



# VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

## FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING

## ÚSTAV MATERIÁLOVÝCH VĚD A INŽENÝRSTVÍ

INSTITUTE OF MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING

## TEPELNÉ ZPRACOVÁNÍ SLITIN ŽELEZA S UHLÍKEM

HEAT TREATMENT OF IRON ALLOYS WITH CARBON

### BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

BACHELOR'S THESIS

### AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Antonín Kubíček

### VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

Mgr. Jan Čupera

BRNO 2018



# Zadání bakalářské práce

Ústav:	Ústav materiálových věd a inženýrství
Student:	<b>Antonín Kubíček</b>
Studijní program:	Aplikované vědy v inženýrství
Studijní obor:	Materiálové inženýrství
Vedoucí práce:	<b>Mgr. Jan Čupera</b>
Akademický rok:	2017/18

Ředitel ústavu Vám v souladu se zákonem č.111/1998 o vysokých školách a se Studijním a zkušebním řádem VUT v Brně určuje následující téma bakalářské práce:

## Tepelné zpracování slitin železa s uhlíkem

### Stručná charakteristika problematiky úkolu:

Slitiny železa představují nejvíce používaný konstrukční materiál ve strojírenství. Železo a jeho slitiny jsou snadno recyklovatelné a výroba oceli je z energetického hlediska nejúspornější. Student se v rámci BP seznámí s oceli a litinami a v rámci práce bude zkoumat vliv tepelného zpracování na strukturu a vlastnosti ocelí, bílých a šedých litin.

Je kladen důraz na samostatnost a technickou zručnost, protože student bude provádět zpracování a charakterizaci samostatně.

### Cíle bakalářské práce:

Student bude mít za úkol provést tepelné zpracování slitin železa s uhlíkem. Převážně se bude jednat o slitiny z diagramu Fe–Fe<sub>3</sub>C. následně bude mít student za úkol zhodnotit vliv jednotlivých druhů tepelného zpracování na vlastnosti ocelí a litin. Charakterizace bude zahrnovat například měření tvrdosti, houževnatosti a vliv TZ na strukturu. Mimo jiné bude k charakterizaci využít i skenovací elektronový mikroskop, který umožní zdokumentovat jemnější struktury, které nejsou zaznamatelné světelnou mikroskopií.

### Seznam doporučené literatury:

PTÁČEK, Luděk. Nauka o materiálu I. 2., opr. a rozš. vyd. Brno: Akademické nakladatelství CERM, c2003. ISBN 8072042831.

PTÁČEK, Luděk. Nauka o materiálu II. 2. opr. a rozš. vyd. Brno: CERM, 2002. ISBN 8072042483.

KONTOROVÍČ, Isaak Jefimovič. Tepelné zpracování oceli a litiny. Praha: SNTL, 1953. Knižnice hutního průmyslu.

HLUCHÝ, Miroslav, Rudolf PAŇÁK a Oldřich MODRÁČEK. Strojírenská technologie 1. 3., přeprac.  
vyd. Praha: Scientia, 2002. ISBN 9788071832652.

NEWBURY, Dale et al. Advanced Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis. Boston,  
MA: Springer US, 1986. ISBN 9781475790276.

Termín odevzdání bakalářské práce je stanoven časovým plánem akademického roku 2017/18

V Brně, dne

L. S.

---

prof. Ing. Ivo Dlouhý, CSc.  
ředitel ústavu

---

doc. Ing. Jaroslav Katolický, Ph.D.  
děkan fakulty

## **Abstrakt**

Tato práce se zabývá procesy tepelného zpracování, jejich dopady na mikrostrukturu slitin železa s uhlíkem a jejich vlivem na tvrdost těchto slitin. V rešeršní části této práce je pojednáno o slitinách vyskytujících se v rámci metastabilní soustavy Fe-Fe<sub>3</sub>C, principech a technologii procesů tepelného zpracování se zaměřením na žihání, metodách zkoumání mikrostruktur a měření tvrdosti.

V experimentální pak byl zdokumentován a zhodnocen vliv různých druhů žihání na podeutektoidní a nadeutektoidní oceli a vliv grafitizačního žihání na podeutektickou litinu. Zhodnocení zahrnuje porovnání mikrostruktur získaných pomocí světelné a elektronové skenovací mikroskopie a srovnání tvrdostí v litých stavech a po provedeném žihání.

## **Klíčová slova**

tepelné zpracování, žihání, SEM, austenitizace, ocel, tvrdost, žihání na měkko, mikrostruktura, litina, temperování, normalizační žihání, litý stav, světelná mikroskopie

## **Abstract**

This thesis deals with the processes of heat treatment, their impacts on microstructure of iron alloys with carbon and their influence on hardness of these alloys. In the research part of this thesis are discussed the alloys, which are found within the Fe-Fe<sub>3</sub>C metastable system, principles and technologies of heat treatment processing with focus on the annealing, methods of microstructure examination and hardness measurement.

In the experimental part is documented and evaluated the influence of various types of annealing on hypoeutectoid and hypereutectoid steels and the influence of graphitization on the hypoeutectic cast iron. The evaluation involves comparison of microstructures obtained by light and scanning electron microscopy and comparing the hardness in the green state and after annealing.

## **Keywords**

heat treatment, annealing, SEM, austenitization, steel, hardness, spheroidization, microstructure, cast iron, graphitization annealing, normalizing, green state, light microscopy

## **Bibliografická citace**

KUBÍČEK, A. Tepelné zpracování slitin železa s uhlíkem. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2018. 61 s. Vedoucí bakalářské práce Mgr. Jan Čupera.

## **Prohlášení**

Prohlašuji, že jsem tuto bakalářskou práci vypracoval samostatně, pod vedením vedoucího bakalářské práce Mgr. Jana Čupery a s použitím literatury a pramenů, které jsou uvedeny v seznamu použitých zdrojů na konci této práce.

V Brně 25. 5. 2018

.....  
Antonín Kubíček

## **Poděkování**

Chtěl bych tímto poděkovat vedoucímu bakalářské práce Mgr. Janu Čuperovi za vstřícný přístup, trpělivé vedení a všechny cenné rady.

Můj dík patří také mé rodině, přátelům a přítelkyni za jejich všestrannou podporu v průběhu celého mého studia.





# Obsah

1	Úvod.....	11
2	Slitiny železa a uhlíku .....	12
2.1	Železo a jeho vlastnosti.....	12
2.2	Vlastnosti slitin železa .....	13
2.3	Slitiny metastabilní soustavy Fe-Fe <sub>3</sub> C.....	14
2.3.1	Základní fáze vyskytující se v diagramu Fe-Fe <sub>3</sub> C.....	15
2.3.2	Další fáze a struktury vyskytující se v diagramu Fe-Fe <sub>3</sub> C .....	16
3	Tepelné zpracování slitin železa a uhlíku .....	18
3.1	Austenitizace.....	19
3.1.1	Tvorba a homogenizace austenitu .....	19
3.1.2	Rychlost austenitizace .....	20
3.1.3	Velikost austenitického zrna.....	22
3.2	Technologie tepelného zpracování slitin železa a uhlíku .....	24
3.2.1	Žihání.....	24
3.2.2	Žihání s překrytalizací.....	25
3.2.3	Žihání bez překrytalizace .....	27
3.2.4	Žihání litin .....	29
3.2.5	Kalení .....	31
3.2.6	Popouštění .....	31
4	Analytické metody zkoumání struktur .....	32
4.1	Světelná mikroskopie.....	32
4.1.1	Příprava metalografických preparátů .....	32
4.1.2	Zařízení pro světelnou mikroskopii.....	34
4.1.3	Optické metody zviditelnění struktury .....	34
4.2	Elektronová mikroskopie .....	35
4.2.1	Skenovací elektronová mikroskopie.....	36
4.2.2	Interakce elektronového svazku s povrchem vzorku.....	36
4.2.3	Detekce signálu a tvorba obrazu v SEM .....	37
5	Zkoušení mechanických vlastností.....	38
5.1	Zkoušky tvrdosti .....	38
5.1.1	Statické zkoušení tvrdosti.....	38
	<b>Experimentální část.....</b>	<b>40</b>

6	Popis experimentu .....	40
6.1	Zadání úlohy.....	40
6.2	Materiál .....	40
6.3	Příprava vzorků .....	40
6.4	TZ.....	41
6.4.1	Normalizační žíhání .....	41
6.4.2	Žíhání na měkko.....	42
6.4.3	Temperování .....	42
6.5	Tvrdot.....	43
6.6	Analýza struktur .....	45
6.6.1	Podutektoidní ocel: vzorek č. 6 (0,4 Hm% C) .....	45
6.6.2	Podutektoidní ocel: vzorek č. 7 (0,7 Hm% C) .....	48
6.6.3	Nadeutektoidní ocel: vzorek č. 9 (1,1 Hm% C).....	51
6.6.4	Podutektická litina: vzorek č. 11 (4 Hm% C) .....	53
7	Diskuze experimentu .....	57
8	Závěr .....	59

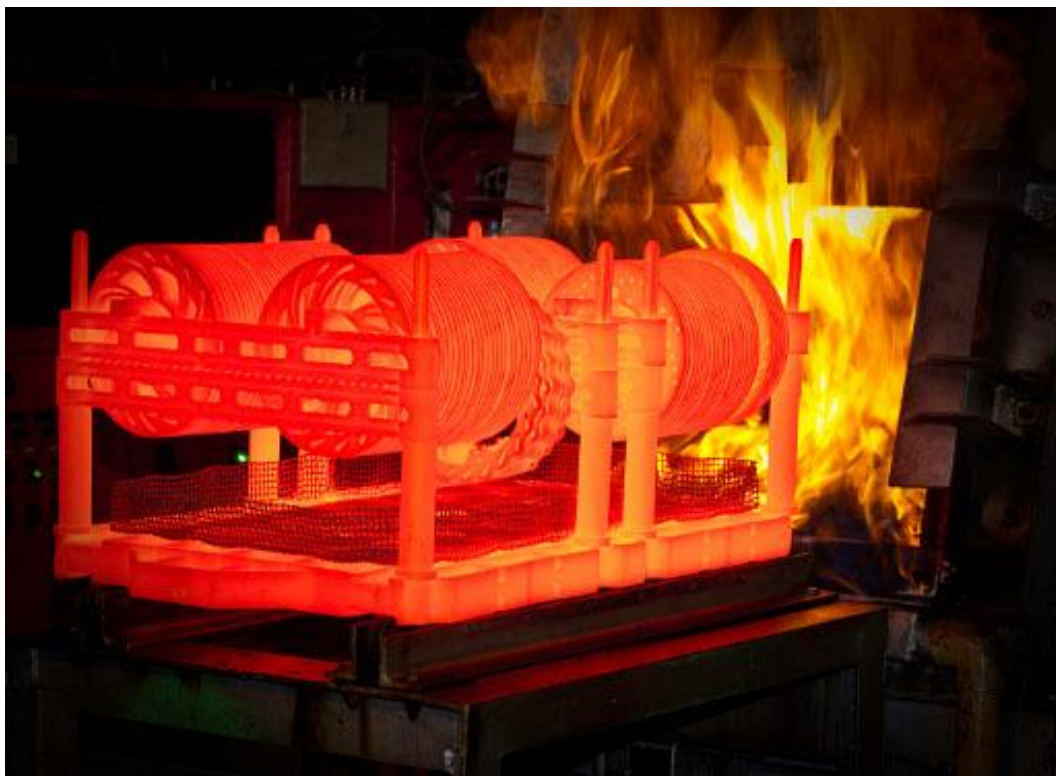
# 1 Úvod

Slitiny železa a uhlíku jsou v dnešní době nejpoužívanějším konstrukčním materiálem. Dvě základní skupiny těchto slitin se nazývají oceli a litiny a každá z nich má značnou oblast využití jak v průmyslu, tak i v ostatních odvětvích lidské činnosti. Pomocí velké škály prvků do nich záměrně přidávaných je dosahováno mnoha variací jejich technologických, fyzikálních, mechanických i jiných vlastností.

Velký potenciál při úpravě těchto vlastností mají procesy tepelného zpracování. Ty umožňují v rámci řízených změn teploty ovlivňovat struktury těchto slitin, a tím i jejich vlastnosti, které jsou závislé na strukturním stavu dané slitiny.

Jednou ze tří hlavních skupin tepelného zpracování je žíhání. To umožňuje ovlivňovat vlastnosti materiálů v rozsahu pro ostatní druhy zpracování často nedosažitelném. S jeho pomocí je možné ve značné míře ovlivňovat mechanické vlastnosti, jako je tomu např. u žíhání na měkko, či žíhání normalizačního. V rámci žíhání pro odstranění vnitřních pnutí jsme jím schopni výrazně snížit napětí vnesená do materiálu v průběhu předchozího mechanického zpracování. Chemické složení materiálu pak může být do značné míry ovlivňováno např. žíháním protivočkovým, či homogenizačním.

Při hodnocení strukturních změn vzniklých v průběhu tepelného zpracování je zapotřebí rozlišovat detaily pouhým okem často nezaznamenanatelné. Pro tyto účely byly vyvinuty metody světelné a elektronové mikroskopie umožňující zobrazování a dokumentaci strukturních celků od rozměrů několika milimetrů až po detaily na úrovni krystalických mřížek materiálů.



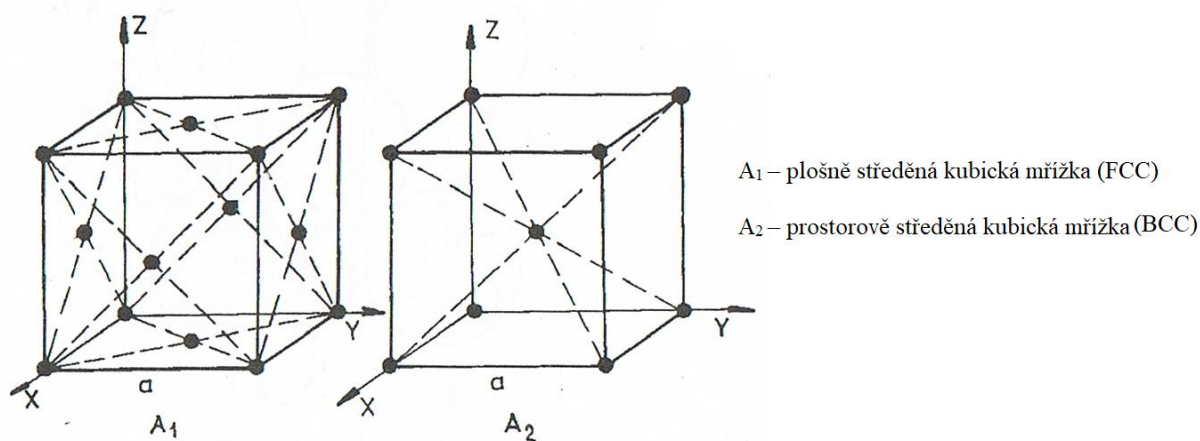
*Obr. 1: Vytahování výrobků z pece při žíhání k odstranění vnitřních pnutí; převzato z [1]*

# Teoretická část

## 2 Slitiny železa a uhlíku

### 2.1 Železo a jeho vlastnosti

Objev výroby a zpracování železa je jednoznačně jedním z nejvýznamnějších objevů v historii lidstva. Počátky výroby a tepelného zpracování sahají až do doby dva tisíce let před naším letopočtem a na úrovni aktuálních znalostí v této oblasti často závisely osudy celých národů. [2] Železo je polymorfní kov. V závislosti na teplotě se tedy vyskytuje ve dvou základních krystalografických modifikacích, které se podle magnetických vlastností a velikosti mřížkového parametru<sup>1</sup> dále rozdělují [2]. Základními modifikacemi jsou  $\alpha$  s kubickou prostorově středěnou mřížkou (značíme BCC) a  $\gamma$  s kubickou mřížkou středěnou plošně (značíme FCC) [3].

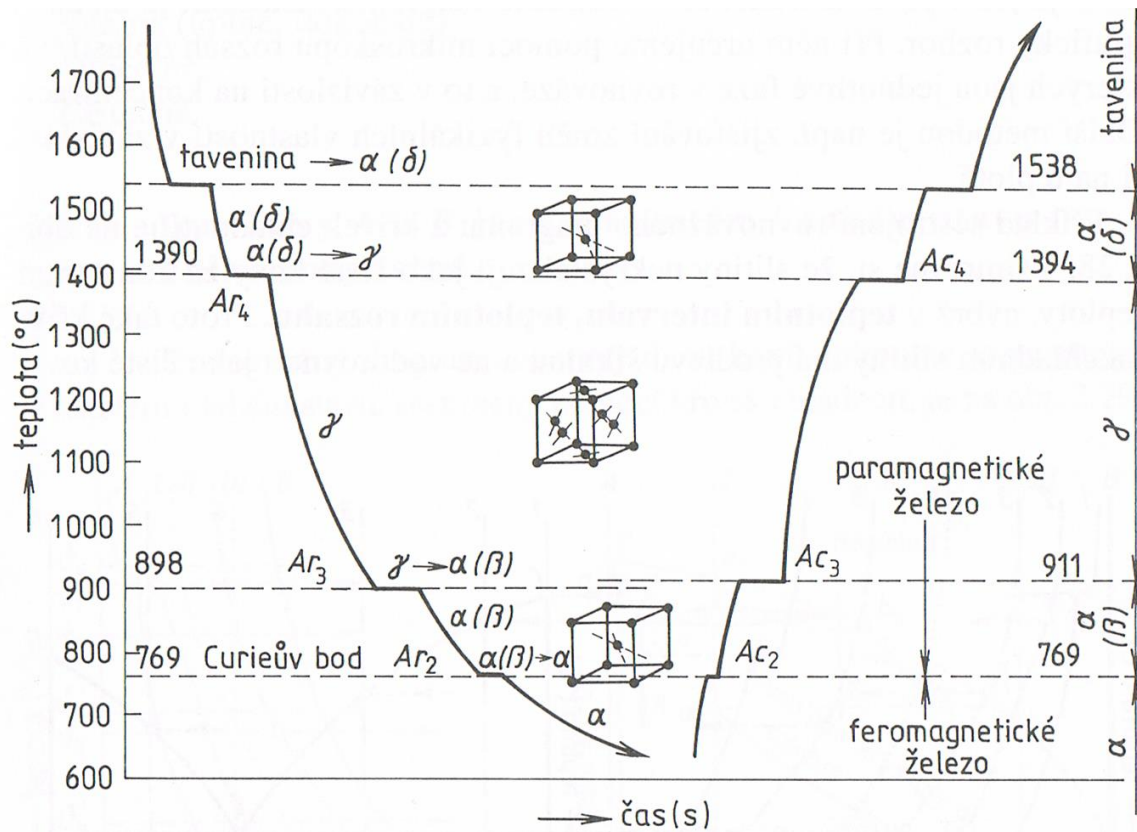


Obr. 2: Typy krystalických mřížek železa [4] (převzato a upraveno)

Modifikace  $\alpha$  je stabilní do teploty 912 °C. V rozsahu teplot 760–912 °C ji ovšem označujeme jako modifikaci  $\beta$ . Důvodem pro rozdílné označení je změna magnetických vlastností železa po překročení teploty 760 °C, nazývané Curieova. Do této teploty vykazuje železo feromagnetické chování. Po jejím překročení železo své magnetické vlastnosti ztrácí a stává se paramagnetickým. [2]

V rozmezí teplot 912–1392 °C je stabilní modifikace  $\gamma$ . Ta je, jak již bylo uvedeno, paramagnetická [2]. Nad teplotou 1392 °C se vyskytuje modifikace  $\delta$ , která je z metalografického hlediska pokračováním modifikace  $\alpha$ . Má tedy také BCC mřížku, ale tato mřížka má oproti  $\alpha$  větší mřížkový parametr [3].

