



Diplomová práce

Vliv tvorby speciálních multivrstev na tribologickou odolnost u austenitické korozivzdorné oceli využívané v energetice

Studijní program:

N0715A270015 Materiály a technologie

Autor práce:

Bc. Petr Moc

Vedoucí práce:

doc. Ing. Jaromír Moravec, Ph.D.

Katedra strojírenské technologie

Konzultant práce:

Ing. Totka Bakalova, Ph.D.

Katedra materiálu

Liberec 2023



Zadání diplomové práce

Vliv tvorby speciálních multivrstev na tribologickou odolnost u austenitické korozivzdorné oceli využívané v energetice

<i>Jméno a příjmení:</i>	Bc. Petr Moc
<i>Osobní číslo:</i>	S21000224
<i>Studijní program:</i>	N0715A270015 Materiály a technologie
<i>Zadávací katedra:</i>	Katedra strojírenské technologie
<i>Akademický rok:</i>	2022/2023

Zásady pro vypracování:

1. Seznamte se teoreticky s austenitickými oceli využívanými při stavbě turbín.
2. Seznamte se teoreticky s plazmovou nitridací a také s podstatou tvorby speciálních multivrstev.
3. Seznamte se s podstatou tribologických zkoušek definujících odolnost proti opotřebení.
4. Proveďte návrh experimentů pro posouzení mechanických vlastností a tribologické odolnosti základního materiálu a materiálu po tvorbě speciálních vrstev.
5. Proveďte stanovení chemického složení a testy mechanických vlastností testovaného materiálu.
6. Proveďte tribologické testy základního materiálu.
7. Proveďte testy mikropulzní plazmové nitridace a následné povrchové tepelné zpracování.
8. Proveďte tribologické testy vytvořených vrstev.
9. Výsledky zpracujte, proveďte zhodnocení a diskuzi výsledků.

Rozsah grafických prací: tabulky, grafy
Rozsah pracovní zprávy: cca 50 stran
Forma zpracování práce: tištěná/elektronická
Jazyk práce: Čeština

Seznam odborné literatury:

- [1] KOUKAL, J., SCHWARZ, D. a J. HAJDÍK. Materiály a jejich svařitelnost. Ostrava: Český svářečský ústav, 2009. ISBN 978-80-248-2025-5.
[2] MACHOVČÁK, P. a kol. Legování vysoce legovaných ocelí plyným dusíkem. 2013.
[3] Practical Nitriding and Ferritic Nitrocarburizing. 2003 ASM International.
[4] Tribology Handbook, Friction wear lubrication, Vol. 1, Edited by Prof. I. V. Kragelsky and V. V. Alisin (Translated from the Russian by Felix Palkin and Valerian Palkin), English translation, Mir Publishers, 1981.
[5] Taisho Hasegawa, Tribology research trends, Nova Science Publishers, Inc., 2008 New York
[6] Tribologické zkoušení dle norem ASTM G99 (ASTM G99-95), ASTM G133 a DIN 50324

Vedoucí práce: doc. Ing. Jaromír Moravec, Ph.D.
Katedra strojírenské technologie

Konzultant práce: Ing. Totka Bakalova, Ph.D.
Katedra materiálu

Datum zadání práce: 30. listopadu 2022
Předpokládaný termín odevzdání: 30. května 2024

doc. Ing. Jaromír Moravec, Ph.D.
děkan

L.S.

doc. Ing. Iva Nováková, Ph.D.
vedoucí katedry

V Liberci dne 30. listopadu 2022

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.

8. května 2023

Bc. Petr Moc

Anotace

Diplomová práce se zabývá problematikou tvorby speciální multivrstvy na mikropulsně nitridovaném povrchu austenitické oceli X5CrNiCuNb16-4, využívané v energetice. V teoretické části jsou stručně charakterizovány austenitické oceli a jejich použití v energetickém průmyslu. Dále je popsána nitridace a plazmová nitridace. Výrazná pozornost je věnována tvorbě speciálních multivrstev, podstatě laserových technologií a rešerši znalostí v oblasti tvorby speciálních multivrstev. Poslední kapitola teoretické části je naplněna podstatou tribologických zkoušek. V experimentální části práce jsou uvedeny základní vlastnosti oceli X5CrNiCuNb16-4, optimalizované podmínky mikropulsní plazmové nitridace a také následná laserová modifikace povrchu, tedy vytvoření speciální multivrstvy. Po vyrobení vhodných dílů pro experimentální část byly stanoveny mechanické a tribologické vlastnosti při teplotě okolí a při zvýšených teplotách. Naměřené hodnoty byly zpracovány, vyhodnoceny a diskutovány.

Klíčová slova

Austenitická ocel X5CrNiCuNb16-4, plazmová nitridace, speciální multivrstvy, mechanické vlastnosti, tribologické vlastnosti, opotřebení

Annotation

The diploma thesis deals with the formation of a special multilayer on the micropulse nitrided surface of austenitic steel X5CrNiCuNb16-4, used in energy industry. The theoretical part briefly characterizes austenitic steels and their application in power engineering. Nitriding and plasma nitriding are also described. Considerable attention is paid to the creation of specialty multilayers, the essence of laser technology and research of the knowledge in the field of creation of specialty multilayers. The last chapter of theoretical part is focused on the essence of the tribological testing. In the experimental part of the thesis the basic properties of X5CrNiCuNb16-4 steel, optimized conditions of nitriding by micropulse plasma and also the subsequent laser modification of the surface, i.e. the formation of a special multilayer are presented. After the manufacture of suitable parts

for the experimental part, the mechanical and tribological properties at ambient and elevated temperature were determined. The measured values were processed, evaluated and discussed.

Key words

Austenitic steel X5CrNiCuNb16-4, plasma nitridation, special multilayers, mechanical properties, tribological properties, wear

Poděkování

Tímto bych chtěl velmi poděkovat vedoucímu své diplomové práce doc. Ing. Jaromíru Moravcovi, Ph.D. za jeho odborné vedení diplomové práce, ochotu a čas věnovaný v rámci konzultací. Dále bych rád poděkoval konzultantce své diplomové práce Ing. Totce Bakalové, Ph.D. za její cenné rady a pomoc při měření v laboratořích. A na závěr bych chtěl poděkovat své rodině a přátelům z blízkého okolí za jejich podporu.

Obsah

Seznam použitých zkratk a symbolů.....	10
1. Úvod	12
2. Teoretická část práce.....	13
2.1 Austenitické oceli	13
2.1.1 Vliv legujících prvků na vlastnosti oceli	16
2.2 Austenitické oceli využívané v energetice.....	18
2.3 Nitridace.....	19
2.4 Plazmová nitridace.....	22
2.4.1 Generování plazmy	22
2.5 Speciální multivrstvy	24
2.5.1 Podstata laserových technologií	25
2.5.2 Rešerše v oblasti laserové modifikace nitridovaného povrchu austenitické oceli	29
2.6 Tribologické vlastnosti	31
2.6.1 Opatření a rychlost opotřebení	32
2.7 Pin-on-Disc	35
3. Experimentální část	37
3.1 Ocel X5CrNiCuNb16-4.....	37
3.2 Mikropulsní a plazmová nitridace	39
3.3 Modifikace nitridovaného povrchu laserovým svazkem	44
3.4 Stanovení mechanických vlastností.....	48
3.4.1 Měření tvrdosti	49
3.4.2 Statická zkouška tahem při teplotě okolí.....	50
3.4.3 Statická zkouška tahem při zvýšených teplotách	52
3.4.4 Zkouška rázem v ohybu.....	55
3.5 Stanovení tribologických vlastností.....	57

FAKULTA STROJNÍ TUL

3.5.1	Hodnocení koeficientu tření v závislosti na teplotě a způsobu zpracování materiálu.....	59
3.5.2	Hodnocení míry opotřebení třecí dvojice v závislosti na teplotě a způsobu zpracování materiálu	60
4.	Diskuze výsledků.....	68
5.	Závěr	76
6.	Použitá literatura	77

Seznam použitých zkratk a symbolů

A_{xx}	- celková tažnost	[%]
A_g	- homogenní tažnost	[%]
A_1	- nejmenší průměr brusné stopy	[mm]
B	- průměr kolmý na nejmenší naměřený průměr A_1	[mm]
BCC	- Body Cubic Centered	-
D	- průměr zkušební kuličky	[mm]
E_1, E_2	- energetické hladiny atomu	-
FCC	- Face Centered Cubic	-
F_N	- síla kolmá na povrch	[N]
HB	- tvrdost dle Brinella	-
HRC	- tvrdost dle Rockwella	-
HV	- tvrdost dle Vickerse	-
K	- koeficient opotřebení	-
KCV_2	- vrubová houževnatost	[J·cm ⁻²]
KV	- nárazová práce	[J]
LHT	- Laser Heat Treatment	-
LSE	- Laser Surface Engineering	-
LSH	- Laser Surface Hardening	-
LSM	- Laser Surface Melting	-
R_e	- mez kluzu	[MPa]
R_m	- mez pevnosti	[MPa]
$R_{p0,2}$	- mez kluzu vyhodnocena v 0,2 % prodloužení	[MPa]
RT	- Room Temperature	-
V	- opotřeбенý objem	[mm ³]
V_{Ball}	- opotřeбенý objem kuličky	[mm ³]
Z	- Kontrakce	[%]

FAKULTA STROJNÍ TUL

c	- měrná tepelná kapacita	$[\text{J} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}]$
d_k	- kluzná vzdálenost	$[\text{mm}]$
d	- průměr paprsku	$[\text{mm}]$
d_1, d_2, d_3	- vzdálenost mezi povrchem a vpichem	$[\text{mm}]$
h	- Planckova konstanta	$[\text{J} \cdot \text{s}]$
ν	- frekvence paprsku elektromagnetického spektra	$[\text{s}^{-1}]$
v_1	- rychlost posuvu paprsku	$[\text{mm} \cdot \text{min}^{-1}]$
w_A	- velikost rozmítané křivky	$[\text{mm}]$
w_f	- frekvence rozmítané křivky	$[\text{Hz}]$
w_{tvar}	- tvar rozmítané křivky	-
α	- součinitel teplotní roztažnosti	$[\text{K}^{-1}]$
Δ_d	- vzdálenost mezi jednotlivými vpichy	$[\text{mm}]$
λ	- teplotní vodivost	$[\text{W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}]$
u	- frekvence fotonu	$[\text{Hz}]$
ρ	- hustota	$[\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}]$

1. Úvod

Dle informací ČSÚ z posledních údajů v roce 2020 vyplývá, že v ČR nejvyšší podíl instalovaného výkonu připadá k parním elektrárnám (47,2 %). Následně se na druhé pozici nachází instalovaný výkon z jaderných elektráren (20,1 %) a po přičtení podílů z paroplynových, plynových a spalovacích elektráren (10,9 %) se využitelnost parních turbín dostává na pozici bezkonkurenčního kandidáta pro český energetický průmysl.

Skutečnost, jak zefektivnit výrobu energie pomocí nízkotlakých a středotlakých turbín, je dána zvýšením výkonu elektráren případně prodloužením životnosti lopatek. Tím jsou pozitivně ovlivněny úspory pro rozšíření instalovaného výkonu nebo zvětšení pracovního času vzhledem k nezbytným odstávkám turbín.

Ať už jde o zvýšení výkonu, ke kterému je automaticky připojen nárůst teploty a tlaku pro zvětšení otáček nebo se zvolí cesta prodloužení životnosti lopatek, je nezbytné si uvědomit následující souvislost. Všechny aspekty ovlivňující účinnost a životnost se slučují v rozhodujícím bodě, kterým je správná volba materiálu a jeho povrchová úprava optimalizovaná pro daný účel. Splňuje-li materiál podmínku odolnosti vůči creepu vzhledem k vysokým teplotám, je pro něj následující zkouškou odolnost proti různým druhům koroze, opotřebení a z důvodu vysokých otáček i nízká tepelná roztažnost. V energetickém průmyslu je možné se setkat s materiály typu martenzitické oceli, feritické oceli, duplexní oceli nebo i vysokolegované austenitické oceli. Austenitické oceli mají při použití v energetice řadu výhod. Jednou z nich je i možnost zlepšení tribologických vlastností. V teoretické části bude popsána optimalizace povrchu pro lepší odolnost vůči provozním jevům u austenitické oceli X5CrNiCuNb16-4. Cílem této diplomové práce je posoudit mechanické a tribologické vlastnosti materiálu v základním stavu, po chemicko-tepelném zpracování (CHTZ) a následně po modifikaci povrchu pomocí pevnolátkového vláknového laseru.

2. Teoretická část práce

V diplomové práci je rozebrána problematika vlivu speciálních multivrstev na mechanické a tribologické vlastnosti u austenitické oceli využívané v energetice. Úvod teoretické části je zaměřen na charakterizování austenitických ocelí, které jsou jednou ze skupin ocelí korozivzdorných. Postupně je pozornost věnována využití austenitických ocelí v energetickém průmyslu, jejich kladným nebo záporným vlastnostem a možnému chemicko-tepelnému zpracování. Zvoleným chemicko-tepelným zpracováním je myšlena, pro tuto práci, mikropulsní plazmová nitridace zajišťující vytvoření tvrdé povrchové vrstvy. Následně je popsána stručně aplikace laserů v technické praxi pro tepelné zpracování (TZ), jejich využití pro vytvoření speciální multivrstvy pomocí modifikace povrchu po plazmové nitridaci a řešerše současného stavu tvorby speciálních multivrstev. Teoretická práce je uzavřena problematikou popisu tribologických a mechanických zkoušek, které budou využity v následující experimentální části.

2.1 Austenitické oceli

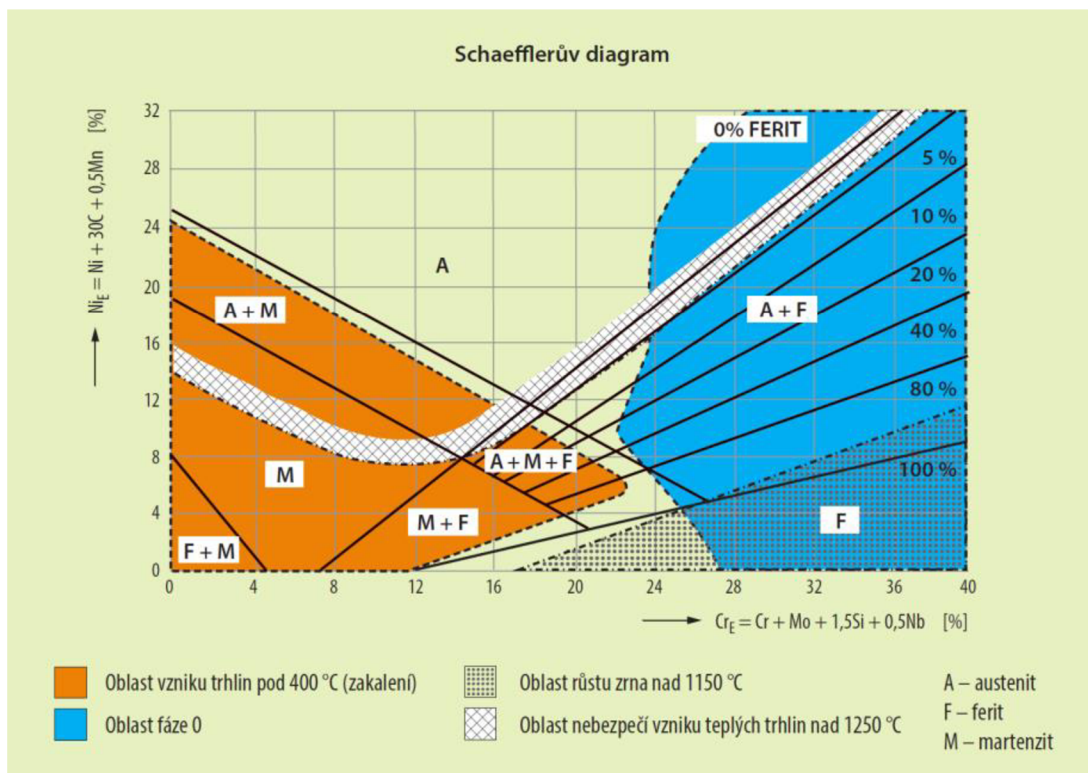
Austenitické oceli se řadí do nejpočetnější skupiny korozivzdorných ocelí [1]. Korozivzdorná ocel se definuje jako slitina na bázi železa s minimálním množstvím uhlíku (C), jehož obsah se obvykle pohybuje od 0,03 % C až do maximálních 0,1 % C a dalších legujících prvků [1, 2]. Název těchto ocelí je odvozen od patřičné schopnosti vytvořit pasivační vrstvu oxidu bohatého na chrom (Cr) [1]. Z tohoto důvodu je převážně považován chrom (Cr) za hlavní složku korozivzdorných ocelí a jeho minimální požadované množství, ke splnění podmínky odolnosti vůči korozi, je dáno hodnotou alespoň 11 % Cr ve slitině [2]. Korozivzdornost je zajištěna schopností pasivace těchto ocelí, která je závislá nejen na množství Cr, ale také na podílu C v dané slitině [3]. Vzhledem k vyšší difúzní rychlosti uhlíku oproti chromu se může vznikem karbidů vyskytnout tzv. heterogenita tuhého roztoku [2]. Karbidy chromu se převážně tvoří na hranicích zrn, což zvyšuje náchylnost k mezikrystalové korozi [2]. Z tohoto důvodu se do nerezových ocelí přidávají stabilizační prvky (Ti, Ta, Nb), pomocí kterých je zajištěna vazebnost na C ve formě tvorby karbidů (TiC, TaC, resp. NbC) [2, 3]. Z toho vyplývá, že vzhledem k chemickému složení, kombinací přidaných prvků a požadavků na materiál existují i další skupiny korozivzdorných ocelí

jako například: oceli feritické, martenzitické, duplexní a precipitačně-vytvrditelné oceli [1, 2].

Austenitické oceli se obvykle řadí mezi nemagnetické materiály a jsou tvořeny plošně centrovanou kubickou mřížkou (FCC), kde hlavním austenitotvorným prvkem je nikl (Ni). Vzhledem k jeho ceně se používá také C (ve velmi malém množství) a dusík (N), jelikož se snadno rozpouštějí ve struktuře FCC [1, 4]. S tímto typem mřížky souvisí i mechanické vlastnosti, mezi které patří vysoká tažnost, tvářitelnost a houževnatost i při kryogenních teplotách. Mechanické vlastnosti a korozní odolnost jsou ovlivňovány legujícími prvky, kterými lze přinést jak zlepšení pevnostních nebo deformačních veličin, tak i potencionální mikrostrukturní nestabilitu materiálu. Pro běžné aplikace je tento děj nežádoucí, a proto je nezbytné se mu vyvarovat nebo jej alespoň minimalizovat. Pro studium a predikci jednotlivých fází, vyskytujících se v austenitické oceli, mohou sloužit binární a ternární rovnovážné diagramy. S rostoucím počtem jednotlivých legujících prvků, ale ztrácejí vypovídající hodnotu [4].

Proto jsou ke stanovení struktury legovaných ocelí využívány především konstituční diagramy (Schaflerův, De Longův a WRC1992). Nejpoužívanějším diagramem je Schaflerův, zobrazený na Obr. 2.1. Ten je využíván zejména pro klasické vysokolegované oceli. V případě dolegování silně austenitotvornými prvky, především dusíkem, je vhodné použít De Longův diagram a pro duplexní oceli je vhodný diagram WRC1992 [5].

Veškeré legující prvky, uvažované v konstitučních diagramech, jsou rozděleny do dvou skupin: feritotvorné (Cr, Si, Al, W, Ti, Nb, V), které zužují austenitickou oblast γ a austenitotvorné (C, Ni, Cu, Mn, N) rozšiřující oblast γ [4, 6]. Vliv prvků zařazených do jednotlivých skupin lze souhrnně vyjádřit pomocí ekvivalentního obsahu chromu a ekvivalentního obsahu niklu, viz Obr. 2.1. Schaflerovou interpretací fází lze tedy získat stanovení mikrostruktury jako funkci složení oceli [4, 6]. Existují zde ale omezení z hlediska rychlosti ochlazování a tepelného zpracování při vytvrzování těchto ocelí [4].



Obr. 2.1 Schaefflerův diagram a vliv legujících prvků na strukturu oceli [6]

Austenitické oceli je možné, na základě hlavních legujících prvků, rozdělit buď dle normy AISI (American Iron and Steel Institute) nebo obecně do tří hlavních skupin na: chrom-niklové, chrom-manganové a chrom-nikl-molybdenové [4, 7].

- 1) Chrom-niklové oceli mají běžně alespoň 16 % Cr s dostatečným množstvím Ni a mohou být dolegovány N. Dále mohou být dolegovány Mo, Ti, Nb, Cu a Si pro zlepšení mechanických vlastností a částečně i korozní odolnosti. Při svařování jsou náchylné k tvorbě trhlin za horka. S vyšším obsahem uhlíku je vyšší pravděpodobnost výskytu mezikrystalové koroze. Jsou ohroženy zkřehnutím vlivem δ -fáze. Používají se pro běžné aplikace v atmosférickém prostředí, přírodní vodě, alkalických roztocích a některých kyselinách. Světově jsou známy také pod označením AISI 304 [7, 8].

- 2) Chrom-manganové oceli se také označují jako oceli třídy AISI 200. Částečně může být nikl nahrazen manganem a dusíkem. Jako příklad lze uvést ocel AISI 201, kde se její složení pohybuje okolo 17 % Cr, 4 % Ni a 7 % Mn. Jejich tvářitelnost, odolnost proti korozi a svařitelnost je obdobná jako u předešlého typu, ale jejich pevnost dosahuje vyšších hodnot [9].
- 3) Chrom-nikl-molybdenové oceli (AISI 316) se často používají v kryogenních aplikacích vzhledem ke svým dobrým mechanickým vlastnostem a odolnosti proti korozi v širokém rozsahu teplot [10, 11]. Někdy mohou být označovány jako kyselinovzdorné a chemické složení se pohybuje okolo 17 % Cr a 10-13 % Ni [9].

2.1.1 Vliv legujících prvků na vlastnosti oceli

Kromě základního rozdělení legujících prvků do skupiny feritotvorných a austenitotvorných mají tyto prvky i další funkce a vlivy. Níže jsou popsány nejvýznamnější legující prvky [6, 12].

Chrom je řazen mezi karbidotvorné prvky, a proto výrazně zpevňuje ocel i za zvýšených teplot. Dále je s jeho pomocí podpořena prokalitelnost, odolnost proti korozi a opalu [6, 13]. Přísluší k feritotvorným prvkům, ale vzhledem k jeho Gibbsově volné energii je stabilizována austenitická matrice, což následně zajišťuje odolnost vůči korozi v oxidačních prostředích [12]. Často se používá ve spojení s jinými legurami [13].

Nikl stabilizuje austenitickou matici nejen za nízkých teplot, ale také při plastických deformacích. U slitin s přidaným Ni je zvýšena odolnost vůči redukčním kyselinám [12]. Zvyšuje také prokalitelnost, pevnost, zlepšuje tvárnost a houževnatost ocelí při nízkých teplotách převážně v kaleném a nízko popouštěném stavu. Nikl tvoří se sírou a fosforem nízkotavitelná eutektika, což vede ke zvýšené náchylnosti k trhlinám za horka [7]. Oproti ocelím, které nikl neobsahují, mají tyto oceli vyšší odolnost vůči rázu [6, 13].

Mangan při vyšším zastoupení oproti niklu nepřispívá za vysokých teplot k rozšíření austenitické oblasti. Zároveň pomocí manganu je po ochlazení stabilizována struktura vzniklá za tepla, což má za následek např. místo potencionální martenzitické struktury strukturu austenitickou. V neposlední řadě je manganem podpořena rozpustnost dusíku [12].

Uhlík je charakterizován jako intersticiální prvek, který účinkuje v meziatomárních polohách, a proto výrazně zvyšuje mez kluzu (Re) a mez pevnosti (Rm). S rostoucí pevností a tvrdostí jsou pak snižovány plastické vlastnosti a roste citlivost na tepelné zpracování. V austenitických ocelích je ale limitován, aby se snížila náchylnost k mezikrystalové korozi [3, 6, 7, 13].

Dusíkem je, na rozdíl od uhlíku, zpevňována austenitická matrice bez nežádoucího vlivu na mezikrystalovou korozi do obsahu 0,3 % N. Společně s molybdenem (Mo) zvyšuje odolnost proti štěrbinové a bodové korozi [12].

Křemíkem (Si) při obsahu 3 % až 4 % je eliminována náchylnost k mezikrystalové korozi, kromě toho podporuje antikorozi odolnost ve vroucí vysoce koncentrované HNO_3 (nad 80 %) i v prostředí za přítomnosti této kyseliny s přísadou oxidačních látek [12].

Molybdenem jsou tvořeny Lavesovy fáze, obdobně jeho příměsi zvyšují korozní odolnost významně proti štěrbinové a bodové korozi. Zvyšuje žárupevnost substitučním zpevněním tuhého roztoku [12].

Měď je používána ke zvýšení životnosti a řezivosti nástroje. Ovlivňuje tzv. červenou tvrdost ocelí, kde při zahřátí změní svou barvu na matně červenou a zlepšuje obrobiteľnost [13].

Titan s niobem kromě karbidotvorné povahy potlačují náchylnost k mezikrystalové korozi a zvyšují žárupevnost [12].

Mimoto se slitiny mohou dolegovat hliníkem (Al), kterým je zajištěna dezoxidace a podpořena žáruvzdornost [13].

Do ocelí může být dodán také bór (B), který je přidáván v množství okolo 20-40 ppm [12]. Zvyšuje tvářitelnost a žárupevnost, nicméně při vyšším obsahu zde hrozí riziko potlačení předchozích vlastností a možný výskyt praskavosti svarů [12]. Příznivé účinky bóru se projevují pouze u ocelí s nižším a středním obsahem uhlíku, cca do 0,6 % C [14].

