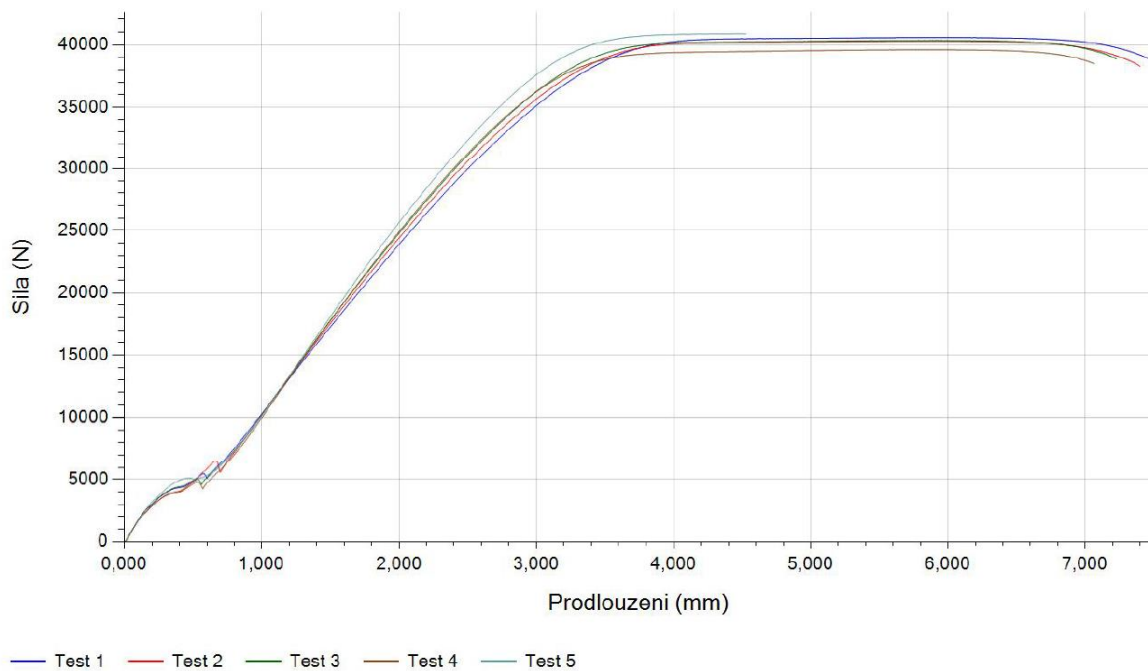
Obrázek 48: Graf tahové zkoušky vzorku č. 3 (SIN – VYT - MPPN).



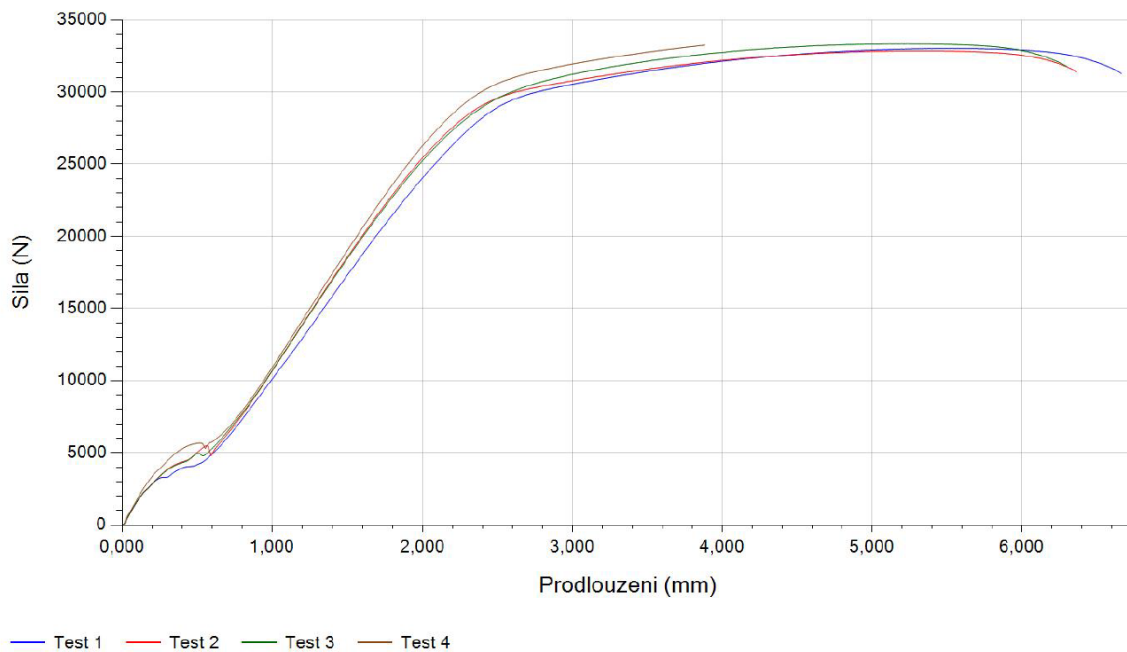
Obrázek 49: Graf tahové zkoušky vzorku č. 4 (SIN – VYT - ARCOR).