<sup>1</sup> délka hrany elementární buňky dané krystalické mřížky [3]



Obr. 3: Křivky chladnutí a ohřevu čistého železa [5] (převzato)

Tyto modifikace mají vlivem rozdílnosti krystalických mřížek i jinou rozpustnost uhlíku. Ta je přímo úměrná „volnému prostoru“ mezi vlastními atomy daného typu mřížky. Tento prostor se nazývá intersticiální a je v rámci volnějšího uspořádání atomů větší v BCC mřížce ( $\alpha$ ). Ta má koordinační číslo<sup>2</sup> rovno osmi a přísluší jí dva atomy. Navzdory tomu má modifikace  $\gamma$  s FCC mřížkou (koordinační číslo rovno dvanácti a přísluší jí čtyři atomy) mnohem větší rozpustnost než modifikace  $\alpha$ . To je způsobeno tím, že intersticiální prostor v  $\gamma$  je hospodárněji rozdělen do menšího počtu větších dílčích intersticiálních prostorů. Jinak řečeno je mřížka  $\gamma$  těsněji, ale hospodárněji uspořádána. Z toho vyplývá i fakt, že při překrystalizaci z  $\alpha$  na  $\gamma$  se zvětšuje objem daného železného tělesa. [2, 5]

## 2.2 Vlastnosti slitin železa

Slitiny železa představují v dnešní době nepoužívanější technický materiál. Oceli a litiny mají oproti konkurenčním kovovým technickým materiálům, jako jsou slitiny hliníku, hořčíku, mědi atd., řadu nevýhod. Nejvýznamnější z nich je vysoká měrná hmotnost. Tyto nevýhody jsou však schopny vyvážit poměrem vlastností a výrobních nákladů, který může často být pro ostatní materiály nedosažitelný. [2]

Pomocí široké škály legur<sup>3</sup> a jejich kombinací (z nichž nejvyužívanějším je uhlík) jsou oceli schopné vykazovat velké množství požadovaných vlastností. Pomocí legování chromem

<sup>2</sup> je počet nejbližších symetricky rovnocenných atomů libovolného atomu v mřížce [4]

<sup>3</sup> prvky záměrně přidávané do oceli za účelem zlepšení jejich vlastností

a niklem jsme u ocelí schopni dosáhnout vysoké odolnosti vůči korozi. Taková ocel je pak schopná odolávat i velice agresivním prostředím, jako je např. mořská voda. Tyto oceli jsou nepostradatelné v mnoha odvětvích průmyslu, jako je potravinářství, stavebnictví nebo chemický průmysl. V automobilovém průmyslu nachází uplatnění plechy z ocelí s vysokými pevnostními vlastnostmi a v obalové technice jsou oceli schopny s tloušťkami plechů pod 0,1 mm konkurovat plastům. Dalšími vlastnostmi, kterých jsou tyto slitiny schopny dosáhnout, jsou např. vysoká otěruvzdornost (austenitické manganové oceli), žárupevnost (odolnost proti crepeu), dobrá slévateľnost, zabíhavost, obrobitelnost, vysoká čistota (nástrojové oceli), schopnost tlumení vibrací (šedá litina) a mnoho dalších vlastností odvislých od složení a struktury dané slitiny. [2]

## 2.3 Slitiny metastabilní soustavy Fe-Fe<sub>3</sub>C

Oceli a litiny jsou sloučeniny železa a dalších prvků, z nichž nejvýznamnější vliv na jejich vlastnosti má uhlík. Atomy uhlíku jsou dostatečně malé<sup>4</sup>, aby se dostaly do intersticiálních prostor mezi základními atomy krystalické mřížky železa. Uhlík tímto způsobem tvoří s železem intersticiální tuhé roztoky. Ty mají ovšem, jak bylo popsáno výše, omezenou rozpustnost, která se liší podle dané modifikace železa [2, 5]. Přebytný uhlík, který se již v tuhém roztoku nemůže rozpustit, se pak vyloučí v podobě samostatné fáze<sup>5</sup> [2].

V závislosti na celkovém obsahu uhlíku ve slitině může touto fází být při nižších obsazích metastabilní intersticiální sloučenina karbid železa (Fe<sub>3</sub>C)<sup>6</sup>. Nebo při vyšších obsazích grafit, který je elementární formou uhlíku [2, 3]. Podle toho, v jaké formě se uhlík vyskytuje, využíváme dva základní diagramy rozděluující tyto slitiny. Ty nám pak umožňují vhodnou volbu chemického složení těchto slitin na základě jejich požadovaných vlastností [2].

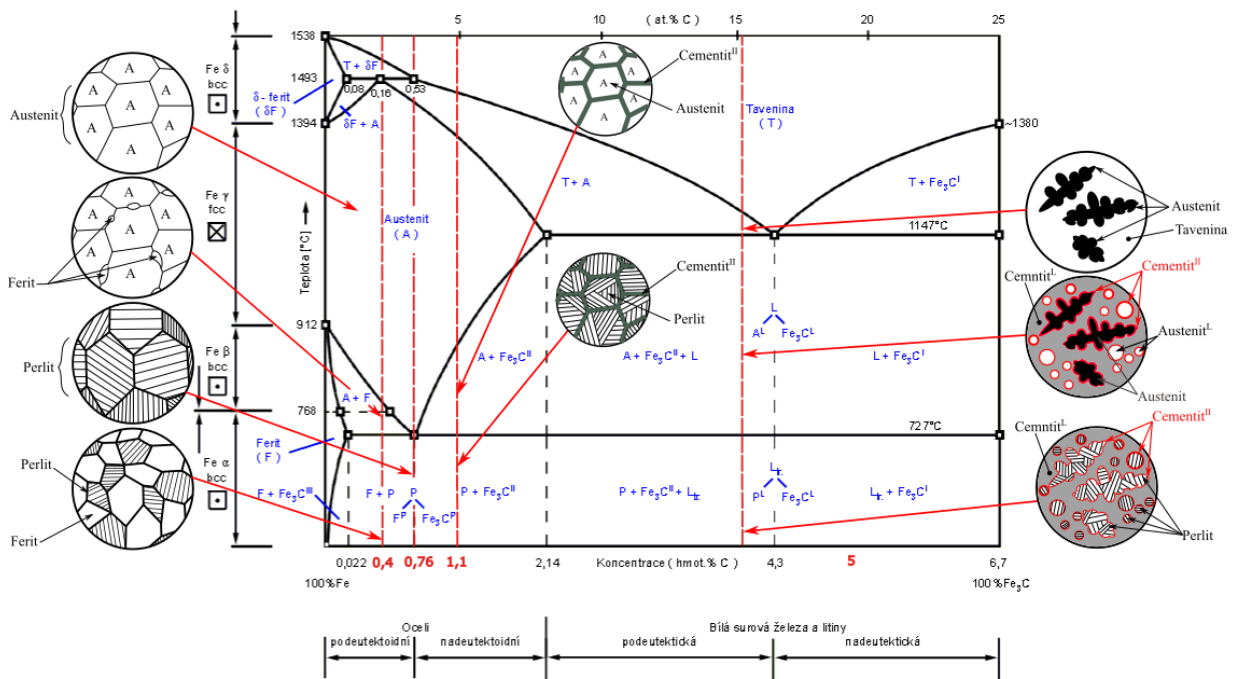
Jedná se o rovnovážný diagram stabilní soustavy Fe-C, podle kterého tuhnou hlavně litiny a surová železa. A rovnovážný diagram metastabilní soustavy Fe-Fe<sub>3</sub>C, který je zobrazen na obr. 4. Ten znázorňuje hlavně strukturní změny při tuhnutí ocelí a některých druhů litin, a proto se jím budeme zabývat podrobněji [5]. Diagram metastabilní soustavy Fe-Fe<sub>3</sub>C platí pouze pro chemicky čisté slitiny železa a uhlíku bez dalších prvků. Přísadové prvky křivky tohoto diagramu rozšiřují, v rámci čehož se z nich stávají pásma [3]. Oba diagramy jsou pak platné pouze při pomalém chladnutí, neboť při rychlém ochlazování vznikají ve slitinách nerovnovážné fáze, pro které platí jiné diagramy [2].

---

<sup>4</sup> atomový poloměr uhlíku je jen 70 pm

<sup>5</sup> jak uvádí Ptáček (2003): „Fáze soustavy jsou stejnorodé, fyzikálně a chemicky odlišitelné části soustavy, tvořené jednou či více složkami a oddělené od ostatních oblastí mezi fázovým rozhraním.“; pro tento případ považujeme za soustavu pozorovanou slitinu

<sup>6</sup> ta se také nazývá cementit a obsahuje 6,68 % uhlíku [5]; po dostatečné časové a teplotní dotaci se může rozpadat na železo a grafit [2]



Obr. 4: Binární rovnovážný diagram Fe-Fe<sub>3</sub>C se schematickým znázorněním tuhnutí daných slitin [6] (převzato a upraveno)

### 2.3.1 Základní fáze vyskytující se v diagramu Fe-Fe<sub>3</sub>C

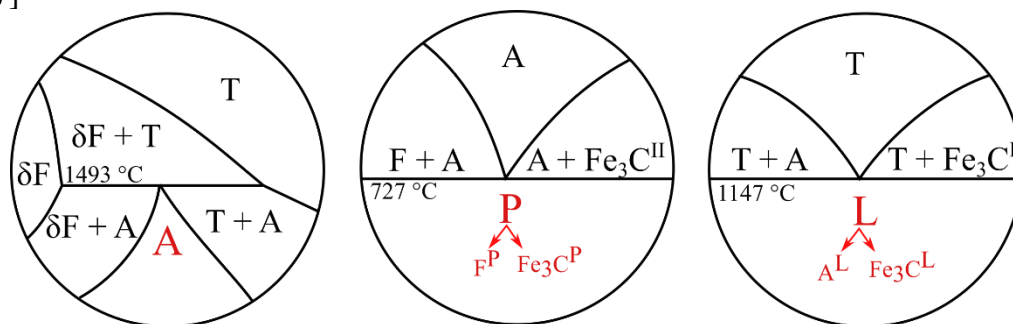
Jak bylo popsáno v kapitole 2, vyskytuje se železo v rámci své polymorfie v několika krystalografických modifikacích. Z těchto modifikací vyplývá rozdělení tří základních fází, které se v diagramu Fe-Fe<sub>3</sub>C vyskytují:

- Ferit je intersticiální tuhý roztok uhlíku v železe  $\alpha$ , který se ve struktuře může vyskytovat až do teploty 912 °C. Je velmi měkký a tvárný. Maximální obsah uhlíku, který je možno v něm rozpustit, je 0,02 % při eutektoidní teplotě 727 °C. S klesající teplotou klesá jeho rozpustnost až na  $10^{-7}$  % [2, 3]. Přibližná uváděná tvrdost této fáze je 75 HBW, pevnost pak zhruba 260 MPa [5].
- Delta ferit je intersticiální tuhý roztok uhlíku v železe  $\delta$ . Stejně jako austenit je paramagnetický. Maximální rozpustnost uhlíku v delta feritu je 0,10 % při 1495 °C. S klesající teplotou tato rozpustnost klesá až do teploty 1394 °C. [2]
- Cementit (Fe<sub>3</sub>C) je intersticiální chemická sloučenina železa a uhlíku. Je křehký, s tvrdostí 700–800 HV. Podle celkového obsahu uhlíku v dané slitině se může vyskytovat v pěti různých formách. Ty se vzájemně liší způsobem, jakým je ve struktuře vyloučen. [2]

Základními formami jsou cementit primární, který se vyskytuje ve struktuře nadeutektických litin. Dále pak cementit sekundární vyskytující se jako samostatná fáze ve strukturách nadeutektoidních ocelí a podeutektických litin. A terciální, který se vyskytuje pouze u ocelí podeutektoidních do obsahu uhlíku 0,02 %. Oba posledně jmenované se vylučují ve formě sít'oví po hranicích zrn jiných fází. To zapříčiňuje výrazný pokles houževnatosti dané slitiny. Dále se může vyskytovat v některé ze strukturních směsí, které budou popsány níže. [2]

### 2.3.2 Další fáze a struktury vyskytující se v diagramu Fe-Fe<sub>3</sub>C

V diagramu metastabilní soustavy Fe-Fe<sub>3</sub>C se vyskytují tři teploty, při nichž jsou v rovnováze tři samostatné fáze. Jsou jimi teploty eutektická, eutektoidní a peritektická. Při těchto teplotách nastávají stejnojmenné reakce, které probíhají za konstantní teploty, a jejich produkty mohou být samostatné fáze (austenit) i strukturní směsi (perlit, ledeburit). Tyto reakce jsou součástí procesů tuhnutí a reakce eutektoidní je také základem pro mnohé procesy tepelného zpracování. [7]



Obr. 5: Strukturní reakce v diagramu Fe-Fe<sub>3</sub>C; značení: tavenina (T), austenit (A), perlit (P), ledeburit (L), delta ferit ( $\delta F$ ), cementit primární (Fe<sub>3</sub>C<sup>I</sup>), cementit sekundární (Fe<sub>3</sub>C<sup>II</sup>), cementit perlitický (Fe<sub>3</sub>C<sup>P</sup>), cementit ledeburitický (Fe<sub>3</sub>C<sup>L</sup>), austenit ledeburitický (A<sup>L</sup>), ferit perlitický (F<sup>P</sup>)

- Austenit

Vzniká z taveniny a  $\delta$ Feritu při peritektické reakci. Je to intersticiální tuhý roztok uhlíku v železe  $\gamma$ . Z toho vyplývá, že nevykazuje magnetické vlastnosti. Je dobře tvárný a na metalografickém výbrusu má světle šedou barvu. Maximální rozpustnost uhlíku v austenitu je 2,14 % při 1148 °C. Tento obsah uhlíku je zároveň hraničním bodem mezi oceli a litinami. Austenit je výchozí fází všech překrytizačních pochodů TZ u ocelí. [2, 5]

- Perlit

Jedná se o eutektoidní směs feritu a cementitu vznikající rozpadem austenitu. Vzniká heterogenní nukleací<sup>7</sup> zárodků, přednostně na hranicích austenitických zrn (o kterých bude podrobněji pojednáno v dalších kapitolách), a jejich následným růstem. Rychlost nukleace zárodků je závislá na celkové ploše mezifázových rozhraní a je tím vyšší, čím je tato plocha větší. Samotný růst perlitických nodulí (útvárů rostoucích z jednoho zárodku) pak v případě perlitu s lamelární morfologií funguje na principu střídavé tvorby lamel feritu a cementitu. Šířka těchto lamel se

<sup>7</sup> typ nukleace, při němž cizí povrchy ve struktuře působí jako katalyzátory [4]



označuje jako mezilamelární vzdálenost a společně s velikostí jednotlivých perlitických kolonií je hlavním činitelem ovlivňujícím výsledné vlastnosti slitin s perlitickou strukturou. Čím jsou tyto rozměry menší, tím je vyšší hodnota houževnatosti, tvrdosti a pevnosti daného materiálu. K jejich zmenšení pak dochází zejména vlivem vyšších rychlostí ochlazování v rozmezí teplot  $A_{c1}$  až asi  $500\text{ }^{\circ}\text{C}$ . [2]

Perlit se kromě formy lamelární může vyskytovat s morfologií globulární nebo u slitinových ocelí jako perlit s vláknitými karbidy. Globulární perlit je z termodynamického hlediska nejstabilnější formou a vzniká pomalým ochlazováním přes eutektoidní teplotu, popřípadě v rámci žíhání na měkko, o kterém bude pojednáno níže. Cementit je zde přítomen v podobě částic přibližně kulovitého tvaru – globulí. [2]

- Ledeburit

Je strukturní směs austenitu a cementitu, vznikající při eutektické reakci z taveniny. Austenit v něm obsažený při eutektoidní teplotě transformuje na perlit. Ledeburit, který tuto transformaci prodělal, se nazývá ledeburit transformovaný. Ten je tedy tvořen cementitem a perlitem a je stabilní za pokojové teploty. [2]

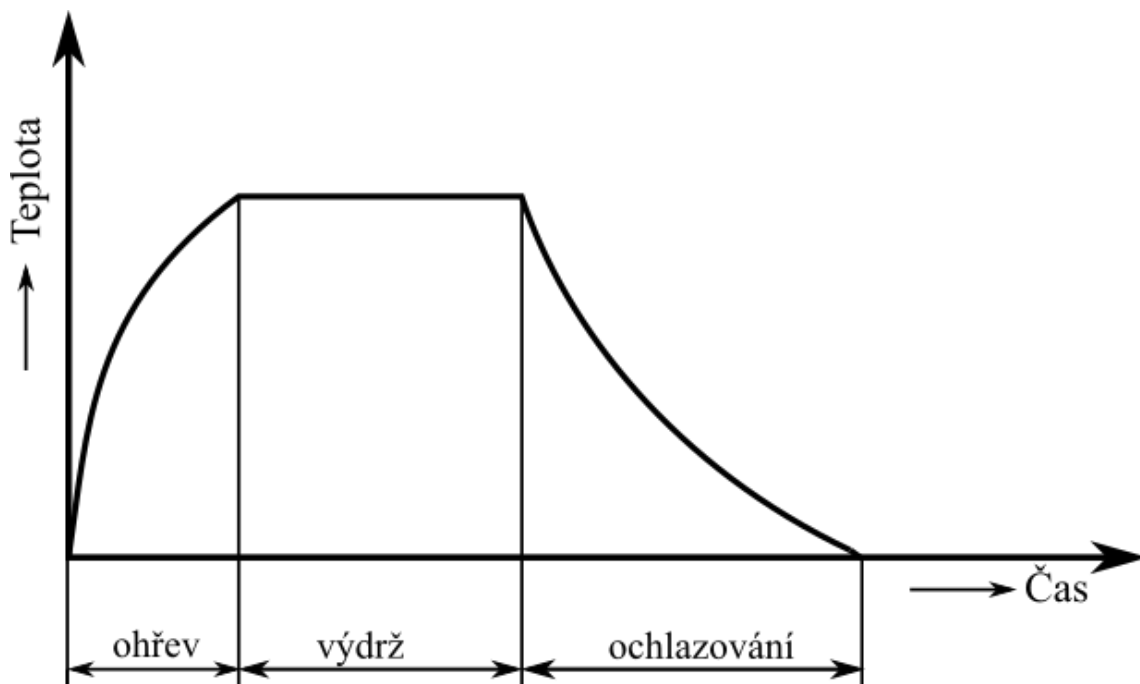
Tyto struktury se vyskytují v kombinacích se samostatnými fázemi a mezi sebou navzájem, a tvoří tak reálné struktury slitin železa s uhlíkem. Eutektoidní bod ( $0,765\text{ Hm}\% \text{ C}$ ;  $728\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) rozděluje ocele na podeutektoidní a nadeutektoidní. Bod eutektický ( $4,3\text{ Hm}\% \text{ C}$ ;  $1147\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) pak rozděluje litiny na nadeutektické a podeutektické. [5]

Toto rozdělení slouží k identifikaci fází a strukturních složek přítomných ve struktuře daného materiálu. Strukturní popis těchto materiálů je součástí diagramu Fe-Fe<sub>3</sub>C na obr. 4. V něm je také obsaženo schematické znázornění strukturních změn v průběhu tuhnutí slitin, které byly vybrány pro tepelné zpracování v experimentální části této práce.

### 3 Tepelné zpracování slitin železa a uhlíku

Tepelným zpracováním (dále jen TZ) nazýváme procesy, při nichž účelně a systematicky využíváme fázových a strukturních přeměn materiálu v tuhém stavu [8]. Účelem je získání požadovaných mechanických, technologických či jiných vlastností, které jsou se strukturou úzce spojeny. Toho dosahujeme zpravidla pomocí řízených teplotních změn [2].

Všechny druhy TZ sestávají z různých kombinací ohřevu na určitou teplotu, po kterých následuje výdrž v definovaném časovém rozmezí, a následného ochlazení. Přičemž rychlost ohřevu i ochlazování je dána parametry daného typu TZ [8]. Důležitým faktorem je také finální teplota, na kterou je potřebné výrobek ochladit. Například z důvodu ukončení probíhající fázové přeměny [5].