2.2 Austenitické oceli využívané v energetice

Vzhledem k požadavkům na snížení emisí CO₂ existují dva způsoby, jakými lze s výrobou energií uspět. Jedním z nich je cesta „bez emisních“ elektráren, přičemž se zde vyskytuje problém s jejich kapacitou, flexibilitou, hospodárností a uznání širokou veřejností. Jako druhý způsob lze využít cestu fosilních paliv, kde lze zvýšit tepelnou účinnost při výrobě energie a následně zlepšit výkonové podmínky páry, jimiž jsou tlak a teplota. Zvýšením tlaku a teploty jsou pak požadovány vyšší nároky na použité materiály, u kterých je v první řadě vázán požadavek vysoké odolnosti vůči creepu za vyšších teplot. Je potřeba vzít v úvahu, že existuje spousta dalších požadavků kladených na materiály, jako například: vysoká pevnost při cyklické únavě, odolnost vůči tepelnému namáhání (výkyvy teplot) a také odolnost proti korozi aj. Obecně lze použít materiály typu feritických, martenzitických nebo austenitických ocelí. Austenitické oceli jsou běžně použity na místech, kde feritické a martenzitické oceli nesplňují pevnostní požadavky za zvýšených teplot, ale jsou doprovázeny nevýhodami, jako je nižší tepelná vodivost, vyšší tepelná roztažnost a především cena. Jsou použity pro přehřívačky a dohřívačky, polštářování feritických ocelí, součástí u větších tloušťek kotlů, parní potrubí a v neposlední řadě rotor parní turbíny [15-17].

Převážně oceli na bázi Cr-Ni se řadí mezi hlavního zástupce pro jadernou energetiku a mohou být dále označovány jako nízkouhlíkové oceli typu AISI 304L a 316L. I přes své široké využití v konstrukční oblasti jsou doprovázeny jistými nedostatky, jako je například nízká pevnost způsobená rozpouštěcím žíháním. Proto se následně aplikují vhodné technologické postupy obsahující mechanické a tepelné zpracování zajišťující zvýšení pevnosti nebo stabilizující pracovní interval za zvýšených teplot [18].

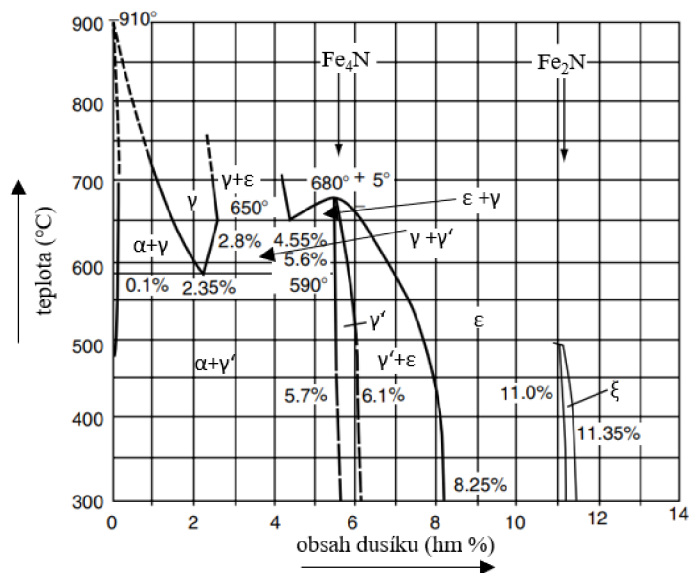
Po splnění pevnostních požadavků použitého materiálu je nezbytné se zaměřit na poslední proces ovlivňující spolehlivost a bezporuchovost částí parních turbín o velkých výkonech. Degradace materiálu korozními a korozně-erozními ději zvyšující výskyt poruch u rotorů, disků a také lopatek, je příčinou tvorby trhlin a následnými bezpečnostními riziky. Hlavními mechanismy, jež se podílí na životnosti parních turbín jsou: korozní únava, korozní praskání pod napětím, bodová koroze a erozní opotřebení. Nejvíce problematická část parního systému je v místech přechodu od páry mírně přehřáté k páře vlhké (s vlhkostí pod 20 %), tedy v místech na počátku kondenzace páry v tzv. Wilsonově linii. Zde dochází

ke korozní únavě a bodové (důlkové) korozi v důsledku proměnného zatížení způsobeného turbulentním prouděním při expanzi páry v kořenovém a periferním úseku příslušných turbínových stupňů. V přechodové oblasti jsou lopatky vystavovány působením kapalné fáze (ovlhčení a stékání) obsahující agresivní ionty a zároveň interakci s aerosoly vlhké páry obsahující kapičky vody, tuhé částice oxidů Fe a Si, menší částičky NaCl a NaOH, které jsou unášeny proudem páry. Tím je způsobeno ovlivnění procesu kondenzace (heterogenita), kde jsou následkem proměnlivé fyzikálně-chemické podmínky. Celkově jsou korozní procesy zapříčiněny působením chemických, elektrických a tepelných podmínek v místech interakcí kapek, paprsků kapaliny a tuhých mikročástic aktivovaných vysokými tlaky a teplotami v místech působení [19].

2.3 Nitridace

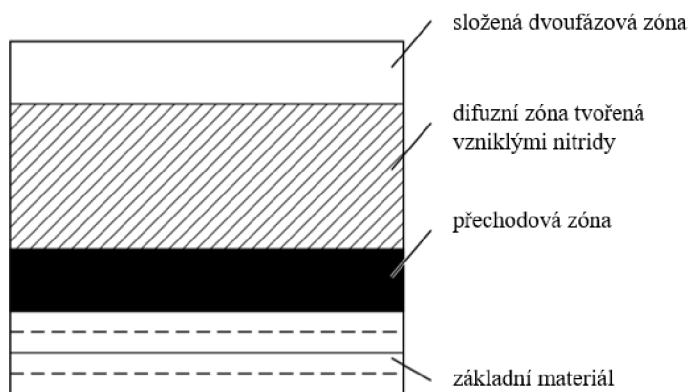
Cílem nitridace je pomocí příslušné atmosféry (N a H, plynný čpavek) vytvořit strukturu složenou z nitridů (či karbonitridů) Fe a legujících kovů, pomocí kterých je zajištěna zvýšená tvrdost povrchu, snížení koeficientu tření, zvýšení otěruvzdornosti a zlepšení únavových vlastností. Složení povrchové vrstvy se mění pomocí difúzních procesů obohacením o dusík, kde je výsledných mechanických vlastností dosaženo již bez následného tepelného zpracování [20]. Oproti kalení nebo cementaci proces nitridace nevyžaduje fázovou změnu z feritu na austenit, ani následně z austenitu na martenzit [21]. Ocel v závislosti na složení zůstává ve fázi feritu nebo cementitu [21]. Tedy molekulární struktura feritu BCC nemění svou konfiguraci ani nepřerůstá v mřížku austenitu FCC jako při nauhličování. Proto se objem zvětšuje jen nepatrně, ale i přesto je nezbytné u přesných dílů následné broušení [21]. Při nitridaci i karbonitridaci legovaných ocelí je třeba vzít v úvahu, že prvky dusík a uhlík jsou náchylné k tvorbě nitridů a karbonitridů s legujícími prvky, jako jsou Al, Cr a V [14]. Příkladem koncentrací dusíku, při kterých vznikají karbidy, může být binární diagram Fe-N, který je zobrazen na Obr. 2.2. Vlivem přítomnosti nitridů se po chemicko-tepelném zpracování neaplikuje kalení. Obecně nitridované vrstvy dosahují tloušťek od 0,1 mm do 0,6 mm, kde se nitridační časy pohybují v řádech desítek hodin v závislosti na tloušťce vrstvy [20]. Jako obecnou rovnicí nitridace lze považovat výraz pro rozklad amoniaku (či čpavku), viz vztah (2.1), pomocí kterého se uvolní dusík a vodík jako jednotlivé plyny. Jednotlivé plyny se budou alespoň na okamžik vyskytovat ve své

atomární formě, z níž se malý podíl atomů dusíku absorbuje a difunduje do povrchu oceli, kde se vytvoří nitridy s danými legujícími prvky oceli [14].



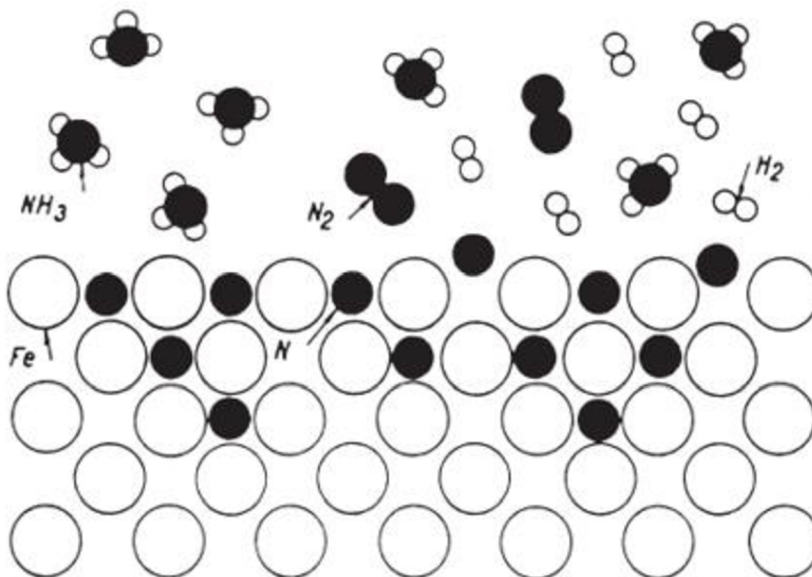
Obr. 2.2 Rovnovážný diagram Fe-N [20]

Z Obr. 2.2 je patrné, že lze dosáhnout fází typu γ (dusíkový austenit), α (dusíkový ferit), γ' neboli nitrid Fe_4N a ϵ (či nitrid Fe_{2-3}N). Fáze α je charakterizována jako měkká a vysoce houževnatá, a tedy je používána pro zvýšení únavové pevnosti. Nitrid Fe_4N je vysoce otěruvzdorný a tvrdý, nicméně i relativně houževnatý. Naopak nitrid Fe_2N se jeví jako křehčí s nízkým koeficientem tření a menší otěruvzdorností, ale oproti ostatním fázím je ním podporována korozní odolnost. Poslední možnou vyskytující se fází je brownit (eutektoid vznikající při 590 °C) vyznačující se křehkostí, a proto je jeho přítomnost v nitridačních ocelích nezbytné eliminovat [14]. Typická nitridační vrstva, zobrazená na schematickém obrázku, viz Obr. 2.3, je složena z několika částí: složená dvoufázová zóna (bíla vrstva), difúzní zóna tvořená vzniklými nitridy a přechodová zóna mezi základním materiálem a difúzní zónou [14, 21].



Obr. 2.3 Složení nitridační vrstvy [21]

Dusík se dostává do oceli nejen ve formě nitridů (případně karbonitridů u dalších zpracování), ale vzhledem k jeho malému atomárnímu průměru (0,142 nm) je také rozpouštěn v železe v intersticiálních polohách oktaedrických dutin kubické mřížky. Velikost těchto dutin se pohybuje maximálně do 0,038 nm v BCC železe α a v železe γ maximálně do 0,104 nm. Tento proces, u kterého menší atomy dusíku přechází mezi krystaly železa při zahřívání až do finální teploty, je nazýván jako intersticiální difúze. Schématické znázornění intersticiální difúze je zobrazeno na Obr. 2.4 [21].



Obr. 2.4 Schéma intersticiální difúze během procesu nitridace [21]

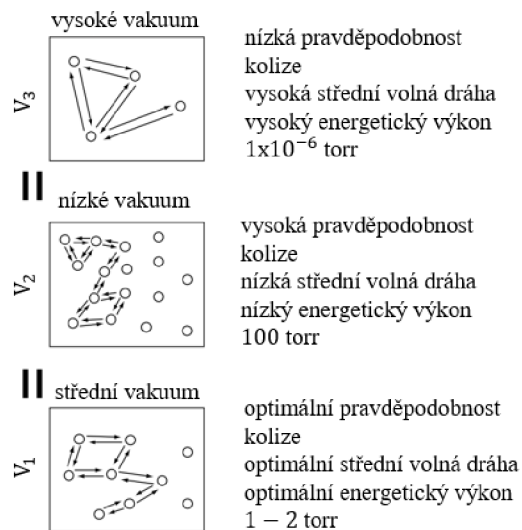
Atomární složky N a H jsou nestabilní, a proto se spojují s jinými podobnými atomy a společně s nimi tvoří molekuly. Jak bylo řečeno, k difuzi dochází jen tehdy, jsou-li prvky v atomárním stavu. Přestože se zvyšující teplotou je difuze dusíku rychlejší a vrstvy hlubší, tak je zavedena tzv. ekonomická teplota pohybující se mezi 500 °C až 550 °C. Při této teplotě jsou v rovnováze všechny aspekty, při kterých je dosaženo optimální hloubky vrstvy a zároveň není nepříznivě ovlivněna základní matrice [2, 21].

2.4 Plazmová nitridace

Plazmová technologie je v oblasti tepelného zpracování využívána již několik let. První zmínky o používání jsou potvrzeny v první polovině 30. let 20. století firmami Wehnelt a Berghaus se sídlem v Německu. Výzkum plazmové nitridace byl pro komerční účely vyvíjen od počátku 50. let 20. století, kde byla později zkoumána problematika přetrvávajícího obloukového výboje. S nepřetržitým obloukovým výbojem bylo spojováno riziko při nárazu oblouku na ostrý roh a následnému lokálnímu přehřátí materiálu, které mělo za následek děje jako spálení oceli v místě dotyku nebo lokální nárůst zrn [14].

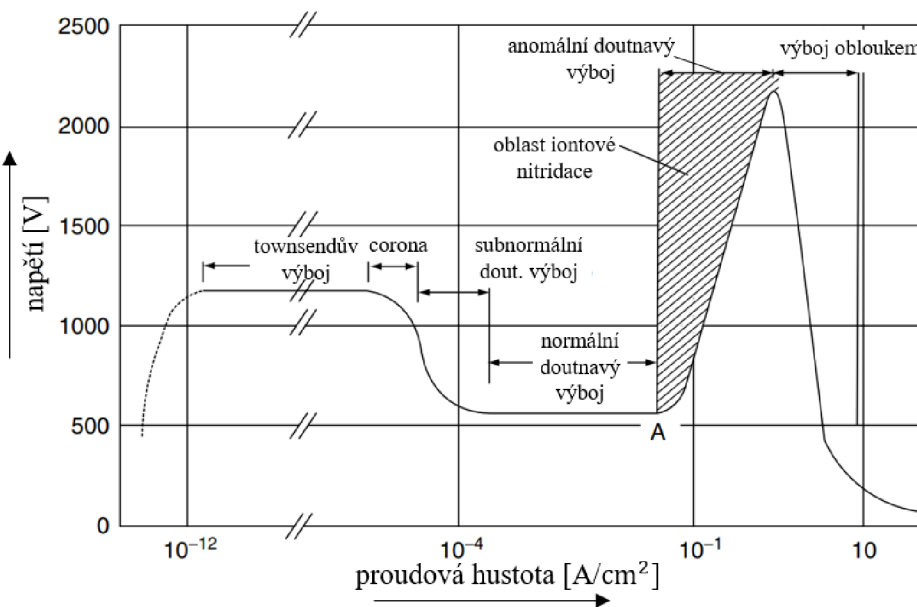
2.4.1 Generování plazmy

Základ vygenerování plazmatu se opírá o skutečnost, že i při atmosférické teplotě a tlaku se neustále pohybující molekuly plynu střetávají, a tím dochází k uvolnění energie formou vyzáření fotonu (světelné energie). Za přírodní důkaz lze považovat blesk nebo polární záři. Je-li fyzikální děj převeden do uzavřené plynotěsné nádoby se dvěma elektrodami, na které je přivedeno napětí, pak při atmosférickém tlaku dojde k excitaci, přičemž se uvolní velmi malé (zanedbatelné) množství energie vzhledem k vysoké pravděpodobnosti srážky mezi molekulami. To je zapříčiněno malou střední volnou dráhou molekul, viz Obr. 2.5 . Naopak snížením tlaku na úroveň vysokého vakua je pravděpodobnost srážky nízká a střední volná dráha molekul podstatně větší. Při optimálním tlaku (50 až 550 Pa) je pravděpodobnost výskytu plazmatu vysoká, a proto je tlak jedním z hlavních ovlivňujících veličin. Dalšími důležitými parametry jsou také složení plynu, teplota a povrch nitridovaného dílu [14].



Obr. 2.5 Pravděpodobnost srážky molekul při různých subatmosférických tlacích [14]

Princip plazmové nitridace (iontové nitridace, nitridace v anomálním doutnavém výboji) spočívá ve schopnosti přerušit kontinuální stejnosměrný proud ve specifických a proměnlivých časových intervalech. Délka proměnlivého časového intervalu se pohybuje od 3 ms do 2000 ms v závislosti na geometrii dílu. Dalším z několika (cca 13 parametrů, pro kapalně a plynně prostředí jsou parametry 3) ovlivňujících parametrů je napětí, které je pro plazmovou nitridaci dáno oblastí iontové nitridace na Pashenově křivce, viz Obr. 2.6. Poslední veličinou je tlak rovněž závislý na geometrii dílu [14].



Obr. 2.6 Paschenova křivka v závislosti napětí na proudové hustotě [14]

Z hlediska materiálů vhodných k nitridaci, se nejvíce nabízejí popouštěné martenzitické oceli využívané pro nástroje nebo vysoce legované nerezové oceli. Snadnější nitrifikace je zabezpečena vyšším podílem Cr v ocelích. V porovnání austenitických a martenzitických ocelí z hlediska krystalografických vlastností je lépe difundován atom dusíku do plošně centrované kubické mřížky se 14 atomy (austenit) oproti prostorově centrované tetragonální mřížce s 9 atomy (martenzit). I přesto je patrné, že austenitické oceli nemohou vykazovat tak vysokou tvrdost jako martenzitické oceli, poněvadž vzhledem k nízkému obsahu uhlíku se austenit netransformuje na martenzit. Oproti klasickým metodám nitridace v plynu nebo solných lázních se zpracování v doutnavém výboji liší převážně kratšími časy, nízkými náklady, nízkou spotřebou procesního plynu, opakovatelností procesu aj. [21]. Iontová nitridace u austenitických ocelí se provádí převážně při nízkých teplotách (cca 400 °C až 500 °C), aby bylo potlačeno snížení korozní odolnosti v důsledku tvorby nitridu chromu. Těmito podmínkami je podpořena tvorba ϵ fáze zabezpečující vyšší tvrdost a korozní odolnost [14, 22].

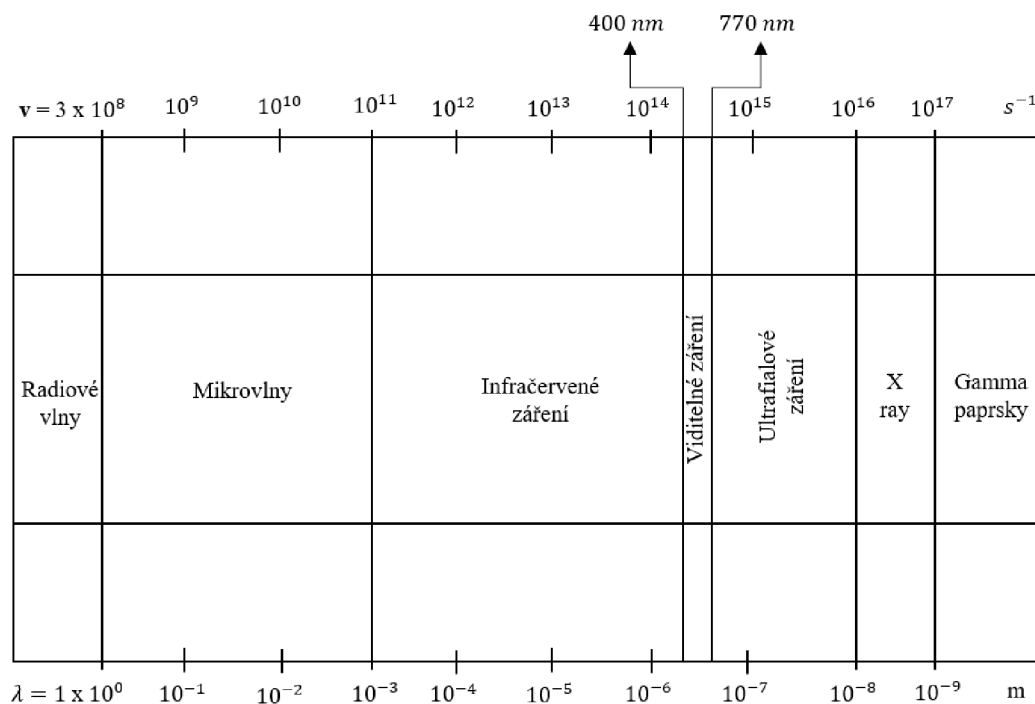
2.5 Speciální multivrstvy

Jak bylo uvedeno v předchozích kapitolách, nitridované vrstvy dosahují vysokých tvrdostí (800 HV až 1200 HV) a jejich tloušťka je závislá na výši ohřevu, době expozice a vlastnostech slitin. Obecně platí, že se zvyšující se teplotou nitridační vrstva roste, nicméně při teplotách 700 °C až 800 °C se tloušťka vrstvy s vysokým obsahem N snižuje a klesá její tvrdost vlivem koagulací částic nitridu. Hlavní nevýhodou čistě nitridovaných vrstev je výrazně dlouhá expozice, se kterou se spojují následky vyšší spotřeby energie. Dále se zde vyskytuje riziko růstu zrn a následná degradace mechanických vlastností vzorků. Zintenzivnění procesu nitridace může být podpořeno působením koncentrovaného zdroje energie způsobující redistribuci legujících prvků po aplikaci sycení dusíkem. Tento proces je zvláště uplatňován při laserovém ohřevu kovových slitin až k bodu tání, kde se složení povrchových vrstev kvalitativně nemění, ale mění se jejich rozložení, zejména nekovových složek [23].

Aplikace následného laserového zpracování se ukázala jako nejvhodnější způsob ke zvýšení účinnosti CHTZ, pomocí kterého lze řídit tvar, velikost a rovnoměrnost vrstvy s vysoce disperzní, prostorově orientovanou strukturou se zvýšenou hustotou dislokací. Jako hlavní parametry laserového svazku jsou považovány jeho vlnová délka, velikost svazku, výkon, doba trvání a frekvence. Naopak pro zpracovávaný materiál se bere v úvahu převážně jeho absorpční schopnost použitého záření dle vlnové délky. V neposlední řadě je proces ovlivňován i teplotou tání, hustotou, tepelnou difuzivitou, tepelnou vodivostí, tepelnou kapacitou a počáteční teplotou [23].

2.5.1 Podstata laserových technologií

LASER (Light Amplification by Stimulated Emission of Radiation) neboli světlem zesílená stimulovaná emise záření je technologie, pomocí které je umožněno vytvořit svazek koherentního monochromatického záření o vlnových délkách v oblasti od infračerveného záření do vlnových délek ultrafialového záření elektromagnetického spektra, viz Obr. 2.7 [24, 25].



Obr. 2.7 Vyobrazení úplného elektromagnetického spektra: λ – vlnová délka [m], ν – frekvence [s^{-1}] [25]

První zmínky o použití laserů se objevily v počátku 60. let ve Spojených státech, kde výzkumníky z US Steel bylo použito rubínového laseru ke kalení oceli [26]. Od té doby se využití laserů rapidně rozšířilo od přesného měření přes zpracování materiálů až po medicínu, vojenství či telekomunikaci [27, 28]. V závislosti na požadované vlnové délce potřebné pro konkrétní aplikaci se používá pevné, kapalné a plynné aktivní prostředí. Značná rozmanitost typů laserů je odůvodněna jejich specifickými vlastnostmi lišícími se od ostatních, a tedy omezením pro použití v jiných aplikacích [28, 29].

V každém laseru se daný typ energie (světlo, chemická energie, elektrická energie apod.) transformuje na světelné záření [30]. Lasery jsou složeny ze tří hlavních součástí a to ze zesilovacího média (rezonátor), ze zdrojů pro buzení zesilovacího média do zesilovacího stavu a z optického systému (zrcadla). Neméně důležité jsou také ochlazovací prvky zrcadel, vedení paprsku a manipulace s terčem. Klíčovým prvkem při výrobě použitelného laseru je zesílení světla dosažené stimulovanou emisí zapříčiněnou dopadajícími fotony o vysoké energii. Z kvantově-mechanického principu vyplývá, že po dodání vnější energie do atomu, který se nachází v základním stavu (E_1) na své energetické hladině, je po absorbování vnější energie atom excitován do vyšší energetické hladiny (E_2), ze které se samovolně vrací zpět a v průběhu je jím vyzářena energie ve formě fotonu o frekvenci ν . To lze zapsat následujícím vztahem [29]:

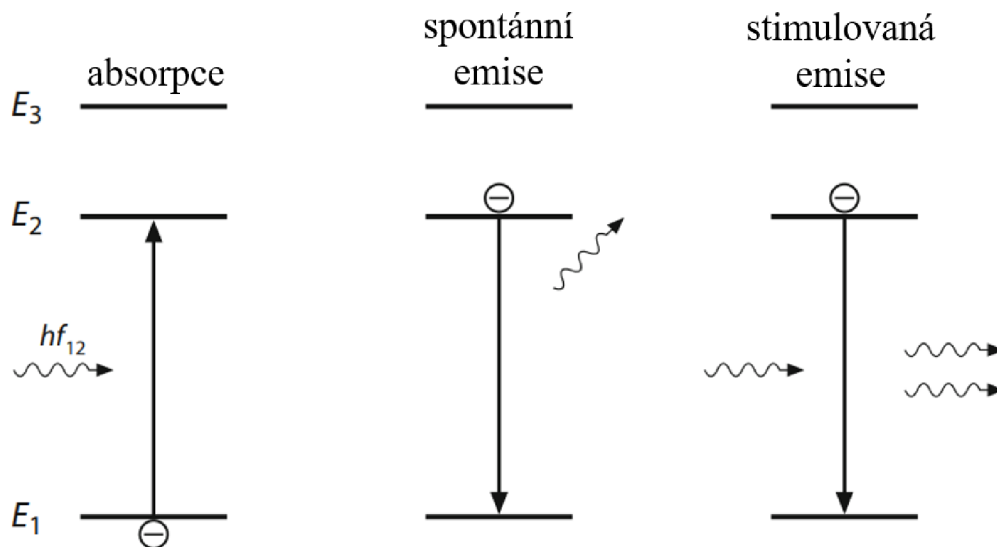
$$\nu = \frac{(E_2 - E_1)}{h} \quad (2.1)$$

kde značí:

- $E_{1,2}$ - energetické stavy [J]
- h - Planckovu konstantu [J·s]
- ν - frekvenci fotonu [Hz]

Tento fenomén je znám jako spontánní emise a je-li využito spontánně emitovaného fotonu pro excitování jiného atomu, který je deexcitován na nižší energetickou hladinu, pak se jedná o stimulovanou emisi. V důsledku koherentnosti stimulované emise se stimulujícím zářením je vlnová, délka, fáze a polarizace nově vyzářeného fotonu totožná. Rovněž se může naskytnout situace, kdy foton interagující s neexcitovaným atomem

je absorbován a excitován do vyššího energetického stavu. To je pak nazváno jako populační inverze. Názorný příklad obou emisí je ukázán na Obr. 2.8 [29, 31].