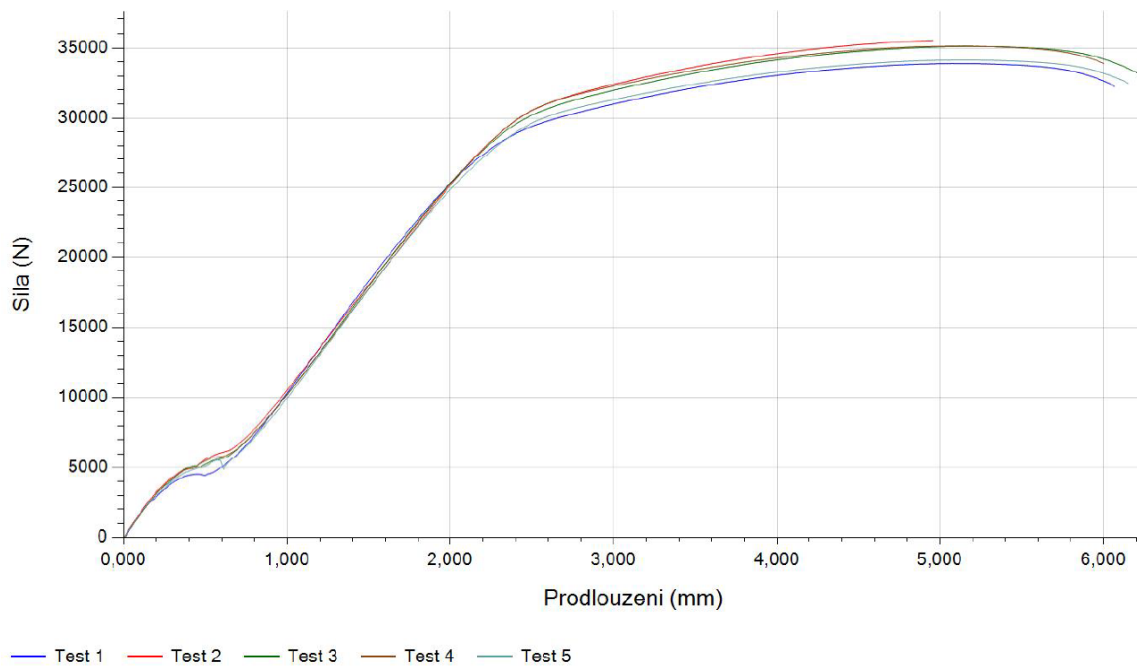
Obrázek 50: Graf tahové zkoušky vzorku č. 5 (SIN – ŽÍ).



Obrázek 51: Graf tahové zkoušky vzorku č. 6 (SIN – ŽÍ - VYT).



Obrázek 52: Graf tahové zkoušky vzorku č. 7 (SIN – ŽÍ – VYT - MPPN).



Obrázek 53: Graf tahové zkoušky vzorku č. 8 (SIN – ŽÍ – VYT - ARCOR).

### 3.9. Zkouška rázem v ohybu

Ověření vrubové houževnatosti pomocí zkoušky rázem v ohybu bylo provedeno dle normy ČSN EN 10 045. Výsledkem zkoušky bylo stanovení nárazové práce, která je potřebná k přeražení zkušebního vzorku. Z nárazové práce lze následně vypočítat hodnotu vrubové houževnatosti pro vzorek s V vrubem dle *Vzorce 4*. Vypočtené hodnoty jsou v *Tabulce 17 a 18*.

$$KCV = \frac{KV}{S_0} \quad (4)$$

kde: KV – nárazová práce [J]

$S_0$  – průřez vzorku pod místem vrubu [cm]

KCV – vrubová houževnatost [J.m<sup>-2</sup>]

Na zkoušku rázem v ohybu bylo použito celkem 40 vzorků o velikosti 55x10x5 mm (*Obrázek 54*). V vrub na zkušebních vzorcích byl vytvořen po slnutí zkušebních tělísek před tepelným zpracováním o velikosti 2 mm pod úhlem 45°.



*Obrázek 54: Rázové tělísko.*

Tabulka 17: Hodnoty nárazové práce a vrubové houževnatosti.