Obr. 6: Obecný diagram tepelného zpracování

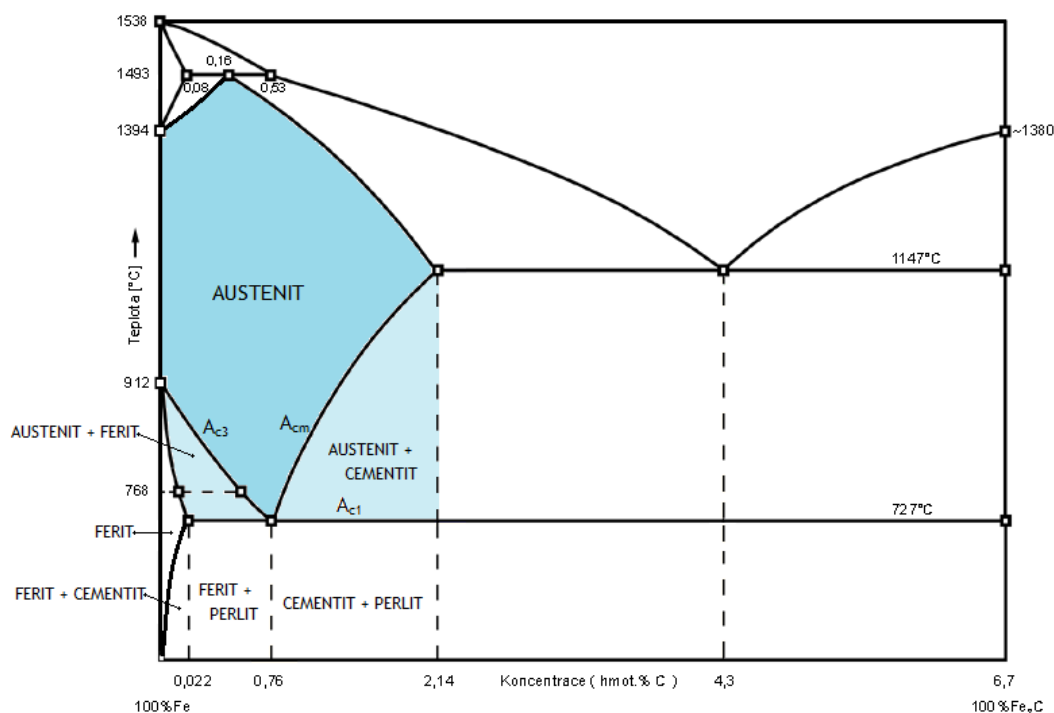
Pakliže souběžně s řízenými změnami teploty využíváme také změny chemického složení povrchu součástí vlivem působení okolního prostředí, jedná se o tzv. chemicko-tepelné zpracování. Popřípadě je možné společně s TZ uplatnit plastickou deformaci materiálu. Tento proces se pak nazývá tepelně-mechanické zpracování. [2, 5]

U pochodů TZ, při nichž slitiny prodělávají překristalizaci, využíváme polymorfie složek těchto slitin při fázových přeměnách matrice, a tím dosahujeme příslušných změn struktury. Jedná se zejména o kalení a některé druhy žíhání. [8]

Pokud slitiny při daném procesu TZ překristalizaci neprodělávají, nedochází ke změnám struktury v rámci transformace fází v ní přítomných, nýbrž v důsledku změn tvaru, rozmístění a chemického složení strukturních součástí pomocí dílčích difúzních pochodů. Zde se jedná hlavně o žíhání a popouštění. [2]

## 3.1 Austenitizace

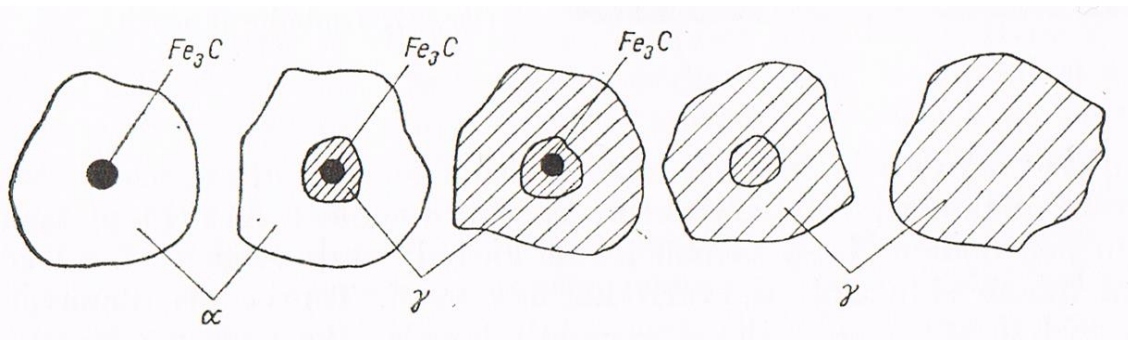
Austenitizace je proces, při němž vlivem ohřevu nad kritické teploty za rovnovážných podmínek dochází k přeměně feriticko-cementitické struktury na strukturu austenitickou. Je základním procesem při všech pochodech TZ s překrystalizací [2]. U všech druhů ocelí začíná austenitizace přeměnou perlitu nad teplotou  $A_{c1}$  (viz obr. 7). U ocelí podeutektoidních austenitizace probíhá v rozmezí teplot  $A_{c1}$  až  $A_{c3}$ . Se zvyšující se teplotou nad  $A_{c1}$  se k přeměně perlitu přidává postupné rozpouštění feritu v austenitu. U ocelí nadeutektoidních pak austenitizace probíhá v rozmezí teplot  $A_{c1}$  až  $A_{cm}$ . Přičemž zde se nad teplotou  $A_{c1}$  rozpouští v austenitu sekundární cementit [8]. Austenitizace sestává v rámci své difúzní povahy z tvorby a homogenizace zárodků austenitu a následného růstu austenitického zrna [2].



Obr. 7: Překrystalizační oblast austenitu v diagramu Fe-Fe<sub>3</sub>C [6] (převzato a upraveno)

### 3.1.1 Tvorba a homogenizace austenitu

Zárodky austenitu vznikají heterogenní nukleací na rozhraní lamel feritu a cementitu, popřípadě na hranicích kolonií perlitu. Přičemž jejich vznik i následný růst probíhá mnohem výrazněji na úkor feritu. To je zapříčiněno velikostí koncentračního rozdílu na hranici ferit-austenit, který je přibližně o jeden řád menší, než je tomu na rozhraní cementit-austenit. Tento fakt koresponduje se skutečností, že růst fáze jedné na úkor druhé je rychlejší ve směru menšího koncentračního rozdílu na rozhraní fází. Právě velikost tohoto rozdílu totiž určuje nutnou změnu koncentrace přísady v objemu nově vzniklé fáze. [2, 8]



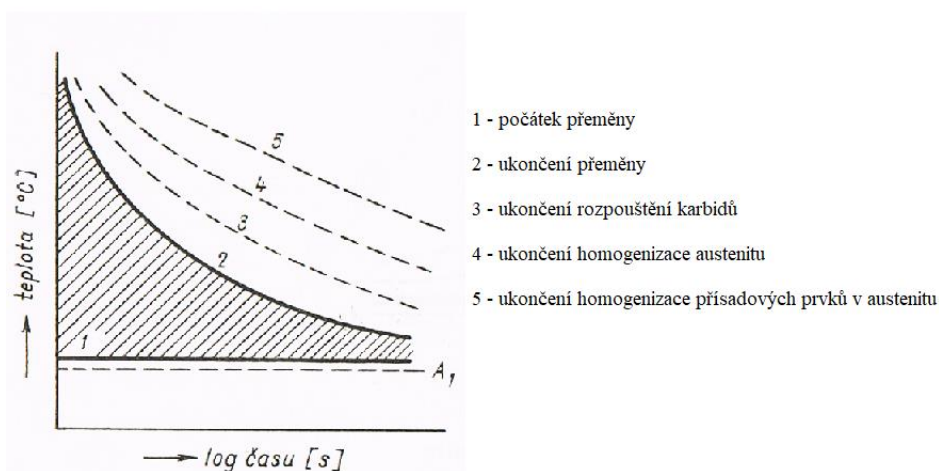
Obr. 8: Schéma tvorby a homogenizace austenitu [3]

V průběhu austenitizace tedy nastane okamžik, kdy je již všechen ferit přeměněn na austenit, ve kterém se ovšem stále vyskytují zbytky perlitického cementitu v podobě karbidů. Tyto se následně rozpouštějí, a tím dochází k vyrovnávání obsahu uhlíku [8]. Avšak ani po úplném rozpouštění karbidů nevykazuje austenit plně rovnoměrné chemické složení, neboť jsou ve struktuře stále přítomny lokální rozdíly koncentrací uhlíku a některých přísadových prvků [3]. K jejich odstranění vede další zvyšování teploty v dostatečném časovém úseku. Tento proces se označuje jako homogenizace austenitu [2]. U legovaných ocelí se k obecnému průběhu homogenizace austenitu přidává ještě homogenizace legujících prvků, která nastává po skončení homogenizace obsahu uhlíku [3].

### 3.1.2 Rychlost austenitizace

Vliv na rychlost průběhu jednotlivých etap austenitizace má mnoho faktorů. Zejména jsou to rychlost ohřevu a výška austenitizační teploty. Obecně platí, že čím je tato teplota vyšší, tím rychleji austenitizace proběhne. [3, 8]

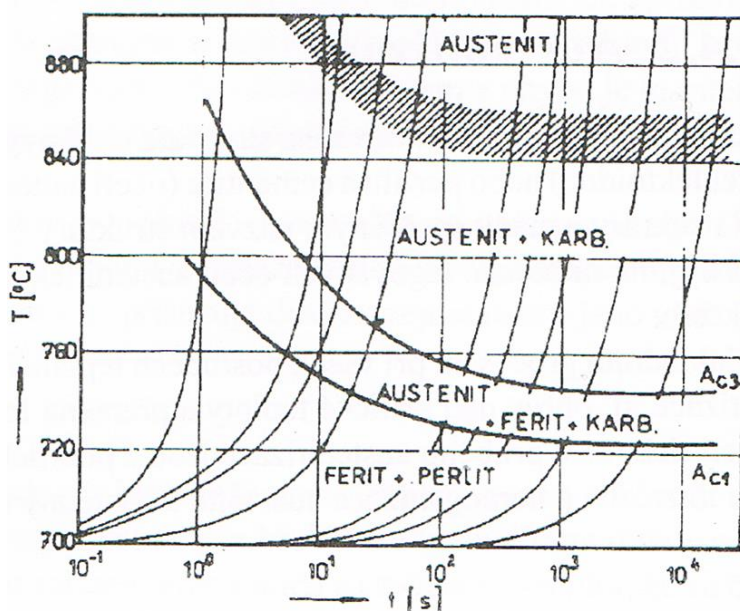
Dalším faktorem je výchozí struktura oceli před započítím austenitizačního ohřevu. Jak bylo popsáno výše, zrna austenitu se začínají tvořit na mezifázovém rozhraní ferit-cementit. Rychlost austenitizace, sestávající z rychlostí nukleace a růstu austenitických zrn, je potom tím vyšší, čím je větší celková plocha povrchů těchto fází [3]. Příčinou tohoto je, že s větší plochou se zvyšuje rychlost nukleace zrn. Rychlost růstu těchto zrn je také větší, neboť jsou v takovém případě menší vzdálenosti mezi hranicemi zrn původní a nové fáze, které musejí být překonány [8].



Obr. 9: Diagram izotermické tvorby austenitu ve slitině [3] (převzato a upraveno)

Z tohoto pohledu je rychlost austenitizace nejvyšší pro strukturu martenzitu<sup>8</sup> a jemného sorbitu<sup>9</sup>. Lamelární perlit se obecně přeměňuje rychleji než perlit globulární. Pro ten pak platí, že fáze homogenizace je tím pomalejší, čím hrubší jsou globule cementitu v něm obsažené. [2] Mezi faktory ovlivňující rychlost austenitizace patří také chemické složení oceli. To má vliv hlavně na proces homogenizace austenitu. Vysoký obsah uhlíku zvyšuje rychlost austenitizace, a to na základě již uvedeného principu větší plochy povrchu přítomných fází. Dobu přeměny také zkracuje přítomnost přísadových prvků, které netvoří karbidy (Ni, Co, Zn, ...). Prvky karbidotvorné (V, Mo, W, ...) naopak tento proces zpomalují, neboť přítomné karbidy stabilizují, a tím ztěžují jejich rozpouštění. [3, 8]

Kinetiku austenitizace lze znázornit tzv. austenitizačními diagramy. Ty jsou konstruovány z průběhů izotermické a anizotermické austenitizace pro danou ocel při různých teplotách a udávají závislost mezi teplotou a dobou potřebnou pro ukončení jednotlivých etap austenitizace. Příklady izotermického a anizotermického transformačního diagramu austenitizace jsou uvedeny na obr. 9 a 10. [2, 8]

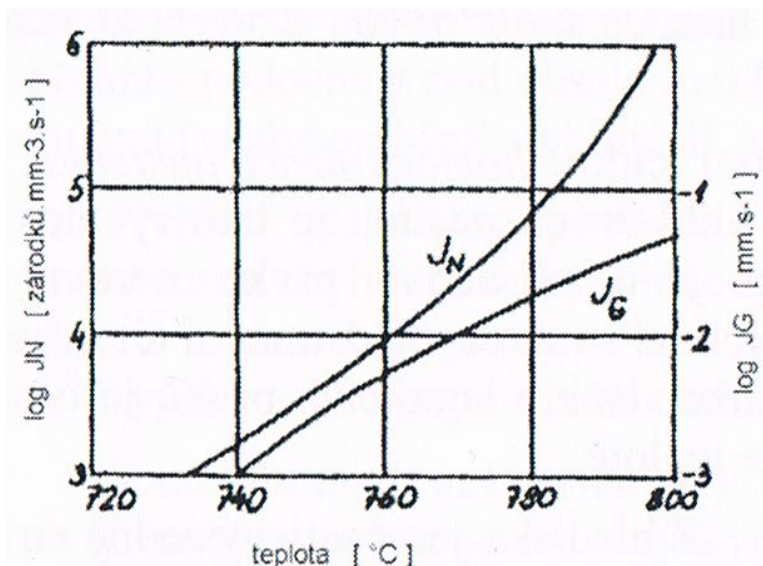


Obr. 10: Anizotermický austenitizační diagram uhlíkové oceli (0,7 hm% C) s výchozí strukturou lamelárního perlitu a feritu [2]

Z již uvedeného vyplývá, že celková rychlost austenitizace sestává z rychlosti nukleace austenitického zrna (značíme  $J_N$ ) a z rychlosti jeho růstu (značíme  $J_G$ ). Z diagramu na obr. 11 lze vyčíst, že  $J_N$  roste s teplotou rychleji než  $J_G$ . Z toho je patrné, že k dosažení co nejjemnější austenitické struktury je potřeba využít co nejvyšší možné austenitizační teploty v kombinaci s přesně stanovenou a dodržanou dobou výdrže na této teplotě. V okamžiku ukončení transformace je zrno tím jemnější, čím je austenitizační teplota vyšší. Avšak zároveň s tím je i vyšší rychlost, se kterou od tohoto okamžiku dochází k hrubnutí austenitického zrna. [8]

<sup>8</sup> martenzit je nerovnovážný metastabilní tuhý roztok uhlíku v železe  $\alpha$ ; má tetragonální prostorově centrovanou mřížku, jejíž mřížkový parametr je závislý na úrovni přesycení uhlíkem; vzniká při bezdifuzní přeměně přechlazeného austenitu; typicky je produktem TZ nazývaného martenzitické kalení [8]

<sup>9</sup> feriticko-cementitické struktura vznikající při popouštění martenzitu; částice cementitu v ní přítomné mají zrnitou morfologii [8]



Obr. 11: Závislost rychlosti nukleace  $J_N$  a rychlosti růstu  $J_G$  austenitického zrna na teplotě [8]

### 3.1.3 Velikost austenitického zrna

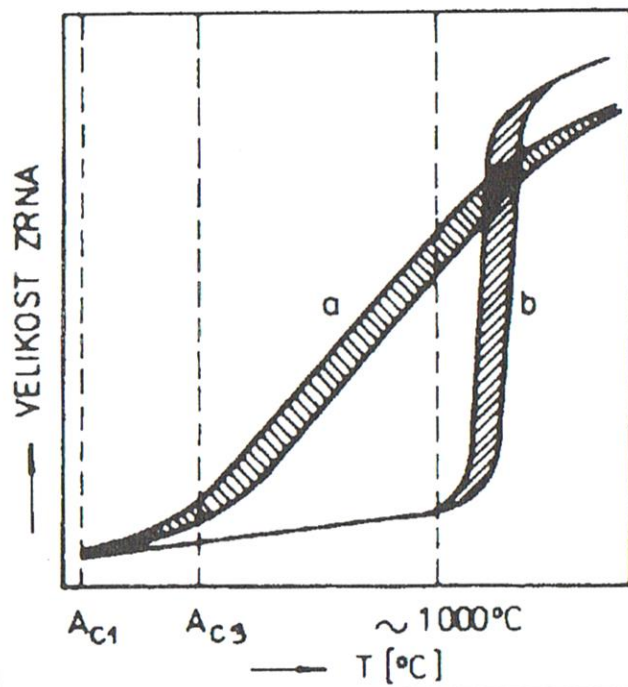
Velikost austenitického zrna má zásadní vliv na mechanické a technologické vlastnosti dané oceli. Proto je pro nás důležité důsledné rozdělování druhů austenitického zrna a pokud možno přesné určování jeho velikosti. Z toho plyne i základní rozdělení na oceli dědičně jemnozrné a dědičně hrubozrné. [2]

Prvním austenitickým zrnem vznikajícím při krystalizaci je tzv. licí zрно. To se zpravidla vyskytuje v mezidendritických prostorech a bývá poměrně hrubé. Z něj následně vlivem teplotních pnutí vzniká zрно primární. To má polyedrický tvar a jeho velikost lze ovlivňovat úpravami technologie odlévání (kontilitů atd.) a také pomocí přísadových prvků (Ti, Mo, Nb, ...). Pakliže po odlití a zchladnutí následují další procesy překrystalizace, označují se zrna austenitu, vzniklá při těchto překrystalizacích, jako sekundární. Přičemž zрно vzniklé po poslední překrystalizaci se nazývá původní. Posledním druhem zrna, které se ve strukturách ocelí vyskytuje, je zрно skutečné, tj. zрно fáze existující ve struktuře po tepelném zpracování a tváření (např. zрно feritu). [2, 3]

Hrubnutí austenitického zrna je přirozené jak pro oceli hrubozrné, tak i pro ty jemnozrné. Vyplývá ze snahy o snížení Gibbsovy energie<sup>10</sup> soustavy pomocí zmenšení souhrnné délky hranic zrn [8]. Austenitické zрно vyskytující se ve struktuře po překročení kritických teplot překrystalizace je malé. Od okamžiku překročení těchto teplot se v závislosti na výši teploty začíná zvětšovat [2].

Co je ovšem pro tyto dvě skupiny ocelí rozdílné, je charakter růstu zrna se zvyšující se teplotou. Tento rozdíl je dobře vystižen na Obr. 12. Zatímco u ocelí hrubozrných roste velikost austenitického zrna od okamžiku ukončení austenitizace rovnoměrně v celém teplotním rozsahu, velikost zrna u ocelí jemnozrných zůstává po překročení kritických teplot v podstatě neměnná až do tzv. prahové teploty. Po jejím překročení však začne zрно prudce hrubnout a rychlost růstu zrna u těchto ocelí pak může dokonce překonat i oceli hrubozrné. [2, 8]

<sup>10</sup> Gibbsova energie je stavovou funkcí termodynamické soustavy; samovolné děje jsou v termodynamice doprovázeny snižováním této energie a stav rovnováhy je pak definován jejím absolutním minimem[4]



Obr. 12: Schéma závislosti velikosti austenitických zrn eutekoidní oceli na teplotě austenitizace; a- ocel dědičně hrubozrnná; b- ocel dědičně jemnozrnná [2]

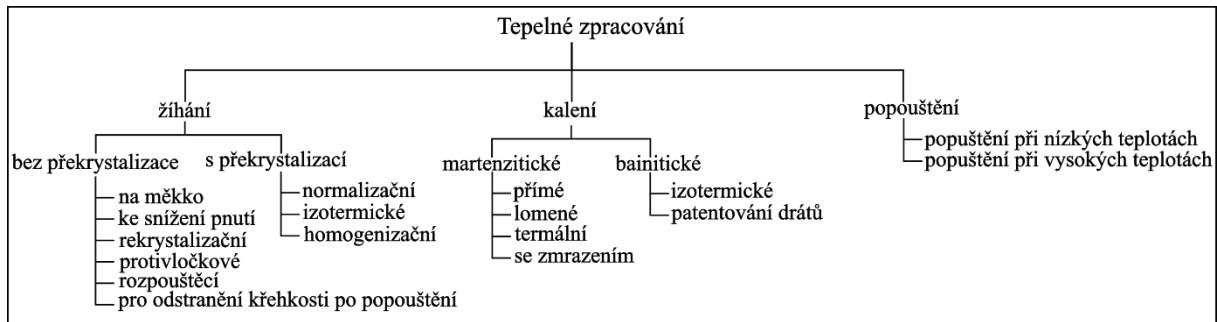
Dědičností velikosti zrna se rozumí fakt, že charakter růstu austenitického zrna je pro danou ocel stejný i po opakované austenitizaci. Povaha dědičných vlastností spočívá ve způsobu dezoxidace<sup>11</sup> daného typu oceli [2]. U ocelí jemnozrnných se využívá přítomnosti velice stabilních karbidů, nitridů a oxidů ve struktuře. Tyto se v podobě jemných částic vylučují na hranicích austenitických zrn, čímž brání jejich pohybu [8]. Ve struktuře se vyskytují díky dezoxidování hliníkem, titanem, zirkonem, popřípadě jinými karbidotvornými prvky, pokud se jejich karbidy nerozpouští v austenitu. Oceli dědičně hrubozrnné jsou pak dezoxidované zejména feromanganem a ferosiliciem. Ty mají dostatečnou afinitu ke kyslíku, aby dostatečně snížili aktivitu kyslíku v oceli, avšak efekt popsaný u ocelí jemnozrnných u nich nenastává [2].

<sup>11</sup> metalurgický pochod, během něhož se snižuje obsah kyslíku v oceli a upravuje její chemické složení (odsířování, legování); snižování obsahu kyslíku funguje na principu snižování jeho aktivity v oceli a následné vyplavování do strusky v podobě oxidů [2]

## 3.2 Technologie tepelného zpracování slitin železa a uhlíku

Hlavními skupinami TZ u ocelí jsou žíhání, kalení a popouštění. Přičemž z kombinace posledních dvou jmenovaných sestává TZ nazývané zušlechťování. U žíhání s překrystalizací mají většinou největší význam proeutektoidní přeměny a přeměna perlitická. Oproti tomu u kalení se jedná o přeměny bainitickou a martenzitickou. [8]

Praktická část této práce se bude zaměřovat především na procesy žíhání, a proto je jim v následující sekci věnována větší pozornost.