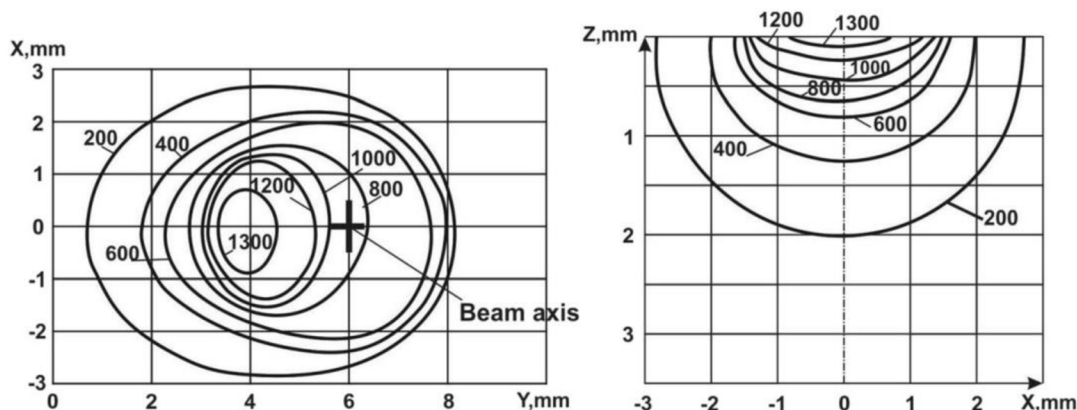


Obr. 2.8 Absorpce (vlevo): dopadající foton excitující elektron z nižšího energetického stavu E_1 do stavu E_2 ; Spontánní emise (uprostřed): elektron z vyššího energetického stavu spadne zpět do nižšího en. stavu; Stimulovaná emise (vpravo): přicházející foton interaguje s excitovaným elektronem a iniciuje přechod do nižšího en. stavu, přičemž vznikne druhý foton se stejnými vlastnostmi [31]

Pro vytvoření aktivního média je potřebný externí zdroj energie, kde aktivním materiálem je uchována energie vnějšího zdroje ve formě tzv. elektrické nebo vibrační excitace (molekul, atomů nebo iontů) pohlcující či vyzařující světlo. Důsledkem stimulovaných nebo vynucených emisí je z aktivního materiálu energie ve formě světelného záření odebrána do rezonátoru. Laserový rezonátor je charakteristicky tvořen dvěma paralelními zrcadly, pomocí kterých je přes polopropustné zrcadlo vyzařována energie do prostoru. Záření je typické svojí nízkou divergencí a vysokou koherencí a jeho vlnová délka se pohybuje od 1064 nm (pro YAG:Nd³⁺) až do 2940 nm (pro YAG:Er³⁺) [30].

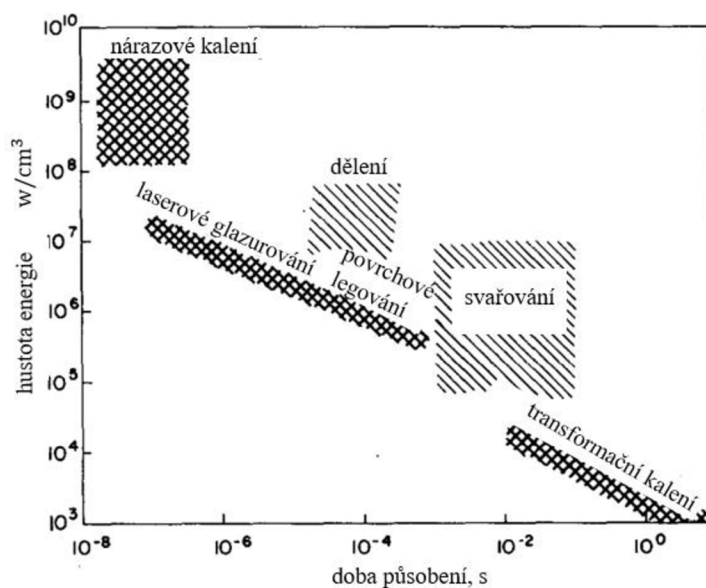
Vlivem velmi přesného zaostření paprsku na malé oblasti o průměrech cca 2×10^{-4} cm až 10^{-3} cm v závislosti na použitém laseru lze dosáhnout vysokých výkonů, či energií o velikostech až 10^9 W·cm⁻². S proměnlivými rychlostmi fokusovaného svazku po předem nadefinovaných drahách je vlivem interakce s povrchem způsoben vznik tepelného toku na povrchu součásti, charakterizován rozložením laserového paprsku a jeho intenzitou. Příklad teplotního pole ve směru XY a ZX jako výsledek kombinací použitých parametrů

je zřejmý ze schematického obrázku Obr. 2.9. Obecně lze usoudit, že při zvýšení rychlosti zpracování je dosaženo snížení šířky a hloubky tepelně ovlivněné zóny [23].



Obr. 2.9 Rozložení teploty: na povrchu - vpravo; v hloubce - vpravo (ve směru pohybu laseru) [23]

Na Obr. 2.10 je zobrazena škála využití laserových technologií, přičemž pro tuto práci bylo využito oblasti pro legování povrchu [24].



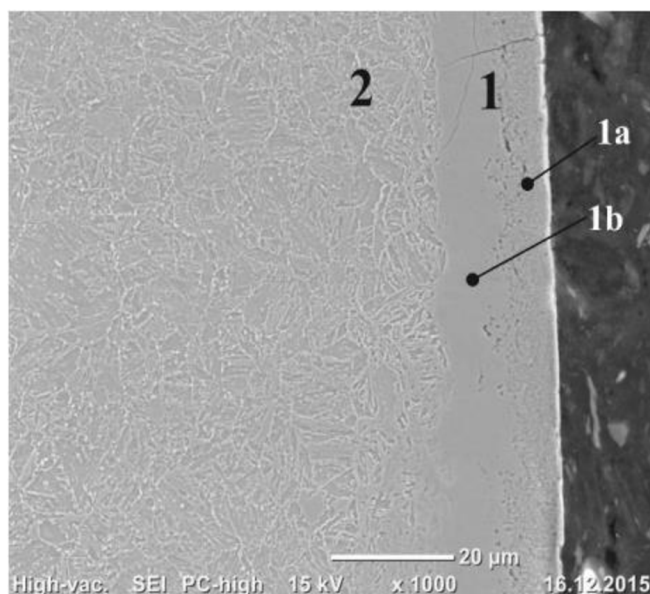
Obr. 2.10 Provozní režimy pro laserovou modifikaci povrchu, dělení a svařování [24]

Při využití výše zmíněného tepelného zpracování v kombinaci s plazmovou nitridací lze namísto ϵ -fáze převládající v čistě nitridované vrstvě dosáhnout po ošetření vrstvy γ -fáze. Dále se zde jeví náklonost rozšiřování interferenčních čar α -fáze. Těmito změnami je docíleno snížení počtu křehkých a porézních ϵ -fází, zvýšení koncentrace N v α -fázi

a výrazné urychlení difúzních procesů v porovnání s tradičními metodami (při použití laserového ovlivnění před CHTZ) [23].

2.5.2 Rešerše v oblasti laserové modifikace nitridovaného povrchu austenitické oceli

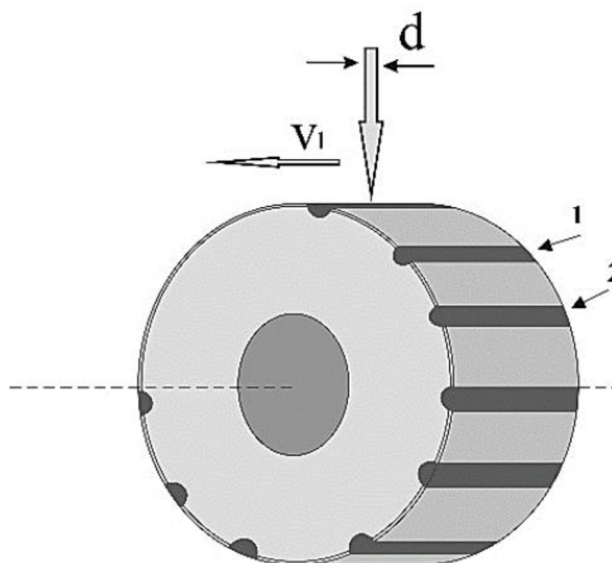
Původně se plazmové nitridačních procesy prováděly na konstrukčních ocelích, ale jejich využitelnost se rozšířila i k materiálům typu: vysoce chromové oceli, titanové slitiny a austenitické oceli. Vzhledem k jejich významnému sklonu k pasivaci je potlačována adsorpce dusíku a jeho difuze do materiálu. Plazmová nitridace je spojena s výhodou aktivace obtížně nitridovatelných slitin obsahujících značné množství Cr nebo Ti, umožňujících chemisorpci aktivních forem dusíku na povrchu. Vzniklými nitridy na povrchu je povrch zpevněn vlivem tlakových napětí v povrchové vrstvě. V porovnání s nitridací v plynném médiu je nitridace plazmatem opět zvýhodněna z důvodu tvorby porézní vrstvy složené z fází $\epsilon + \gamma'$, viz Obr. 2.11. Vrstva je složena z porézní fáze ϵ a z kompaktní již zmíněné oblasti $\epsilon + \gamma'$. U běžných uhlíkových ocelí se tvrdost vzniklých nitridů železa přibližuje k hodnotě 900 HV. Oproti tomu z pohledu nerezových ocelí obohacených o nitridy chromu je jejich tvrdost zvýšena až na hodnoty cca 1150 HV [32, 33].



Obr. 2.11 Příklad mikrostruktury oceli 42CrMo4 1 - povrchová zóna, 2 - difúzní zóna, 1a – nitridy ϵ , 1b - kompaktní oblast [32]

Vrstva složená ze smíšených fází $\text{Fe}_{2-3\text{N}}$ (ϵ) a $\text{Fe}_{4\text{N}}$ (γ') se z pohledu tribologických vlastností jeví jako nežádoucí vlivem nízké rázové houževnatosti vzhledem k vysokým vnitřním napětím. Proto je efektivní využití nitridovaných vrstev omezeno právě svými tloušťkami a křehkostí pro konstrukční aplikace. I přes tyto restriktce se v posledních desetiletích rozvinulo pro oblast povrchového inženýrství laserové zpracování, které se vyznačuje vysokou mírou tvorby tepla a rychlosti zpracování [34].

Pomocí laserového povrchového inženýrství LSE (Laser Surface Engineering) včetně laserového kalení povrchu LSH (Laser Surface Hardening) a laserového tavení povrchu LSM (Laser Surface Melting) lze účinně získat modifikovaný povrch požadované tloušťky od cca 0,6 mm do 1 mm. Schematický příklad laserové modifikace LSM je ukázán na Obr. 2.12. Laserem pozměněná vrstva vykazuje vyšší tvrdost a obsahuje zjemněnou mikrostrukturu vykazující mimořádnou odolnost proti opotřebení a korozi [35].



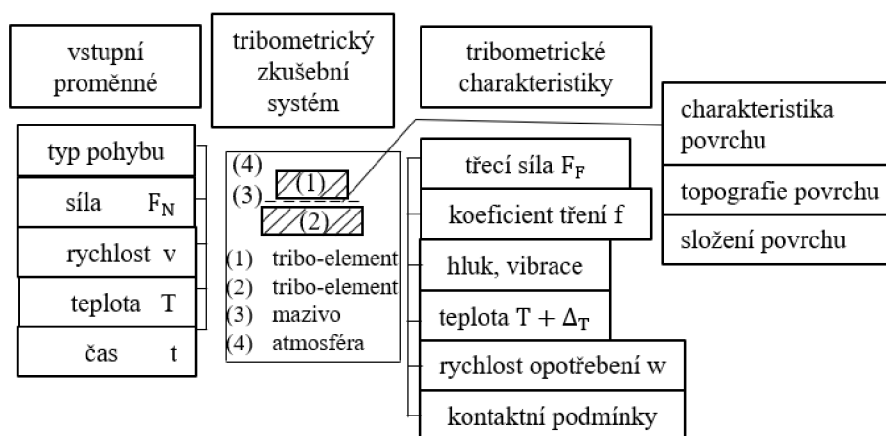
Obr. 2.12 Příklad metody výroby jednotlivých drah laserem: v_1 – rychlost posuvu, d – průměr paprsku, 1 dráha č. 1, 2 – dráha č. 2 [33]

Dalším ze způsobů modifikace povrchu je použití LHT (Laser Heat Treatment) neboli laserového tepelného zpracování. Při tomto procesu je materiál buď přetaven nebo může být nastaven tak, aby k přetavení nedošlo. Cílem tohoto tepelného zpracování je zajištění vyšší odolnosti proti opotřebení. Aby došlo k optimálním vlastnostem tenké vrstvy, musí být proces opatřen proti nežádoucím vnějším vlivům. Jedním výrazně ovlivňujícím parametrem je ochrana proti nekontrolované oxidaci, kde bez ochranného plynu se téměř jistě vytvoří na povrchu oxidy [32].

2.6 Tribologické vlastnosti

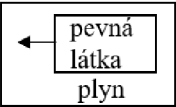
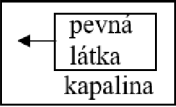
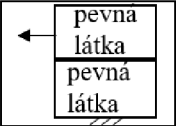
Přestože jsou procesy tření, opotřebení a mazání a nedílnou součástí našeho života, až s rozvojem analýz konstrukcí strojů (kinematických a pevnostních) se v druhé polovině 20. století definovala oblast vědy pojmenovaná Tribologie, odvozena od řeckého slova tribos (tření) [36–38]. Podstata tohoto oboru je založena na vzájemném působení dotýkajících se povrchů, jež jsou vůči sobě v relativním pohybu. Uplatnění tohoto oboru nachází své místo nejen ve strojírenství, zdravotnictví nebo energetice, ale lze jej uplatnit i v bezpečnostních prvcích jako jsou například brzdné mechanismy či třecí převody [36, 39].

Obvykle se používají dva pevné materiály spolu s třetí látkou, kterou může být buď okolní atmosféra nebo materiál přidáný ve formě maziva. Taková soustava je definována jako zkušební systém, který je jedním z mnoha parametrů ovlivňujících průběh měření, viz Obr. 2.13 [40].



Obr. 2.13 Parametry a charakteristiky tribologické zkoušky [40]

Velká řada procesů se odvíjí dle pohybu a dynamického chování pevných látek, kapalin a plynů. Mezi tyto procesy mohou být zařazeny: vzájemný pohyb součástí strojů, elektronika či optika aj. Celá tato skupina je spojena základním pilířem současné vědy a techniky, kterým je tzv. odpor proti pohybu neboli tření. V důsledku tření se část energie v systému přemění v teplo, což se následně se projeví ztrátou energie a úbytkem materiálu. Proto je nejčastěji s procesem tření spojováno tzv. opotřebení a rychlost opotřebení materiálu. Základní typy vzájemných pohybů a k nim přiřazené technické údaje s druhy tření jsou zobrazeny na Obr. 2.14 [40].

typ povrchů	příklady systémů	odpor vůči pohybu	mechanismus poškození
	vzduchové ložisko letadlo turbínový rotor	plynné tření	fluidní eroze
	hydraulické pohony lodě potrubí	viskózní tření	kavitační eroze
	kluzná ložiska kolo na cestě brzdy	suché tření	opotřebení

Obr. 2.14 Vzájemný pohyb různých povrchů a související charakteristiky [40]

2.6.1 Opotřebení a rychlost opotřebení

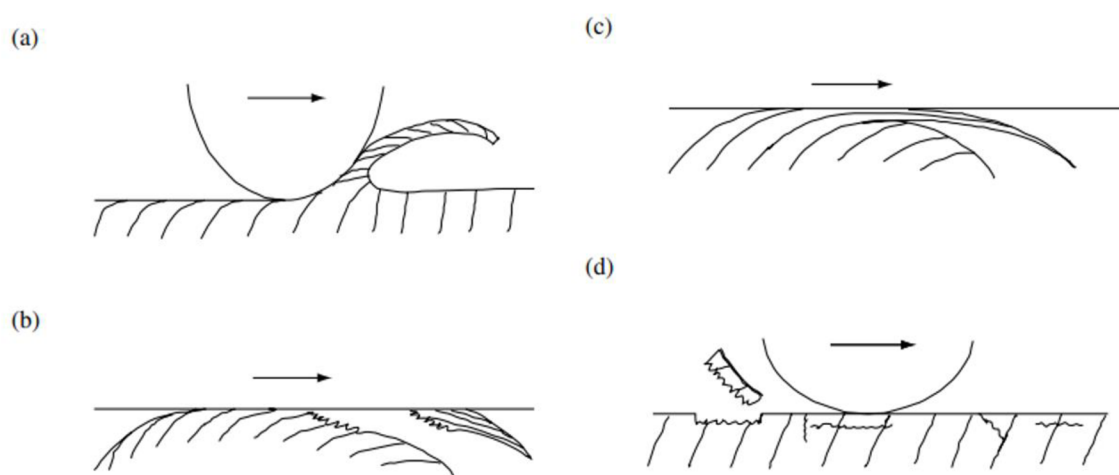
Opotřebení není definováno jako vlastnost materiálu, neboť se jeví jako reakce systému, a proto je nezbytné jej tak vnímat [41, 42]. Rychlost opotřebení materiálu se nejčastěji pohybuje v rozmezí od $10^{-3} \text{ mm}^3 \cdot \text{N}^{-1} \cdot \text{m}^{-1}$ do $10^{-10} \text{ mm}^3 \cdot \text{N}^{-1} \cdot \text{m}^{-1}$ v závislosti na kontaktních podmínkách, tedy na kontaktním tlaku, kluzné rychlosti, tvaru kontaktu, tuhosti odpružení, prostředí a typu maziva [43]. Rychlost opotřebení je také rozdělena do dvou etap, kde počáteční fáze je nazvána jako „záběh“, při kterém dochází k opotřebení povrchových asperitů (výstupků). Záběhem je způsobena lepší shodnost vzájemně intereagujících povrchů, přičemž dochází k jejich tzv. vyhlazení. V počáteční fázi je opotřebení způsobeno mikrotrhlinami v povrchových zrnech a později je zapříčiněno tribochemickou reakcí. V druhé fázi je opotřebení stabilní a s časem se jeho charakter příliš nemění [44–46].

V praxi a literatuře se často vyskytují pojmy jako valivé opotřebení, kluzné opotřebení, třepení, rázové opotřebení aj. Touto interpretací jsou sice vystiženy typy pohybů, mající za následek opotřebení, ale nejsou zde zahrnuty mechanismy opotřebení. Ke stručnému popisu opotřebení je vhodné použít rozdělení do tří skupin: mechanické opotřebení, chemické opotřebení a tepelné opotřebení [47].

Mechanickým opotřebením jsou myšleny procesy deformace a lomu, přičemž deformační proces je přidělen především materiálům tvárným a proces lomu se vyskytuje převážně u materiálů křehkého charakteru. Chemickým opotřebením je popsán rychlostní nárůst vrstvy vytvořené chemickou reakcí. Rychlost nárůstu vrstvy je k tomu urychlována třením, a proto se chemické opotřebení nazývá také jako tribochemické opotřebení. Tepelné opotřebení se popisuje především lokálním tavením povrchu v důsledku třecího ohřevu. K tepelnému opotřebení může být přiřazeno i opotřebení difúzní, protože se vyskytuje při vyšších teplotách. Dále se pod tepelné opotřebení řadí opotřebení křehkých materiálů, způsobené tepelnými rázy [48–52].

Těmito popisy jsou sice stručně popsány druhy opotřebení, ale jejich rozsahem není pokryta problematika zavedení modelů opotřebení a jeho rychlost [47].

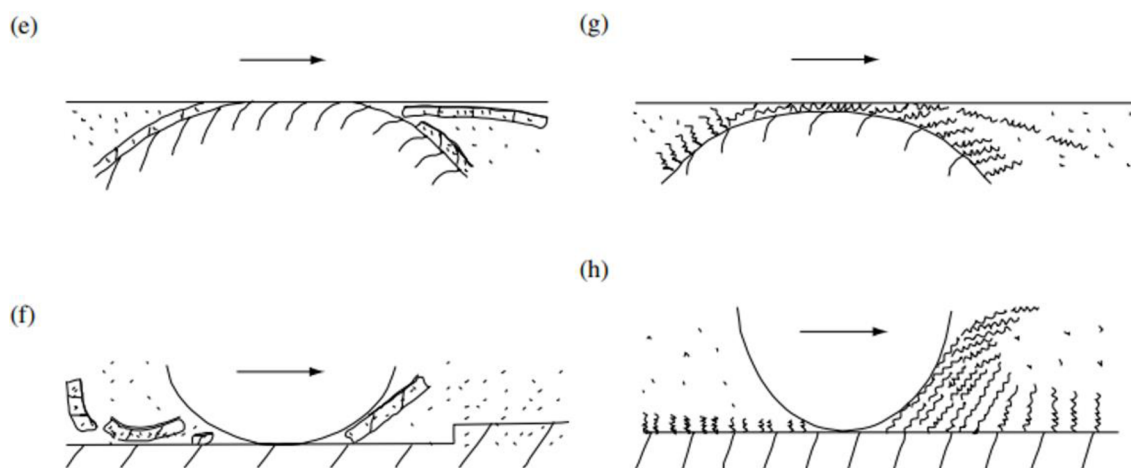
Mechanické opotřebení lze popsat pomocí bližších modelů, mezi které patří: abrazivní, adhezní, tekoucí a únavové opotřebení. Schematicky jsou tyto modely poškození materiálu zobrazeny na Obr. 2.15.



Obr. 2.15 Schematické znázornění typů mechanického opotřebení: (a) – adheze, (b) abraze, (c) kapalinné, (d) únavové [47]

Vzniknou-li tenké vrstvy pomocí tribochemické reakce, lze následně mluvit o korozi. Příkladem takového opotřebení v tribosystému je tvrdý film oxidů železa na oceli a měkký film silikagelu na Si_3N_4 v H_2O nebo reakční film dialkyl-dithiofosfátu zinku v oleji. Po dosažení kritické tloušťky se sám odloučí křehký oxid železa. Následujícím obrázkem, viz Obr. 2.16, jsou shrnuty základní typy korozního opotřebení [47].

Proces opotřebení tavením je získán pomocí pozorování opotřebovaných kulovitých částic s jedinečnou morfologií povrchu nebo pozorováním opotřebovaného povrchu částečně pokrytého kapkami případně filmem na pozorovaném hladkém povrchu. Přestože se tento proces nepovažuje za dominantní, je provázán s difúzním opotřebováním, jehož vliv na chemické složení a následnou korozi je považován za významný [47].



Obr. 2.16 Schématické znázornění typů korozního opotřebení: (e) korozní opotřebení smykovým lomem tvárných materiálů, (f) korozní opotřebení delaminací křehké vrstvy, (g) korozní opotřebení nahromaděným plastickým smykovým tokem měkké vrstvy, (h) korozní opotřebení drolením měkké vrstvy [47]

Částečková, kapalinová, kavitační a jiskřivá koroze se řadí mezi běžné typy erozního opotřebení, které jsou způsobeny dopadem pevných částic, kapek kapaliny, bublin nebo elektrických jisker [43, 53]. S velkou pravděpodobností se předchozí modely opotřebení, uvedené na Obr. 2.15 a Obr. 2.16, podílí v různých kombinacích na erozním opotřebení [47].

V případě částicové eroze, například nárazem tvrdých částic nepravidelného tvaru nebo obroušením povrchu vysokou rychlostí, se každá částice chová jako brusivo s krátkou dobou trvání a způsobuje částečné abrazivní opotřebení na dopadajícím povrchu. Po odražení od dopadajícího povrchu částice přilne k vrchnímu povrchu materiálu a je následně odnesena mechanismem adhezního opotřebení. V závislosti na rychlosti nárazu může dojít k částečnému natavení povrchu. Sérií nárazů nepřetržitým prouděním jemných částic ve stejné oblasti povrchu vytváří únavové opotřebení vznikem trhlin v podpovrchové vrstvě. Z tohoto důvodu není eroze zahrnuta do klasifikace způsobů nebo typů opotřebení. [47]

Obecně jsou zkoušky opotřebení rozděleny do několika podskupin dle normy ASTM a realizují se za účelem zjištění úbytku hmoty v jednotkách [mm³]. Odebraný objem je přímo úměrný kluzné vzdálenosti d , působící normálové síle F_N a nepřímo úměrný mezi kluzu. Obecná rovnice opotřebení je definována vztahem (2.2). Tribologické vlastnosti se dají například popsat pomocí zkoušky definované normou ASTM G99, tedy metoda Pin (Ball)-on-Disc [54].

$$V = K \cdot \frac{F_N}{R_e} \cdot d_k \quad (2.2)$$

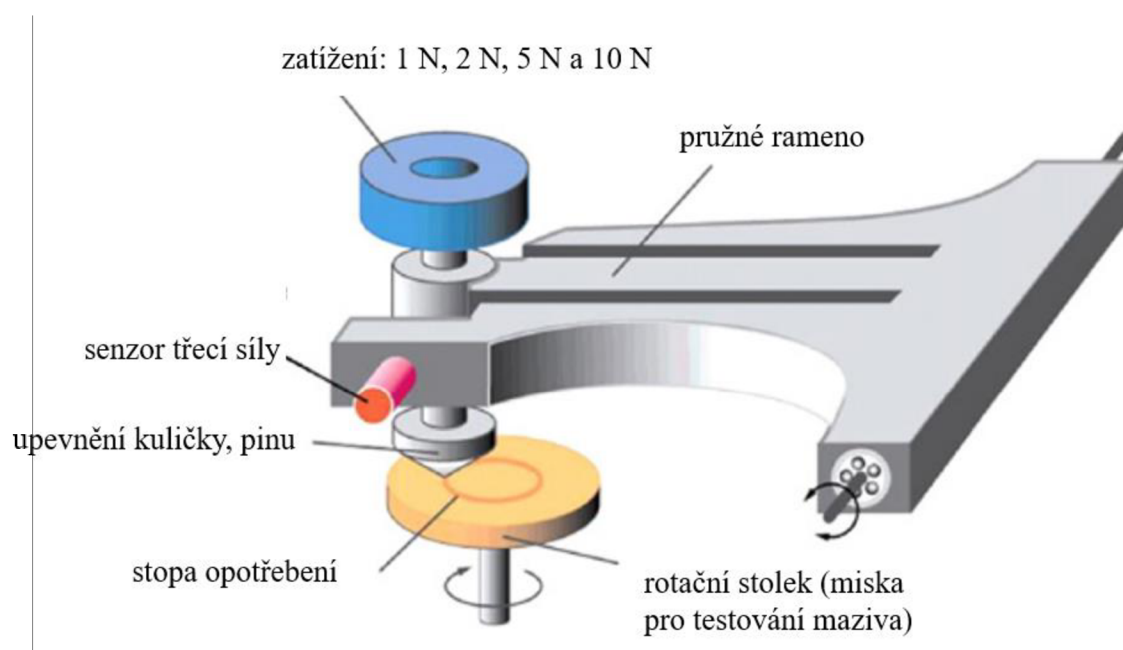
kde značí:	V	-	odebraný objem [mm ³]
	K	-	koeficient opotřebení [-]
	F_N	-	normálovou sílu [N]
	d_k	-	kluznou vzdálenost [mm]
	R_e	-	mez kluzu [MPa]

2.7 Pin-on-Disc

Mezi nejpoužívanější zkoušky odolnosti povrchů proti opotřebení a vlivu případných maziv patří metoda Pin-on-Disc (nebo Ball-on-Disc, či Pin-on-Plate) [55, 56]. Princip metody spočívá ve vtlačování pevně uchyceného tělíska (pin nebo kulička) předem definovanou normálovou silou na povrch zkoumaného vzorku, který je umístěn na rotační podložce [55]. Softwarem je zaznamenávána třecí síla závislá na čase (případně počtu otáček), přičemž jako výstup je stanoven koeficient tření přepočítaný z poměru normálové a třecí síly. Skutečná velikost opotřebení vzorku se stanovuje pomocí profilometru, kterým

je vyhodnocen objem odebraného materiálu, nebo lze objem odebráno materiálu vyhodnotit pomocí změny hmotnosti zkoumaného vzorku [56].