Postup tep. zpracování	Č. měření	Vrubová houževnatost [J/cm <sup>2</sup> ]	Nárazová práce KV [J]
1 (SIN)	1	7,4	3,7
1 (SIN)	2	8,38	4,19
1 (SIN)	3	7,78	3,89
1 (SIN)	4	7,4	3,7
1 (SIN)	5	8,36	4,18
<b>1 (SIN)</b>	<b>Ø</b>	<b>7,86±0,49</b>	<b>3,93±0,24</b>
2 (SIN - VYT)	1	6,12	3,06
2 (SIN - VYT)	2	6,56	3,28
2 (SIN - VYT)	3	7,46	3,73
2 (SIN - VYT)	4	6,7	3,35
2 (SIN - VYT)	5	6,26	3,13
<b>2 (SIN - VYT)</b>	<b>Ø</b>	<b>6,62±0,52</b>	<b>3,31±0,26</b>
3 (SIN - VYT - MPPN)	1	6,46	3,23
3 (SIN - VYT - MPPN)	2	7,14	3,57
3 (SIN - VYT - MPPN)	3	7,46	3,73
3 (SIN - VYT - MPPN)	4	6,66	3,33
3 (SIN - VYT - MPPN)	5	7,16	3,58
<b>3 (SIN - VYT - MPPN)</b>	<b>Ø</b>	<b>6,98±0,41</b>	<b>3,49±0,20</b>
4 (SIN - VYT - ARCOR)	1	8,14	4,07
4 (SIN - VYT - ARCOR)	2	8,3	4,15
4 (SIN - VYT - ARCOR)	3	7,94	3,97
4 (SIN - VYT - ARCOR)	4	8,22	4,11
4 (SIN - VYT - ARCOR)	5	7,88	3,94
<b>4 (SIN - VYT - ARCOR)</b>	<b>Ø</b>	<b>8,10±0,18</b>	<b>4,05±0,09</b>
5 (SIN - ŽÍ)	1	13,8	6,9
5 (SIN - ŽÍ)	2	14,02	7,01
5 (SIN - ŽÍ)	3	14,14	7,07
5 (SIN - ŽÍ)	4	14,4	7,2
5 (SIN - ŽÍ)	5	14,6	7,3
<b>5 (SIN - ŽÍ)</b>	<b>Ø</b>	<b>14,19±0,31</b>	<b>7,10±0,16</b>
6 (SIN - ŽÍ - VYT)	1	11,14	5,57
6 (SIN - ŽÍ - VYT)	2	12,1	6,05
6 (SIN - ŽÍ - VYT)	3	11,24	5,62
6 (SIN - ŽÍ - VYT)	4	10,9	5,45
6 (SIN - ŽÍ - VYT)	5	11,64	5,82
<b>6 (SIN - ŽÍ - VYT)</b>	<b>Ø</b>	<b>11,40±0,47</b>	<b>5,70±0,24</b>
7 (SIN - ŽÍ - VYT - MPPN)	1	15,88	7,94
7 (SIN - ŽÍ - VYT - MPPN)	2	13,94	6,97
7 (SIN - ŽÍ - VYT - MPPN)	3	11,56	5,78
7 (SIN - ŽÍ - VYT - MPPN)	4	13,58	6,79
7 (SIN - ŽÍ - VYT - MPPN)	5	13,08	6,5
<b>7 (SIN - ŽÍ - VYT - MPPN)</b>	<b>Ø</b>	<b>13,61±1,56</b>	<b>6,80±0,78</b>

Tabulka 18: Hodnoty nárazové práce a vrubové houževnatosti u vzorku SIN – ŽÍ – VYT - ARCOR

8 (SIN - ŽÍ - VYT - ARCOR)	1	14,3	7,15
8 (SIN - ŽÍ - VYT - ARCOR)	2	14,16	7,08
8 (SIN - ŽÍ - VYT - ARCOR)	3	15,74	7,87
8 (SIN - ŽÍ - VYT - ARCOR)	4	14,2	7,1
8 (SIN - ŽÍ - VYT - ARCOR)	5	15,06	7,53
<b>8 (SIN - ŽÍ - VYT - ARCOR)</b>	<b>Ø</b>	<b>14,69±0,07</b>	<b>7,35±0,35</b>

## 4. Diskuze

Prvním úkolem diplomové práce bylo porovnání struktury a mechanických vlastností nerezové oceli 17-4-PH u vzorků, vyrobených technologií MIM bez CHTZ (1 (SIN), 2 (SIN – VYT), 5 (SIN – ŽÍ), 6 (SIN – ŽÍ – VYT)). Porovnání bylo provedeno pomocí optické mikroskopie, tvrdosti, tahové zkoušky a zkoušky vrubové houževnatosti (*Tabulka 19*).