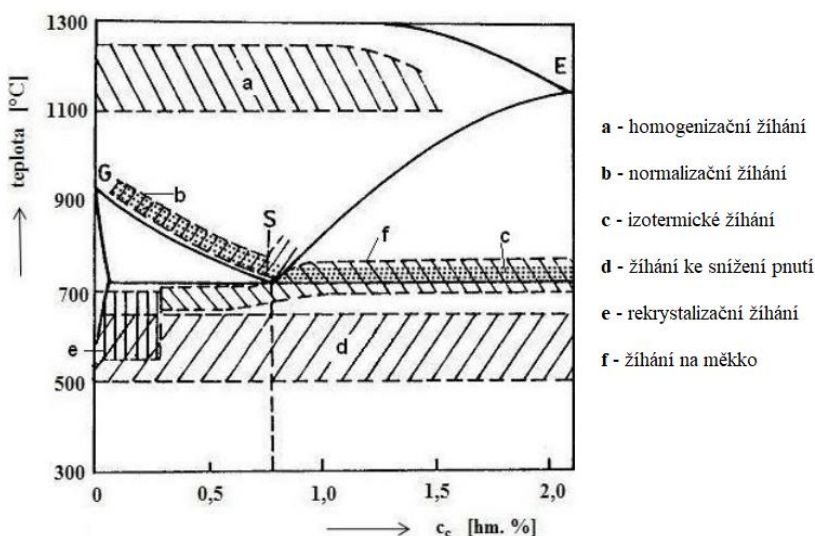
Obr. 13: Rozdělení tepelného zpracování

### 3.2.1 Žíhání

Požadovaným efektem při žíhání je dosažení rovnovážného strukturního stavu. Výsledná struktura po žíhání by tedy měla být tvořena rovnovážnými fázemi. Toho je docíleno zpravidla velmi pomalým ochlazováním, jehož rychlost by neměla být vyšší než rychlost ochlazování na klidném vzduchu. [2]

Žíhání může být operací konečnou, která následně určuje vlastnosti výrobku. Nebo operací přípravnou, využívanou pro dosažení potřebné struktury pro operace následující. Například rekrytalizační žíhání používané mezi jednotlivými úkony při tváření za studena. [8]

Jednotlivé postupy žíhání se podle oblastí užívaných teplot a s tím souvisejících průběhů fázových přeměn rozdělují do dvou základních skupin. Jsou to žíhání s překrystalizací a žíhání bez překrystalizace. [2]



Obr. 14: Schéma oblastí žihacích teplot základních typů žihání v diagramu Fe-Fe<sub>3</sub>C [8] (převzato a upraveno)



### 3.2.2 Žihání s překrystalizací

- Normalizační žihání

Důvodem pro vznik normalizačního žihání byla potřeba zjemnění austenitického zrna, které může být po lití nebo tváření za vysokých teplot značně zhrublé [3]. Dalším požadovaným aspektem je zrovnoměrnění sekundární struktury [2]. Ta může být vlivem nerovnoměrné dokovavací, nebo doválcovací teploty či rozdílného stupně protváření v jednotlivých částech výkovku nestejněměrná [3]. Tento typ žihání v neposlední řadě také umožňuje odstranit tzv. Widmannstättenovu strukturu<sup>12</sup> [2].



Obr. 15: Schematické znázornění Widmannstättenovy struktury v rámci austenitického zrna [9] (převzato a upraveno)

Normalizační žihání se provádí převážně u ocelí podeutektoidních, a to zejména u odlitků, výkovků a menších svařenců [8]. V takovém případě se volí teplotní interval 30–50 °C nad teplotou  $A_{c3}$ . Na této teplotě musí zpracovávaná součást prodělat dostatečnou výdrž, aby došlo k rovnoměrné austenitizaci v celém objemu [5]. Pokud poté následuje ochlazování na klidném vzduchu, kde je rychlost ochlazování v rozmezí 100–200 °C·h<sup>-1</sup>, je pro takovýto cyklus vžité označení normalizace. Pokud ochlazování probíhá v peci, používá se pojem normalizační žihání [2, 8].

U ocelí nadeutektoidních se s normalizačním žiháním takřka nesetkáme. V jejich případě se používá zejména k odstranění síťoví sekundárního cementitu, které je vyloučeno po hranicích zrn. Přesněji k potlačení jeho opětovného vyloučení, k němuž dochází při pomalém ochlazování z tvářecích teplot [2, 8]. Literární prameny se shodují, že normalizační teplota vhodná pro tento úkon je zhruba 30 °C nad  $A_{cm}$ . Z ní následuje rychlé ochlazení (např. proudem vzduchu) pod 700 °C [3, 8]. Tím je zabráněno vzniku cementitického síťoví [2]. Následné ochlazování již však musí být pozvolné, aby se austenit přeměnil na perlit. V opačném případě by mohlo dojít k (částečnému) zakalení a ve struktuře by se mohl vyskytovat bainit nebo martenzit. To by mělo za následek výskyt velkých vnitřních prnutí [3].

<sup>12</sup> nežádoucí jehlicovitá struktura, na jejíž vznik jsou náchylné hlavně nízkouhlíkové podeutektoidní oceli, a to zejména pokud mají hrubé austenitické zrna a prodělaly rychlé ochlazení; její přítomnost ve struktuře je nežádoucí, neboť taková struktura je pak značně křehká; špičky jehlic této struktury fungují jako iniciátory napětí [9]

Modifikací tohoto druhu TZ je tzv. základní žíhání. Rozdíl mezi ním a žíháním normalizačním spočívá v ochlazování, které je zde v celém časovém intervalu velmi pomalé (pod  $50\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{h}^{-1}$ ) [8]. To má za následek vznik hrubozrnné struktury, která vede ke snížení tvrdosti a vnitřních pnutí a s tím spojenému zlepšení tvárnosti a obrábitelnosti [5]. Využívá se u velkých nebo tvarově složitých výrobků. Zejména pak pro vysokouhlíkové a legované konstrukční oceli [8].

- Homogenizační žíhání

Homogenizační žíhání se také nazývá žíhání difuzní, neboť jeho podstatou je umožnit snížení chemické heterogenity pomocí difuzních procesů [2, 3]. Z toho vyplývá i charakter tepelného cyklu tohoto druhu TZ. Využíváme zde ohřev na teploty značně vyšší než  $A_{c3}$  ( $A_{cm}$ ). Literární prameny se shodují, že se jedná zejména o teplotní rozsah  $1000\text{--}1250\text{ }^{\circ}\text{C}$  [8]. Výdrž na těchto teplotách je udávána v rozmezí 5–15 hodin s následným pomalým ochlazováním [2].

Chemická heterogenita může být způsobena dendritickou segregací<sup>13</sup>, jejíž dopady lze tímto druhem TZ výrazně snížit, nebo pásmovým odmišením<sup>14</sup> (likvace). V případě likvace však homogenizační žíhání nemá téměř žádný efekt na snížení její úrovně [2]. Při volbě podmínek tepelného cyklu tohoto druhu TZ je tedy potřeba brát v úvahu také difuzivitu jednotlivých segregujících prvků a přípustný stupeň segregace [8].

Jak bylo vysvětleno v kapitole 2.1.3, dochází při takto vysokých teplotách a výdržích na nich ke značnému hrubnutí austenitického zrna [8]. Dalším negativním efektem je výrazná oxidace a oduhlíčení povrchu zpracovávané součásti, což může vést k nutnosti významného zvětšení přídavek na obrábění [3]. Z energetického hlediska je velice výhodné spojit homogenizační žíhání s ohřevem pro tváření. Rekrystalizace mezi tvářecími operacemi pak může vést ke zjemnění austenitického zrna [8].

- Izotermické žíhání

V dnešní době je často používáno jako náhrada jiných druhů žíhání (na měkko, základní). V takových případech je požadovaný efekt stejný jako u nich. Důvodem pak je značně menší energetická náročnost v rámci kratších žíhacích časů [5]. Např. pokud bychom měli ložiskovou ocel 14109 vyžíhat na měkko klasickým způsobem, vyžadovalo by to prodlevu až 15 hodin pod teplotou  $A_{c1}$ . Při využití žíhání izotermického pro tyto účely postačuje nad  $A_{c1}$  výdrž přibližně 40 minut [8].

Principem je austenitizace následovaná rychlým ochlazením na teplotu izotermického rozpadu v oblasti perlitické přeměny [2]. Na této teplotě ocel prodělá dostatečnou výdrž pro dokončení přeměny austenitu na perlit a posléze se dále ochlazuje [3].

Při austenitizaci se využívá teplot  $30\text{--}50\text{ }^{\circ}\text{C}$  nad  $A_{c3}$  (u podeutektoidních), popřípadě  $A_{c1}$  (u nautektoidních) [8]. Při rozpadu austenitu  $600\text{--}700\text{ }^{\circ}\text{C}$  [2]. Potřebná doba výdrže na teplotě izotermického rozpadu je odvislá od velikosti austenitického zrna po austenitizaci a je tím menší, čím je toto zrno jemnější [5].

---

<sup>13</sup> nerovnoměrnost chemického složení vzniklá vlivem nerovnovážného tuhnutí taveniny; při tuhnutí taveniny dochází k růstu krystalů ve směru na sebe kolmých os; takto vzniklé krystaly jsou nazývány dendrity; jako první se tvoří primární osa dendritu, a ta je, oproti později tuhoucím částem, chudší na množství přísad a nečistot; při růstu dendritu jsou pak na přísady a nečistoty nejbohatší sekundární (a terciální) osy dendritů, a zejména mezi-dendritické prostory [7]

<sup>14</sup>rozdílné chemické složení u ingotů tuhoucích v kokilách, kdy jako první tuhne povrchová vrstva, ve které je obsaženo více prvků s vysokou teplotou tavení (např. Ni), a jako poslední pak jádro, které obsahuje naopak více prvků s nízkým bodem tavení (např. Cu); homogenizačním žíháním nemůže být tato rozdílnost odstraněna, neboť difuzní dráhy jsou v jejím případě příliš velké [7]

Tento postup může být z hlediska ochlazování na teplotu rozpadu austenitu velmi obtížný zejména u výrobků velkých průřezů. Nemožnost rychlé změny teploty v celém průřezu u nich zapříčiňuje odklon od izotermického průběhu [8]. To má za následek posunutí začátku rozpadu k delším časům a celkově delší dobu, po kterou bude rozpad probíhat [5]. Naopak u výrobků menších průřezů se dá reálnému izotermickému průběhu značně přiblížit. A to především s použitím dvou solných lázní. Jedné na teplotě austenitizace a druhé na teplotě izotermického rozpadu [8].

### 3.2.3 Žihání bez překrystalizace

Teplotní rozsahy žihacích teplot u těchto druhů žihání se nacházejí pod teplotou  $A_{c1}$ . Množství probíhajících fázových přeměn je zde minimální, a proto jejich vliv cíleně nesledujeme. Zásadními pochody jsou zde rozpady nerovnovážných fází, odpevňovací děje a změny rozpustností uhlíku a dusíku. [2, 8]

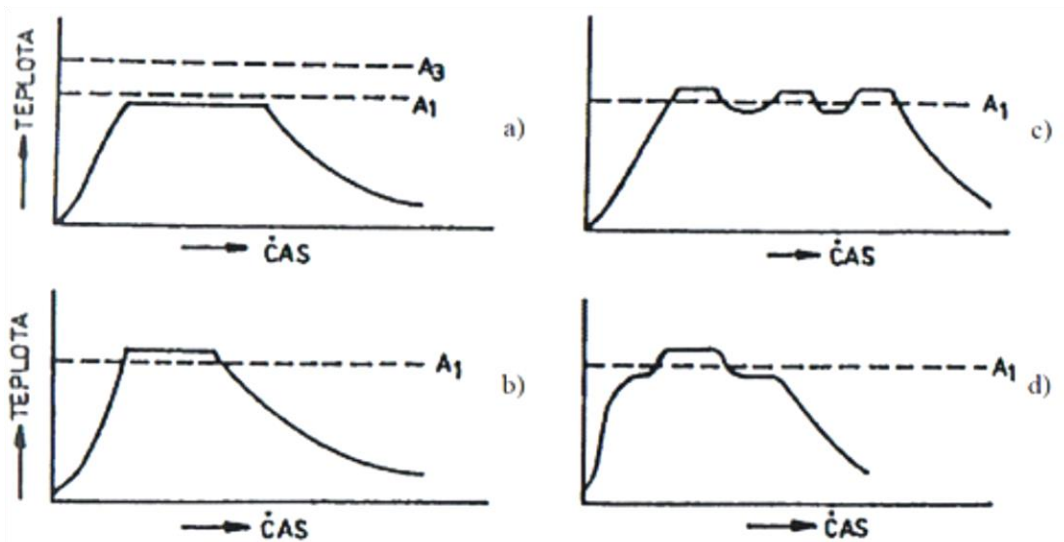
- Žihání ke snížení pnutí

Slouží k odstranění vnitřní napjatosti, která může být způsobena předchozím svařováním, tvářením za tepla i za studena, nerovnoměrným ochlazováním nebo rozsáhlým třískovým obráběním, aniž by docházelo ke změnám struktury a původních vlastností. [2, 8]

Významnou roli zde hraje rovnoměrnost ohřevu, které je docíleno využíváním pecí s nucenou cirkulací pecní atmosféry [3]. Naprosto zásadní je správná volba žihací teploty. Žihací teploty leží pod  $A_{c1}$  nejčastěji v rozmezí 500–650 °C s výdrží na potřebné teplotě po dobu 1–10 hodin [5]. Ohřev i následné ochlazování musí být pomalé a rovnoměrné, přičemž rychlost ohřevu by měla být 100–200 °C·h<sup>-1</sup> a rychlost ochlazování 30–50 °C·h<sup>-1</sup> [8].

- Žihání na měkko

Žihání na měkko se provádí za účelem snížení tvrdosti, zlepšení obrobiteľnosti a tvařitelnosti za studena, čehož je dosahováno pomocí sferoidizace lamelárního cementitu (popřípadě jiných karbidů) za žihací teploty v okolí  $A_{c1}$  [2, 8]. Ke sferoidizaci dochází pomocí sbalování lamel cementitu a jiných karbidů do kuliček vlivem povrchového napětí. To vede ke vzniku globulárního perlitu s větší homogenitou, což je strukturně výhodné také pro případné následné kalení. Tato struktura totiž usnadňuje dokonalé rozpuštění cementitu (a dalších karbidů) v austenitu během kalícího ohřevu, a tím umožňuje snadnější získání homogenního austenitu [5].



Obr. 16: Schéma postupů žíhání na měkko. a- žíhání podeutektoidních ocelí; b- žíhání nadeutektoidních a legovaných ocelí; c,d- žíhání s kolísáním kolem teploty překrystalizace [8] (převzato a upraveno)

Postup žíhání na měkko má mnoho variací podle velikosti vsázky, typu výchozí struktury či chemického složení oceli. Nejjednodušším způsobem, využívaným zejména pro žíhání podeutektoidních ocelí, je ohřev těsně pod teplotu  $A_{c1}$ , s výdrží na této teplotě v rozsahu dvě až osm hodin a následné ochlazování v peci, jehož rychlost je menší než  $50 \text{ }^\circ\text{C}\cdot\text{h}^{-1}$ . Touto rychlostí ochlazujeme až na potřebnou teplotu v rozmezí  $450$  až  $550 \text{ }^\circ\text{C}$ . Následné dochlazení z této teploty probíhá na vzduchu [5]. Tento postup je zobrazen na obr. 16a a využíváme ho zejména pro žíhání podeutektoidních nízkolegovaných ocelí [8].

Postup zobrazený na obr. 16b se využívá pro nadeutektoidní oceli, oceli výše legované a rychlořezné. Žihací teplota je volena nad  $A_{c1}$  za účelem urychlení tvorby globulárního perlitu. Její výška závisí především na obsahu uhlíku a legujících prvků ve zpracovávané oceli. S vyššími obsahy těchto prvků se prodlužuje rozpouštění karbidů, a s tím se i zvyšuje potřebná žihací teplota. Nesmí však být příliš vysoká, neboť by mohlo dojít k úplnému rozpouštění cementitu. Následné ochlazování musí být dostatečně pomalé, neboť na jeho rychlosti přímo závisí velikost vzniklých globulí cementitu. Měla by se pohybovat v rozmezí  $10$ – $15 \text{ }^\circ\text{C}\cdot\text{h}^{-1}$ . Při vyšších rychlostech hrozí opětovný vznik lamelárního perlitu. [8]

Kolísání teploty okolo  $A_{c1}$ , jak je vyobrazeno na obr. 16c, d, slouží k urychlení průběhu žíhání. Tento postup je však efektivní jen u výrobků malých průřezů. [8]

- Rekrystalizační žíhání

Jeho účelem je odstranění deformačních zpevnění vzniklých předchozím tvářením za studena, a tím obnovení tvárných vlastností oceli. Často se proto používá jako mezioperační žíhání při tvářením za studena [8]. Výška žihací teploty se volí v závislosti na stupni deformace v rozmezí  $550$ – $700 \text{ }^\circ\text{C}$  s výdrží od několika minut do několika hodin (podle velikosti výrobku). Rychlost následného ochlazování je již v případě tohoto druhu TZ nepodstatná [5].

- Protivločkové žíhání

Jeho účelem je zabránit vzniku vnitřních trhlin u těžkých ocelových polotovarů (výkovky, vývalky) a odlitků, které vznikají vlivem snižující se rozpustnosti vodíku v tuhém roztoku při klesání teploty. Tento nerozpuštěný vodík se následně vylučuje v molekulární formě na mezifázovém rozhraní mezi matricí a vměstky. Jeho hydrostatický tlak poté vede ke vzniku trhlin, které svým přibližně kulovým tvarem připomínají vločky. [2, 3]

- Rozpouštěcí žíhání

U ocelí polymorfních slouží k odstranění nepříznivých vlivů stárnutí oceli. U ocelí nepolymorfních pak k rozpuštění karbidů a nitridů v tuhém roztoku, přičemž rychlost ochlazování z žíhací teploty musí být dostatečná, aby bylo zamezeno jejich opětovnému vylučování. Cílem tohoto druhu žíhání je získání homogenní struktury s vysokou tvárností, houževnatostí, odolností proti korozi a odstranění vlivů předchozího zpracování. [2, 8]

- Žíhání pro odstranění křehkosti po moření

Principem tohoto druhu žíhání je vytvoření vhodných podmínek (400 až 500 °C po dobu 1 až 4 hodin) pro oddifundování vodíku z povrchu ocelové součásti. Vodík, o jehož odstranění z oceli usilujeme, je v ní obsažen následkem odstraňování okují z povrchu více či méně koncentrovanou kyselinou (moření). [2]

### 3.2.4 Žíhání litin

- Temperování

Temperování je druh žíhání, při němž se využívá grafitizace ledeburitického, popřípadě i perlitického cementitu pro výrobu litiny s vločkovým grafitem. Kromě grafitizace se zde záměrně využívá i oduhličování daného materiálu [8]. Pomocí tohoto TZ se z bílé litiny vyrábí následující druhy litin:

- Temperovaná litina s bílým lomem

Princip výroby této litiny spočívá v žíhání výrobku při teplotách v rozmezí 1000–1050 °C v peci, v níž je prostředí s oxidačními účinky. To může být pevné (zásyp v oxidech železa) nebo se může jednat o řízenou oxidační atmosféru. Ta sestává ze směsi oxidu uhličitého a uhelnatého, vodíku a vodní páry. Obsahy těchto komponent jsou automaticky řízeny tak, aby bylo docíleno požadovaného oxidačního efektu. [8]

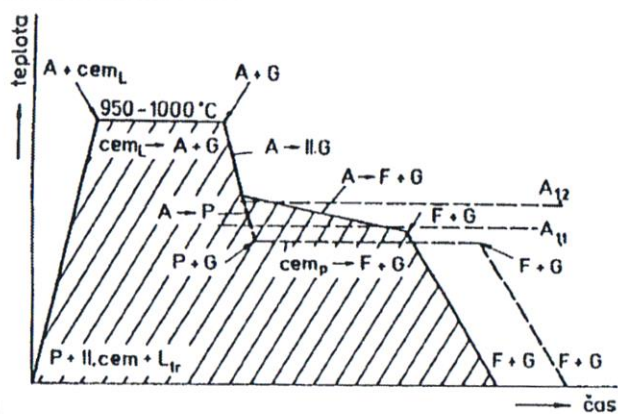
Tím je oduhličení povrchu výrobku, které má za následek snížení koncentrace uhlíku v austenitických vrstvách u povrchu výrobku, a tím porušení koncentrační rovnováhy na mezifázovém rozhraní austenit–cementit. V rámci snahy o opětovné obnovení této rovnováhy dochází k rozpouštění cementitu v austenitu. Následně dochází k difuzi atomů uhlíku z celého průřezu výrobku ve směru vzniklého koncentračního spádu (od středu k povrchu). [2]

Úplného oduhličení, kdy je výsledná struktura čistě feritická, lze dosáhnout pouze u výrobků malých průřezů. Lomová plocha u takovýchto výrobků je pak stříbřitě bílá. U výrobků větších průřezů jsou ve struktuře přítomné s feritem i perlit a grafit. [8]

- Temperovaná litina s černým lomem

V případě tohoto druhu litiny je vločkový grafit uložen ve feritické matici. Pro její vznik je nezbytné, aby se veškerý ledeburitický a perlitický cementit rozložil a uhlík v něm obsažený se následně vyloučil jako vločkový grafit. [8]

Tepelný cyklus je dvoustupňový (obr. 17), k rozložení ledeburitického cementitu dochází v prvním grafitizačním stupni v rozmezí teplot 950–1000 °C. Tento proces je popsán chemickou rovnicí:  $\text{Fe}_3\text{C} \rightarrow 3\text{Fe} + \text{C}_{\text{grafit}}$  [2]. K rozpouštění cementitu perlitického pak dochází ve druhém grafitizačním stupni žíhání [8]. Tato fáze procesu také rozhoduje o struktuře budoucí matrice litiny [2].