Opotřebení kuličky je rovněž vyhodnocováno pomocí úbytku objemu anebo dle normy ČSN EN 1071-13. Tribologická zkouška je dále ovlivněna zejména okolními parametry jako je teplota, vlhkost nebo mazací médium [55–57]. Schematické znázornění zkušebního procesu Pin-on-Disc je ukázáno na Obr. 2.17 [55, 56].



Obr. 2.17 Princip metody Pin-on-Disc [56]

Významným benefitem metody Pin-on-Disc oproti konkurenčním metodám (indentační zkoušky nebo scratch test) je poskytnutí životnostního měřítka konkrétní vrstvy, povlaku a substrátu [56].

3. Experimentální část

V experimentální části je nejprve posuzován vliv mikropulsní plazmové nitridace na mechanické a tribologické vlastnosti u precipitačně vytvrditelné oceli X5CrNiCuNb16-4. Následně je zkoumán i vliv tepelné modifikace iontově nitridovaného povrchu laserem za vzniku speciální multivrstvy. Cílem je posoudit rozdíly v mechanických, tribologických vlastnostech. Na základě zjištěných výsledků bude možné stanovit využitelnost speciální multivrstvy na náběžných hranách lopatek v nízkotlaké části turbín. Na základě hlavního cíle byla experimentální část práce rozdělena do následujících dílčích oblastí.

- 1) Stanovení mechanických a tribologických vlastností oceli X5CrNiCuNb16-4 v dodaném stavu
- 2) Nalezení vhodných procesních parametrů mikropulsní plazmové nitridace a následná optimalizace těchto parametrů se zřetelem na modifikaci povrchu pomocí zpracování pevnolátkovým vláknovým laserem.
- 3) Stanovení mechanických a tribologických vlastností oceli X5CrNiCuNb16-4 po mikropulsní plazmové nitridaci povrchu.
- 4) Návrh a optimalizace procesních parametrů laseru pro povrchové zpracování nitridované vrstvy, s ohledem na vytvoření vhodné multivrstvy.
- 5) Stanovení mechanických a tribologických vlastností oceli X5CrNiCuNb16-4 po mikropulsní plazmové nitridaci a laserovém zpracování.

3.1 Ocel X5CrNiCuNb16-4

Ocel X5CrNiCuNb16-4 se řadí mezi precipitačně vytvrditelné austenitické duplexní korozivzdorné oceli využívané v chemickém nebo energetickém průmyslu. Její dobré mechanické vlastnosti jsou zajištěny rozložením jemných intermetalických fází nebo legujícími prvky (Nb, Cu) ve struktuře. Možná nevýhoda těchto ocelí se naskytne v situaci, když je vytvořena fáze α' v důsledku spinodálního rozkladu. To je způsobeno při dlouhodobém stárnutí u teplot nižších než 450 °C, kdy dojde k rozkladu martenzitu na fázi α bohatou na Fe a fázi α' bohatou na Cr. Chemické složení udávané výrobcem je zobrazeno v Tab. 3.1. Skutečné chemické složení vzorků určených pro experimentální část bylo naměřeno pomocí jiskrového spektrometru (Q4 Tasman), kde bylo použito měření na třech místech povrchu a

hodnoty byly zprůměrovány, viz Tab. 3.2. V následující Tab. 3.3 a Tab. 3.4 jsou pak uvedeny fyzikální a mechanické vlastnosti oceli dle normy EN 10088.

Tab. 3.1 Chemické složení oceli X5CrNiCuNb16-4 udávané firmou kipp

Ocel X5CrNiCuNb16-4 (1.4542)									
C [%]	Cr [%]	Mn [%]	Mo [%]	Ni [%]	P [%]	S [%]	Si [%]	Cu [%]	Nb [%]
max. 0,07	15,0- 17,0	max. 1,5	max. 0,6	3,0- 5,0	max. 0,04	max. 0,015	max. 0,7	3,0- 5,0	5×C – max.0,45

Tab. 3.2 Skutečné chemického složení naměřené pomocí jiskrového spektrometru Q4 TASMAN SERIES 2 u zkušebních vzorků pro ocel X5CrNiCuNb16-4

Ocel X5CrNiCuNb16-4									
C [%]	Cr [%]	Mn [%]	Mo [%]	Ni [%]	P [%]	S [%]	Si [%]	Cu [%]	Nb [%]
0,036	14,870	0,501	0,138	5,731	0,022	0,001	0,188	3,076	0,222

Tab. 3.3 Fyzikální vlastnosti oceli X5CrNiCuNb16-4 udávané normou EN 10088

Veličina	Hodnota
Hustota ρ [$\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$]	7800
Tepelná vodivost λ [$\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$]	16
Součinitel teplotní objemové roztažnosti α [K^{-1}]	$10,9\cdot 10^{-6}$
Tepelná kapacita c [$\text{J}\cdot\text{kg}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$]	500

Tab. 3.4 Mechanické vlastnosti oceli X5CrNiCuNb16-4 udávané normou EN 10088 pro dodací stav H1075

Veličina	Hodnota
Pevnost v tahu R_m [MPa]	> 1000
Mez kluzu $R_{p0,2}$ [MPa]	> 860
Tažnost A [%]	> 13
Kontrakce Z [%]	> 45
Tvrдость HB	311
Tvrдость HRC	32

Tab. 3.4 Mechanické vlastnosti oceli X5CrNiCuNb16-4 udávané normou EN 10088 pro dodací stav H1075

Veličina	Hodnota
Odolnost proti nárazu KV (21 °C) [J]	27

3.2 Mikropulsní a plazmová nitridace

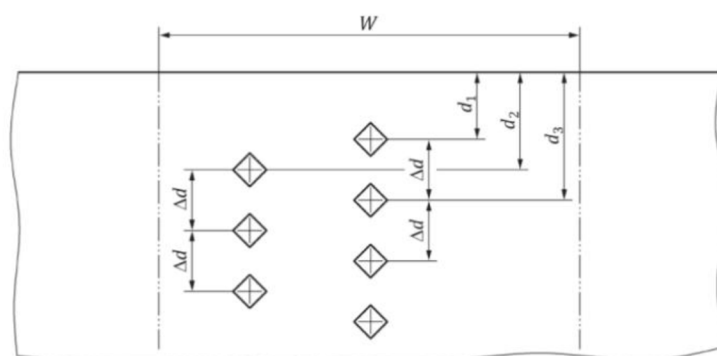
Proces chemicko-tepelného zpracování byl proveden v nitridační peci PlaTeG-PP120 ve firmě Jimalu s.r.o. U oceli X5CrNiCuNb-16-4 je umožněno zhotovit dva druhy nitridované vrstvy. Tmavá vrstva tzv. „Dark layer“ je typická svou vysokou tvrdostí a tloušťkou a je tvořena především nitridy chromu, zatímco bílá vrstva tzv. „White layer“ je charakterizována nižší tloušťkou a hodnotou tvrdosti. Bílá vrstva je složena převážně z přesyceného tuhého roztoku dusíku N v austenitu (S fázi). Z pohledu tribologických vlastností je vhodnější tmavá vrstva, ale otázkou je její využitelnost při tvorbě multivrstev. Proto bylo rozhodnuto provést experimenty s oběma typy vrstev. Byla provedena řada zkušebních parametrů mikropulsní plazmové nitridace, z nichž vzešly finální parametry uvedené v Tab. 3.5. Vždy se jedná o kombinaci použité teploty, délky procesu, vzájemného poměru plynů využitelných při plazmové nitridaci a jejich průtoků a definovaných parametrů mikropulsů. První dva procesy byly optimalizovány pro tmavou vrstvu a byly realizovány při vyšší teplotě, kratších dobách nitridace, při rozdílném průtoku plynů. Třetí proces byl optimalizován pro vznik bílé vrstvy.

Tab. 3.5 Různé varianty nastavení parametrů nitridačního Procesu

Způsob zpracování	Teplota [°C]	Čas [hod]	Poměr průtoku plynů H ₂ /N ₂ /NH ₃ [l.min ⁻¹]
Tmavá vrstva – Proces 1	520	16	24/8/0
Tmavá vrstva – Proces 2	520	12	8/24/0
Bílá vrstva – Proces 3	420	20	8/24/0,5

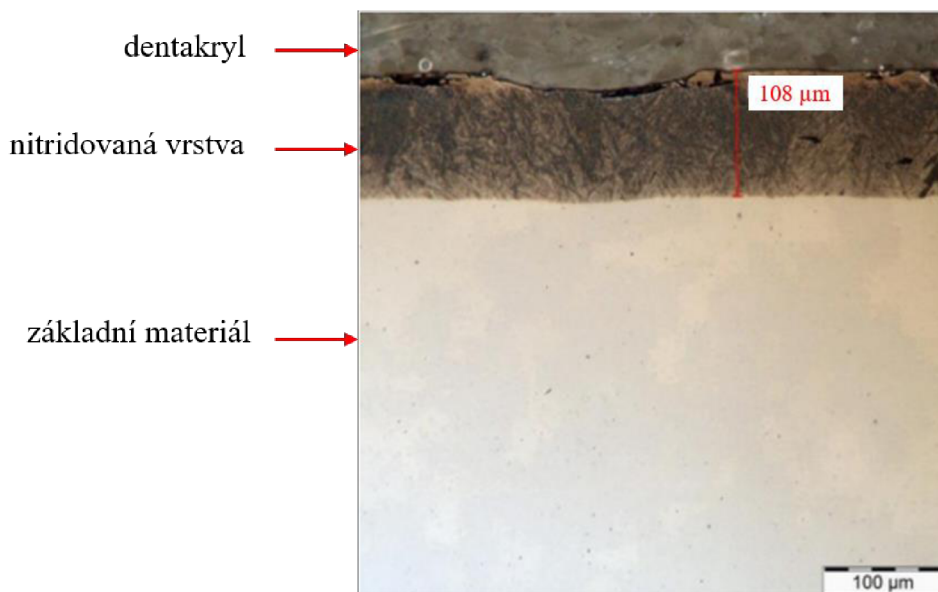
Výsledky nitridačních procesů byly nejprve vyhodnoceny mikroskopicky, v rámci metalografického pozorování nitrídaných vrstev, tzn. jejich tloušťky barvy a charakteru. Pro pozorování nitridačních vrstev byl dodržen metalografický postup přípravy vzorku, tedy rozřezání pomocí metalografické pily, zalisování, broušení, leštění a následné leptání. Pro nitridační proces byly vybrány vzorky ve tvaru kvádrů o velikosti $60 \times 30 \times 20$ mm.

Na vytvořených výbrusech bylo provedeno měření mikrotvrdosti všech typů vrstev pro porovnání jednotlivých nitridačních procesů a jejich následného vyhodnocení. Měření bylo realizováno metodou dle Vickerse, v souladu s normou ISO 18203, kde rozmístění jednolitých vpichů mělo charakter dle Obr. 3.1. Při měření byla respektována norma ISO 6507-1, dle které se řídila vzdálenost sousedních vpichů nabývajících velikosti minimálně trojnásobek jejich úhlopříček. Šíře pásma o velikosti 1,5 mm značí hranici, ve které bylo měření uskutečněno. Velikost zatížení se lišila na základě tloušťky vrstev a bylo zvoleno 0,981 N nebo 0,491 N.



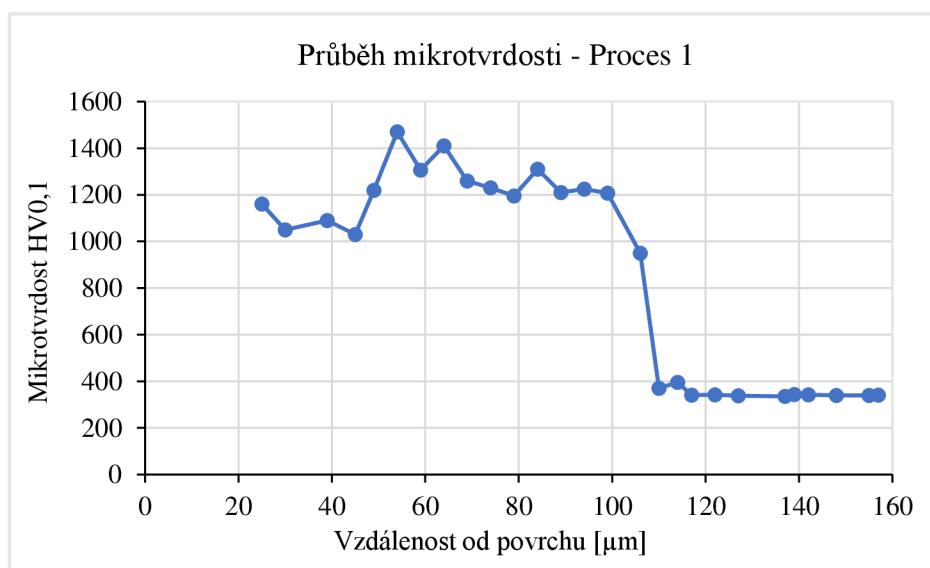
Obr. 3.1 Schématické znázornění rozmístění jednotlivých vpichů pro zkoušku mikrotvrdosti

Jak je zřejmé z Tab. 3.5, Proces 1 byl realizován při teplotě 520 °C po dobu 16 hod. s využitím plynů H_2/N_2 v průtočném poměru $24/8$ $l \cdot min^{-1}$. Úmyslem bylo docílení tmavé vrstvy „dark layer“. Na Obr. 3.2 je ukázáno mikroskopické vyhodnocení vrstvy zhotovené Procesem 1. Bylo docíleno celkové tloušťky vrstvy přibližně 108 μm . Po následném hodnocení vrstvy bylo konstatováno, že získaná vrstva je velice křehká. I přes velmi jemné broušení a zvolení ruční přípravy vzorku se nepodařilo dostatečně eliminovat vnesená napětí. Ve vrstvě se vyskytovaly praskliny.



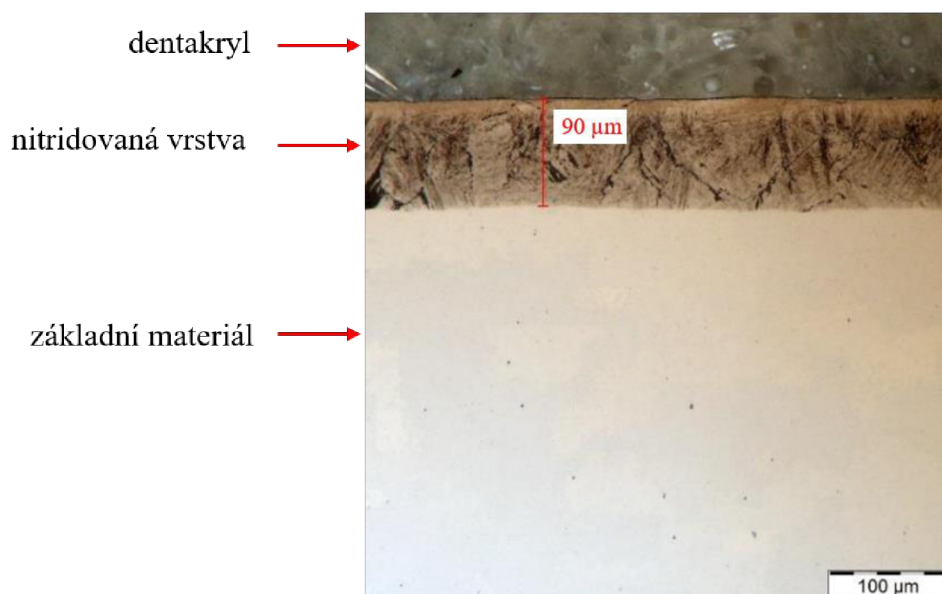
Obr. 3.2 Tmavá vrstva "dark layer" vytvořená Procesem 1

Pro měření mikrotvrdomosti v povrchové vrstvě bylo pro Proces 1 zvoleno zatížení 0,981 N. Na Obr. 3.3 je ukázán průběh mikrotvrdomosti HV0,1 v tmavé mezivrstvě včetně přechodu do základního materiálu.



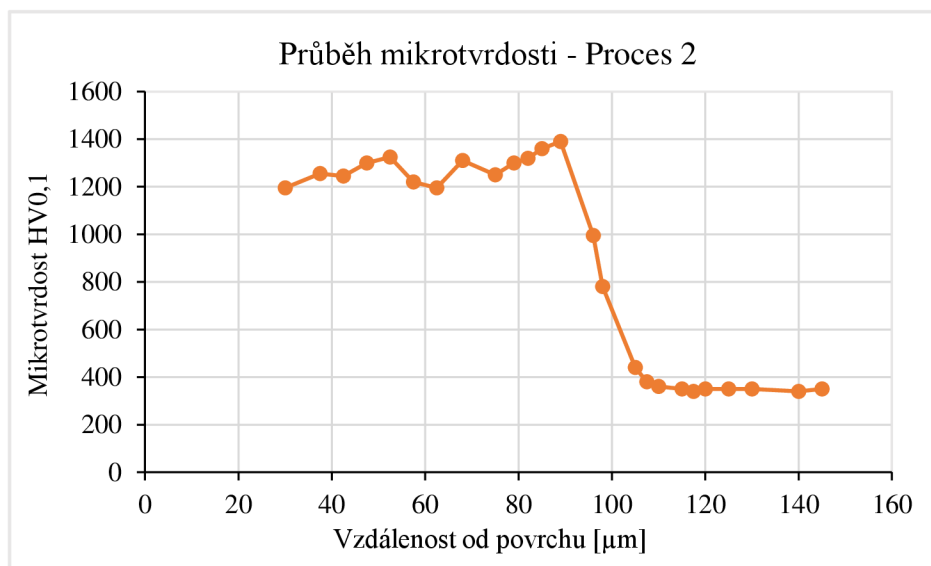
Obr. 3.3 Průběh mikrotvrdomosti v nitridované vrstvě v základním materiálu – Proces 1

Nitridační Proces 2 byl realizován při teplotě 520 °C po dobu 12 hodin s využitím plynů H₂/N₂ v průtočném poměru 8/24 l·min⁻¹. Cílem bylo také docílení tmavé vrstvy „dark layer“, ideálně však s nižší hodnotou tvrdosti tak, aby nedocházelo k popraskání vrstvy. Na Obr. 3.4 je ukázáno mikroskopické vyhodnocení vrstvy zhotovené Procesem 2. Bylo docíleno celkové tloušťky vrstvy přibližně 90 μm.



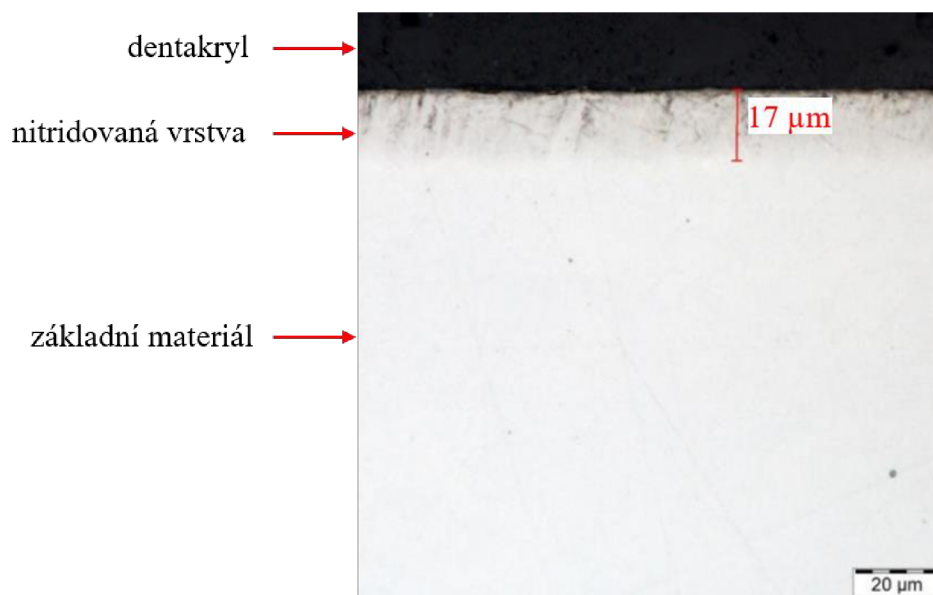
Obr. 3.4 Tmavá vrstva „Dark layer“ vytvořená Procesem 2

Pro měření mikrotvrdosti v povrchové vrstvě bylo i v případě Procesu 2 zvoleno zatížení 0,981 N. Na Obr. 3.5 je ukázán průběh mikrotvrdosti HV0,1 v tmavé mezivrstvě včetně přechodu do základního materiálu. Získaná mikrotvrdost byla obdobná, jako v případě Procesu 1, ale napětí ve vzniklé vrstvě byla pravděpodobně nižší a praskliny tak nebyly detekovány.



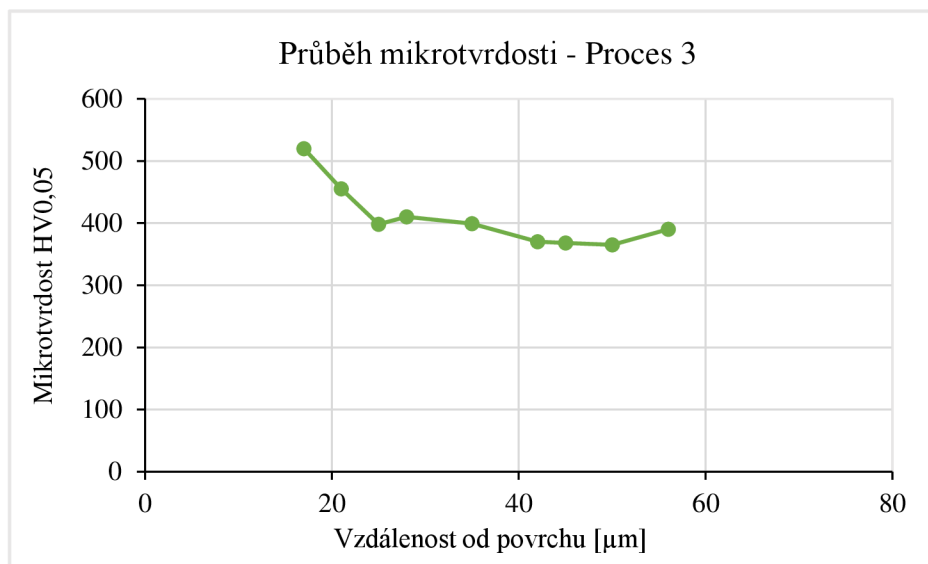
Obr. 3.5 Průběh mikrotvrdosti v nitridované vrstvě a v základním materiálu – Proces 2

Třetím nitridačním procesem byly vzorky upraveny při teplotě 420 °C po dobu 20 hod, přičemž se zpracování lišilo zejména přidáním malého množství NH₃. Kombinací dlouhého odprašování bylo docíleno bílé nitridované vrstvy tzv. „White layer“ s podstatně nižší tvrdostí, ale také menší hloubkou nitridační vrstvy oproti Procesům 1 a 2. Tyto postupy nitridace jsou využívány zejména pro tvorbu nitridačních vrstev u korozivzdorných ocelí. Nově vytvořená struktura bílé vrstvy je zobrazena na Obr. 3.6. Oproti předchozím procesům je bílá vrstva výrazně slabší a její tloušťka je přibližně 17 μm.



Obr. 3.6 Bílá vrstva "White layer" vytvořená Procesem 3

Pro měření mikrotvrdosti v povrchové vrstvě bylo v případě Procesu 3 zvoleno zatížení 0,491 N. Průběh naměřené mikrotvrdosti HV0-05 v bílé mezivrstvě včetně přechodu do základního materiálu je ukázán na Obr. 3.7.