*Tabulka 19: Porovnání struktur a mechanických vlastností vzorků bez CHTZ.*

Postup tep. zpracování	Metalografie	Tvrdost jádra HV1	Mez pevnosti [MPa]	Nárazová práce KV [J]
1 (SIN)	patrné hranice zrn s malým množstvím feritu, málo množství precipitátu, hodně deskovitého martenzitu, porézni	384±6	1207±64	3,93±0,24
2 (SIN - VYT)	patrné hranice zrn, velké množství precipitátu, porézni	411±3	1442±19	3,31±0,26
5 (SIN - ŽÍ)	jemné zvýraznění zrn, malé množství precipitátu, odstranění vnitřního pnutí	340±4	1253±17	7,10±0,16
6 (SIN - ŽÍ - VYT)	patrné hranice zrn, velké množství precipitátu, porézni	418±6	1354±14	5,70±0,24

V případě prvního zkoumaného vzorku **1 (SIN)** jsou ve struktuře viditelné oblasti slinutých zrn. V jednotlivých zrnech je zobrazena struktura deskovitého martenzitu (světlé oblasti) a jemný výskyt precipitátu (hnědé oblasti), který se vytvořil v průběhu ochlazování ze slinovací teploty 1350 °C. Tvrdost jádra slinutého vzorku dosahovala 384±6 HV1, která je dána především nízkým množstvím precipitátu. To se také projevilo na nízké pevnosti.

U vzorku **2 (SIN – VYT)** došlo kvůli precipitačnímu vytvrzení k vytvoření struktury, která má vyšší obsah precipitátu. Díky vytvrzení se zvýšila tvrdost jádra na 411±3 HV1 a mez pevnosti 1442±19. Vlivem nárůstu pevnosti klesla houževnatost (nárazové práce) na hodnotu 3,31±0,26 J.



Další vzorek bez CHTZ byl pátým v pořadí s označením **5 (SIN – ŽÍ)**. Jednalo se o vzorek, který byl po slinutí pouze žíhán při teplotě 1040°C. V tomto případě bylo množství precipitátu nižší než u vzorku 2 (SIN – VYT), ale vyšší než u vzorku 1 (SIN). Díky rozpouštěcímu žíhání došlo ve struktuře k odstranění vnitřního pnutí. Oproti slinutému vzorku 1 (SIN) klesla tvrdost (340±4 HV1), mírně se zvýšila mez pevnosti (1253±17 MPa) a zvýšila se také nárazová práce (7,10±0,16 J).

Poslední zkoumaný vzorek **6 (SIN – ŽÍ – VYT)**, který neprošel CHTZ je strukturně velmi podobný vzorku druhému 2 (SIN – VYT). Ve struktuře je obsaženo velké množství precipitátu. Z pohledu tvrdosti (418±6 HV1) jsou si vzorky 2 (SIN – VYT) a 6 (SIN – ŽÍ – VYT) velmi podobné. Liší se pouze v mechanických vlastnostech. Mezioperačně vyžíhaný vzorek disponuje menší pevností (1354±14 MPa), ale zároveň vyšší nárazovou prací (5,70±0,24 J).

Další část diplomové práce se zabývá porovnáním dvou technologií chemicko-tepelného zpracování. Výzkum se soustředil na strukturu jádra i vrstvy, chemické složení vrstvy, dále na tvrdost, pevnost a houževnatost vzorků (*Tabulka 20*). Jednotlivé vzorky byly zpracovány buď mikropulzní plazmovou nitridací (3 (SIN – VYT – MPPN), 7 (SIN – ŽÍ – VYT – MPPN)) nebo karbonitridací v solné lázni (4 (SIN – VYT – ARCOR), 8 (SIN – ŽÍ – VYT – ARCOR)).

*Tabulka 20: Porovnání struktur a mechanických vlastností vzorků s CHTZ.*

Postup tep. zpracování	Metalografie	Tvrdost jádra HV1	Tvrdost povrchu HV1	Mez pevnosti [MPa]	Nárazová práce KV [J]
3 (SIN - VYT - MPPN)	více precipitátu (přestárnutí), nehomogenní tloušťka vrstvy, nitridy $\gamma'$ a $\epsilon$ ,	333±4	1261±16	1266±22	3,49±0,20
4 (SIN - VYT - ARCOR)	více precipitátu (největší přestárnutí), homogenní tloušťka vrstvy, pouze nitrid $\epsilon$ , oxidy a oxinitridy na povrchu,	331±5	980±4	1252±9	4,05±0,09
7 (SIN - ŽÍ - VYT - MPPN)	více precipitátu (přestárnutí), nehomogenní tloušťka vrstvy, nitridy $\gamma'$ a $\epsilon$ ,	322±6	1288±8	1113±8	6,80±0,78
8 (SIN - ŽÍ - VYT - ARCOR)	více precipitátu (největší přestárnutí), homogenní tloušťka vrstvy, pouze nitrid $\epsilon$ , oxidy a oxinitridy na povrchu,	305±4	1054±5	1164±22	7,35±0,35

V případě vzorků po mikropulzní plazmové nitridaci byla struktura jádra tvořena především z feritu a cementitu, který vznikly z rozpadu nízkouhlíkového martenzitu. Dále je ve struktuře obsaženo velké množství precipitátu, který vznikl při vysokých nitridačních teplotách a dlouhé doby nitridace. Došlo k tzv. „přestárnutí“, které výrazně změnilo mechanické vlastnosti. To mělo za následek pokles tvrdosti, pevnosti a nárůst nárazové práce (*Tabulka 19 a 20*).