Obr. 17: Diagram TZ temperované litiny s černým lomem

Feritické matrice může být dosaženo dvěma způsoby. Zaprvé přímou proměnou austenitu na ferit a grafit, která probíhá při řízeném ochlazení přes oblast eutektoidní přeměny rychlostí  $2\text{--}3 \text{ }^\circ\text{C}\cdot\text{h}^{-1}$ . Zadruhé izotermickou grafitizací perlitického cementitu za teplot nižších než  $A_{c1}$ . První jmenovaný postup je mnohem méně náročný z hlediska časové dotace, a proto je vhodnější pro provoz TZ. [8]

Povrch lomové plochy takovéto litiny je šedočerný. Temperování v jejím případě probíhá v neutrálním prostředí, takže nedochází k oduhličování [8]. Z tohoto důvodu se jako vstupní materiál volí bílé litiny s nízkým obsahem uhlíku, neboť by vlivem příliš vysokého podílu vločkového grafitu ve struktuře mohlo docházet ke snížení pevnosti této litiny [2].

- Temperovaná litina perlitická

Stejně jako v případě temperované litiny s černým lomem probíhá v tomto případě žíhání v neutrálním prostředí, tudíž zde nedochází k oduhličování. Taktéž v prvním stupni grafitizace dochází k rozkladu ledeburitického cementitu. Ve druhém stupni je však potřeba zajistit, aby bylo řízeným ochlazením dosaženo eutektoidní přeměny přítomného austenitu. Výsledná struktura je pak tvořena perlitickou maticí a v ní obsaženými částicemi vločkového grafitu. [8]

### 3.2.5 Kalení

Jako kalení se označují pochody TZ, jejichž cílem je získání nerovnovážných, popřípadě částečně nerovnovážných struktur. Požadovanou vlastností těchto struktur je vysoká tvrdost. Pro tento druh TZ jsou potřebné specifické vlastnosti zpracovávaného materiálu. Těmi jsou dobrá kalitelnost (schopnost dosáhnout kalením vyšší tvrdosti), zakalitelnost (schopnost dosáhnout větší rychlosti ochlazování, než je kritická rychlost požadované přeměny) a prokalitelnost (schopnost oceli dosáhnout dané tvrdosti do určité hloubky pod povrchem). [2, 3]

Kalení se dělí na martenzitické a bainitické, podle výsledné struktury, které má být daným pochodem TZ dosaženo.

- Bainitické

Cílem je získání struktury bainitu, který je definován jako nelamelární feriticko–karbidická směs. Vzniká rozpadem austenitu mezi teplotami cca 500 °C a teplotou počátku martenzitické transformace [2]. Bainitická přeměna vykazuje znaky přeměny perlitické i martenzitické. Bainit se dělí na horní a dolní podle způsobu vzniku a vylučování jednotlivých fází této strukturní směsi [8]. Existují dva základní druhy Bainitického kalení, a to izotermické a nepřetržité [5].

- Martenzitické

Jak z názvu vyplývá, cílem je získání martenzitické struktury. Toho je dosahováno tzv. stříhovou bezdifuzní přeměnou přechlazeného austenitu. Při této přeměně je přechlazení dostatečné, aby byla potlačena difuze substitučních prvků a uhlíku v dané oceli. To vede k distorzi mřížky této oceli, která je příčinou značných vnitřních pnutí, které s tímto druhem TZ souvisí a o jejichž odstranění je usilováno při následném popouštění. Podle užití technologie se martenzitické kalení dělí na nepřetržité, lomené, termální a se zmrazováním. [2]

### 3.2.6 Popouštění

Je druh TZ, který má za úkol snížit křehkost zakalených výrobků pomocí vytváření struktur bližších rovnovážnému stavu, než jsou martenzit a bainit [8]. Jde tedy o TZ, které je přímo spjaté s kalením, a je proto nejvhodnější aplikovat jej hned po dokončení kalicího cyklu. To snižuje riziko popraskání oceli vlivem vnitřních pnutí vzniklých při kalení [2].

Jedná se o ohřev na teplotu pod  $A_{c1}$  a následné ochlazování definovanou rychlostí [2]. Průběh popouštění je z hlediska procesů přeměn přítomných struktur a fází rozdělen do čtyř stádií, které se teplotně vzájemně překrývají [8]. Z hlediska technologického se pak popouštění rozděluje na vysokoteplotní a nízkoteplotní [5].

- Nízkoteplotní popouštění

Používá se převážně u nástrojových ocelí. Jeho účelem je snížení vnitřních pnutí po kalení a zvýšení houževnatosti. Využívá se u něj ohřevu na teploty v rozmezí 100–350 °C. [2]

- Vysokoteplotní popouštění

Účelem je získání optimálních mechanických vlastností (mez pevnosti, houževnatost, tvrdost, ...) v rámci vzniku sorbidické struktury. U tohoto druhu popouštění se může vyskytovat tzv. popouštěcí křehkost, kdy pokles pevnosti není doprovázen adekvátním nárůstem houževnatosti. Popouštěcí teploty se zde pohybují v rozmezí 400–650 °C. [2]

## 4 Analytické metody zkoumání struktur

### 4.1 Světelná mikroskopie

Pozorování mikrostruktury materiálů je velice podstatnou disciplínou materiálových věd. Umožňuje nám zkoumání vlivů jednotlivých postupů zpracování, jako jsou tváření, tepelné zpracování atd., na strukturu (druh fází, množství, tvar, ...), a tím i vlastnosti daného materiálu. Slouží také k posouzení vhodnosti daného materiálu pro požadované použití či k hodnocení rozsahu a příčin vad vzniklých jak za provozu, tak v průběhu výroby. [4, 10]

Při pozorování kovových materiálů se využívá mikroskopů s odraženým světlem. To je zapříčiněno tím, že kovy v jakkoli malých tloušťkách nepropouštějí viditelné světlo, a nelze je tedy, jako například materiály biologické, pozorovat při průchodu světla. [4, 10]

#### 4.1.1 Příprava metalografických preparátů

Příprava vzorků pro světelnou mikroskopii sestávající z odběru vzorku, jeho označení, broušení, leštění a leptání je naprosto zásadní a chyby, které v jejím průběhu vzniknou mohou mít za následek chybné vyhodnocení pozorované struktury, a tím selhání celého procesu. [10]

- Odběr a značení vzorků

Při odběru vzorků je potřeba brát v úvahu účel zkoumání struktury a podle toho vhodně volit místo odběru vzorku. Může být požadováno, aby vzorek vystihoval celkovou strukturu materiálu nebo aby obsahoval místa iniciace trhlin, které vedly k porušení součásti. U svarových spojů odebíráme vzorky z řezů svarem nebo z tepelně ovlivněné oblasti atd. [4, 10]

Při samotném odběru musí být zabezpečeno, aby nedošlo ke změně struktury vzorku vlivem tepelného ovlivnění nebo přílišné deformace. Z toho důvodu musí být při odběru řezáním, odfrézováním atd. vždy použito chlazení (nejčastěji vodní) a zvolena adekvátní řezná rychlost použitého nástroje. [4, 10]

Rádné označení vzorků je velice podstatné hlavně jako prevence vůči případné záměně, ale také by mělo udávat ucelené informace o původu a účelu vzorku. [4]

- Preparační a broušení

Prvním typem broušení, které vzorek podstoupí, je hrubé broušení. To následuje hned po odebrání vzorku a má za úkol vytvořit rovné plochy, na kterých bude následně zviditelňována struktura. Po něm nejčastěji následuje jeho zalévání (zalisování) do pryskyřice. Účelem tohoto úkonu je zlepšení manipulovatelnosti vzorků (obzvláště menších) při následných metalografických procesech a zajištění rovinnosti broušené plochy. Pryskyřice používané pro tyto účely jsou nejčastěji na bázi epoxydu, bakelitu aj. [4, 10]

Následné brusné úkony mají za úkol zajistit dokonalou rovinnost zpracovávané plochy a její rovnoměrnou drsnost. Při broušení se využívají karbidy křemíku, bóru, nebo přírodní korund. Tyto mohou být v podobě brusných papírů, past, nebo suspenzí [4]. V případě využití metalografických brusných papírů se podle zrnitosti v průběhu broušení přechází od nejhrubších k nejjemnějším. Při každém přechodu na jemnější papír se musí ze vzorku odstranit zbytky brusiva

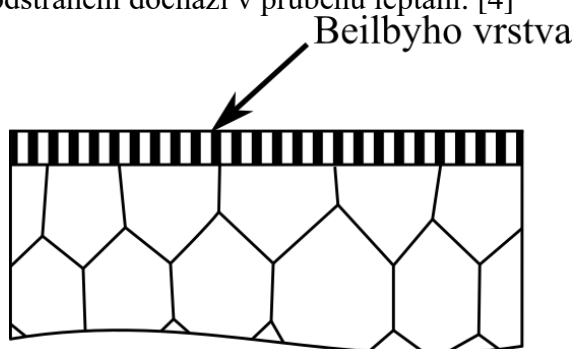


z předchozího broušení, aby nedošlo k poškrábání povrchu. Na papír o vyšší zrnitosti se přechází v okamžiku, kdy z povrchu zmizí všechny rýhy po broušení na papíru stávajícím [10].

- Leštění

Leštění má za úkol odstranit posední rýhy po nejjemnějším broušení a dosáhnout zrcadlově lesklého povrchu připraveného pro následné leptání. Při tomto úkonu již není materiál z povrchu vzorku odebírán, jako tomu je u broušení, ale dochází ke srovnání jeho reliéfu. Mechanické leštění se provádí pomocí leštících past<sup>15</sup> nanášených na kotouče potažené různými tkaninami (plst', sukno, samet, ...). [10]

Při tomto typu leštění vzniká na povrchu materiálu vrstva plasticky zdeformovaného materiálu (Beilbyho vrstva). Ta má za následek zkreslení skutečné struktury vzorku, a tím jeho nesprávné vyhodnocení. Její tloušťku můžeme ovlivnit volbou vhodné chladicí kapaliny v průběhu broušení a leštění. K jejímu odstranění dochází v průběhu leptání. [4]



Obr. 18: Schéma Beilbyho vrstvy

Kromě leštění mechanického se využívá ještě leštění elektrolytické a chemické, při nichž k vytvoření Beilbyho vrstvy nedochází. Obě jmenované jsou založeny na principu anodického rozpouštění povrchu vzorku. [4]

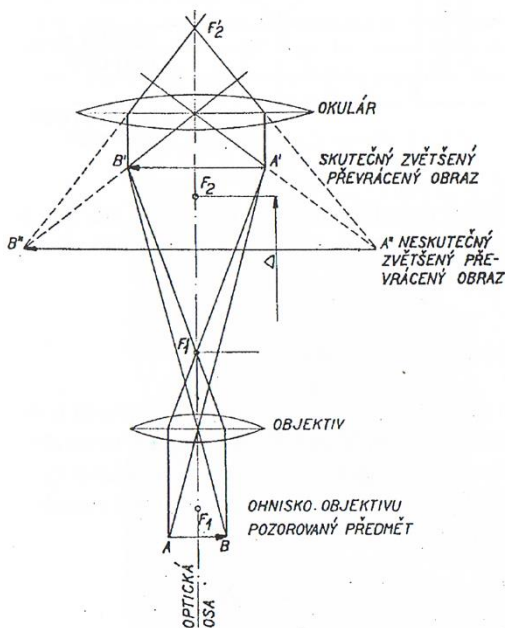
- Leptání

Jeho účelem je vyvolání struktury pro následné pozorování. Nejvyužívanějším druhem je leptání chemické. Při něm je důležitá správná volba použitého leptadla, aby bylo docíleno požadovaného efektu. Rozeznáváme tři druhy, jimiž jsou leptání plošné, barevné a leptání na hranice zrn. Přičemž k dosažení správného leptacího účinku se využívá rozdílné rezistence jednotlivých fází vůči používaným leptadlům. [4]

<sup>15</sup> jedná se o diamantové částice v olejovém nebo alkoholovém nosném prostředí [4]

#### 4.1.2 Zařízení pro světelnou mikroskopii

Světelné mikroskopy fungují na principu průchodu světla dvěma soustavami čoček nazývanými objektiv a okulár. Pozorovaný předmět je v těsné blízkosti objektivu a světlo od něj odražené vytváří po průchodu objektivem skutečný, převrácený, zvětšený obraz tohoto předmětu. Tento obraz je následně zvětšován okulárem, a tím je vytvořen neskutečný zvětšený obraz předmětu. Jelikož samotné zvětšení obrazu a jeho detailů zajišťuje objektiv, používá se ve světelné mikroskopii silně zvětšující objektiv a slabě zvětšující okulár. [4]



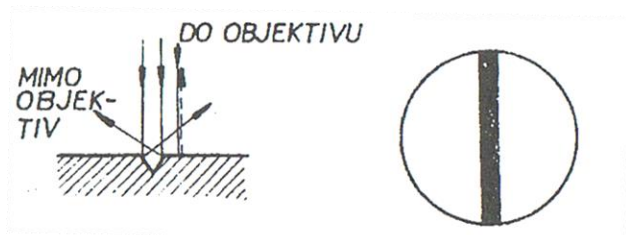
Obr. 19: Zjednodušené schéma průchodu světelných paprsků metalografickým mikroskopem

Objektivy se rozdělují podle prostředí mezi povrchem pozorovaného předmětu a okulárem na tzv. suché a imersní. U objektivů suchých je tímto prostředím vzduch, který má index lomu  $n = 1$ . U objektivů imersních pak olej s  $n = 1,5$ . [4]

#### 4.1.3 Optické metody zviditelnění struktury

Ve světelné mikroskopii se využívá několika metod tvorby obrazu pozorované struktury. Jsou jimi světlé pole, tmavé pole, polarizované světlo, fázový a interferenční kontrast. Jejich účelem je zajištění vhodného množství světla odraženého od strukturních detailů (vzniklých naleptáním) a dosažení dostatečného kontrastu. Tyto metody se od sebe liší zejména druhem světla využívaným pro tvorbu obrazu, podle úhlu jeho odrazu od povrchu vzorku nebo způsobu jeho transformace. [4]

- Při pozorování ve světlém poli se světlo mikroskopu odráží od ploch kolmých zpět do objektivu a od ploch šikmých je odráženo mimo objektiv. Šikmé plochy se pak na reliéfu jeví jako tmavé a vodorovné plochy jako světlé. [4]



Obr. 20: Schéma osvětlení vzorku při pozorování ve světlém poli [4] (převzato a upraveno)

- Při pozorování v tmavém poli je povrch vzorku osvětlován velmi šikmým osvětlením. Na reliéfu se potom hranice zrn, obrysy vměstků a jiné šikmé plochy jeví jako zářivě jasné, na rozdíl od ploch rovných, které jsou zde tmavé. [4]



Obr. 21: Schéma osvětlení vzorku při pozorování v tmavém poli [4] (převzato a upraveno)

- Polarizované světlo se využívá zejména u monofázových struktur (hliník, měď, ...). Jedná se o viditelné světlo, u kterého je pomocí odrazu, absorpce, nebo dvojlomu omezeno kmitání ve všech rovinách krom jedné, která prochází paprskem. [4]
- Fázový i interferenční kontrast slouží k pozorování výškových rozdílů na povrchu vzorku. Principem obou těchto metod je interference fázově posunutých světelných vln. Metoda interferenčního kontrastu využívá pro vyhodnocování srovnávacích etalonů a je uzpůsobena pro sledování nejmenších převýšení povrchu, jakými jsou např. deformační pásy. [4]

## 4.2 Elektronová mikroskopie

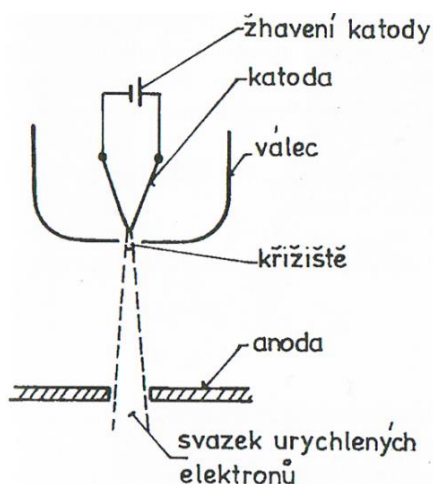
Elektronová mikroskopie byla vyvinuta jako odpověď na nutnost zkoumání struktur nově vznikajících materiálů, které často pro svůj vývoj vyžadují znalost strukturních detailů na úrovni krystalické mřížky (nm). Elektronová mikroskopie se v průběhu svého vývoje rozdělila na dvě hlavní odvětví, jimiž jsou transmisní elektronová mikroskopie (TEM) a skenovací (rastrovací) elektronová mikroskopie (SEM). [4]

TEM funguje na principu prozařování vzorku, který musí být tím pádem dostatečně tenký, aby jím mohly částice elektronového záření procházet [4]. SEM oproti tomu pracuje s analýzou signálů tzv. sekundárních elektronů a elektronů zpětně odražených od povrchu vzorku [11]. Vzorky pro SEM ovšem musí být elektricky vodivé [4]. Tato metoda byla posléze použita v rámci experimentální části této práce, a proto je jí v následujícím textu věnována větší pozornost.

## 4.2.1 Skenovací elektronová mikroskopie

Skenovací elektronový mikroskop sestává z elektronické, vakuové, mechanické a optické soustavy. Vakuová soustava zajišťuje, aby nedocházelo k oxidaci katody, a zároveň umožňuje elektronům volný průchod optickou soustavou, aniž by docházelo k interakci s molekulami plynů. Mechanická soustava zajišťuje potřebné polohování vzorků a možnost jejich výměny. [4]

Elektronická soustava sestává ze zdroje elektronů a prvků elektromagnetické optiky. Zdrojem elektronového svazku je tzv. elektronové dělo. To sestává z katody, Wehneltova válce a anody [4]. Jako katoda se dříve používalo wolframové vlákno, které se v dnešní době nahrazuje jinými druhy katod např. zdroji typu FEG. Mezi anodou a katodou je udržováno vysoké napětí (0,1–30 kW). Elektrony jsou emitovány katodou, která má vysoký záporný potenciál, a jsou urychlovány v rámci napětí mezi touto katodou a nulovým potenciálem anody. Wehneltův válec slouží k fokusaci těchto urychlených elektronů uvnitř elektronového děla v místě zvaném křížič [11].