Obr. 3.7 Průběh mikrotvrdosti v nitrídované vrstvě a v základním materiálu – Proces 3

3.3 Modifikace nitrídovaného povrchu laserovým svazkem

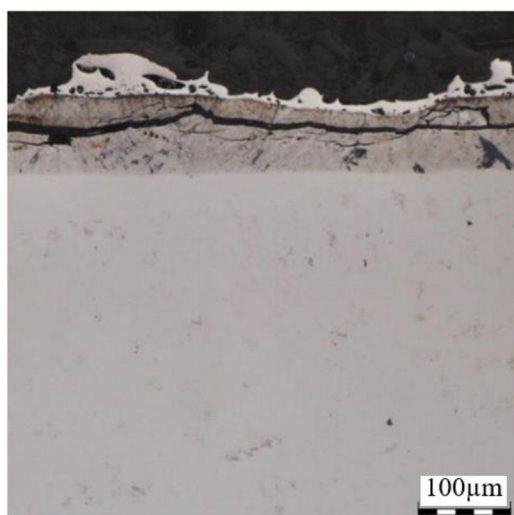
Po aplikaci plazmové nitrídace se realizovala úprava povrchu pevnolátkovým vláknovým laserem IPG YLS-2000 o maximálním výstupním výkonu 2000 W, fungujícím na vlnové délce 1070 nm. V procesu byla aplikována procesní hlava IPGWeld D30 v kombinaci s dopravním optickým vláknem o průměru 100 μm a fokusační čočkou s ohniskovou vzdáleností 200 mm. Rozmítacím mechanismem v procesní hlavě byl zajištěn sekundární pohyb, tzv. wobbling, přičemž výsledný průměr laserového svazku v ohnisku nabýval velikosti 200 μm. Proces tepelného ovlivnění laserovým svazkem byl specifikován nejen základními parametry, mezi které patří výkon laseru P a posuvová rychlost v , ale nebyly opomenuty ani další důležité proměnné. Tvar rozmítané křivky w_tvar , velikost rozmítané křivky w_A a frekvence rozmítané křivky w_f byly jako doplňující parametry rovněž zahrnuty do procesu. Úmyslem použití rozmítavého laserového svazku bylo rozšíření tepelně zpracované oblasti a modifikace vneseného tepla. Celkem se realizovalo 6 laserových procesů s různou variací parametrů. V následující Tab. 3.6 jsou uvedeny všechny kombinace použitých laserových procesů pro první fázi experimentů laserového tepelného zpracování

nitridované povrchové vrstvy. Tyto procesní parametry byly aplikovány na vzorky plazmově nitridované Procesem 2 (tmavá vrstva).

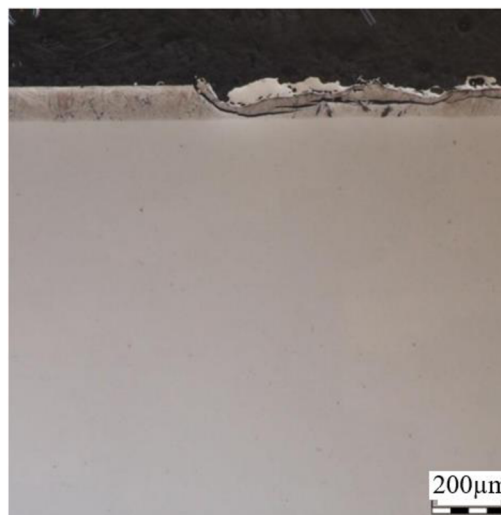
Tab. 3.6 Parametry laserového svazku použitého pro austenitickou ocel X5CrNiCuNb16-4

Laser proces číslo:	Rychlost v [mm·s ⁻¹]	Výkon laseru P [W]	w_f [Hz]	w_A [mm]	w_{tvar}
1A	20	200	318	4	kruh
2A	20	300	318	4	kruh
3A	20	400	318	4	kruh
4A	20	500	318	4	kruh
5A	20	1000	318	4	kruh
6A	20	100	318	4	kruh

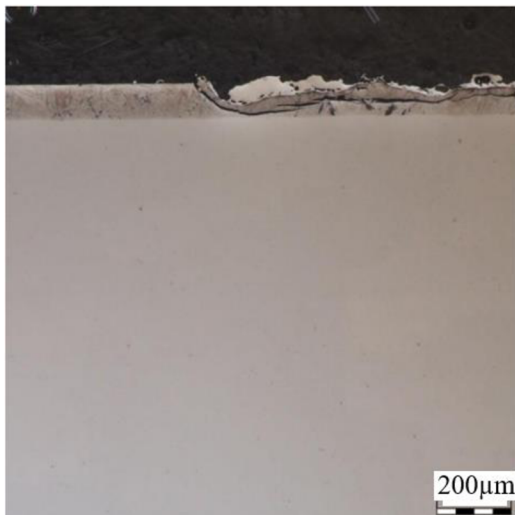
Výsledky těchto experimentů ukázaly, že po laserovém zpracování dochází při nižších výkonech laseru k podélnému praskání nitridované vrstvy. U větších výkonů došlo k natavení materiálu a tím ke zničení povrchu materiálu. Ukázky výsledků mikroskopického vyhodnocení pro laserové procesy 1, 2, 4 a 5 jsou ukázány na Obr.3.8 až Obr. 3.11. Od výkonu laseru 500 W již docházelo k částečnému natavení povrchu vzorku.



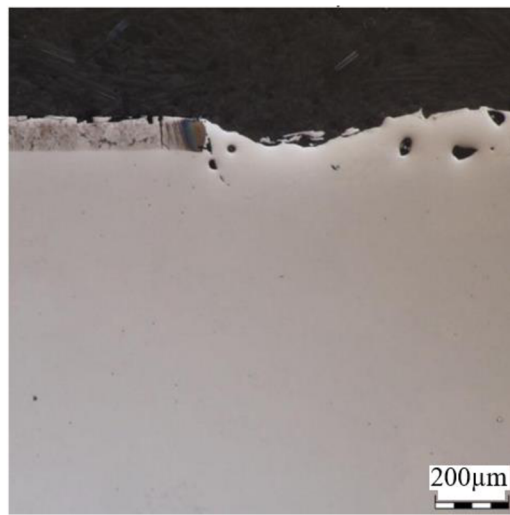
Obr. 3.8 Mikroskopické vyhodnocení vzorku nitridovaného Procesem 2 po aplikaci laseru s parametry danými procesem 1A



Obr. 3.9 Mikroskopické vyhodnocení vzorku nitridovaného Procesem 2 po aplikaci laseru s parametry danými procesem 2A



Obr. 3.10 Mikroskopické vyhodnocení vzorku nitridovaného Procesem 2 po aplikaci laseru s parametry danými procesem 4A



Obr. 3.11 Mikroskopické vyhodnocení vzorku nitridovaného Procesem 2 po aplikaci laseru s parametry danými procesem 5A

Proto byly další experimenty tvorby speciální multivrstvy pomocí laseru realizovány na vzorcích nitridovaných Procesem 3, tedy s bílou vrstvou. Výsledný laserový svazek byl upraven způsobem snížení hustoty vneseného výkonu pomocí zvětšení laserového spotu na povrchu materiálu defokusací svazku. Shrnutí optimalizovaných procesních parametrů je uvedeno v Tab. 3.7.

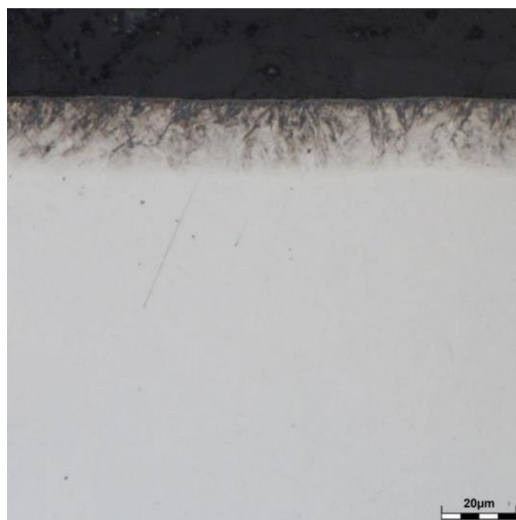
Tab. 3.7 Optimalizace parametrů laserového svazku použitého pro austenitické ocel X5CrNiCuNb16-4

Laser proces číslo:	Rychlost [mm·s ⁻¹]	Výkon laseru [W]	w_f [Hz]	w_A [mm]	w_tvar	Focus [mm]
7	40	500	43	3	kruh	76,9
8	40	750	43	3	kruh	76,9
9	40	800	43	3	kruh	76,9
10	40	650	43	3	kruh	76,9

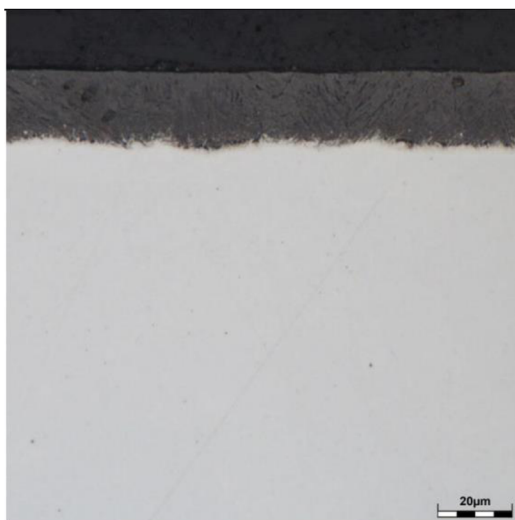
Výsledný povrch nevykazoval žádné známky prasklin, a proto byl znovu následně proveden metalografický výbrus pro zjištění přítomnosti prasklin v nitridované vrstvě. Na Obr. 3.12 až Obr. 3.15 je vidět, že nedošlo k popraskání nitridovaných vrstev. Zároveň je zřejmé, že s přibývajícím výkonem laseru a množstvím dodaného tepla dochází ke změnám v nitridované vrstvě. Procesy s nižším výkonem laseru 7A (500W) a 10A (650W) mají stejnou bílou barvu jako nitridovaná vrstva. Dochází při nich pouze k lehké precipitaci nitridů CrN na hranici zrn. U procesu 8A (750W) je vidět intenzivnější precipitaci nitridů chromu po hranicích zrn a v austenitických zrnech. U procesu 9A (800W) došlo k vytvoření tmavé vrstvy, u které se dá předpokládat největší fázové přeměny v nitridované vrstvě. U této vrstvy se dá předpokládat nejnižší korozní odolnost a nejvyšší tvrdost.



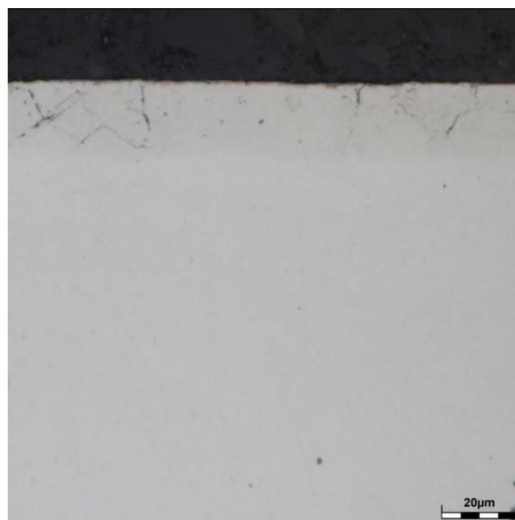
Obr. 3.12 Mikroskopické vyhodnocení vzorku nitridovaného Procesem 3 po aplikaci laseru s parametry danými procesem 7A



Obr. 3.13 Mikroskopické vyhodnocení vzorku nitridovaného Procesem 3 po aplikaci laseru s parametry danými procesem 8A



Obr. 3.14 Mikroskopické vyhodnocení vzorku nitridovaného Procesem 3 po aplikaci laseru s parametry danými procesem 9A



Obr. 3.15 Mikroskopické vyhodnocení vzorku nitridovaného Procesem 3 po aplikaci laseru s parametry danými procesem 10A

Pro měření mikrotvrdomosti v povrchové vrstvě bylo v případě Procesu 3 s kombinací laserovou úpravou typu 10A zvoleno zatížení 0,491 N. Průběh naměřené mikrotvrdomosti HV0-05 ve vytvořené multivrstvě v přibližně stejné hloubce je ukázán v Tab. 3.8.

Tab. 3.8 Naměřené hodnoty mikrotvrdomosti HV0-05 v průřezu metalografického výbrusu oceli X5CrNiCuNb16-4 s multivrstvou

Hodnoty naměřené mikrotvrdomosti dle Vickerse (HV0-05) pro ocel X5CrNiCuNb16-4 s multivrstvou									
Vpich č:	1	2	3	4	5	6	7	8	Průměrná hodnota
HV0-05	1283	1321	1306	1312	1317	1320	1301	1291	1303,5 ±13,4
Vpich č:	9	10	-	-	-	-	-	-	
HV0-05	1285	1299	-	-	-	-	-	-	

3.4 Stanovení mechanických vlastností

V rámci diplomové práce byly naplánovány zkoušky mechanických vlastností oceli X5CrNiCuNb16-4 v základním stavu, oceli po plazmové nitridaci a oceli s modifikovaným povrchem pomocí pevnolátkového vláknového laseru. Mechanické vlastnosti byly zjišťovány při teplotě okolí (RT) i za zvýšených teplot. Mechanické zkoušky byly rozděleny do následujících etap:

- Měření tvrdosti HV10 na vzorcích v základním stavu, po plazmové nitridaci a ve stavu po modifikaci povrchu laserem.
- Statická zkouška tahem pro vzorky v základním stavu, po plazmové nitridaci a ve stavu po modifikaci povrchu laserem při teplotě RT, vždy po třech vzorcích.
- Statická zkouška tahem pro vzorky v základním stavu a pro vzorky po plazmové nitridaci při teplotách 200 °C, 300 °C, 400 °C a 500 °C, dva vzorky při každé teplotě.
- Rázová zkouška ohybem pro vzorky v základním stavu a pro vzorky po plazmové nitridaci při teplotě okolí RT (4 ks).

3.4.1 Měření tvrdosti

Pro ocel X5CrNiCuNb16-4 bylo provedeno měření tvrdosti dle Vickerse u vzorků v základním stavu, vzorků po plazmové nitridaci a vzorků s multivrstvou. Měření bylo realizováno z důvodu posouzení homogenity zkušebních vzorků. Metoda měření tvrdosti dle Vickerse byla realizována v souladu s normou ČSN EN ISO 6507-1, přičemž bylo použito zatížení 9 810 g (HV10). V součtu bylo uskutečněno vždy 10 vpichů vzdálených od sebe o 2,5 mm. Pro každý stav materiálu byla provedena 2 měření. V následující Tab. 3.9 je uvedeno shrnutí všech naměřených hodnot měření tvrdosti HV10, rozšířených o průměrnou hodnotu a směrodatnou odchylku.

Tab. 3.9 Naměřené hodnoty tvrdosti (HV10) pro ocel X5CrNiCuNb16-4 v různých stavech

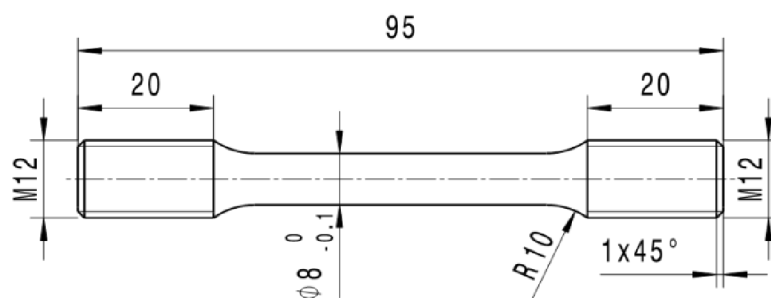
Označení vpichu	Hodnoty naměřené tvrdosti dle Vickerse (HV10) pro ocel X5CrNiCuNb16-4					
	Ocel v základním stavu		Ocel po plazmové nitridaci		Ocel s multivrstvou	
	Vzorek 1	Vzorek 2	Vzorek 1	Vzorek 2	Vzorek 1	Vzorek 2
Vpich č. 1	301	310	398	405	735	786
Vpich č. 2	298	310	411	407	756	788
Vpich č. 3	303	311	409	399	797	769
Vpich č. 4	304	309	396	404	775	758
Vpich č. 5	302	310	403	408	769	743

Tab. 3.9 Naměřené hodnoty tvrdosti (HV10) pro ocel X5CrNiCuNb16-4 v různých stavech

Označení vpichu	Hodnoty naměřené tvrdosti dle Vickerse (HV10) pro ocel X5CrNiCuNb16-4					
	Ocel v základním stavu		Ocel po plazmové nitridaci		Ocel s multivrstvou	
	Vzorek 1	Vzorek 2	Vzorek 1	Vzorek 2	Vzorek 1	Vzorek 2
Vpich č. 6	299	307	396	398	769	783
Vpich č. 7	301	312	401	403	750	788
Vpich č. 8	298	307	394	407	736	743
Vpich č. 9	304	305	396	409	756	794
Vpich č. 10	298	308	404	404	732	756
Průměrná hodnota	300,8	308,9	400,8	404,4	757,5	770,8
	± 2,3	± 2,0	± 5,6	± 3,5	± 19,5	± 18,6

3.4.2 Statická zkouška tahem při teplotě okolí

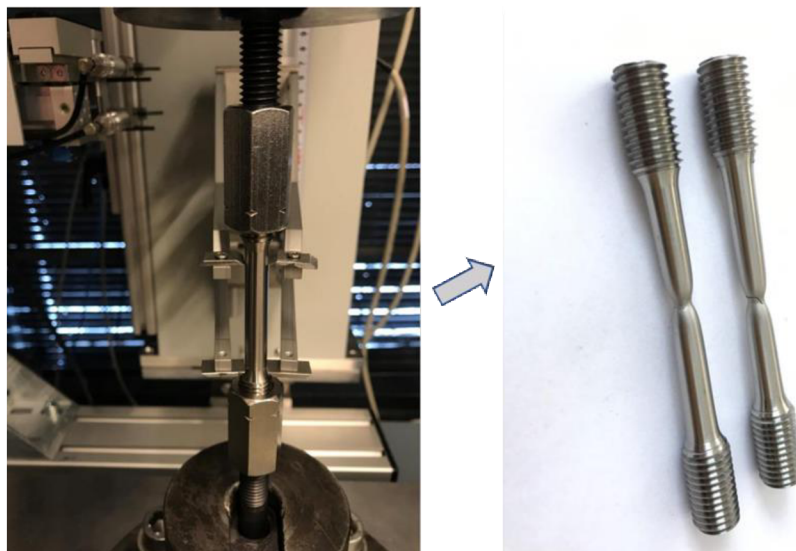
Statickou zkouškou tahem byly stanoveny základní hodnoty mechanických vlastností pro ocel X5CrNiCuNb16-4. Pro dílčí experimenty byly vždy vyhrazeny 2 ks zkoušených vzorků. Tvar a rozměry zkušebních těles korespondoval s normou ČSN EN ISO 6892-1. K vytvoření zkušebních tyčí bylo použito polotovarů zhotovených elektroerozivním drátovým dělením a následným obrobením do konečného tvaru pomocí přesného CNC obrábění. Tvar a rozměry zkušební tyče jsou zobrazeny na Obr. 3.16.



Obr. 3.16 Tvar a rozměry zkušební tyče použité pro statickou zkoušku tahem

Proces vyhotovení zkoušky rovněž korespondoval s normou ČSN EN ISO 6892-1, přičemž zpracování dat a vyhodnocení základních hodnot ($R_{p0,2}$, R_m , A_g , a A_{40}) bylo realizováno pomocí softwaru Labtest 4.9. Provedení statické zkoušky při pokojové teplotě RT

se uskutečnilo pomocí zařízení TIRA Test 2300 a k záznamu síly bylo použito tenzometrického snímače KAF s rozsahem 100 kN. Výběr periferií splňoval požadavky na přesnost normy ČSN EN ISO 6892-1 a příklad vyhotovení zkoušky při pokojové teplotě je zobrazen na Obr. 3.17.



Obr. 3.17 Zkušební vzorek upnut v zařízení TIRA Test 2300 - vlevo; zkušební vzorek po přetržení - vpravo

Naměřené hodnoty ($R_{p0,2}$, R_m , A_g , a A_{40}) pro materiál v základním stavu jsou zpracovány v Tab. 3.10, kde jsou implementovány jak naměřené hodnoty pro jednotlivé vzorky, tak i průměrné hodnoty příslušných veličin s jejich směrodatnými odchylkami. V následující Tab. 3.11 jsou pak analogicky zpracovány hodnoty pro vzorky po plazmové nitrídaci a v Tab. 3.12 jsou uvedeny naměřené hodnoty pro vzorky s multivrstvou.

Tab. 3.10 Naměřené mechanické hodnoty oceli X5CrNiCuNb16-4 v základním stavu při teplotě okolí RT včetně směrodatné odchylky

Číslo vzorku	Naměřené hodnoty			
	$R_{p0,2}$ [MPa]	R_m [MPa]	A_g [%]	A_{40} [%]
1	970,7	1006,4	5,93	16,92
2	967,8	1004,3	5,59	16,83
3	962,3	998,7	6,02	17,14
Průměrná hodnota	966,9 ± 3,48	1003,1 ± 3,24	5,85 ± 0,19	16,96 ± 0,13

Tab. 3.11 Naměřené mechanické hodnoty oceli X5CrNiCuNb16-4 po plazmové nitridaci při teplotě okolí RT včetně směrodatné odchylky

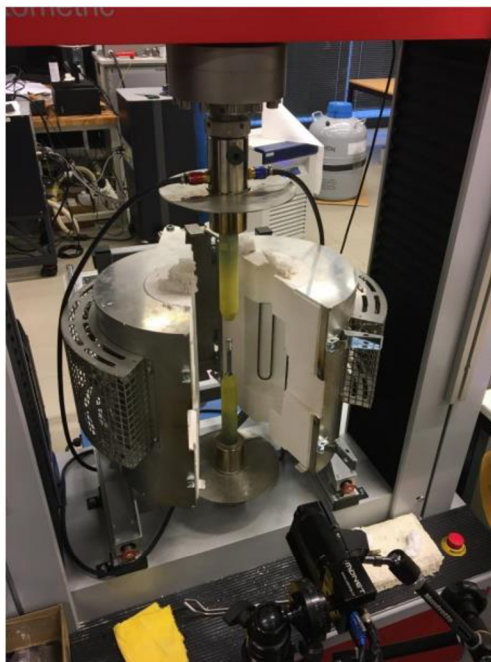
Číslo vzorku	Naměřené hodnoty			
	R _{p0,2} [MPa]	R _m [MPa]	A _g [%]	A ₄₀ [%]
1	1007,0	1034,6	5,08	16,62
2	1001,6	1031,9	5,12	16,03
3	997,8	1027,3	5,24	16,36
Průměrná hodnota	1002,1 ± 3,8	1031,3 ± 3,0	5,15 ± 0,07	16,34 ± 0,24

Tab. 3.12 Naměřené mechanické hodnoty oceli X5CrNiCuNb16-4 s multivrstvou při teplotě okolí RT včetně směrodatné odchylky

Číslo vzorku	Naměřené hodnoty			
	R _{p0,2} [MPa]	R _m [MPa]	A _g [%]	A ₄₀ [%]
1	1024,2	1055,7	4,98	16,17
2	1011,0	1048,3	5,07	16,29
3	1027,4	1052,8	4,94	15,86
Průměrná hodnota	1020,9 ± 7,1	1052,3 ± 3,0	5,0 ± 0,1	16,1 ± 0,2

3.4.3 Statická zkouška tahem při zvýšených teplotách

K realizaci statické zkoušky tahem při zvýšených teplotách bylo použito zařízení Testometric FS 100 CT, kde záznam síly se ukládal pomocí tenzometrického snímače Testometric DSCCTCLHA s rozsahem 100 kN. Ke zvýšení a následnému udržení teploty bylo použito teplotní komory SOP 40×200×140 mm umožňující ohřev materiálu až do teploty 1600 °C. Stabilita teploty byla zajištěna pomocí regulátoru Clasic Clare 4.0. Hodnoty prodloužení se měřily fotogrammetrickým měřením, tzn. bezkontaktním systémem Mercury RT firmy Sobriety. Požadavky na přesnost snímačů byly stejně jako u předchozí zkoušky splněny dle normy ČSN EN ISO 6892-1. Příklad laboratorního pracoviště pro tahovou zkoušku při zvýšené teplotě je ukázán na Obr. 3.18.



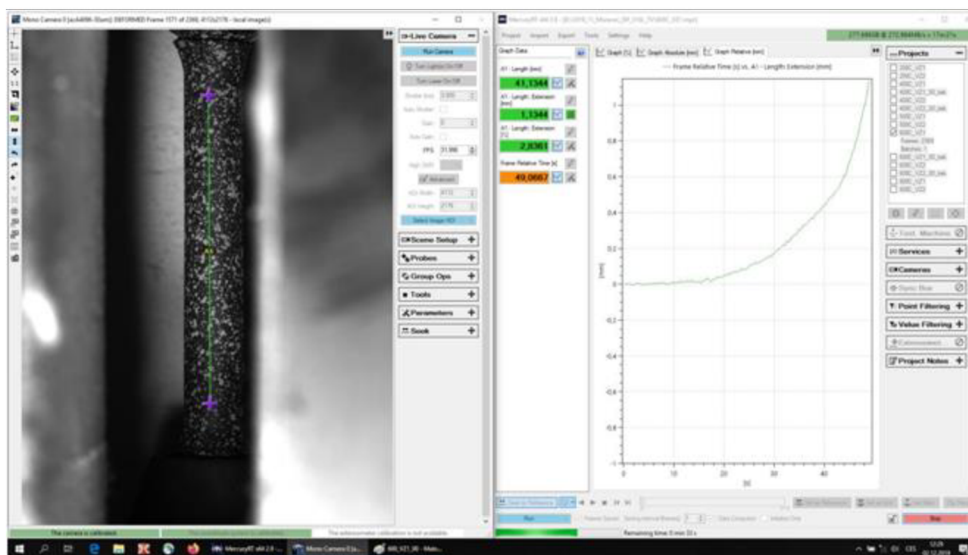
Obr. 3.18 Teplotní komora a uchycení vzorku pro tahovou zkoušku za zvýšených teplot

Jak bylo řečeno v předchozím odstavci, hodnoty prodloužení se měřily fotogrammetrickou metodou, neboť při statické zkoušce tahem při zvýšené teplotě nelze použít běžný extenzometr. Z tohoto důvodu byl použit video-extenzometr, jenž zachycuje změny délky pomocí průzoru v komoře. Na rozdíl od statické zkoušky při pokojové teplotě bylo nezbytné zajistit tzv. preparaci zkušebního vzorku z důvodu zachycení změny polohy jednotlivých charakteristických bodů. Jinými slovy byl použit „pattern“, který se nanese na povrch zkušebního vzorku v podobě základní černé barvy a následně bílého neuceleného postříku simulující body, které byly sledovány. Příklad z postupu přípravy zkušebních tyčí pro zkoušku za zvýšených teplot je zobrazen na Obr. 3.19.