Také po karbonitridaci (ARCORU) došlo k zvýšení množství precipitátu. Na množství precipitátu má rozhodující vliv především teplota, která v případě karbonitridovaných vzorků dosahovala 590 °C. Strukturně se ve vzorcích po karbonitridaci jeví větší podíl precipitátu než u vzorků po plazmové nitridaci. Nicméně, tvrdost a pevnost jsou v obou případech (3 (SIN – VYT – MPPN) a 4 (SIN – VYT – ARCOR)) prakticky stejné, jen mírně se po karbonitridaci zvýšila houževnatost.

U vzorků 7 (SIN – ŽÍ – VYT – MPPN) a 8 (SIN – ŽÍ – VYT – ARCOR) proběhlo mezioperační žíhání. To napomohlo k odstranění vnitřního strukturního pnutí. Díky tomu se vzorky staly houževnatějšími než v případě neprovedeného mezioperačního žíhání.

Dále byla věnována pozornost zkoumání povrchových vrstev nitridovaných a karbonitridovaných vzorků. V případě plazmové nitridace vzorky vykazovaly nehomogenní tloušťku vrstvy, kde v rozích vzorků byla vrstva tlustší. U karbonitridovaných vzorků byla tloušťka vrstvy homogenní. Z pohledu struktury byla nitridovaná (mikropulzní plazmová nitridace) vrstva tvořena nitridem  $\gamma'$ ,  $\epsilon$ , zatímco u vzorků karbonitridovaných byl pouze výskyt nitridu  $\epsilon$ . Vytvoření nitridu  $\gamma'$  bylo v tomto případě kvůli přítomnosti uhlíku potlačeno.

Chemická analýza nitridační vrstvy na vzorcích po mikropulzní plazmové nitridaci potvrdila, že je složena z nitridů železa a chromu. Strmý pokles dusíku pod nitridační vrstvou dokládá absenci difuzní vrstvy.

Nitridační vrstva po karbonitridaci je složena z vrstvy oxinitridů či oxidů (zvýšený obsah kyslíku). Pod touto vrstvou se nachází vrstva karbonitridů. Opět pod nitridační vrstvou chybí difuzní vrstva (nízký obsah dusíku pod vrstvou).

## 5. Závěr

Diplomová práce byla zaměřena na vlivy tepelného a chemicko-tepelného zpracování na strukturu a mechanické vlastnosti nerezové oceli 17-4PH vyrobenou technologií injekčního vstřikování kovů (MIM). Struktura zkušebních vzorků byla zkoumána pomocí optického mikroskopu, chemické složení vrstvy bylo stanoveno pomocí skenovacího elektronového mikroskopu. Dále bylo provedeno měření tvrdosti jádra a povrchové vrstvy. Nakonec byla provedena statická zkouška tahem a rázová zkouška vrubové houževnatosti.

V první části diplomové práce se porovnávaly vzorky bez chemicko-tepelného zpracování. Nejnižší pevnosti a relativně nízké houževnatosti dosahoval vzorek 1 (SIN), který neprošel žádným tepelným zpracováním. Lze tedy konstatovat, důležitost následného tepelného zpracování. Jestliže je požadavek na zvýšení pevnosti bez ohledu na houževnatost, lze vzorek po slinutí precipitačně vytvrdit. Tento proces zajistí zvýšení pevnosti na úkor houževnatosti. Jestliže je potřeba zvýšit hodnoty houževnatosti, lze vzorek po slinutí žíhat. Pokud je nutné zvýšit pevnost i houževnatost, lze využít postupu 6 (SIN – ŽÍ – VYT), kde bylo před precipitačním vytvrzením použito mezioperační žíhání.

Druhá část diplomové práce byla zaměřena na chemicko-tepelné zpracování. Rozdíly tvrdostí jádra a mechanických vlastností nebyly zásadní mezi vzorky po plazmové nitridaci a karbonitridaci. U vzorků po plazmové nitridaci a karbonitridaci se zvýšila houževnatost, v porovnání se vzorky po precipitačním vytvrzení, a to díky vysokým teplotám během chemicko-tepelného zpracování, kdy došlo ve struktuře k velkému „přestárnutí“.

Ukázalo se, že nejvyšší povrchové tvrdosti dosahují vzorky po plazmové nitridaci, kde je vrstva tvořena nitridy. V případě karbonitridace byla vrstva tvořena karbonitridy a oxinitridy (vnější vrstva), proto je vrstva oproti plazmové nitridaci měkčí.