Obr. 22: Schématické znázornění elektronového děla [4]

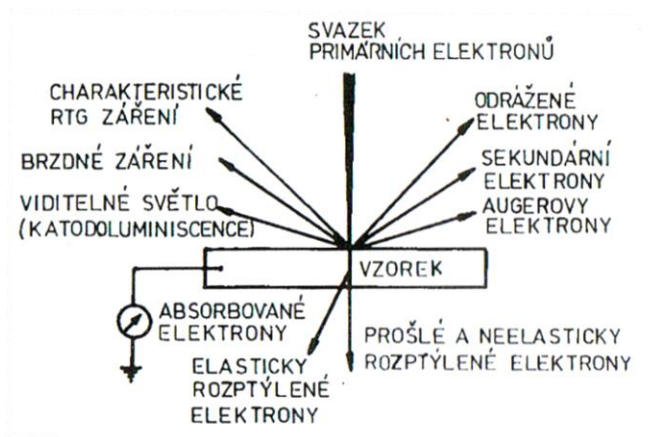
Po výstupu primárního elektronového svazku z děla je však plocha působení tohoto svazku na povrch vzorku příliš velká, což má za následek neostrý obraz. Z toho důvodu je nezbytné, aby byl tento svazek dále fokusován. K tomuto účelu se využívají tzv. elektronové čočky, což jsou cívky, které jej tvarují tvorbou vhodného magnetického pole. Svazek může být tímto způsobem fokusován na rozměry menší než 10 nm. Po dopadu primárního elektronového svazku dochází k jeho interakci s povrchem, která je zásadní pro samotné zobrazení struktury. [11]

## 4.2.2 Interakce elektronového svazku s povrchem vzorku

Po dopadu primárního elektronového svazku na povrch vzorku jím část elektronů projde. Při tomto průchodu dochází k jejich pružnému a nepružnému rozptylu. Při pružném rozptylu změny elektrony vlivem difrakce svůj směr a téměř bez energetických ztrát opouští vzorek. Tyto elektrony se nazývají zpětně rozptýlené (odražené). Při nepružném odrazu pak dochází ke srážkám primárních elektronů vázanými elektrony atomů krystalové mřížky, které posléze přechází do jiných energetických stavů, nebo se stávají elektrony volnými. To může být doprovázeno

vyzářením tzv. fotonu charakteristického rentgenového záření, nebo tzv. Augerova elektronu. Augerův elektron i foton charakteristického rentgenového záření se využívají pro chemickou analýzu vzorků. [4]

Dalším druhem elektronů přítomným při této interakci jsou tzv. sekundární elektrony. Jsou jimi slabě vázané elektrony, které v rámci nepružného odrazu získají od primárních elektronů dostatečnou kinetickou energii, aby opustili elektronový obal příslušného atomu. Následně se začnou pohybovat hmotou vzorku a posléze opouští vzorek. [11]

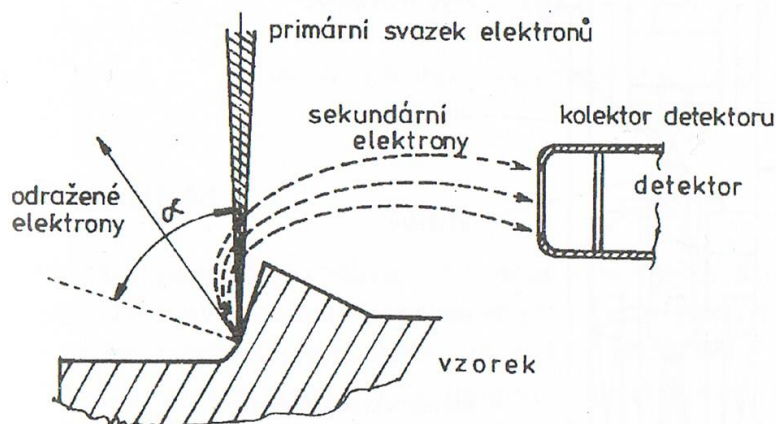


Obr. 23: Signály vznikající při interakci primárního svazku elektronů s povrchem vzorku [4]

#### 4.2.3 Detekce signálu a tvorba obrazu v SEM

V předchozí podkapitole byla popsána interakce primárního svazku elektronů s povrchem vzorku, při které vzniká několik druhů záření. Ta nesou specifické informace o bodu dopadu tohoto svazku. Následně dochází působením cívek k vychylování paprsku a tím k jeho postupnému přejíždění po stanovených drahách na povrchu vzorku. Tímto způsobem mapuje svazek požadovanou plošku. Přičemž v každém jejím bodě vznikají signály, které jsou následně zachyceny pomocí polovodičových detektorů. [4]

Pro tvorbu obrazu se používají sekundární a zpětně odražené elektrony. Na detektoru je kladné předpětí, které má za následek, že se sekundární elektrony pohybují po zakřivených drahách směrem do detektoru. Zpětně odražené elektrony se proti tomu pohybují od místa interakce s povrchem vzorku přímočaře. V případě zpětně rozptýlených elektronů tedy všechna místa, kde je reliéf povrchu odkloněn od směru detektoru, nevytvářejí žádný obraz. Obraz tak není kompletní, avšak vykazuje vyšší kontrast než v případě využití sekundárních elektronů. [4]



Obr. 24: Schéma drah zpětně rozptýlených a sekundárních elektronů [4]

## 5 Zkoušení mechanických vlastností

### 5.1 Zkoušky tvrdosti

Zkoušky tvrdosti se podle charakteru zatěžující síly dělí na statické a dynamické [10]. První jmenovaná skupina se používá k hodnocení tvrdosti ocelí a keramiky, a proto se jí budeme zabývat detailněji. Druhá skupina se pak využívá zejména k hodnocení pryží a plastů [4].

#### 5.1.1 Statické zkoušení tvrdosti

Nejrozšířenější skupinou statických zkoušek tvrdosti jsou zkoušky vnikací. Pro ně platí, že tvrdost je definována jako odolnost daného materiálu proti vnikání cizího tělesa definovaných rozměrů do jeho povrchu stanovenou silou [4]. Tato odolnost je úměrná silám, jimiž jsou atomy daného materiálu vzájemně vázány. Z toho vyplývá, že tvrdost určitého materiálu o stejném chemickém složení nemusí být vždy stejná v závislosti na velikosti zrna, zkušební teplotě, přítomnosti cizích příměsí a vnitřních pnutí atd. [10].

Statické zkoušky tvrdosti jsou založeny, jak vyplývá z definice, na vtlačování vnikacího tělíska (indentoru) do povrchu zkoušeného tělesa. Rozdělují se na zkoušky vnikací a vrypové, přičemž nejčastěji jsou využívány zkoušky první jmenované skupiny, a proto se jimi budeme detailněji zabývat. U nich je jako míra tvrdosti brána velikost vtisku, která je po odlehčení indentoru měřena mikroskopem. [10]

Při zkoušení musejí být dodrženy podmínky zajišťující reprodukovatelnost zkoušky. Povrch zkoušeného vzorku musí být rovný a nesmí se na něm vyskytovat oxidické vrstvy. Teplota okolí by měla být 20 °C ( $\pm 10$  °C). Materiál indentoru musí mít co největší tvrdost a modul pružnosti, aby při zkoušení sám nepodléhal plastické ani elastické deformaci [10]. Třemi nejrozšířenějšími metodami zkoušení tvrdosti jsou Brinellova, Rockwellova a Vickersova [4]. V experimentální části mé práce byla pro měření tvrdosti využita metoda Brinellova, proto se jí budu v následujícím textu více zabývat.

- Zkouška tvrdosti podle Brinella

Tato metoda je ze všech tří výše jmenovaných nejméně náročná na úpravu povrchu před provedením zkoušky a zároveň není příliš citlivá na dodržení správných zkušebních podmínek. Např. je méně citlivá na otřesy z okolí. Z těchto důvodů je nejrozšířenější metodou využívanou v provozu, kde se využívá např. při kontrole tepelného zpracování, nebo odpovídajících mechanických vlastností dodaného materiálu [10]. Podle materiálu použitého indentoru se hodnoty tvrdosti dle Brinella zapisují dvojnásobem. Při použití kalené ocelové kuličky se používá označení HBS. S využitím kuličky z tvrdokovu pak HBW [4].

Hodnota tvrdosti je při této zkoušce závislá, na rozdíl od metody Vickersovy, na velikosti zatěžující síly [4]. Tato hodnota je pak dána, jak vyplývá ze vzorce (1), poměrem působícího zatížení  $F$  k ploše povrchu  $A$  vtisku indentoru:

$$HB = \frac{0,102 \cdot F}{A} = \frac{0,102 \cdot F}{\pi \cdot D \cdot (D - \sqrt{D^2 - d^2})}, \quad (1)$$

kde  $F$  je zatěžující síla [N],  $D$  průměr indentoru [mm],  $d$  průměr vtisku [mm]. Průměr vtisku je vždy měřen ve dvou na sebe kolmých směrech, přičemž se následně pro výpočet využívá aritmetického průměru těchto dvou hodnot [10].

Zápis hodnoty tvrdosti získané touto metodou musí vyjadřovat také podmínky, za kterých byla tato hodnota naměřena. V zápisu se tyto údaje uvádí za značkou HB a jsou vzájemně odděleny lomítkem. Podmínky, které byly pro tuto metodu stanoveny jako normální, jsou (podle pořadí zápisu): průměr indentoru roven 10 mm, zatěžovací síla 29430 N, doba zatěžování 10–15 s. Při provádění zkoušky za těchto podmínek se jejich hodnoty v zápisu tvrdosti neuvádí a její zápis pak může vypadat např. takto: 185 HB. [10]

V případě, že jsou ovšem okolnosti zkoušení jiné, musí se v zápisu tvrdosti uvést podle výše uvedených pravidel. V takovém případě může zápis vypadat např. takto: 170 HB 5/750/20. Zatěžovací síla je zde uváděna v kilopondech ( $750 \text{ kp} = 7355 \text{ N}$ ), přestože pro výpočet se využívá hodnota v newtonech. [10]

Nutné je také dodržení parametrů zkoušení daných normou, tj. vzdálenost mezi středem vtisku a okrajem zkušebního vzorku musí být nejméně 2,5krát větší než průměr vtisku. Dále pak vzdálenost mezi jednotlivými středy vtisků musí být větší než čtyřnásobek jejich průměru a nejmenší tloušťka zkušebního tělesa musí mít nejméně desetinásobek hloubky vtisku. Všechna tato opatření mají zajistit, že zkoušená oblast jednotlivých vtisků nebude vzájemně ovlivněna plastic-  
kými deformacemi od těchto vtisků. [10]

# Experimentální část

## 6 Popis experimentu

### 6.1 Zadání úlohy

Cílem této práce je zdokumentování vlivu TZ na strukturu a vlastnosti slitin železa s uhlíkem se zaměřením na žíhací pochody. Výstupem má být zachycení a zhodnocení strukturních změn, které v průběhu TZ nastanou, společně s posouzením změn mechanických vlastností zastoupených hodnotami tvrdosti. Struktury mají být zachyceny s využitím světelné mikroskopie, s případným doplněním strukturních detailů pomocí skenovací elektronové mikroskopie.

### 6.2 Materiál

Pro účely experimentu byly jako výchozí materiály zvoleny binární směsi železa a uhlíku bez dalších přísadových prvků. Byly odlity ve spolupráci s odborem slévárenství Ústavu strojírenské technologie Vysokého učení technického v Brně. Následně u nich byl ověřen požadovaný obsah uhlíku pomocí optického emisního spektrometru s jiskrovým výbojem značky Q4TASMAN. Z tohoto měření vyplývá specifikace těchto slitin. Značení vzorků bylo zvoleno následovně.

Tabulka 1: Slitiny použité při experimentu

slitina	číslo vzorku	obsah uhlíku [hm %]
podeutektoidní ocel	6	0,4 %
podeutektoidní ocel	7	0,7 %
nadeutektoidní ocel	9	1,1 %
podeutektická bílá litina	11	4 %

Z každé z uvedených slitin byly, jako základ, pomocí metalografické pily od firmy LECO vyrobeny čtyři vzorky. Dva posloužily pro hodnocení struktur a měření tvrdostí v litých stavech slitin a dva pro tytéž účely ve stavu po tepelném zpracování. Další vzorky byly zpracovávány v průběhu experimentu dle aktuální potřeby.

### 6.3 Příprava vzorků

Vzorky určené pro strukturní analýzu byly nejprve zalisovány do směsi pryskyřic typu Dentacryl a ClaroFast při teplotě 180 °C. K tomuto účelu byl využit lis značky Labopress-3 od firmy Struers.

Tyto vzorky následně podstoupily broušení, při kterém bylo využito brusných papírů na bázi karbidu křemíku se zrnitostmi 80, 120, 320, 500, 800, 1000, 1200 a 4000. Následovalo leštění pomocí kotouče potaženého sukmem a leštících past od firmy Urdiamant o zrnitostech D 2 a D 0,7. K leptání byl využit dvouprocentní roztok kyseliny dusičné s etanolem (Nital).

U vzorků určených pro měření tvrdosti byly povrchy pečlivě očištěny od oxidických vrstev, které se na nich vyskytovaly po TZ.



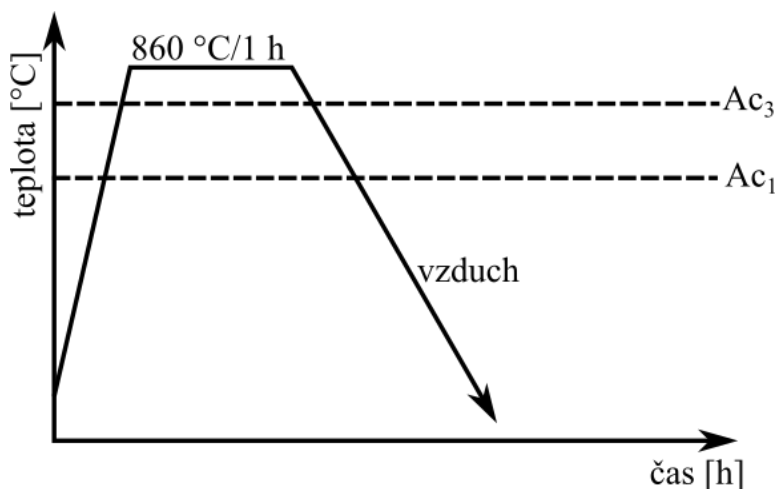
Celkem bylo zpracováno dvanáct vzorků pro světelnou a elektronovou mikroskopii a devět vzorků pro měření tvrdosti. Vzorky určené pro zkoumání struktur byly v průběhu celého experimentu, vyjma samotné práce na mikroskopech, uchovávány v utěsněných nádobách společně s granulovaným oxidem zirkoničitým. Ten sloužil k pohlcování vzdušné vlhkosti, která by mohla mít za následek korozi povrchů vzorků, a tím jejich znehodnocení.

## 6.4 TZ

Tepelné zpracování všech zkoumaných slitin bylo provedeno v laboratorních podmínkách. Byly využity pece od firmy ELSKLO s topným příkonem 2 kW a šamotovou vyzdívkou. Ochlazování probíhalo v pecích a na klidném vzduchu. Všechny vzorky byly v průběhu TZ zabalený v austenitické fólii, která sloužila k zabránění přílišné oxidace jejich povrchů.

### 6.4.1 Normalizační žihání

Normalizační žihání bylo provedeno v případě vzorku č. 6 (0,4 Hm% C), u kterého byl tento druh TZ nasnadě. Ve struktuře této slitiny v litém stavu se totiž vyskytovala Widmannstätténova struktura, která byla popsána v kapitole 3.2.2. O její odstranění bylo pomocí normalizačního žihání usilováno.

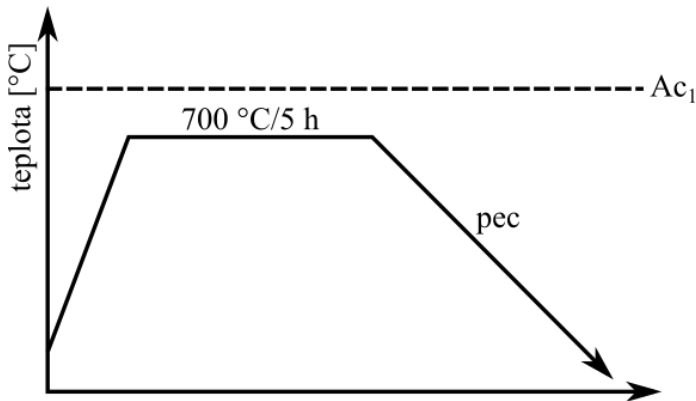


Obr. 25: Diagram normalizačního žihání podeutektoidní oceli s obsahem uhlíku 0,4 Hm%

Jak bylo popsáno v kapitole 3.2.2, rozmezí žihacích teplot se u tohoto druhu TZ nachází v rozsahu 30 a 50 °C nad teplotou  $A_{c3}$ . V případě této slitiny se jedná o rozmezí 850–870 °C. Pro experiment byla zvolena teplota 860 °C. Doba výdrže na této teplotě byla stanovena na jednu hodinu, aby bylo zajištěno rovnoměrné prohřátí vzorku v celém jeho průřezu. Následné ochlazování probíhalo na vzduchu.

### 6.4.2 Žihání na měkko

Žihání na měkko bylo provedeno se záměrem snížení tvrdosti a ostatních mechanických vlastností zpracovávaných slitin. Tepelný cyklus byl tedy navržen s ohledem na průběh sferoidizace lamelárního perlitu, která je příčinou tohoto poklesu. Žihací teplota byla zvolena 700 °C s výdrží v délce 5 hodin. Následné ochlazování probíhalo v peci, čímž byla zajištěna ochlazovací rychlost menší než 50 °C·h<sup>-1</sup>.

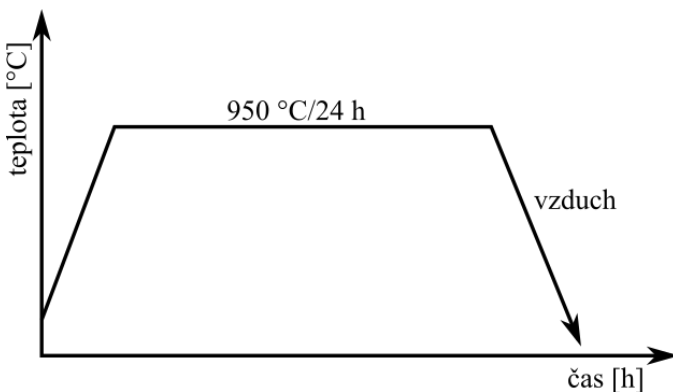


Obr. 26: Diagram žihání na měkko využitého pro experiment

U vzorků č. 7 a 9 bylo aplikováno toto TZ s identickými parametry, aby bylo umožněno následné porovnání jeho vlivu na struktury těchto vzorků.

### 6.4.3 Temperování

Účelem provedení temperování v případě vzorku č. 11 bylo snížení tvrdosti a křehkosti bílé litiny, ze které byl tento vzorek vyroben. O to bylo usilováno pomocí grafitizace ledeburitického a perlitického cementitu při teplotě 950 °C. Grafitizace funguje na principu difuze, z čehož vyplývá potřeba dostatečné časové dotace tohoto procesu. Proto byla výdrž na žihací teplotě nastavena na 24 hodin. Následné ochlazování proběhlo na klidném vzduchu.

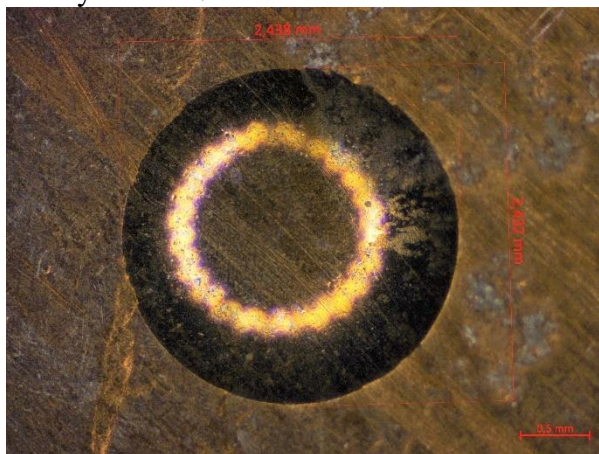


Obr. 27: Diagram grafitizačního žihání bílé litiny s obsahem uhlíku 4 Hm%

## 6.5 Tvrdost

Pro měření tvrdosti byl v rámci experimentu použit Brinellův tvrdoměr, neboť byl shledán nejvhodnějším pro tyto účely z hlediska předpokládané tvrdosti měřených materiálů a následného vyhodnocování. Jako indentor byla ve všech případech využita kulička z tvrdokovu o průměru 5 mm. Zvolená zátěžná síla byla 7355 N (750 kp) a stanovená doba indentace 10 s. Takto změřené hodnoty tvrdostí jsou pak zapsány ve tvaru HB 5/750/10.

Počet provedených měření pro danou slitinu v určeném stavu závisel na velikosti vzorku této slitiny. Ve většině případů však bylo v rámci jednoho vzorku provedeno osm a více měření. Pro měření velikosti jednotlivých vtisků byl využit stereomikroskop ZEISS Stem 508. Každý vtisk byl měřen ve dvou na sebe kolmých směrech. Tyto dvě hodnoty byly následně zprůměrovány a využity pro výpočet hodnoty tvrdosti.



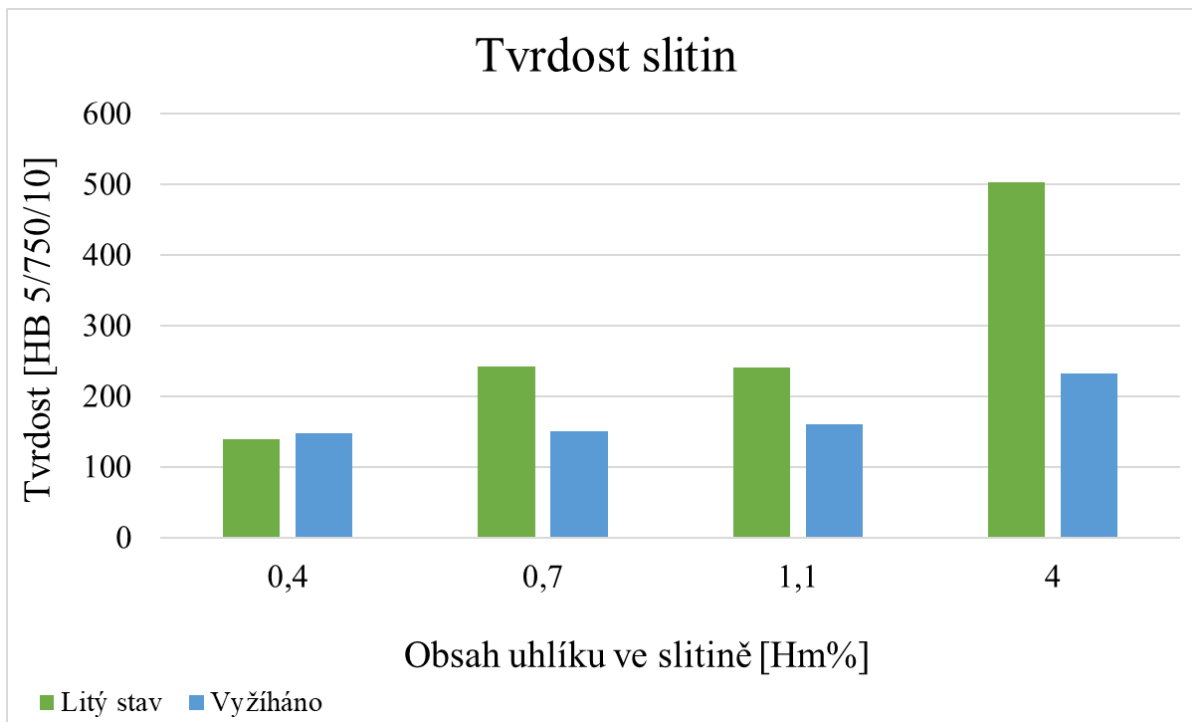
Obr. 28: Příklad měření velikosti vtisku pomocí stereomikroskopu

V tabulce 2 jsou uvedeny zprůměrované naměřené hodnoty tvrdostí v příslušných stavech. Z této tabulky lze vyčíst, že jediný z použitých druhů TZ, který vedl ke zvýšení tvrdosti oproti litému stavu, bylo normalizační žíhání u vzorku č. 6. To je očekávaný výsledek vyplývající z charakteru tohoto druhu TZ.