Obr. 3.19 Příprava zkušebních tyčí pro fotogrammetrickou metodu (měření deformace)

Uživatelské prostředí pro vyhodnocení dat naměřených pomocí fotogrammetrie lze lépe přiblížit pomocí následného obrázku, viz Obr. 3.20. Postup zpracování dat byl analogicky proveden k předchozí zkoušce, přičemž bylo použito i stejného softwaru. V Tab. 3.13 jsou pak shrnuty průměrné hodnoty naměřených veličin.



Obr. 3.20 Uživatelské rozhraní Mercury RT pro bezkontaktní analýzu deformace

Tab. 3.13 Souhrn průměrných hodnot mechanických vlastností pro základní materiál a pro materiál po plazmové nitridaci při zvýšených teplotách

Teplota	Naměřené hodnoty pro ocel X5CrNiCuNb16-4							
	základní materiál				plazmově nitridovaný materiál			
	R _{p0,2} [MPa]	R _m [MPa]	A _g [%]	A ₃₅ [%]	R _{p0,2} [MPa]	R _m [MPa]	A _g [%]	A ₃₅ [%]
200 °C	861,8	897,0	4,26	12,51	889,4	917,3	4,18	12,34
300 °C	825,1	863,1	3,87	11,12	843,0	891,5	3,82	11,13
400 °C	761,7	809,9	2,79	11,97	773,4	817,2	2,56	10,82
500 °C	642,1	674,4	1,13	17,54	668,1	704,1	1,16	14,87

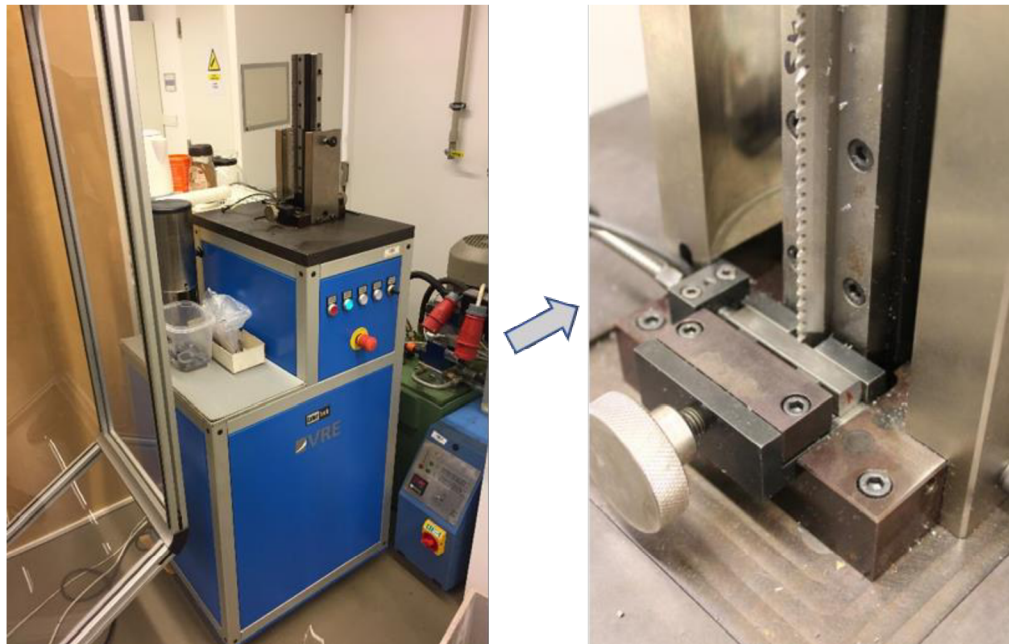
3.4.4 Zkouška rázem v ohybu

Zkouška rázem v ohybu byla vykonána v souladu s normou ČSN EN ISO 14 556, tzn. příprava vzorku, metodika a vyhodnocení zkoušky korespondovalo s předchozí normou. Za výstupní hodnoty byla považována absorbovaná energie KV_2 [J] a vrubová houževnatost KCV_2 [$J.cm^{-2}$]. Zkouška se realizovala pomocí laboratorního stroje LabTest CHK 450J-I, jenž vyhovuje v rámci požadavků na realizaci a vyhodnocení zkoušky rázem v ohybu. Zpracování dat bylo zajištěno pomocí softwaru ImactTest v4.3.1. Uspořádání pracoviště je ukázáno na Obr. 3.21.



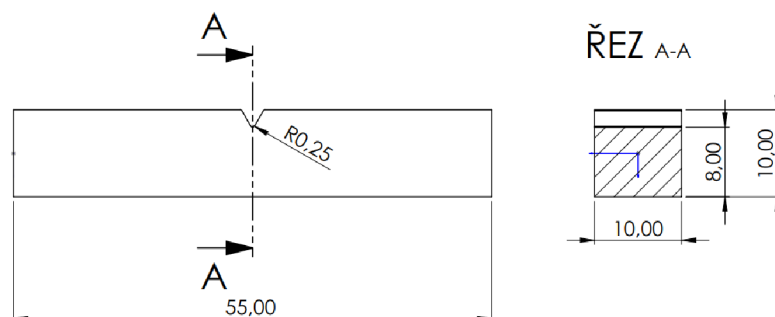
Obr. 3.21 Pracoviště pro zkoušku rázem v ohybu

Těleso určené pro zkoušení vrubové houževnatosti či absorbované energie bylo nezbytné upravit do stavu korespondujícího s normou ČSN EN ISO 14 556. K takové přípravě je určeno zařízení VRE 55 sloužící k vytvoření V-vrubu. Uspořádání pracoviště a příklad uložení polotovaru před vytvořením V-vrubu je zobrazen na Obr. 3.22.



Obr. 3.22 Zařízení VRE pro vytvoření vrubu

Tvar a rozměry zkušební tělesa korespondující s normou ČSN EN ISO 14 556 jsou pak zobrazeny na Obr. 3.23.



Obr. 3.23 Zkušební těleso pro zkoušku rázem v ohybu

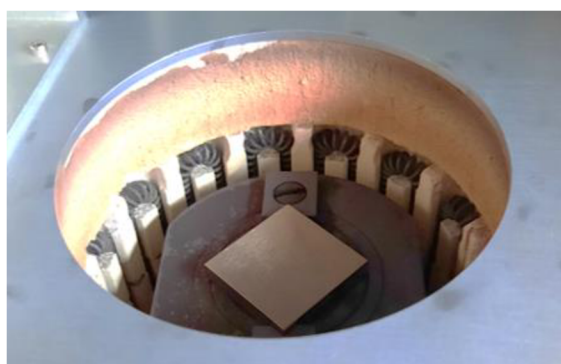
Dosažené výsledky pro vzorky v základním stavu a vzorky po plazmové nitridaci jsou uvedeny v Tab. 3.14. Zkoušky rázem v ohybu pro vzorky s multivrstvou nebyly realizovány, protože do doby odevzdání této diplomové práce nebyly firmou Jimalu s.r.o dodány.

Tab. 3.14 Naměřené hodnoty absorbované energie KV_2 [J] a vrubové houževnatosti KCV_2 [J.cm²] včetně směrodatné odchyšky

Vzorek číslo	Naměřené hodnoty při teplotě okolí RT – ocel X5CrNiCuNb16-4			
	Základní materiál		plazmově nitridovaný materiál	
	KV_2 [J]	KCV_2 [J.cm ⁻²]	KV_2 [J]	KCV_2 [J.cm ⁻²]
1	56,9	71,1	60,5	75,7
2	69,3	86,6	47	58,7
3	59,4	74,3	53,1	66,4
4	50,1	62,6	56,4	70,5
Průměrná hodnota	58,9 ± 6,9	73,7 ± 8,6	54,3 ± 4,9	67,8 ± 6,2

3.5 Stanovení tribologických vlastností

Zkoušení tribologických vlastností bylo realizováno v souladu s normou ASTM G99, kde podstata metody ball on disk je vysvětlena v kapitole 2.7. Pro experimentální měření bylo připraveno celkově 14 vzorků o rozměrech 25×25×5 mm z materiálu X5CrNiCuNb16-4. Nejprve byly vzorky testovány při teplotě okolí RT a následně při teplotách 300 °C, 400 °C, 500 °C a 600 °C. Příklad zkušební vzorku v základním stavu připraveném pro hodnocení za zvýšených teplot a umístěném do tribometru je zobrazen na Obr. 3.24.



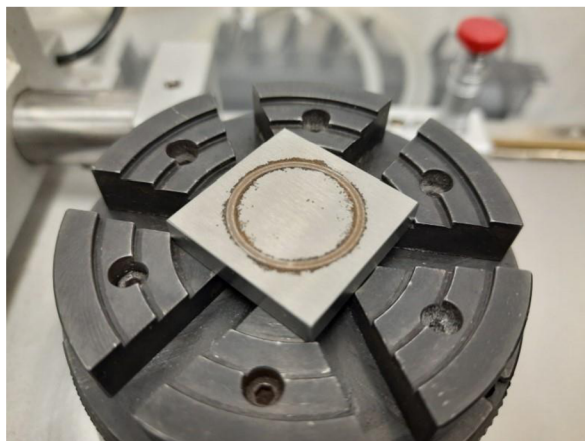
Obr. 3.24 Zkušební vzorek umístěn do tribometru CETR UMI Multi *_specimen Test System - Tribometr*

Vzorek byl upnut do speciálního stolečku tak, aby byl zamezen jeho pohyb při rotaci a kontaktu s kuličkou z materiálu Si_3N_4 . Následně byl vzorek vložen do zkušebního přístroje CETR UMI Multi Specimen Test System – Tribometr, viz Obr. 3.25. Tribometr umožňuje zkoušení třecích vlastností za zvýšených teplot až do $1000\text{ }^\circ\text{C}$. Pomocí příslušného softwaru bylo umožněno nastavit parametry experimentu typu rychlost otáčení (60 rpm), teplota, délka (60 min.), zatížení 10 N experimentu aj. Vzhledem k potřebnému času pro realizaci měření (ohřev, třecí proces a následné ochlazování) byla délka experimentu uzpůsobena na dobu 60 minut, tzn. kontaktní doba třecího procesu. Součástí experimentu je i ohřev komory na požadovanou teplotu (cca 10-18 minut) a rovněž dochlazení po ukončení experimentu na teplotu okolí (cca 50 až 70 minut). Výsledný čas trvání celého experimentu tedy nabývá přes 120 minut.



Obr. 3.25 Zařízení CETR UMI Multi Specimen Test System - Tribometr

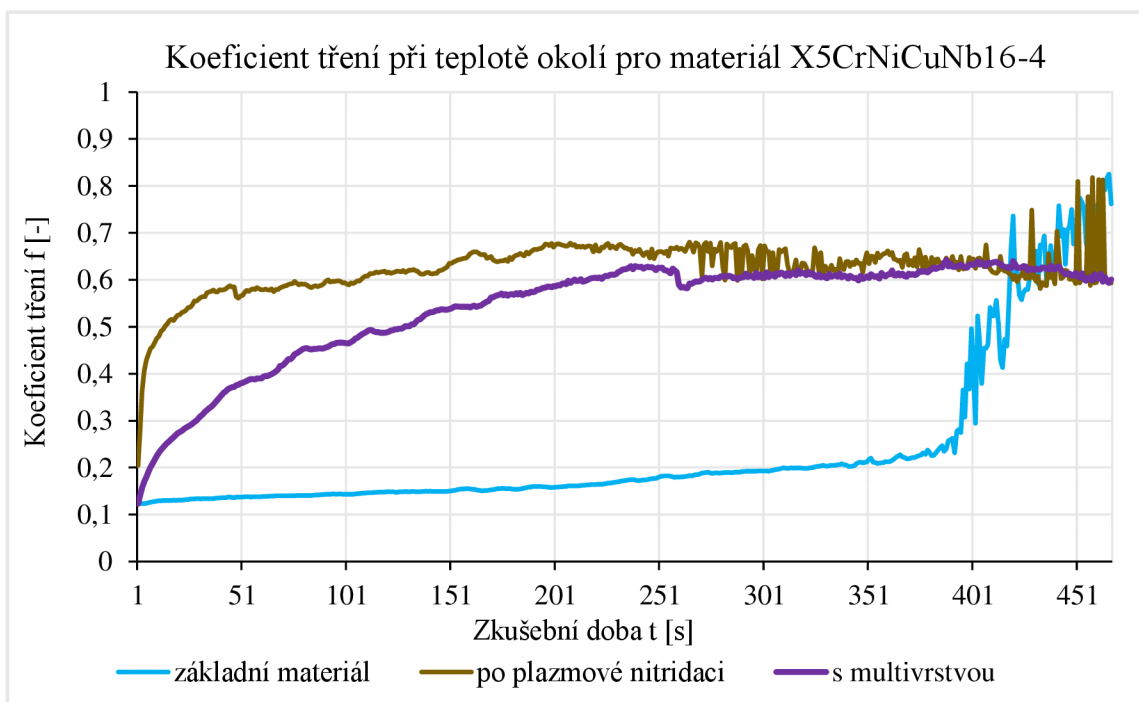
Zkouška při teplotě okolí je realizována pomocí zařízení od firmy Anton Paar - Tribometr pro suché a kapalné prostředí TRB³. Vzorek z materiálu X5CrNiCuNb16-4 byl obdobně upnut do otočného stolečku jako pro test za zvýšených teplot, viz Obr. 3.26.



Obr. 3.26 Zkušební vzorek v otočném stole po zkoušce při teplotě okolí

3.5.1 Hodnocení koeficientu tření v závislosti na teplotě a způsobu zpracování materiálu

Experiment byl proveden třením na sucho, tj. bez přidaného kapalného média, pro teplotu okolí RT i za zvýšených teplot 300 °C, 400 °C, 500 °C a 600 °C. Hodnoceny byly koeficienty tření měřené jak pro základní materiál, tak pro plazmově nitridovaný povrch a povrch s multivrstvou. Na Obr. 3.27 je zobrazeno porovnání koeficientů tření pro počátečních 450 s při teplotě okolí RT pro základní a upravené stavy oceli.



Obr. 3.27 Znárodnění průběhu koeficientu tření pro materiál X5CrNiCuNb16-4 při RT

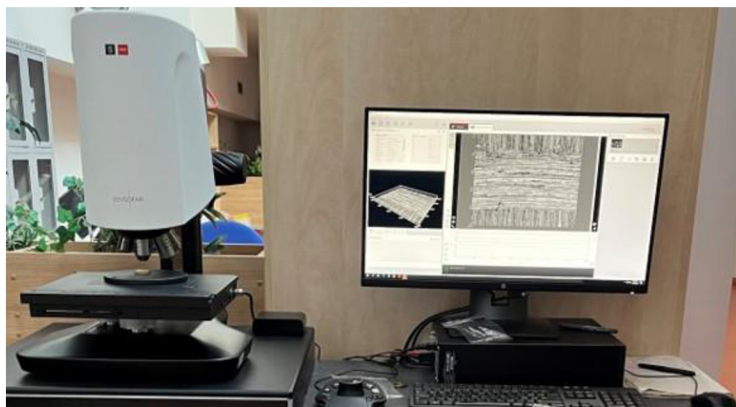
Výsledky z celého průběhu měření jsou shrnuty v Tab. 3.15 jako průměrné hodnoty koeficientu tření pro ocel v základním stavu i pro ocel po plazmové nitridaci a pro ocel s multivrstvou při teplotě okolí i při zvýšených teplotách.

Tab. 3.15 Průměrné hodnoty koeficientu tření včetně směrodatné odchylky pro materiál X5CrNiCuNb16-4 při teplotě RT a při vyšších teplotách v základním stavu, po plazmové nitridaci a oceli s multivrstvou

koeficient tření [-]	ocel X5CrNiCuNb16-4		
Teplota [°C]	Základní stav	Po plazmové nitridaci	S multivrstvou
RT	0,66 ± 0,19	0,71 ± 0,07	0,73 ± 0,13
300	0,82 ± 0,26	0,90 ± 0,17	0,70 ± 0,34
400	0,60 ± 0,29	1,00 ± 0,24	0,61 ± 0,74
500	0,68 ± 0,31	0,72 ± 0,23	0,74 ± 0,33
600	0,62 ± 0,27	0,60 ± 0,23	-

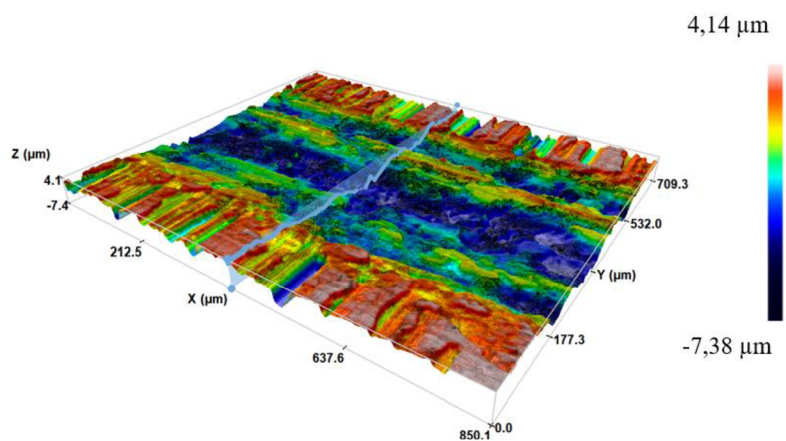
3.5.2 Hodnocení míry opotřebení třecí dvojice v závislosti na teplotě a způsobu zpracování materiálu

K opotřebení materiálové dvojice dochází na základě interakce „pinu“ a zkoušeného vzorku, kterým je vykonáván pohyb. V důsledku přitlačení kuličky na hodnocený materiál je vytvořena stopa opotřebení, blíže specifikována geometrickým profilem. Geometrickým profilem jsou zastoupeny hodnoty měřené šířky a hloubky, které byly získány pomocí konfokálního mikroskopu SENSOFAR S Neox, znázorněného na Obr. 3.28. Princip tohoto konfokálního mikroskopu je založen na bezkontaktním skenování povrchu pomocí konfokální metody.



Obr. 3.28 Pracoviště konfokálního mikroskopu SENSOFAR S Neox

Hloubka opotřebení zkoušených vzorků byla měřena ve čtyřech místech na dvou vzájemně kolmých osách., tzn. po 90°. Jakmile byly naměřeny všechny hodnoty hloubky, byla následně vypočtena průměrná hodnota hloubky opotřebení daného profilu. Příklad z mikroskopické analýzy pro ocel v základním stavu měřený při teplotě okolí RT je zobrazen na Obr. 3.29.



Obr. 3.29 3D Zobrazení profilu opotřebení oceli X5CrNiCuNb16-4 v základním stavu

Naměřené hodnoty hloubky opotřebovaného profilu u oceli v základním stavu, u oceli po plazmové nitridaci a u oceli s multivrstvou měřené při teplotě okolí jsou ukázány v Tab. 3.16 až Tab. 3.18.

Tab. 3.16 Naměřené hodnoty hloubky opotřebovaného profilu včetně směrodatné odchylky pro ocel X5CrNiCuNb16-4 v základním stavu

Hloubka profilu [μm]	ocel X5CrNiCuNb16-4 v základním stavu				
	Teplota [°C]				
	RT	300 °C	400 °C	500 °C	600 °C
měření 1	7,29	4,23	6,14	11,12	16,94
měření 2	5,61	3,50	5,13	15,49	16,82
měření 3	5,42	5,99	4,59	11,77	13,02
měření 4	6,73	4,45	3,32	11,83	16,70
Průměrná hodnota	6,26 ± 0,77	4,54 ± 0,91	4,79 ± 1,02	12,55 ± 1,72	15,87 ± 1,65

Tab. 3.17 Naměřené hodnoty hloubky opotřebeného profilu včetně směrodatné odchytky pro ocel X5CrNiCuNb16-4 po plazmové nitridaci

Hloubka profilu [μm]	ocel X5CrNiCuNb16-4 po plazmové nitridaci				
	Teplota [$^{\circ}\text{C}$]				
	RT	300 $^{\circ}\text{C}$	400 $^{\circ}\text{C}$	500 $^{\circ}\text{C}$	600 $^{\circ}\text{C}$
měření 1	2,58	6,25	4,02	4,49	9,58
měření 2	5,16	7,48	4,81	7,50	16,38
měření 3	0,32	5,00	3,61	4,73	8,83
měření 4	4,97	7,85	4,76	6,52	12,02
Průměrná hodnota	3,26 \pm 2,0	6,65 \pm 1,12	4,30 \pm 0,50	5,81 \pm 1,25	11,70 \pm 2,94

Tab. 3.18 Naměřené hodnoty hloubky opotřebeného profilu včetně směrodatné odchytky pro ocel X5CrNiCuNb16-4 s vytvořenou multivrstvou

Hloubka profilu [μm]	ocel X5CrNiCuNb16-4 s multivrstvou			
	Teplota [$^{\circ}\text{C}$]			
	RT	300 $^{\circ}\text{C}$	400 $^{\circ}\text{C}$	500 $^{\circ}\text{C}$
měření 1	1,01	3,91	7,95	4,68
měření 2	0,90	3,59	9,66	8,82
měření 3	2,00	4,14	6,40	7,97
měření 4	1,36	3,70	8,76	7,15
Průměrná hodnota	1,32 \pm 0,43	3,84 \pm 0,21	8,19 \pm 1,20	7,15 \pm 1,54

V úvodu tribologického měření byla jako druhý parametr zmíněna šířka opotřebeného profilu, která byla měřena obdobným způsobem jako hloubka opotřebeného profilu. Měření šířky profilu je shrnuto v následující Tab. 3.19 až Tab. 3.21.

Tab. 3.19 Naměřené hodnoty šířky opotřebeného profilu včetně směrodatné odchytky pro ocel X5CrNiCuNb16-4 v základním stavu

Šířka profilu [mm]	ocel X5CrNiCuNb16-4 v základním stavu				
	Teplota [$^{\circ}\text{C}$]				
	RT	300 $^{\circ}\text{C}$	400 $^{\circ}\text{C}$	500 $^{\circ}\text{C}$	600 $^{\circ}\text{C}$
měření 1	0,48	0,80	0,93	0,84	0,98
měření 2	0,58	0,69	0,94	0,86	1,48
měření 3	0,49	0,81	0,96	0,86	0,88
měření 4	0,64	0,75	0,79	0,92	0,74
Průměrná hodnota	0,55 \pm 0,06	0,76 \pm 0,05	0,90 \pm 0,07	0,87 \pm 0,03	1,02 \pm 0,28

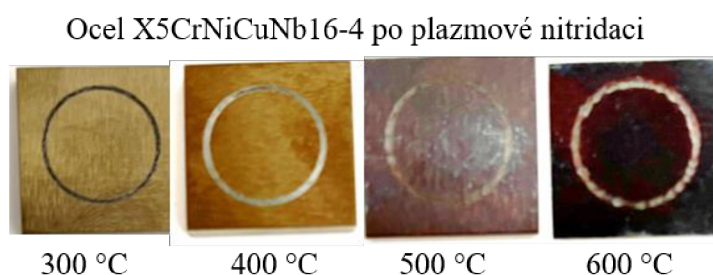
Tab. 3.20 Naměřené hodnoty šířky opotřebeného profilu včetně směrodatné odchylky pro ocel X5CrNiCuNb16-4 po plazmové nitridaci

Šířka profilu [mm]	ocel X5CrNiCuNb16-4 po plazmové nitridaci				
	Teplota [°C]				
	RT	300 °C	400 °C	500 °C	600 °C
měření 1	0,75	0,98	0,72	0,83	0,94
měření 2	0,49	0,99	0,98	0,96	1,07
měření 3	0,70	0,95	0,83	0,95	0,92
měření 4	0,49	0,99	1,00	0,98	0,95
Průměrná hodnota	0,61 ± 0,12	0,98 ± 0,02	0,88 ± 0,11	0,93 ± 0,06	0,97 ± 0,06

Tab. 3.21 Naměřené hodnoty šířky opotřebeného profilu včetně směrodatné odchylky pro ocel X5CrNiCuNb16-4 s vytvořenou multivrstvou

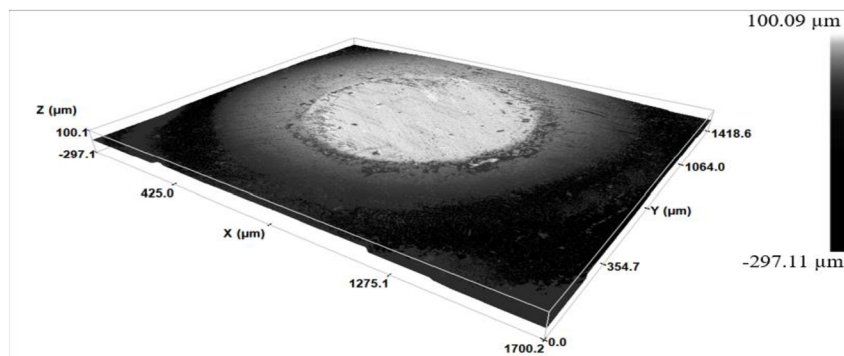
Šířka profilu [mm]	ocel X5CrNiCuNb16-4 s multivrstvou			
	Teplota [°C]			
	RT	300 °C	400 °C	500 °C
měření 1	0,95	0,84	0,69	1,03
měření 2	0,84	0,83	0,74	0,85
měření 3	0,62	0,74	0,67	0,90
měření 4	0,70	0,78	0,65	0,76
Průměrná hodnota	0,78 ± 0,13	0,80 ± 0,04	0,70 ± 0,03	0,93 ± 0,07

Příklad zobrazení stop opotřebení pro nitridovaný materiál zkoušený za zvýšených teplot je ukázán na Obr. 3.30. Je patrné, že vlivem rostoucí teploty a doby, po kterou je materiál umístěn v komoře, dochází k tepelnému ovlivnění materiálu, viz Obr. (změna zbarvení povrchu vzorku).



Obr. 3.30 Porovnání stopy opotřebení po zkoušce Ball-on-Disc u nitridované oceli zkoušené při zvýšených teplotách

Rotačním pohybem a přítlačnou silou působící kolmo na vzorek má za následek nejen opotřebení zkoušeného dílu, ale jejich vlivem je zapříčiněna i ztráta hmoty na „pinu“ (kuličky). Opotřebení kuličky se vyhodnocuje rovněž na konfokálním mikroskopu v souladu s normou ČSN EN 1071-13, přičemž pro tuto diplomovou práci byl použit materiál kuličky Si_3N_4 . Příklad vytvořené plochy na kuličce, vzniklé opotřebením je zobrazen ve 3D na Obr. 3.31.