Dále byl předmětem zkoumání vliv mezioperačního žíhání. Lze konstatovat, že mezioperační žíhání výrazně zvýšilo houževnatost a snížilo pevnost.

## Seznam použité literatury

- [1] **RANDALL, M. German a Bose ANIMESH.** *Injection Molding of Metals and Ceramics.* New Jersey: Princeton, 1997. ISBN 187895461X.
- [2] **Anonym.** *Technologie MIM.* Vibrom spol. s.r.o. [online]. [cit. 2022-01-20]. Dostupné z: <https://www.vibrom.cz/cz/technologie-mim>
- [3] **SKOTNICOVÁ, Kateřina a KURSA Miroslav.** *Prášková metalurgie.* Ostrava: VŠB. [online]. [cit. 2022-02-15]. Dostupné z: [https://www.fmmi.vsb.cz/export/sites/fmmi/modin/cs/studijni-opory/resitelsky-tym-3-materialove-izenyrstvi/praskova-metalurgie/Skotnicova\\_Praskova-metalurgie.pdf](https://www.fmmi.vsb.cz/export/sites/fmmi/modin/cs/studijni-opory/resitelsky-tym-3-materialove-izenyrstvi/praskova-metalurgie/Skotnicova_Praskova-metalurgie.pdf)
- [4] **Anonym.** *Vstřikování plastů.* Advance plastic production [online]. [cit. 2022-02-20]. Dostupné z: <https://www.vyrobaplastu.eu/vstrikovani-plastu/>
- [5] **DOHNAL, Patrik.** *Konstrukce vstřikovací formy pro výrobu součástky automobilu.* Zlín: Univerzita Tomáše Bati. 2018 [online]. [cit. 2022-02-22]. Dostupné z: [https://digilib.k.utb.cz/bitstream/handle/10563/42790/dohnal\\_2018\\_dp.pdf?sequence=1&isAllowed=y](https://digilib.k.utb.cz/bitstream/handle/10563/42790/dohnal_2018_dp.pdf?sequence=1&isAllowed=y)
- [6] **Anonym.** *Binders and binder removal techniques in Metal Injection Molding.* PIM international magazine [online]. [cit. 2022-02-26]. Dostupné z: <https://www.pim-international.com/metal-injection-molding/binders-and-binder-removal-techniques>
- [7] **RADULOVIČ, Jovan.** *Powder Injection Moulding Technology: Properties, Possibilities and Starting Activities.* Scientific Technical Review [online]. [cit. 2022-02-26]. Dostupné z: [https://www.researchgate.net/publication/291815752\\_Powder\\_injection\\_moulding\\_technology\\_Properties\\_possibilities\\_and\\_starting\\_activities](https://www.researchgate.net/publication/291815752_Powder_injection_moulding_technology_Properties_possibilities_and_starting_activities)
- [8] **KRAUS, V.** *Tepelné zpracování a slinování.* 2. vyd. Plzeň: Západočeská univerzita, 2000. ISBN 80-7082-582-0.
- [9] **Anonym.** *Základy metalografie a tepelné zpracování.* Inovace oboru Mechatronik pro Zlínský kraj [online]. [cit. 2022-02-26]. Dostupné z: [https://coptel.cz/pluginfile.php/16435/mod\\_resource/content/1/03%20Z%C3%A1klady%20metalografie%20a%20tepeln%C3%A9ho%20zpracov%C3%A1n%C3%AD-1.pdf](https://coptel.cz/pluginfile.php/16435/mod_resource/content/1/03%20Z%C3%A1klady%20metalografie%20a%20tepeln%C3%A9ho%20zpracov%C3%A1n%C3%AD-1.pdf)

- [10] **HLUCHÝ, Miroslav, PAŇÁK, Rudolf a MODRÁČEK, Oldřich.** *Strojírenská technologie 1: Metalografie a tepelné zpracování.* 2. Praha: Scientia, 2002. ISBN 80-7183-265-0.
- [11] **PTÁČEK, Luděk.** *Nauka o materiálu II. 2., opr. a rozš. vyd.* Brno: CERM, 2002. ISBN 80-7204-248-3.
- [12] **JECH, Jaroslav.** *Oceli na valivá ložiska a jejich tepelné zpracování:* 1. Praha: SNTL-Nakladatelství technické literatury, 1968.
- [13] **DAĐOUREK, Karel.** *Vybrané technologie povrchových úprav:* Technická univerzita v Liberci: Fakulta strojní, 2006.
- [14] **HOLEMÁŘ, Alois, HRUBÝ Vojtěch.** *Iontová nitridace v praxi.* 1. vyd. Praha: SNTL, 1989. ISBN 80-03-00001-7.
- [15] **GERSTENBERGER, J., BOSSLET, J.:** *Karbonitridace metodou Tenifer QPQ - vytvoření povrchové vrstvy s lepší odolností proti opotřebení a korozi,* EXPROHEF-CZ s.r.o., Praha, Durferrit GmbH, Mannheim
- [16] **Anonym.** *Hlavní skupiny nerezových ocelí* [online]. [cit. 2022-04-17]. Dostupné z: <http://www.terapol.cz/clanek/no-vap-hlavni-skupiny>
- [17] **ZEMAN, Lubomír.** *Vstřikování plastů: teorie a praxe.* Praha: Grada Publishing, 2018. ISBN isbn978-80-271-0614-1.
- [18] Binders and binder removal techniques in Metal Injection Molding. PIM International [online]. Shrewsbury: Inovar Communications [cit. 2022-05-03]. Dostupné z: <https://www.pim-international.com/metal-injection-molding/binders-and-binder-removal-techniques/>
- [19] **PORTER, Marie-Aude.** *Effects of Binder Systems for Metal Injection Moulding.* Lulea, Švédsko, 2003. Diplomová práce. Lulea University of Technology. Vedoucí práce Esa Vuorinen.
- [20] **GERMAN, Randall M.** *Sintering theory and practice.* New York: Wiley, 1996. ISBN 0-471-05786-X.