Tabulka 2: Naměřené hodnoty tvrdostí

Vzorek	obsah uhlíku [Hm%]	Stav	Tvrdost HB 5/750/10
6	0,4	litý	139
		normalizačně žíháno	148
7	0,7	litý	242
		žíháno na měkko	150
9	1,1	litý	240
		žíháno na měkko	160
11	4	litý	503
		temperováno	232

Z grafu 1 lze vyčíst, že nejmarkantnější změnu tvrdosti vlivem aplikovaného TZ prodělala po-deutektická litina. To je opodstatněno strukturní přeměnou v rámci grafitizace ledeburitického cementitu, která bude detailněji popsána v následujícím textu. Dále zde lze vidět, že pokles tvrdostí v případě ocelí s 0,7 Hm% C a 1,1 Hm% C je prakticky totožný. To je opodstatněno identickými podmínkami TZ, které bylo rámci těchto dvou slitin aplikováno. Ve struktuře oceli s obsahem 1,1 Hm% C se vyskytuje, na rozdíl od oceli podeutektoidní, sekundární cementit. V této struktuře se ho však vyskytuje minimum, takže prakticky neovlivňuje celkovou tvrdost této slitiny.



Graf 1: Porovnání tvrdostí zpracovávaných slitin v obou strukturních stavech

## 6.6 Analýza struktur

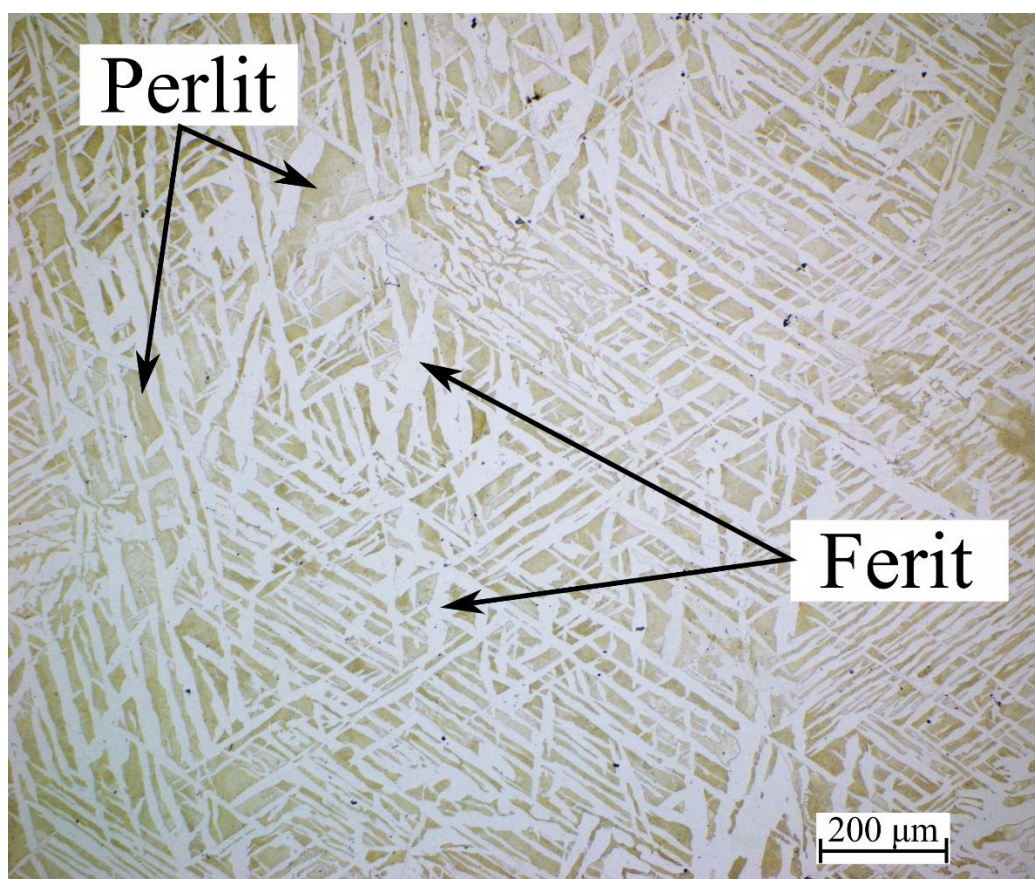
Při dokumentování struktur experimentálních slitin v rámci světelné mikroskopie byl použit laboratorní mikroskop ZEISS Axio Observer.Z1m, který umožňoval použít 25, 100, 200, 500, 1000 a 1600násobné zvětšení. Pro vyobrazení strukturálních detailů byl využit skenovací elektronový mikroskop ZEISS Ultra Plus, s jehož pomocí byly vytvářeny snímky s až 15 000× zvětšením.

### 6.6.1 Podeutektoidní ocel: vzorek č. 6 (0,4 Hm% C)

- Lítý stav

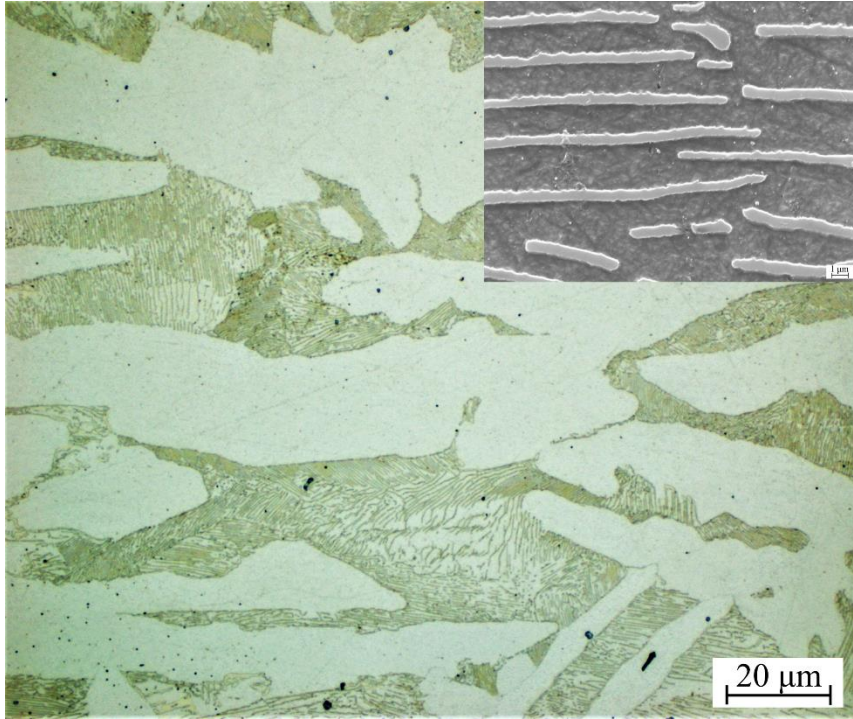
Na obr. 29 je vidět struktura podeutektoidní oceli o obsahu 0,4 Hm% C v litém stavu. Vyskytuje se zde Widmannstättenova struktura popsána v teoretické části této práce. Tato struktura má za následek značnou křehkost dané oceli, a proto bylo usilováno o její odstranění pomocí normalizačního žhání.

Z diagramu Fe-Fe<sub>3</sub>C vyplývá, že struktura této oceli je tvořena perlitem a feritem. Ferit v tomto případě tvoří jehlice typické právě pro Widmannstättenovu strukturu. Perlit se pak nachází v prostorech mezi těmito jehlicemi.



Obr. 29: Struktura podeutektoidní oceli v litém stavu při zvětšení 100×

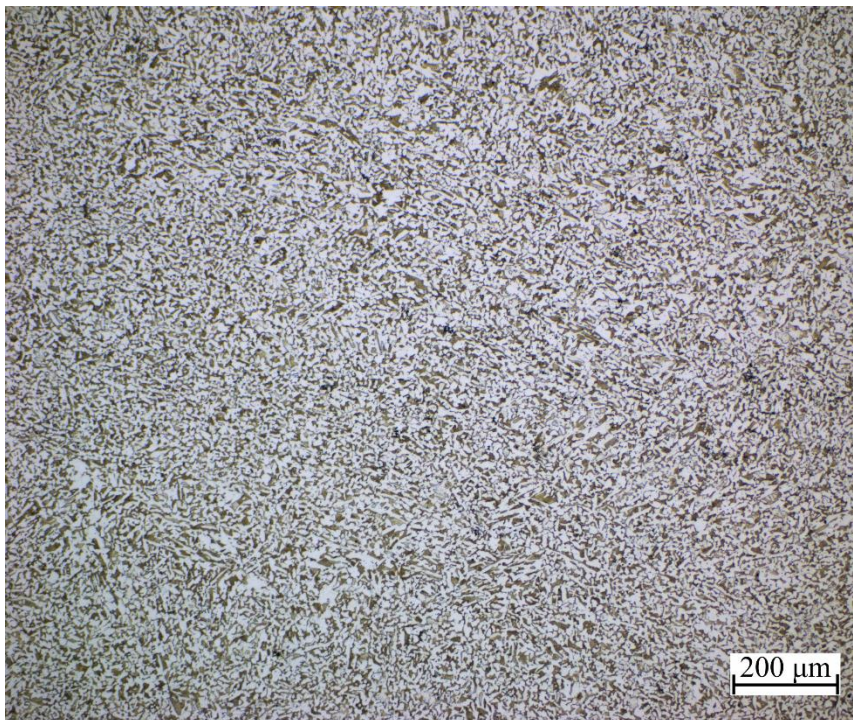
Detailnější vyobrazení perlitu na obr. 30 ukazuje jeho lamelární povahu v rámci jednotlivých kolonií této strukturální směsi.



Obr. 30: Struktura podeutektoidní oceli v litém stavu při zvětšení  $1000\times$  s detailem perlitu při zvětšení  $20\,000\times$

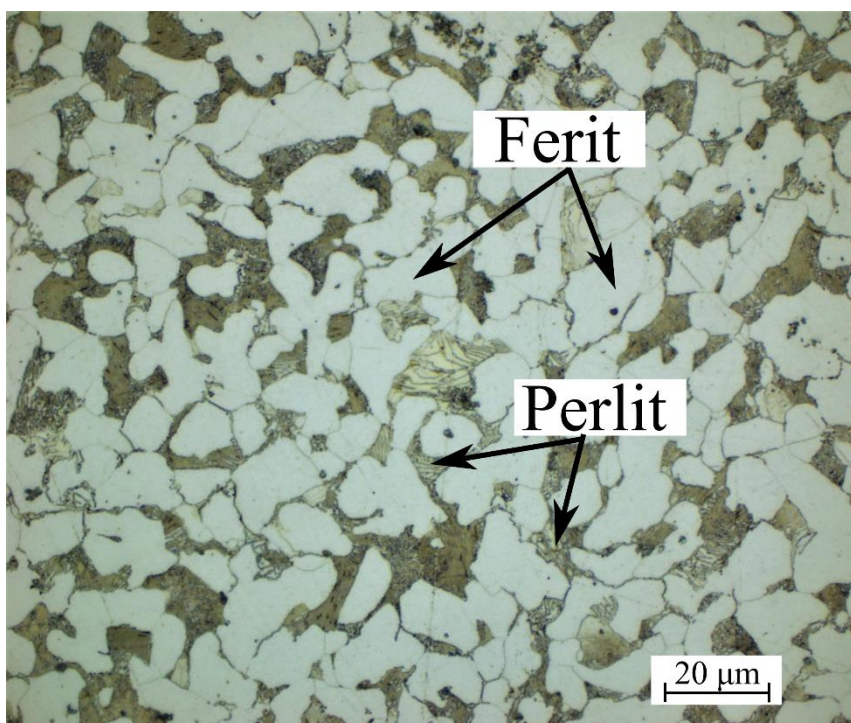
- Stav po normalizačním žihání

Jak je možné vidět na obr. 31, normalizační žihání splnilo požadovaný efekt, kterým bylo odstranění Widmannstättenovy struktury.



Obr. 31: Struktura podeutektoidní oceli ve stavu po normalizačním žihání při zvětšení  $100\times$

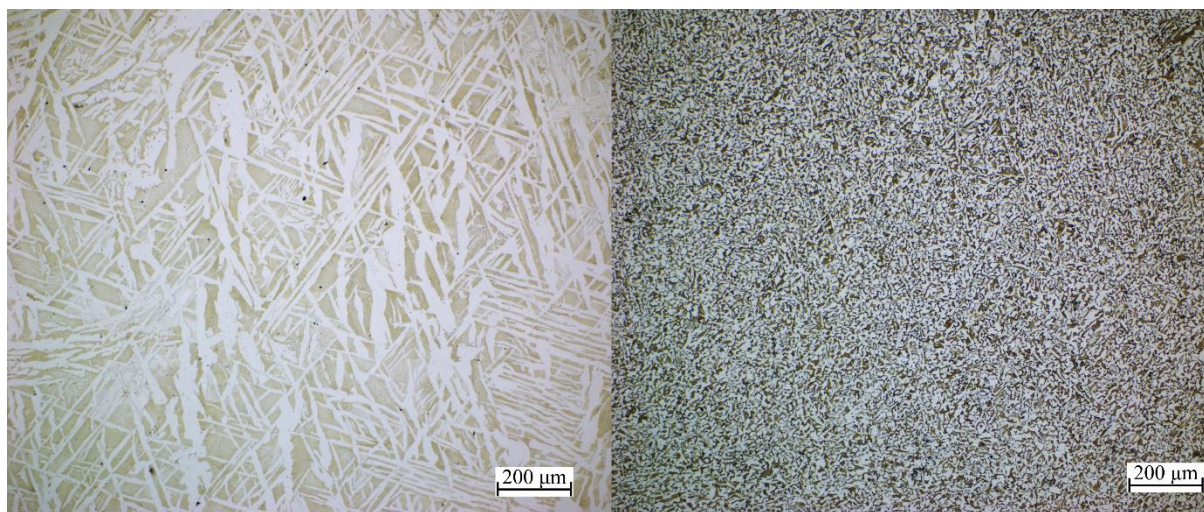
Výsledná struktura je rovnoměrná, tvořená velmi jemnými zrny feritu a perlitu. To vede ke zvýšení mechanických vlastností, což je patrné z rozdílů hodnot naměřených tvrdostí této slitiny.



Obr. 32: Struktura podeutektoidní oceli ve stavu po normalizačním žihání při zvětšení 1000×

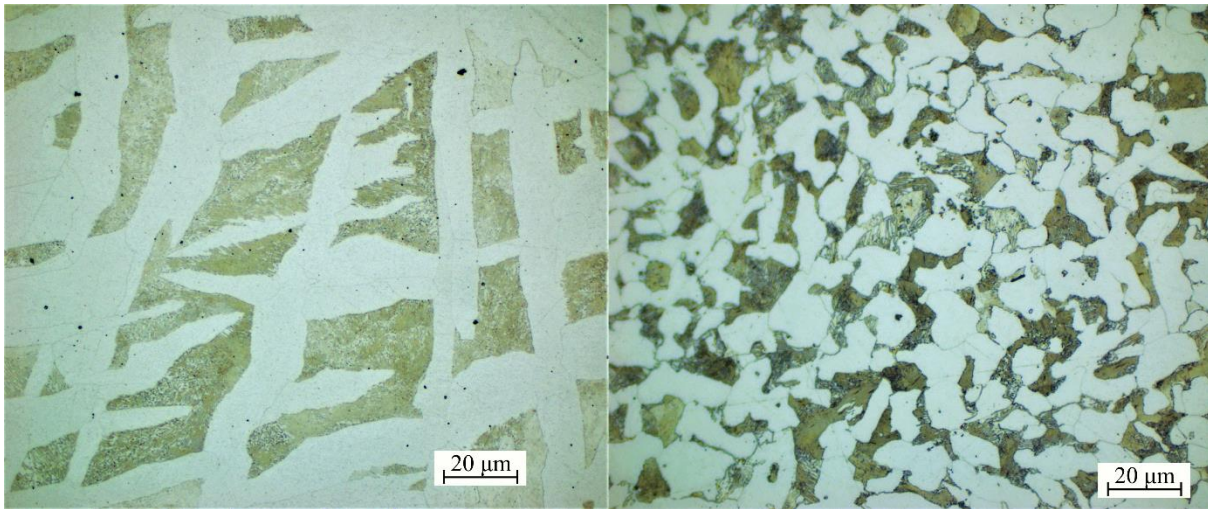
- Porovnání struktur obou stavů

Jak je patrné z obr. 33, rozdíl v průměrné velikosti částic v litém stavu a po normalizačním žihání je markantní. Samotné zvýšení mechanických vlastností poté funguje na principu zvýšení počtu bariér bránících pohybu dislokací při plastické deformaci. Příčemž těmito bariérami jsou právě hranice zrn, jejichž celková plocha se v rámci zjemnění struktury značně zvýší [4].



Obr. 33: Srovnání struktur podeutektoidní oceli v litém stavu (vlevo) a ve stavu po normalizačním žihání (vpravo) při zvětšení 100×

Zatímco u struktury po normalizačním žihání je velikost zrn v rozmezí přibližně 5–30  $\mu\text{m}$ , délka feritických jehlic v případě Widmannstättenovy struktury se pohybuje přibližně v rozmezí 60–120  $\mu\text{m}$ . Velikost těchto strukturních útvarů je tedy oproti zrnům vyskytujícím se ve struktuře po vyžhání přibližně 4–12 $\times$  větší.

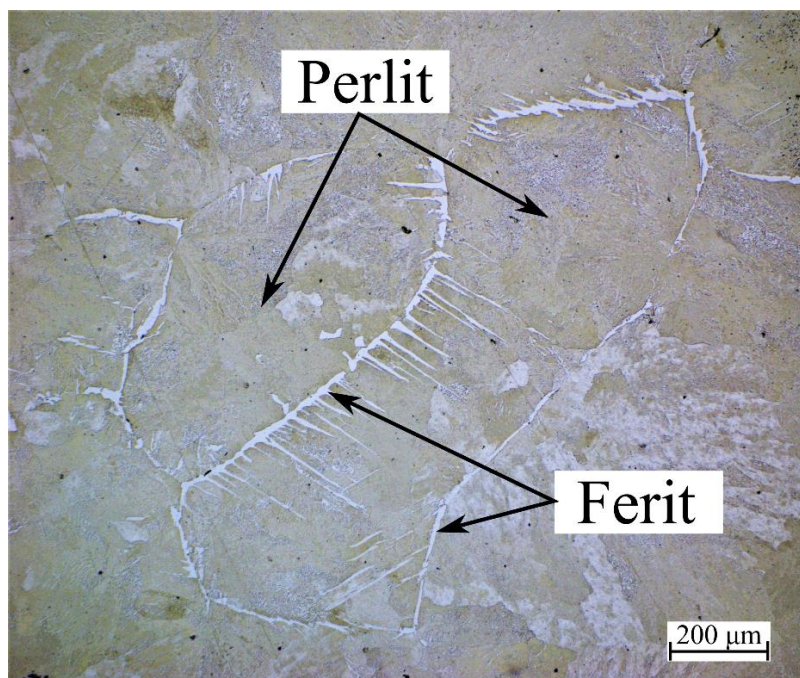


Obr. 34: Srovnání struktur podeutektoidní oceli v litém stavu (vlevo) a ve stavu po normalizačním žihání (vpravo) při zvětšení 1000 $\times$

#### 6.6.2 Podeutektoidní ocel: vzorek č. 7 (0,7 Hm% C)

- Litý stav

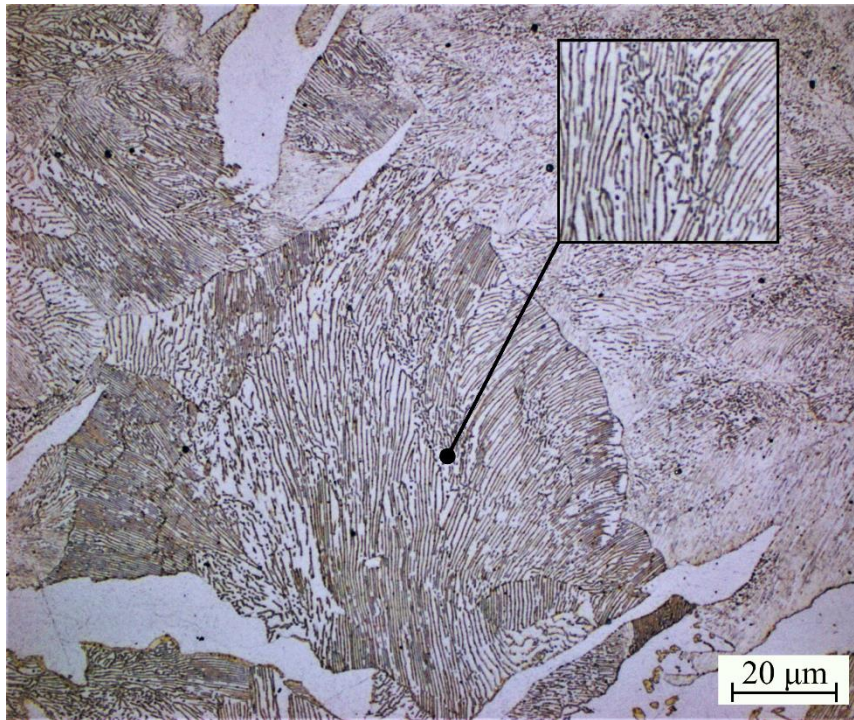
Tato slitina se svým obsahem uhlíku (0,7 Hm% C) blíží eutektoidnímu složení. To se projevuje na její struktuře, která je téměř čistě perlitická. Jak je možné vidět na obr. 35, podeutektoidní ferit, kterého je ve struktuře minimum, se vyskytuje po hranicích primárních austenitických zrn.