Obr. 3.31 Analýza konfokálním mikroskopem zkušební kuličky z materiálu Si_3N_4 po tribologickém testu, při zvýšené teplotě $300\text{ }^\circ\text{C}$, u vzorku z materiálu X5CrNiCuNb16-4 v základním stavu

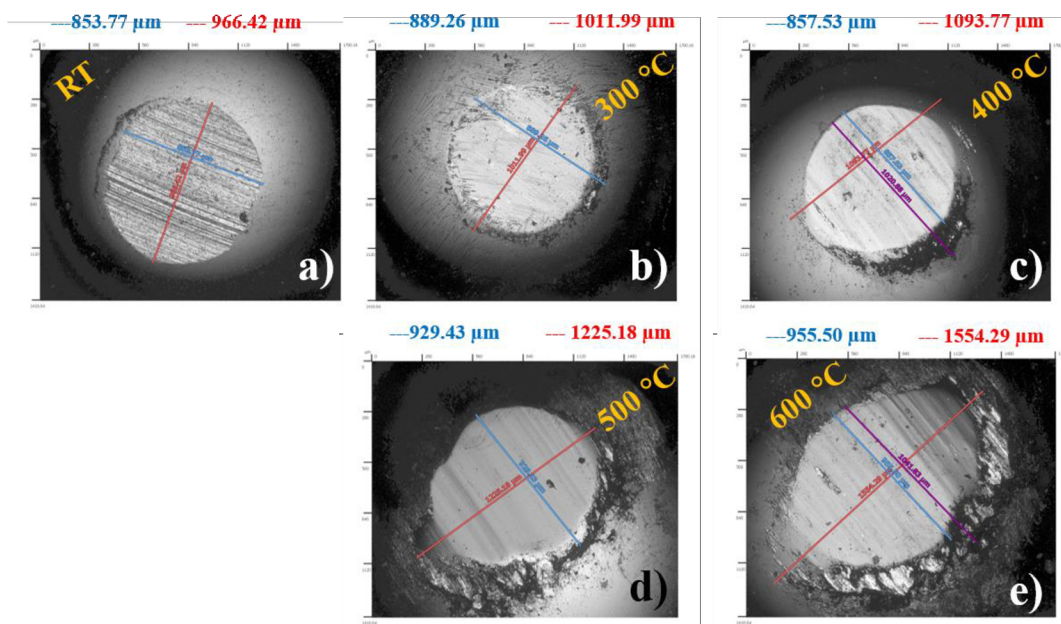
Charakter opotřebené plochy na kuličce se nejčastěji jeví tvarem elipsoidním, kde pomocí dvou navzájem kolmo měřených průměru použitých pro výpočet opotřebeného objemu je popsán vztahem:

$$V_{ball} = \frac{\pi \cdot A_1^3 \cdot B}{32 \cdot D} \quad (3.1)$$

- kde značí:
- V_{ball} - objem opotřebení kuličky [mm^3]
 - A_1 - nejmenší průměr brusné stopy [mm]
 - B - průměr kolmý na nejmenší naměřený průměr A_1 [mm]
 - D - průměr zkušební kuličky [mm]

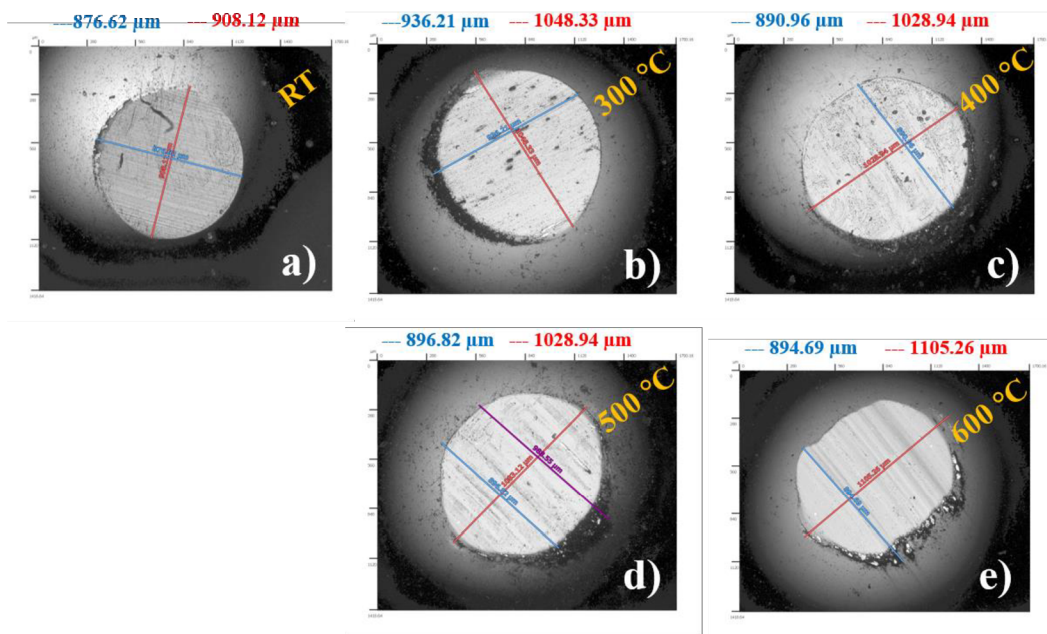
Šířka a charakter stopy se liší pro každý vzorek, neboť je na vzorcích vytvořeno odlišné opotřebení. To platí i pro plochy vytvořené na kuličce. Na Obr. 3.32 až Obr. 3.34 jsou porovnány plochy opotřebených protitěles (kuliček), které byly použity pro experiment při teplotě okolí (RT) a při zvýšených teplotách $300\text{ }^\circ\text{C}$, $400\text{ }^\circ\text{C}$, $500\text{ }^\circ\text{C}$ a $600\text{ }^\circ\text{C}$ a to pro hodnocení oceli v základním stavu, ve stavu po plazmové nitridaci a oceli s multivrstvou.

ocel X5CrNiCuNb16-4 v základním stavu - RT a 300 °C až 600 °C

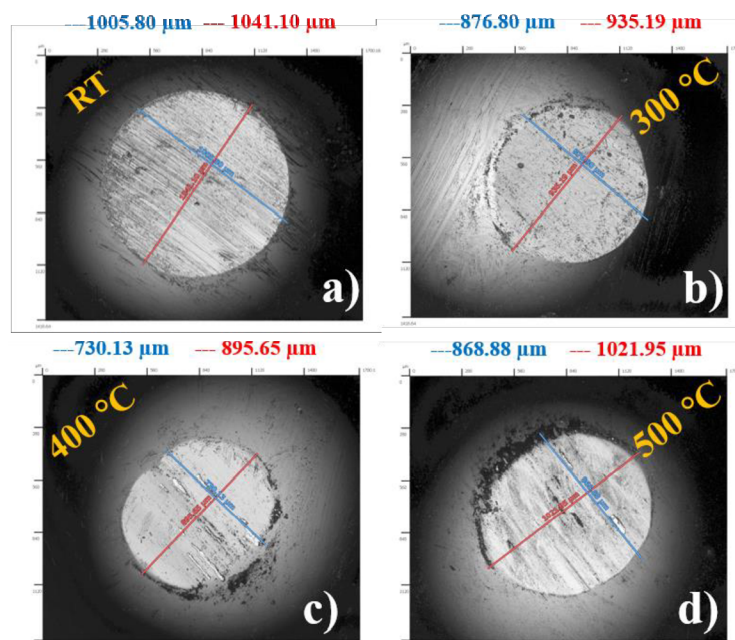


Obr. 3.32 Porovnání opotřebení kulového vrchlíku u kuliček, použitých u zkoušky Ball-on-Disc při teplotě RT a při zvýšených teplotách - ocel v základním stavu (rozměry obroušené plochy jsou znázorněny modrou a červenou barvou nad obrázky)

ocel X5CrNiCuNb16-4 po plazmové nitridaci - RT a 300 °C až 600 °C



Obr. 3.33 Porovnání opotřebení kulového vrchlíku u kuliček, použitých u zkoušky Ball-on-Disc při teplotě RT a při zvýšených teplotách – ocel po plazmové nitridaci (rozměry obroušené plochy jsou znázorněny modrou a červenou barvou nad obrázky)



Obr. 3.34 Porovnání opotřebení kulového vrchlíku u kuliček, použitých u zkoušky Ball-on-Disc při teplotě RT a při zvýšených teplotách – ocel po plazmové nitridaci (rozměry obroušené plochy jsou znázorněny modrou a červenou barvou nad obrázky)

Ze vztahu (3.1) lze vypočítat opotřeбенý objem kuličky použité pro tribologické zkoušení metodou Ball-on-Disk. Po dosazení vyjdou jednotky chybějícího objemu v mm^3 , nicméně pro lepší interpretaci bylo použito zvětšení hodnot pomocí násobku 1000. Vyhodnocené hodnoty objemu, který byl z kuličky odebrán vlivem opotřebení, jsou zobrazeny v následující Tab. 3.22 až Tab. 3.24.

Tab. 3.22 Naměřené hodnoty opotřeбенého objemu kuličky použité pro měření oceli v základním stavu

Opotřebení kuličky	Ocel X5CrNiCuNb16-4 v základním stavu				
	Teplota [°C]				
A ₁ [mm]	0,85	0,89	0,86	0,93	0,97
B [mm]	0,97	1,01	1,09	1,23	1,55
D [mm]	6,00	6,00	6,00	6,00	6,00
V _{pin} [mm ³ ×10 ³]	9,84	11,63	11,31	16,07	22,22

Tab. 3.23 Naměřené hodnoty opotřebeného objemu kuličky použité pro měření oceli po plazmové nitridaci

Opotřebení kuličky	Ocel X5CrNiCuNb16-4 po plazmové nitridaci				
	Teplota [°C]				
A ₁ [mm]	0,88	0,94	0,89	0,90	0,90
B [mm]	0,91	1,05	1,03	1,08	1,11
D [mm]	6,00	6,00	6,00	6,00	6,00
V _{pin} [mm ³ ×10 ³]	10,01	14,06	11,91	12,79	12,96

Tab. 3.24 Naměřené hodnoty opotřebeného objemu kuličky použité pro měření oceli s multivrstvou

Opotřebení kuličky	Ocel X5CrNiCuNb16-4 s multivrstvou			
	Teplota [°C]			
A ₁ [mm]	1,01	0,88	0,73	0,87
B [mm]	1,04	0,94	0,90	1,02
D [mm]	6,00	6,00	6,00	6,00
V _{pin} [mm ³ ×10 ³]	17,33	10,31	5,70	10,97

4. Diskuze výsledků

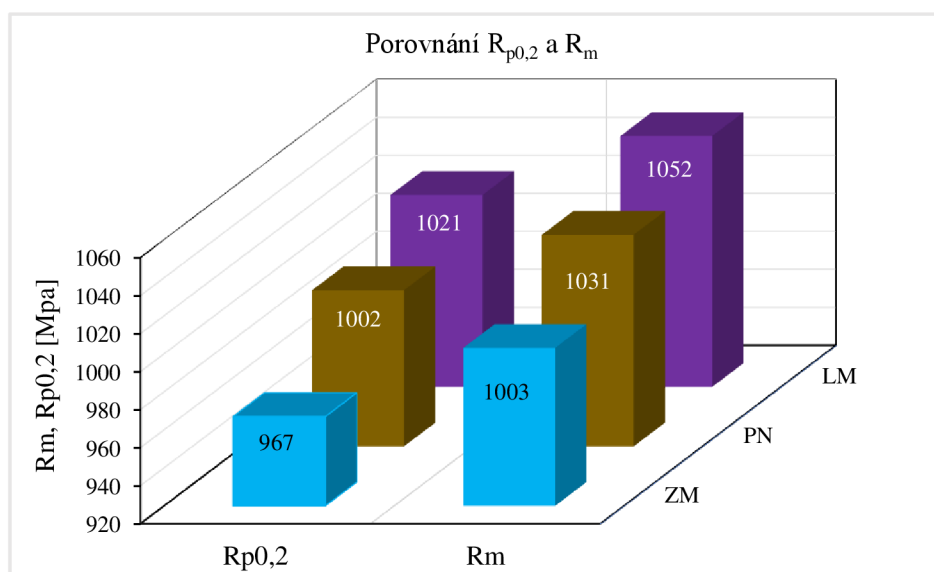
Cílem experimentální části této diplomové práce bylo zhodnotit, jaký vliv bude mít aplikace vytvořené multivrstvy na povrchu iontově nitridované austenitické oceli X5CrNiCuNb16-4 a následně posoudit vliv procesu na mechanické vlastnosti a tribologickou odolnost povrchu. V první fázi experimentu byl hledán vhodný proces mikropulsní plazmové nitridace. K této problematice lze přistupovat více způsoby. Tedy vytvořením tzv. tmavé vrstvy „Dark layer“, která je typická svou vysokou tvrdostí a je tvořena především nitridy chromu. Druhou možností je vytvoření bílé vrstvy tzv. „White layer“, která je složena převážně z přesyceného tuhého roztoku dusíku N v austenitu (S fázi) a je charakterizována nižší tloušťkou a nižší tvrdostí. Pro tmavou vrstvu byly použity dva základní procesy realizované při teplotě 520 °C, s rozdílnou dobou nitridace a s rozdílným poměrem plynů. Bílá vrstva pak byla vytvořena při nižší teplotě 420 °C.

U tmavé vrstvy (Proces 1) bylo dosaženo tvrdosti povrchové vrstvy až 1500 HV_{0,1}. Ve vrstvě se ale vyskytovaly drobné trhlinky. Proces 2 pak vedl k trochu nižším hodnotám tvrdosti a to 1400 HV_{0,1}. Nitridovaná vrstva však byla bez trhlín. Bílá vrstva pak měla výrazně menší tvrdost a to 520 HV_{0,05}. Proto bylo rozhodnuto k tvorbě multivrstvy použít tmavou vrstvu, vytvořenou Procesem 2.

Multivrstva byla tvořena za pomoci pevnolátkového laseru ohřívajícího nitridovanou vrstvu, přičemž nesmělo dojít k natavení povrchu. Bylo testováno celkem 6 způsobů tepelného zpracování povrchu laserem v rozmezí od 100 W do 1000 W. Při dvou nejvyšších výkonech došlo k natavení povrchu vzorku, což je neakceptovatelné. Bohužel i 4 zbylé výkony laseru vedly k neuspokojivému výsledku, tedy k popraskání vytvářené multivrstvy. Proto bylo rozhodnuto pokračovat při tvorbě multivrstvy s bílou nitridovanou vrstvou. Zde byly použity celkem 4 způsoby tepelného zpracování s výkonem laseru 500 W až 800 W a s dvojnásobně větší rychlostí pohybu paprsku. Tímto způsobem se již podařilo získat požadovanou multivrstvu. U procesů s výkony laseru 500 W až 650 W došlo k precipitaci nitridů CrN na hranici zrn. U výkonu laseru 750 W je zřetelná intenzivnější precipitace nitridů chromu po hranicích zrn a v austenitických zrnech. Laserový svazek s výkonem 800 W byl defokusován z důvodu snížení hustoty vneseného výkonu a zvětšení laserového spotu na povrchu materiálu. Tímto způsobem vytvoření multivrstvy bylo eliminováno

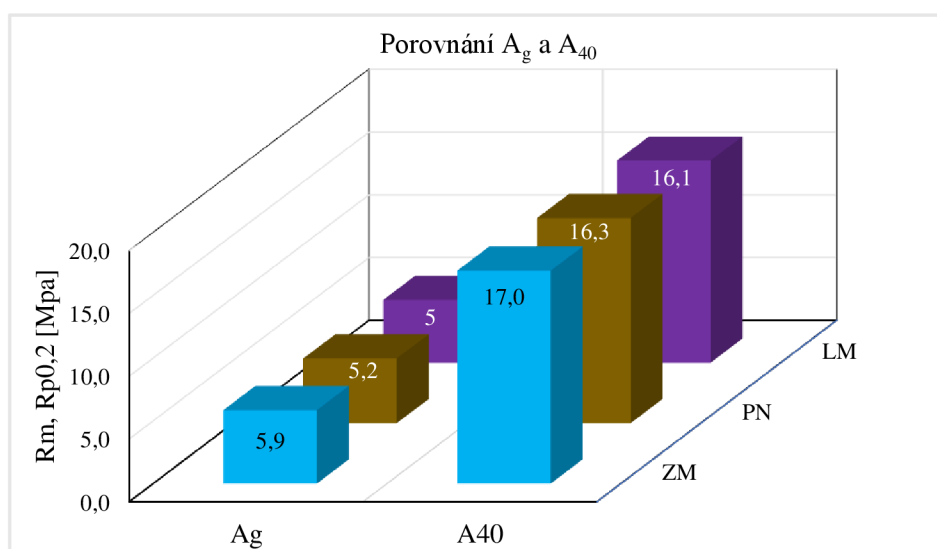
několik nepříznivých následků typu: praskavost vzniklé multivrstvy, roztavení povrchu laserovým svazkem, intenzivní fázová přeměna mající za následek zhoršení korozivzdornosti. Měřením mikrotvrdoosti HV0,05 po optimalizaci nitridačního procesu a rovněž po optimalizaci laserového zpracování byla zjištěna průměrná hodnota 1304 HV0,05.

Dále bylo provedeno měření mechanických vlastností pomocí statické zkoušky tahem na vzorcích ze základního materiálu, vzorcích nitridovaných a vzorcích s multivrstvou. Výstupem ze zkoušky tahem byla zjištěna hodnota meze pevnosti R_m , smluvní meze kluzu $R_{p0,2}$, tažnosti na mezi pevnosti A_g , celkové tažnosti A_{40} . Na Obr. 4.1 je porovnána R_m a $R_{p0,2}$ pro ocel v základním stavu, pro ocel po plazmové nitridaci a pro ocel s multivrstvou. Hodnoty R_m a $R_{p0,2}$ se sice mírně zvyšují s jednotlivými úpravami povrchu, nicméně rozdíly v $R_{p0,2}$ nepřevyšují hranici o 5,6 % a rozdíly v R_m nepřevyšují hranici cca o 5 %.



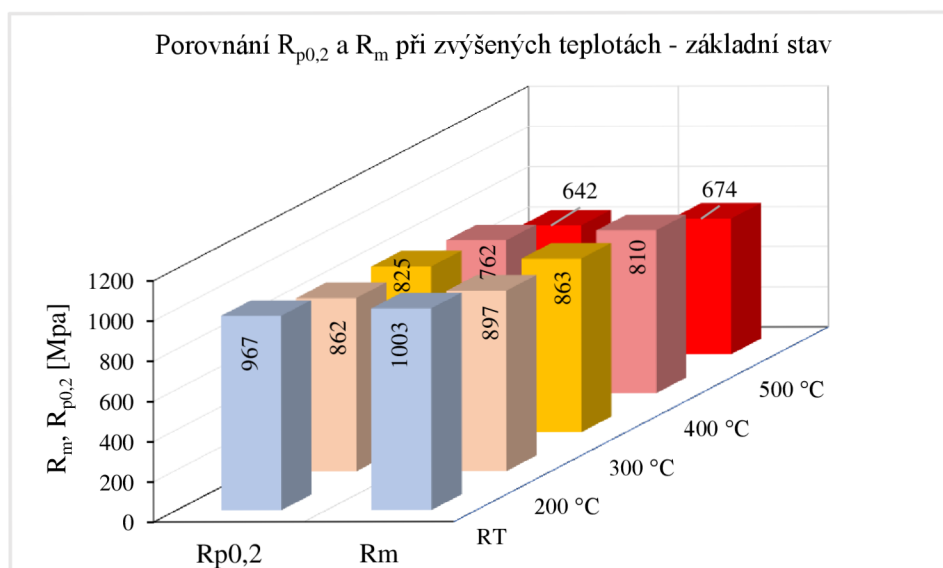
Obr. 4.1 Srovnání mechanických vlastností oceli X5CrNiCuNb16-4; ZM: ocel v základním stavu, PN: ocel po plazmové nitridaci, LM: ocel s multivrstvou

Statickou zkouškou tahem při teplotě okolí byly naměřeny rovněž hodnoty jako A_g a A_{40} . Ani mezi těmito naměřenými hodnotami nebyly patrné významné rozdíly, ale přesto lze potvrdit, že nárůst pevnostních vlastností jako je tvrdost, mez pevnosti a mez kluzu nese spojitost s poklesem tažnosti, což je potvrzeno následujícím obrázkem, viz Obr. 4.2. Pro materiál v základním stavu byla naměřena nejvyšší tažnost A_g (5,9 %) a A_{40} (17,0 %), potom pro materiál po plazmové nitridaci bylo naměřeno o 0,7 % nižší tažnosti (A_g) a o 0,7 % nižší tažnost (A_{40}). Pro ocel s multivrstvou byl projeven pokles tažnosti ještě o hodnotu 0,2 % pro A_g i A_{40} oproti plazmově nitridované oceli.

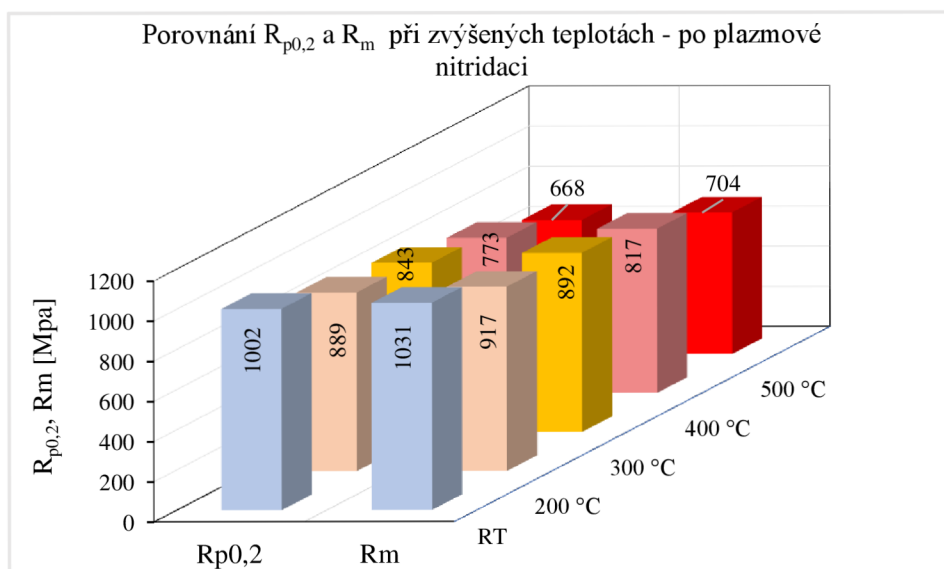


Obr. 4.2 Srovnání tažnosti na mezi pevnosti (A_g) a celkové tažnosti (A_{40}) u oceli X5CrNiCuNb16-4; v základním stavu (ZM), po plazmové nitridaci (PN), s multivrstvou (LM)

Mechanické vlastnosti byly měřeny i za zvýšených teplot, ovšem pouze pro základní materiál a stav materiálu po plazmové nitridaci. Na Obr. 4.3 a Obr. 4.4 jsou zpracovány hodnoty měření $R_{p0,2}$ a R_m při zvýšených teplotách pro základní a následně plazmově nitridovaný materiál. Pro porovnání jsou přidány i hodnoty při teplotě RT. Rozdíl mezi vzorky v základním stavu a vzorky po aplikaci plazmové nitridace je velmi malý a nepřesahuje 5 %.

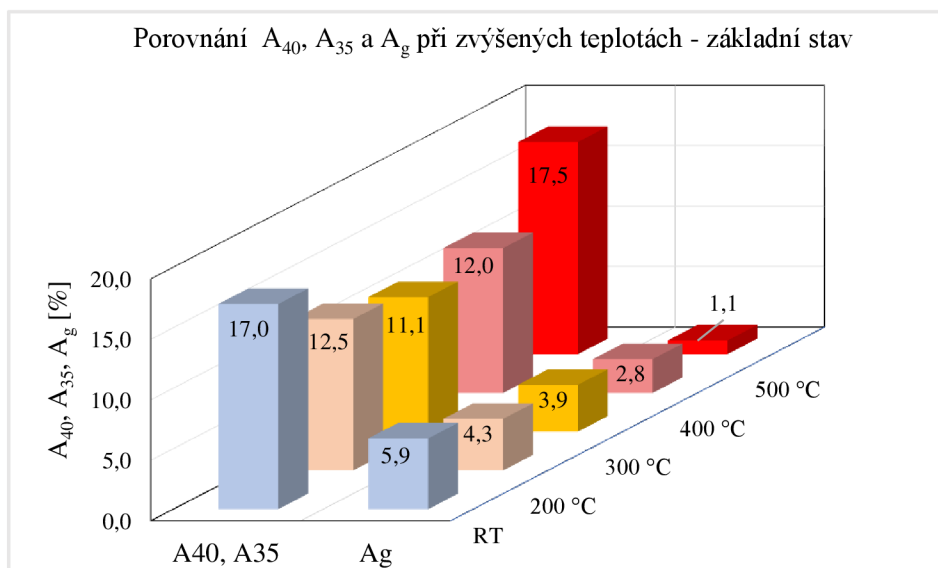


Obr. 4.3 Srovnání meze kluzu ($R_{p0,2}$) a meze pevnosti (R_m) u oceli X5CrNiCuNb16-4 v základním stavu, naměřených při zvýšených teplotách

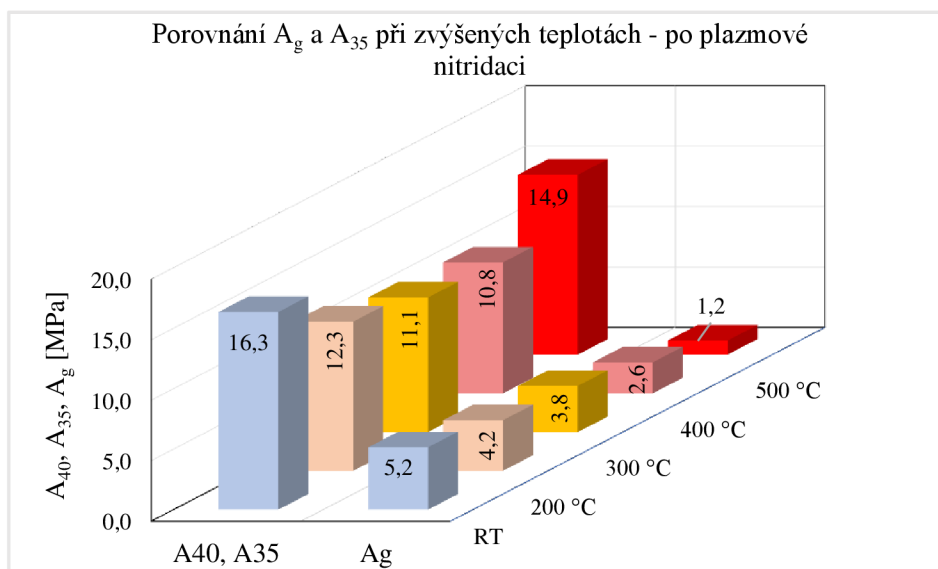


Obr. 4.4 Srovnání meze kluzu ($R_{p0,2}$) a meze pevnosti (R_m) u oceli X5CrNiCuNb16-4 po plazmové nitridaci, naměřených při zvýšených teplotách

Stejným způsobem jako u předchozích grafů byla vyhodnocena A_g a A_{35} při zvýšených teplotách. Z Obr. 4.5 je zřejmé, že se zvyšující se teplotou klesá homogenní tažnost, ale celková tažnost se výrazně nemění. Obdobný trend vykazují také vzorky po plazmové nitridaci, viz Obr. 4.6.