[21] **KANG, Suk-Joong L.** Sintering: densification, grain growth, and microstructure. Burlington: Elsevier Butterworth-Heinemann, 2005. ISBN 0-7506-6385-5. (dostupné online na academie.edu)

[22] **MAXIMENKO, Andrey L.**; **OLEVSKY, Eugene A.** Effective diffusion coefficients in solid-state sintering. *Acta Materialia*, Volume 52, Issue 10, 7 June 2004, Pages 2953- 2963.

## Seznam obrázků

Obrázek 1: Porovnání jednotlivých technologií vzhledem k tvaru a roční produkci. [2] .....	9
Obrázek 2: Technologické schéma injekčního vstřikování kovů.....	10
Obrázek 3: Schématické znázornění možných způsobů atomizace taveniny. [3].....	14
Obrázek 4: Poměry mezi pojivem a práškem. [1] .....	16
Obrázek 5: Schéma vstřikovacího lisu. [5] .....	17
Obrázek 6: Schéma cyklu vstřikování [4] .....	18
Obrázek 7: Schéma procesu odstranění pojiva v parách rozpouštědla [1].....	20
Obrázek 8: Schéma termálního debindingu [1].....	21
Obrázek 9: Schéma katalytického odstranění pojiva [7].....	22
Obrázek 10: Obecné schéma pálicí křivky s jednotlivými fázemi (postupný nárůst teploty, debindingová fáze, fáze slinování a řízené chlazení). [19] .....	23
Obrázek 11: Schéma průběhu tepelného zpracování. [10].....	24
Obrázek 12: Schéma žíhacích teplot (žíhání bez rekrystalizace: a – ke snížení pnutí, b – rekrystalizační, c – na měkko, žíhání s rekrystalizací: d – homogenizační, e – normalizační). [11] .....	25
Obrázek 13: Změna zrn po rekrystalizačním žíhání. [8,9] .....	27
Obrázek 14: Oblast vhodných teplot pro kalení. [9] .....	28
Obrázek 15: Schéma principu kalení. [9] .....	29
Obrázek 16: Schéma nepřetržitého kalení. [12] .....	30
Obrázek 17: Schéma lomeného kalení. [12] .....	30
Obrázek 18: Schéma termálního kalení. [12].....	31
Obrázek 19: Schéma izotermického bainitického zušlechťování. [12].....	32
Obrázek 20: Červeně značená oblast vyznačující vhodné cementační teploty. [13] .....	34
Obrázek 21: Diagram Fe-N – vyšrafovaná oblast pásma nitridace. [11].....	37
Obrázek 22: Vlevo – vliv teploty na hloubku nitridace, vpravo – vliv teploty na tvrdost vrstvy. [13] .....	39
Obrázek 23: Průběh iontové nitridace. [8] .....	40
Obrázek 24: Průběh karbonitridace pomocí technologie Teniferace. [15] .....	42
Obrázek 25: Lisování rázového tělíska .....	46
Obrázek 26: Lisování tahového tělíska. ....	47
Obrázek 27: Slinutá rázová tělíska.....	48

Obrázek 28: Slinutá tahová tělíska.....	49
Obrázek 29: Graf precipitačního vytvrzování, T1 – teplota na kraji pece [°C], T2 – teplota uprostřed pece [°C].....	51
Obrázek 30: Graf rozpouštěcího žíhání, T1 – teplota na kraji pece [°C], T2 – teplota uprostřed pece [°C].....	52
Obrázek 31: Analýza struktury pomocí optického mikroskopu - vzorek 1 (SIN). ....	54
Obrázek 32: Analýza struktury pomocí optického mikroskopu - vzorek 2 (SIN – VYT). ....	55
Obrázek 33: Analýza struktury pomocí optického mikroskopu – vzorek 3 (SIN – VYT – MPPN).....	56
Obrázek 34: Analýza struktury pomocí optického mikroskopu – vzorek 4 (SIN – VYT – ARCOR).....	57
Obrázek 35: Analýza struktury pomocí optického mikroskopu – vzorek 5 (SIN – ŽÍ).....	58
Obrázek 36: Analýza struktury pomocí optického mikroskopu – vzorek 5 (SIN – ŽÍ – VYT). .....	59
Obrázek 37: Analýza struktury nehomogenní tloušťky vrstvy pomocí optického mikroskopu - vzorek 3 (SIN – VYT – MPPN).....	60
Obrázek 38: Analýza struktury vrstvy pomocí optického mikroskopu - vzorek 3 (SIN – VYT – MPPN).....	61
Obrázek 39: Analýza struktury nehomogenní tloušťky vrstvy pomocí optického mikroskopu vzorek 4 (SIN – VYT – ARCOR).....	62
Obrázek 40: Analýza struktury vrstvy pomocí optického mikroskopu - vzorek 4 (SIN – VYT – ARCOR).....	63
Obrázek 41: Oblast zkoumaná elektronovým skenovacím mikroskopem – vzorek 1 (SIN)...	64
Obrázek 42: Chemická analýza zkoumané oblasti – vzorek 1 (SIN).....	65
Obrázek 43: Linie zkoumání chemického složení na elektronovém mikroskopu na vzorku 3 (SIN – VYT – MPPN).....	66
Obrázek 44: Linie zkoumání chemického složení na elektronovém mikroskopu na vzorku 4 (SIN – VYT – ARCOR).....	67
Obrázek 45: Tahové tělísko.....	71
Obrázek 46: Graf tahové zkoušky vzorku č. 1 (SIN). ....	73
Obrázek 47: Graf tahové zkoušky vzorku č. 2 (SIN - VYT). ....	73
Obrázek 48: Graf tahové zkoušky vzorku č. 3 (SIN – VYT - MPPN). ....	74
Obrázek 49: Graf tahové zkoušky vzorku č. 4 (SIN – VYT - ARCOR).....	74



Obrázek 50: Graf tahové zkoušky vzorku č. 5 (SIN – ŽÍ).....	75
Obrázek 51: Graf tahové zkoušky vzorku č. 6 (SIN – ŽÍ - VYT).....	75
Obrázek 52: Graf tahové zkoušky vzorku č. 7 (SIN – ŽÍ – VYT - MPPN).....	76
Obrázek 53: Graf tahové zkoušky vzorku č. 8 (SIN – ŽÍ – VYT - ARCOR).....	76
Obrázek 54: Rázové tělísko.....	77

## Seznam tabulek

Tabulka 1: Vlastnosti ideálního pojivového systému. [1].....	12
Tabulka 2: Porovnání jednotlivých metod výroby prášku. [1].....	15
Tabulka 3: Porovnání vlastností prášku v závislosti na tvaru a velikosti částic. [1].....	16
Tabulka 4: Provedené postupy tepelného zpracování. ....	45
Tabulka 5: Vstřikovací parametry pro rázová tělíska. ....	46
Tabulka 6: Vstřikovací parametry pro tahová tělíska. ....	46
Tabulka 7: Chemické složení prvků ASTM 17-4PH, spektrální analýza. ....	50
Tabulka 8: Přehled tvrdostí u postupu č. 1 (SIN).....	68
Tabulka 9: Přehled tvrdostí u postupu č. 2 (SIN - VYT). ....	68
Tabulka 10: Přehled tvrdostí u postupu č. 3 (SIN – VYT - MPPN). ....	69
Tabulka 11: Přehled tvrdostí u postupu č. 4 (SIN – VYT – ARCOR).....	69
Tabulka 12: Přehled tvrdostí u postupu č. 5 (SIN – ŽÍ )......	69
Tabulka 13: Přehled tvrdostí u postupu č. 6 (SIN – ŽÍ – VYT).....	70
Tabulka 14: Přehled tvrdostí u postupu č. 7 (SIN – ŽÍ – VYT - MPPN). ....	70
Tabulka 15: Přehled tvrdostí u postupu č. 8 (SIN – ŽÍ – VYT - ARCOR).....	70
Tabulka 16: Hodnoty meze pevnosti a prodloužení při statické zkoušce tahem. ....	72
Tabulka 17: Hodnoty nárazové práce a vrubové houževnatosti.....	78
Tabulka 18: Hodnoty nárazové práce a vrubové houževnatosti u vzorku SIN – ŽÍ – VYT - ARCOR.....	79
Tabulka 19: Porovnání struktur a mechanických vlastností vzorků bez CHTZ.....	80
Tabulka 20: Porovnání struktur a mechanických vlastností vzorků s CHTZ.....	81