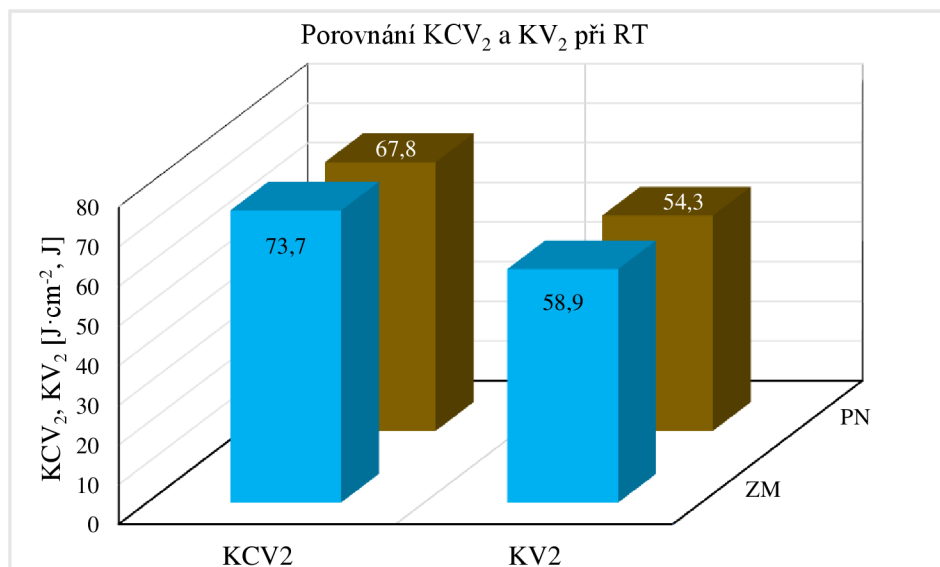
Obr.4.5 Srovnání tažnosti na mezi pevnosti A_g a celkové tažnosti A_{40} (při RT) a A_{35} (při zvýšených T) u oceli X5CrNiCuNb16-4 v základním stavu



Obr. 4.6 Srovnání tažnosti na mezi pevnosti A_g a celkové tažnosti A_{40} (při RT) a A_{35} (při zvýšených T) u oceli X5CrNiCuNb16-4 po plazmové nitridaci

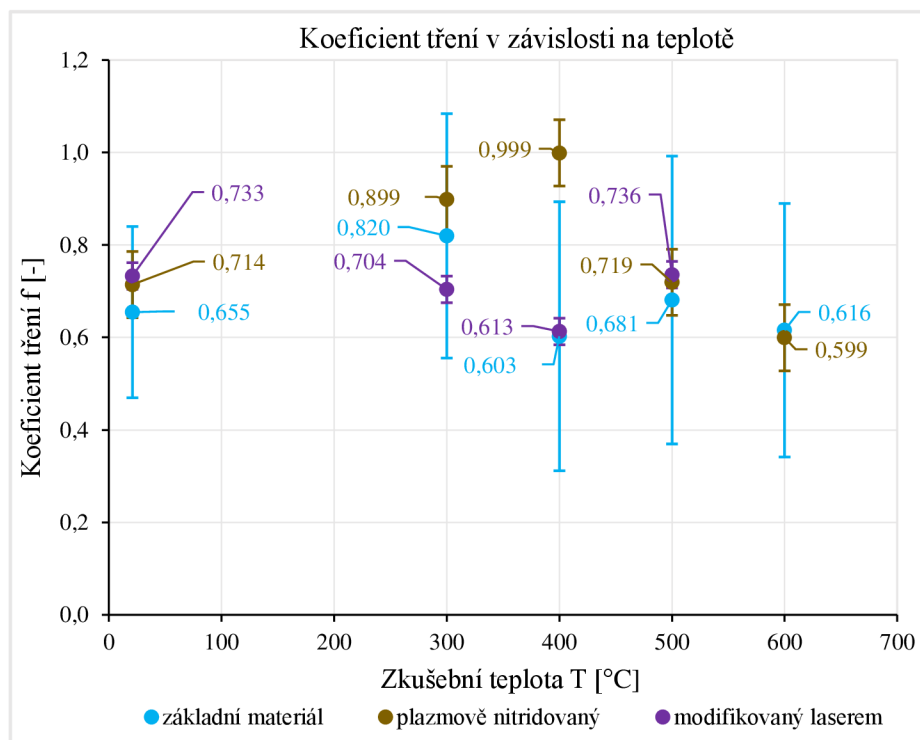
Po statické zkoušce tahem při teplotě okolí a při zvýšených teplotách bylo provedeno měření rázovou zkouškou ohybem na vzorcích v základním stavu a po plazmové nitridaci, které se měřilo pouze při teplotě RT. Vyhodnoceny byly hodnoty nárazové práce (KV_2) a vrubové houževnatosti (KCV_2), viz Obr. 4.7. Zkouškou rázem v ohybu je potvrzeno, že dosažením vyšší tvrdosti v povrchové vrstvě se snižuje potřebná energie k přeražení

materiálu. Vzhledem k ovlivněné ploše v průřezu se hodnoty liší pouze mírně, tedy o $5,9 \text{ J}\cdot\text{cm}^{-2}$ (o 8 %) pro KCV_2 a $4,6 \text{ J}$ (7,8 %) pro KV_2 .



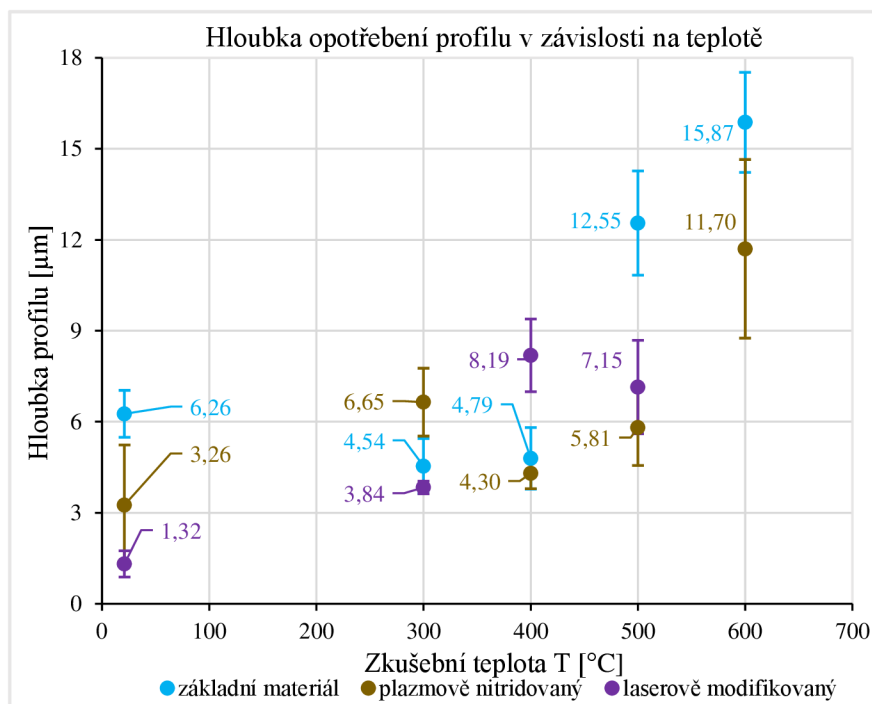
Obr. 4.7 Srovnání nárazové práce (KV_2) a vrubové houževnatosti (KCV_2) naměřených zkouškou rázem v ohybu při teplotě RT

Velmi důležité byly testy sloužící k vyhodnocení opotřebení a životnosti oceli X5CrNiCuNb16-4. Tribologické testy byly realizovány pro vzorky v základním stavu, ve stavu po plazmové nitridaci a také pro vzorky s vytvořenou multivrstvou. Mimo to byl hodnocen také koeficient tření, jehož průměrné hodnoty jsou zobrazeny na Obr. 4.8. Pro základní materiál byl vyhodnocen koeficient tření při teplotě RT v rámci průměrné hodnoty nabývající 0,66. Nejvyšší hodnotu materiál vykazoval při teplotě $300 \text{ }^\circ\text{C}$, naopak nejnižší hodnota byla naměřena při teplotě $400 \text{ }^\circ\text{C}$. Ve všech případech ale byla směrodatná odchylka velmi vysoká. U oceli po plazmové nitridaci byl koeficient tření jako rostoucí až do teploty $400 \text{ }^\circ\text{C}$, dále pak klesal. Nejmenší směrodatné odchylky byly zjištěny u vzorků s multivrstvou.



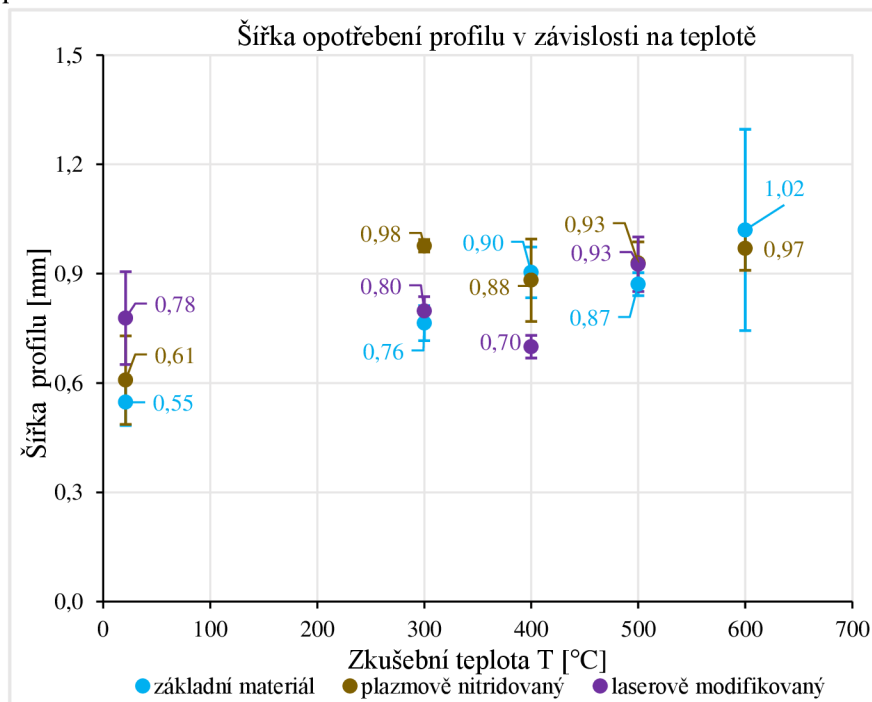
Obr. 4.8 Průměrné hodnoty koeficientu tření naměřených metodou Ball-on-Disc při teplotě RT i za zvýšených teplot

Největší vypovídající schopnost tribologické odolnosti materiálu má hodnota šířky a především hloubky opotřebeného profilu po aplikaci testu Ball-on-Disk. Na Obr. 4.9 jsou vyhodnoceny hloubky opotřebeného profilu měřených při teplotě okolí RT a při zvýšených teplotách (300 °C, 400 °C, 500 °C a 600 °C). Vzorky s multivrstvou vykazovaly jednoznačně nejnižší opotřebení při teplotě RT a při teplotě 300 °C, tedy v oblasti teplot zamyšleného využití materiálu. Při vyšších teplotách již není rozdíl mezi nitridovanými vzorky a vzorky s multivrstvou zřejmý.



Obr. 4.9 Průměrné hodnoty hloubky opotřebeného profilu naměřené metodou Ball-on-Disc při teplotě RT a při zvýšených teplotách

Šířka opotřebeného profilu materiálu v základním stavu je opět vyhodnocena v rámci průměrné hodnoty, viz Obr. 4.10. Také zde je trend obdobný jako v případě vyhodnocení hloubky opotřebenění.



Obr. 4.10 Průměrné hodnoty šířky opotřebeného profilu naměřené metodou Ball-on-Disc při teplotě RT i při zvýšených teplotách

5. Závěr

Diplomová práce byla zaměřena na posouzení možného vytvoření speciální multivrstvy u korozně odolné, austenitické, precipitačně vytvrditelné oceli X5CrNiCuNb16-4, která je využívána v energetice. Cílem bylo nalézt a optimalizovat proces vhodné plazmové nitridace, ale také proces následného tepelného zpracování povrchu pomocí laseru. Testovány byly jak mechanické vlastnosti, tak vlastnosti tribologické a to při teplotě okolí a ve vybraných případech i při zvýšených teplotách. Na základě provedených a vyhodnocených experimentů lze stanovit následující závěry.

- Experimentálně bylo prokázáno, že k vytvoření multivrstvy je možné využít bílé nitridované vrstvy „White layer“, tedy procesem složeným z ohřevu na teplotu 420 °C, po dobu 20 hodin a z poměru plynů $H_2/N_2/NH_3$ (8/24/0,5 l·min⁻¹).
- Tmavé vrstvy „Dark layer“ dosahují vyšších hloubek i tvrdostí, nicméně při aplikaci laserového tepelného zpracování dochází k jejich porušení.
- Plazmová nitridace a vytvoření multivrstvy na povrchu vzorků přispívá k lehkému nárůstu mechanických vlastností $R_{p0,2}$, R_m , spojeného s mírným snížením homogenní i celkové tažnosti.
- Vzorky s multivrstvou vykázaly nejvyšší tribologickou odolnost v rozmezí teplot RT až 300 °C, tedy v rozmezí plánovaného využití multivrstev.

6. Použitá literatura

- [1] DAVIS, Joseph R. *Stainless Steels*. B.m.: ASM International, 1994. ISBN 978-0-87170-503-7.
- [2] PTÁČEK, Luděk. *Nauka o materiálu II*. B.m.: Cerm, 2002. ISBN 80-7204-248-3.
- [3] DORAZIL, Eduard. *Nauka o materiálu 2*. B.m.: SNTL, 1984.
- [4] AF, Padilha a Rios PR. Decomposition of austenite in austenitic stainless steels. *ISIJ international*. 2002, **42**(4), 325–327. ISSN 0915-1559.
- [5] KOTECKI, DJ a TA SIEWERT. WRC-1992 constitution diagram for stainless steel weld metals: a modification of the WRC-1988 diagram. *Welding Journal*. 1992, **71**(5), 171–178.
- [6] *CWS ANB: KOROZIVZDORNÉ OCELI, VLASTNOSTI A ROZDĚLENÍ* [online]. [vid. 2022-11-02]. Dostupné z: <http://www.cws-anb.cz/t.py?t=2&i=733>
- [7] *Materiály a jejich svařitelnost - Portaro - katalog knihovny* [online]. [vid. 2022-10-15]. Dostupné z: <https://knihovna-opac.tul.cz/records/f6f4d59c-1528-49b2-8ec3-b1f8a58f6886>
- [8] SZUBZDA, B, A ANTOŃCZAK, P KOZIOŁ, B STEPAK, K ŁĘCKA, A SZMAJA a M OZIMEK. Corrosion resistance of the AISI 304, 316 and 321 stainless steel surfaces modified by laser. In: *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*. B.m.: IOP Publishing, 2016, s. 012017. ISBN 1757-899X.
- [9] *Austenitic stainless steel grades by Outokumpu* [online]. [vid. 2022-11-13]. Dostupné z: <https://www.outokumpu.com/en/products/stainless-steel-types/austenitic-stainless-steel>
- [10] KENNEDY, Francis E, Youxiong YE, Ian BAKER, Raina R WHITE, Robert L BARRY, Aubrey Y TANG a Min SONG. Development of a new cryogenic tribotester and its application to the study of cryogenic wear of AISI 316 stainless steel. *Wear*. 2022, **496**, 204309. ISSN 0043-1648.
- [11] *Jakosti a ekvivalenty nerezových ocelí | MATKOV s.r.o.* [online]. [vid. 2023-02-19]. Dostupné z: <http://www.matkov.cz/katalog/jakosti-a-ekvivalenty-nerezovych-oceli/>
- [12] MAZANCOVÁ, Eva a Karel MAZANEC. *Technické materiály*. B.m.: Vysoká škola báňská, 1991. ISBN 80-7078-071-1.
- [13] *Technické | Společnost Gateway Metals, Inc.* [online]. [vid. 2022-12-03]. Dostupné z: <https://gatewaymetals.com/technical/>
- [14] TOTTEN, George E. *Steel heat treatment: metallurgy and technologies*. B.m.: CRC press, 2006. ISBN 0-8493-8455-9.

- [15] TANUMA, Tadashi. *Advances in steam turbines for modern power plants*. B.m.: Woodhead Publishing, 2017. ISBN 0-08-100325-0.
- [16] CALMUNGER, Mattias, Guocai CHAI, Robert ERIKSSON, Sten JOHANSSON a Johan J MOVERARE. Characterization of austenitic stainless steels deformed at elevated temperature. *Metallurgical and Materials Transactions A*. 2017, **48**(10), 4525–4538. ISSN 1543-1940.
- [17] YIN, Y., R. FAULKNER a F. STARR. 5 - Austenitic steels and alloys for power plants. In: Amir SHIRZADI a Susan JACKSON, ed. *Structural Alloys for Power Plants* [online]. B.m.: Woodhead Publishing, 2014 [vid. 2022-11-14], Woodhead Publishing Series in Energy, s. 105–152. ISBN 978-0-85709-238-0. Dostupné z: doi:10.1533/9780857097552.2.105
- [18] JONŠTA, Zdeněk, Petr JONŠTA a Taťána FENCLOVÁ. Korozní únava austenitických ocelí používaných v jaderné energetickém strojírenství. 2017. nedatováno, **LXX**(6). ISSN ISSN 0018-8069.
- [19] KONFERENCE, VI. Korozní problémy energetického strojírenství. nedatováno.
- [20] MENCÍK, Jaroslav. *Mechanics of components with treated or coated surfaces*. B.m.: Springer Science & Business Media, 2013. ISBN 94-015-8690-X.
- [21] PYE, David. *Practical nitriding and ferritic nitrocarburizing*. B.m.: ASM international, 2003. ISBN 1-61503-249-5.
- [22] BORGIOLO, F, A FOSSATI, E GALVANETTO a T BACCI. Glow-discharge nitriding of AISI 316L austenitic stainless steel: influence of treatment temperature. *Surface and Coatings Technology*. 2005, **200**(7), 2474–2480. ISSN 0257-8972.
- [23] ALNUSIRAT, Walid. Application of Laser Radiation for Intensification of Chemical Heat Treatment. *Lasers in Manufacturing and Materials Processing*. 2019, **6**(3), 263–279. ISSN 2196-7229.
- [24] DESFORGES, CD. Laser heat treatment. *TRIBOLOGY international*. 1978, **11**(2), 139–143. ISSN 0301-679X.
- [25] BALL, David W. The electromagnetic spectrum: a history. *Spectroscopy*. 2007, **22**(3), 14.
- [26] GREGSON, VICTOR G. Laser heat treatment. *Materials Processing: Theory and Practices*. 1983, **3**, 201–233. ISSN 0167-790X.
- [27] WEBB, Colin E. a Julian D. C. JONES, ed. *Handbook of laser technology and applications*. Bristol: Philadelphia : Institute of Physics, 2004. ISBN 978-0-7503-0607-2.

- [28] XINJU, Lan, Xinju LAN a Cao HUAMIN. *Laser technology*. B.m.: CRC press, 2010. ISBN 1-4200-9171-9.
- [29] DUTTA MAJUMDAR, J a Indranil MANNA. Laser processing of materials. *Sadhana*. 2003, **28**, 495–562. ISSN 0256-2499.
- [30] IL'ICHEV, NN. Principles of solid-state lasers. In: *Handbook of Solid-State Lasers*. B.m.: Elsevier, 2013, s. 171–192.
- [31] EICHLER, Hans Joachim, Jürgen EICHLER a Oliver LUX. *Lasers: basics, advances and applications*. 2018. ISSN 3319998951.
- [32] KULKA, M., D. PANFIL, J. MICHALSKI a P. WACH. The effects of laser surface modification on the microstructure and properties of gas-nitrided 42CrMo4 steel. *Optics & Laser Technology* [online]. 2016, **82**, 203–219. ISSN 0030-3992. Dostupné z: doi:10.1016/j.optlastec.2016.02.021
- [33] PANFIL, Dominika, Piotr WACH, Michał KULKA a Jerzy MICHALSKI. The influence of laser re-melting on micro-structure and hardness of gas-nitrided steel. *Archives of Mechanical Technology and Materials*. 2016, **36**. ISSN 2450-9469.
- [34] YAN, MF, YX WANG, XT CHEN, LX GUO, CS ZHANG, Y YOU, B BAI, L CHEN, Z LONG a RW LI. Laser quenching of plasma nitrided 30CrMnSiA steel. *Materials & Design*. 2014, **58**, 154–160. ISSN 0261-3069.
- [35] YAN, Guanghua, Shaolei LU, Minglei ZHANG, Jiachang WANG, Xudong YANG, Ziyang ZHANG, Jianfeng GU a Chuanwei LI. Wear and corrosion behavior of P20 steel surface modified by gas nitriding with laser surface engineering. *Applied Surface Science* [online]. 2020, **530**, 147306. ISSN 0169-4332. Dostupné z: doi:10.1016/j.apsusc.2020.147306
- [36] KRAGELSKY, Igor Viktorovich a Valeriĭ Vasil'evich ALISIN. *Friction wear lubrication: tribology handbook*. B.m.: Elsevier, 2016. ISBN 1-4831-6595-7.
- [37] BHUSHAN, Bharat. *Introduction to tribology*. B.m.: John Wiley & Sons, 2013. ISBN 1-118-40322-3.
- [38] CIULLI, Enrico. Tribology and industry: from the origins to 4.0. *Frontiers in Mechanical Engineering*. 2019, **5**, 55. ISSN 2297-3079.
- [39] SVOBODA, Petr, Petr ŠIKULA, M VRBKA, D NEČAS a Lenka ROUBALÍKOVÁ. Využití tribologických metod pro predikci opotřebení dentálních výplňových materiálů. *Czech Stomatology & Practical Dentistry/Ceská stomatologie a Praktické zubní lékařství*. 2021, **121**(4). ISSN 1213-0613.
- [40] CZICHOS, Horst. *Tribology: a systems approach to the science and technology of friction, lubrication, and wear*. B.m.: Elsevier, 2009. ISBN 0-08-087565-3.

- [41] BAYER, Raymond George. *Wear analysis for engineers*. B.m.: Hnb Pub., 2002. ISBN 0-9664286-5-X.
- [42] KATO, K. Classification of wear mechanisms/models. *Wear—materials, mechanisms and practice*. 2005, 9–20.
- [43] PETERSON, Marshall B a Ward O WINER. *Wear control handbook. (No Title)*. 1980.
- [44] FISCHER, TE a H TOMIZAWA. Interaction of tribochemistry and microfracture in the friction and wear of silicon nitride. *Wear*. 1985, **105**(1), 29–45. ISSN 0043-1648.
- [45] CHEN, Ming, Koji KATO a Koshi ADACHI. Friction and wear of self-mated SiC and Si₃N₄ sliding in water. *Wear*. 2001, **250**(1–12), 246–255. ISSN 0043-1648.
- [46] XU, Junguo a Koji KATO. Formation of tribochemical layer of ceramics sliding in water and its role for low friction. *Wear*. 2000, **245**(1–2), 61–75. ISSN 0043-1648.
- [47] STACHOWIAK, G. W., ed. *Wear--materials, mechanisms and practice*. Chichester, England ; Hoboken, NJ: Wiley, 2005. Tribology in practice series. ISBN 978-0-470-01628-2.
- [48] FISCHER, TE a MD SEXTON. Tribochemistry of oxidative wear. *PHYS. CHEM. SOLID STATE: APPLICATIONS TO METALS AND THEIR COMPOUNDS.*, 1984., 1984, **32**, 97–108.
- [49] FISCHER, TE a WM MULLINS. Chemical aspects of ceramic tribology. *The Journal of Physical Chemistry*. 1992, **96**(14), 5690–5701. ISSN 0022-3654.
- [50] GATES, RS, M HSU a EE KLAUS. Tribochemical mechanism of alumina with water. *Tribology transactions*. 1989, **32**(3), 357–363. ISSN 1040-2004.
- [51] ASHBY, MF a SC LIM. Wear-mechanism maps. *Scripta Metallurgica et Materialia*. 1990, **24**(5), 805–810. ISSN 0956-716X.
- [52] ADACHI, K, K KATO a N CHEN. Wear map of ceramics. *Wear*. 1997, **203**, 291–301. ISSN 0043-1648.
- [53] HUTCHINGS, IM. Tribology, Edward Arnold, London, 1992. *SJ BR Lawn and DB Marshall, Hardness, toughness, and brittleness: an indentation analysis, J. Am. Ceram. Soc.* 1979, **62**, 347–350.
- [54] CHATTOPADHYAY, Ramnarayan. *Surface wear: analysis, treatment, and prevention*. B.m.: ASM international, 2001. ISBN 1-61503-060-3.
- [55] KALELI, H. New Universal Tribometer as Pin or Ball-on-Disc and Reciprocating Pin-on-Plate Types. *Tribology in Industry*. 2016, **38**(2). ISSN 0354-8996.

- [56] NAIR, Rahul Premachandran, Drew GRIFFIN a Nicholas X RANDALL. The use of the pin-on-disk tribology test method to study three unique industrial applications. *Wear*. 2009, **267**(5–8), 823–827. ISSN 0043-1648.
- [57] DUDDER, Gregory J, Xueying ZHAO, Brandon KRICK, W Gregory SAWYER a Scott S PERRY. Environmental effects on the tribology and microstructure of MoS₂-Sb₂O₃-C films. *Tribology Letters*. 2011, **42**, 203–213. ISSN 1023-8883.