Obr. 35: Struktura podeutektoidní oceli v litém stavu při zvětšení 100 $\times$



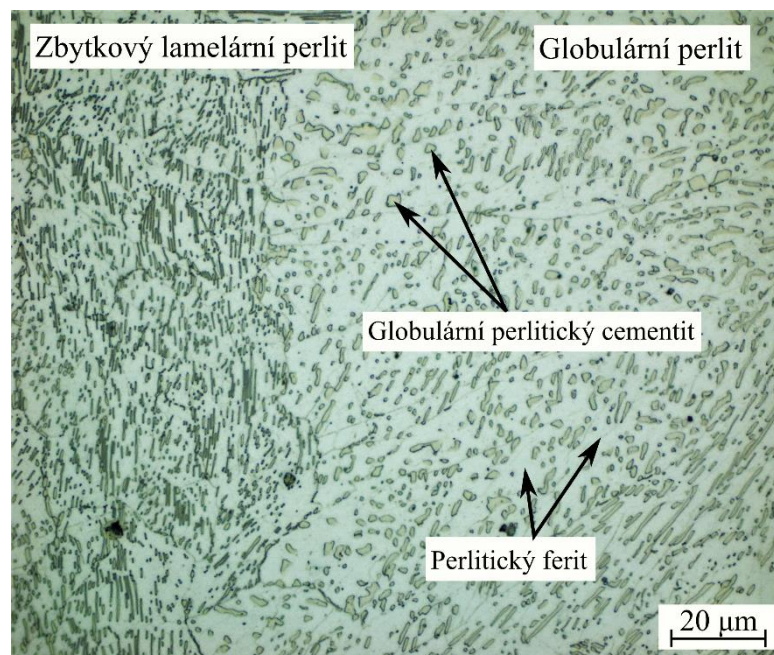
Perlit vyskytující se v této struktuře má lamelární charakter, což je dobře patrné v rámci detailu na obr. 36. Světlé lamely jsou tvořeny perlitickým feritem a tmavší perlitickým cementitem.



Obr. 36: Detail lamelární struktury perlitu

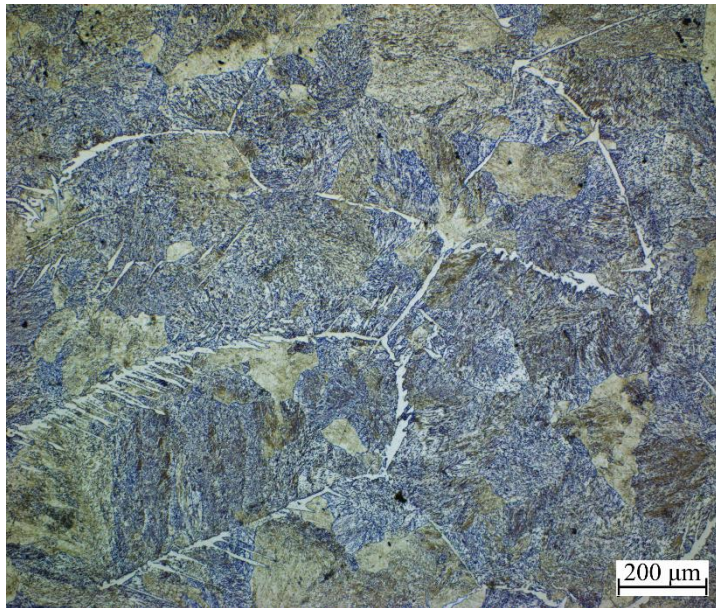
- Stav po žihání na měkko

Jak bylo popsáno v teoretické části této práce, účelem žihání na měkko je zlepšení obrobitelnosti, tvaritelnosti a snížení tvrdosti daného materiálu. Toho je dosahováno pomocí sbaľování lamel perlitu do globulí, takto vzniklá struktura se pak nazývá globulární perlit.



Obr. 37: Struktura podeutektoidní oceli ve stavu po žihání na měkko při zvětšení 1000×

Na obr. 37 jsou zachyceny strukturální rozdíly perlitu. Zčásti se již jedná o perlit globulární, což je požadovaná struktura. Zčásti se zde však vyskytuje perlit, jehož lamely se v průběhu žíhání nestačily sbalit. Perlit tedy zůstává zčásti lamelárním. I ve vyžíhaném stavu ohraničuje ferit primární zrna austenitu, nyní tvořená větším množstvím zrn perlitu (obr. 38).

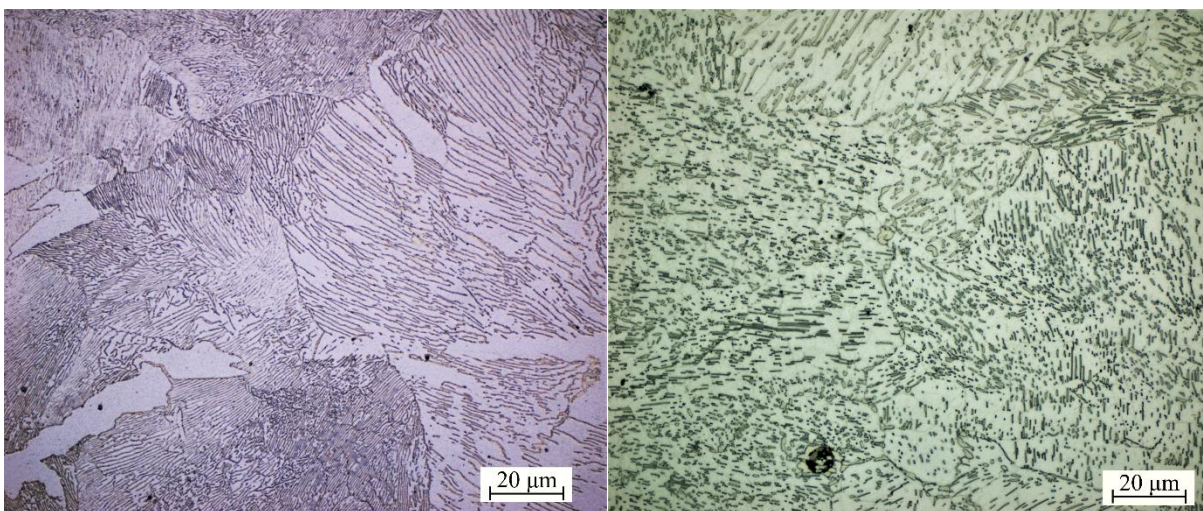


Obr. 38: Struktura podeutektoidní oceli ve stavu po žíhání na měkko při zvětšení 100×

- Porovnání struktur obou stavů

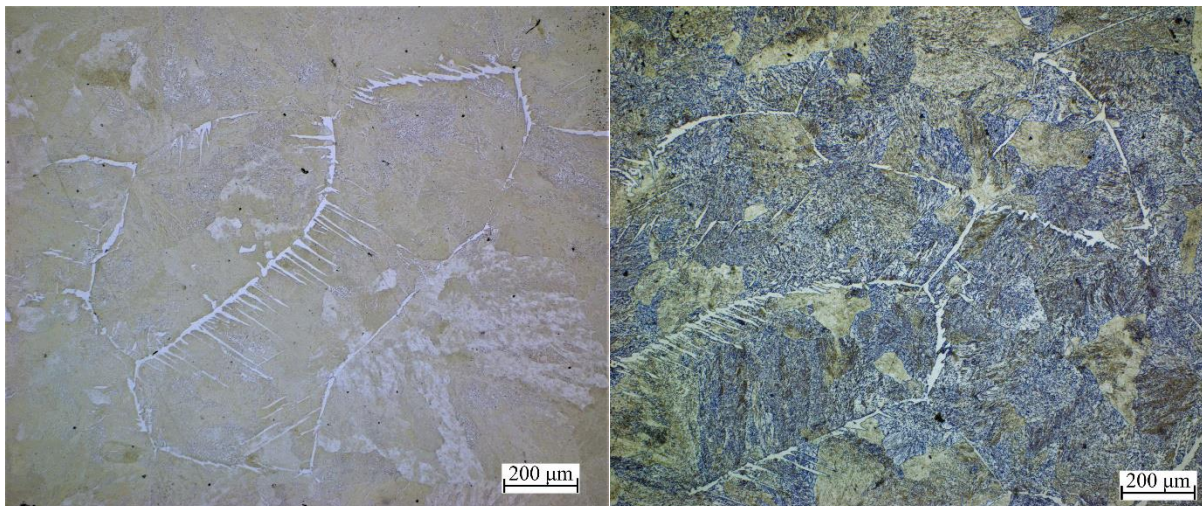
Na obr. 39 je dobře vidět výsledek procesu sferoidizace lamel perlitu při žíhání na měkko. Délka lamel, vyskytujících se ve struktuře oceli v litém stavu, dosahuje velikostí rozměrů jednotlivých perlitických zrn. Při plastické deformaci takovýchto zrn všechny lamely reagují na zatížení jako celek. Materiál sestávající z těchto zrn pak vykazuje značné mechanické vlastnosti, jejichž hodnoty se při žíhání záměrně snižují.

Ve vyžíhaném stavu jsou zrna perlitu tvořena drobnými globulemi cementitu, který je obklopen feritem. Při plastickém deformování jsou tvrdé částice cementitu vtlačovány do feritu, který je měkký a vlivem zatížení je podstatně deformován.



Obr. 39: Srovnání struktur podeutektoidní oceli v litém stavu (vlevo) a ve stavu žíhaném na měkko (vpravo) při zvětšení 1000×

Na obr. 40 je vidět, že žíhání na měkko nemělo výrazný vliv na ferit vyloučený po hranicích primárních austenitických zrn. Ten si zachovává jehlicovitou morfologii, která je způsobena příliš velkou rychlostí ochlazování při tunutí této slitiny. Velikost primárních austenitických zrn zde také zůstává nezměněna, což je samozřejmé, neboť při žíhání na měkko slitina neprochází překrystalizací.

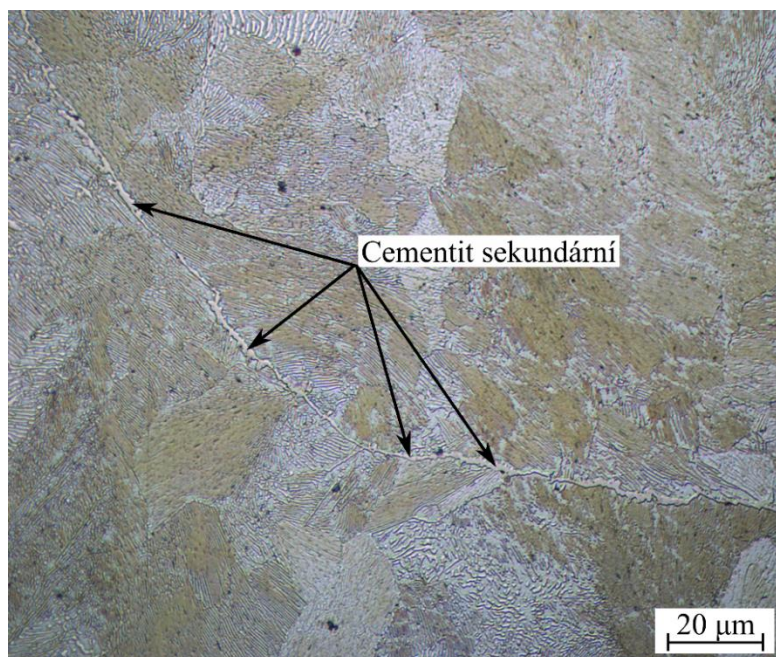


Obr. 40: Srovnání struktur podeutektoidní oceli v litém stavu (vlevo) a ve stavu žíhaném na měkko (vpravo) při zvětšení 100×

### 6.6.3 Nadeutektoidní ocel: vzorek č. 9 (1,1 Hm% C)

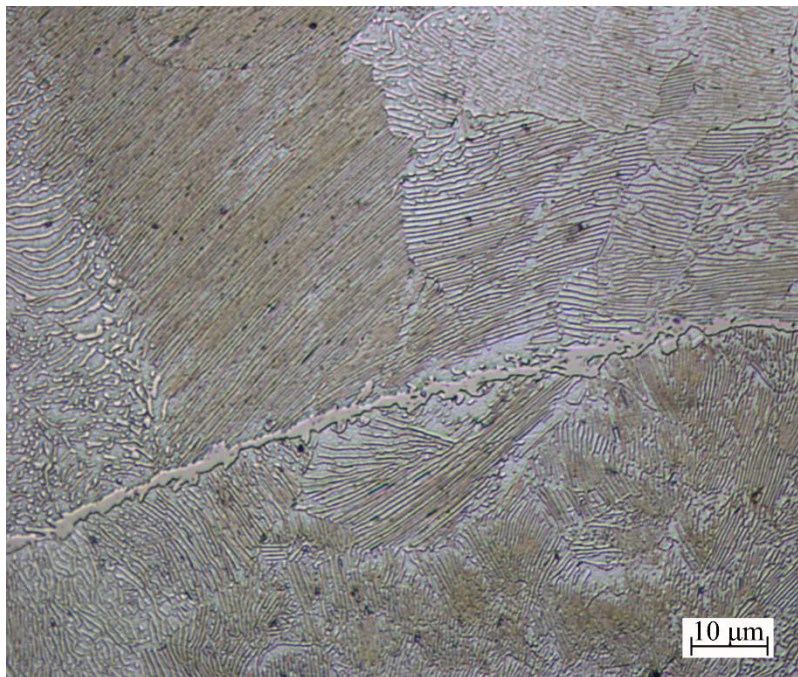
- Litý stav

Struktura této slitiny je tvořena perlitem a sekundárním cementitem. Ten je, stejně jako tomu bylo s podeutektoidním feritem u vzorku č. 7, vyloučen po hranicích primárních austenitických zrn.



Obr. 41: Struktura nadeutektoidní oceli v litém stavu při zvětšení 1000×

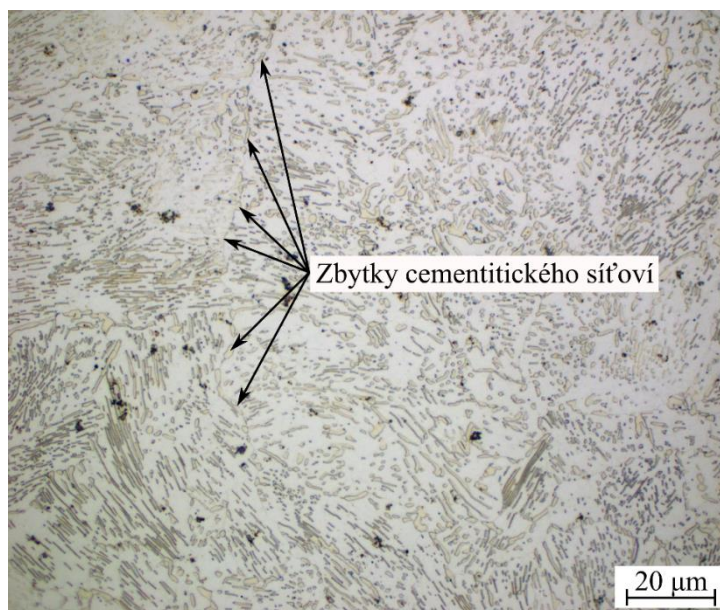
Sekundární cementit, který je detailněji zachycen na obr. 42, tvoří po hranicích zrn tzv. cementitické síťoví. To může být příčinou křehkosti u nadeutektoidních ocelí.



Obr. 42: Struktura nadeutektoidní oceli v litém stavu při zvětšení 1600×

- Stav po žihání na měkko

V rámci žihání na měkko i u této slitiny dochází k sferoidizaci lamel perlitu, jejíž průběh a následky byly popsány u vzorku č. 7. U struktury nadeutektoidní oceli mělo však žihání na měkko další pozitivní efekt, kterým je částečný rozpad cementitického síťoví (obr. 43). To vede ke zvýšení houževnatosti dané oceli.

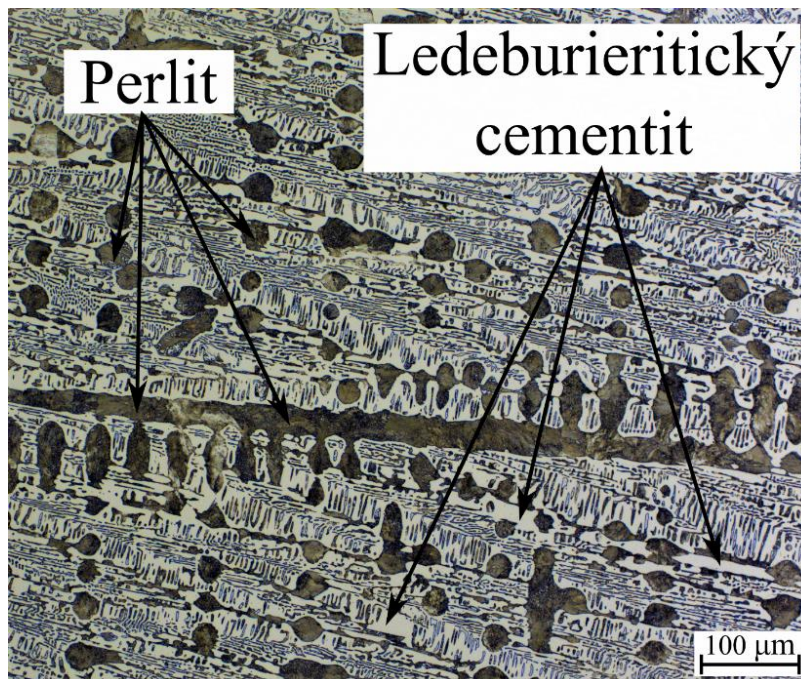


Obr. 43: Struktura nadeutektoidní oceli ve stavu po žihání na měkko při zvětšení 1000×

#### 6.6.4 Podeutektická litina: vzorek č. 11 (4 Hm% C)

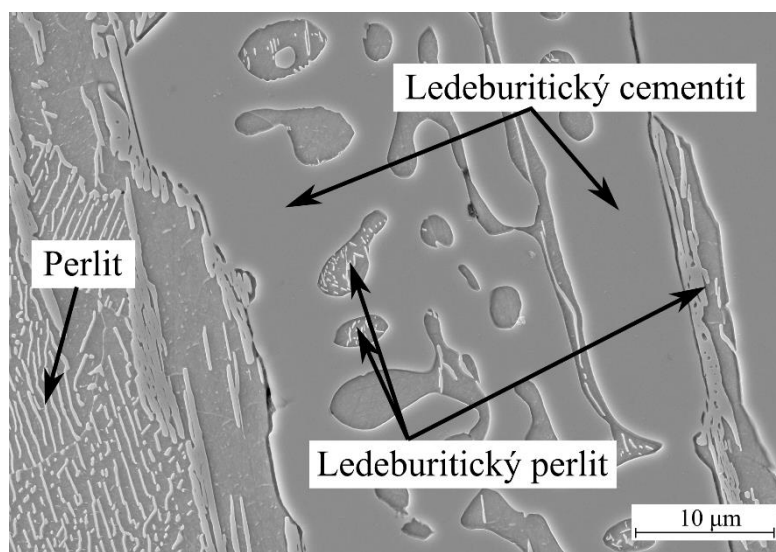
- Bílá litina (litý stav)

Struktura podeutektické bílé litiny (4 Hm% C) je za pokojové teploty tvořena perlitem, sekundárním cementitem a transformovaným ledeburitem (obr. 44). Sekundární cementit je součástí ledeburitu, přičemž zde ohraničuje jednotlivé ledeburitické útvary.



Obr. 44: Struktura podeutektické litiny v litém stavu při zvětšení 200×

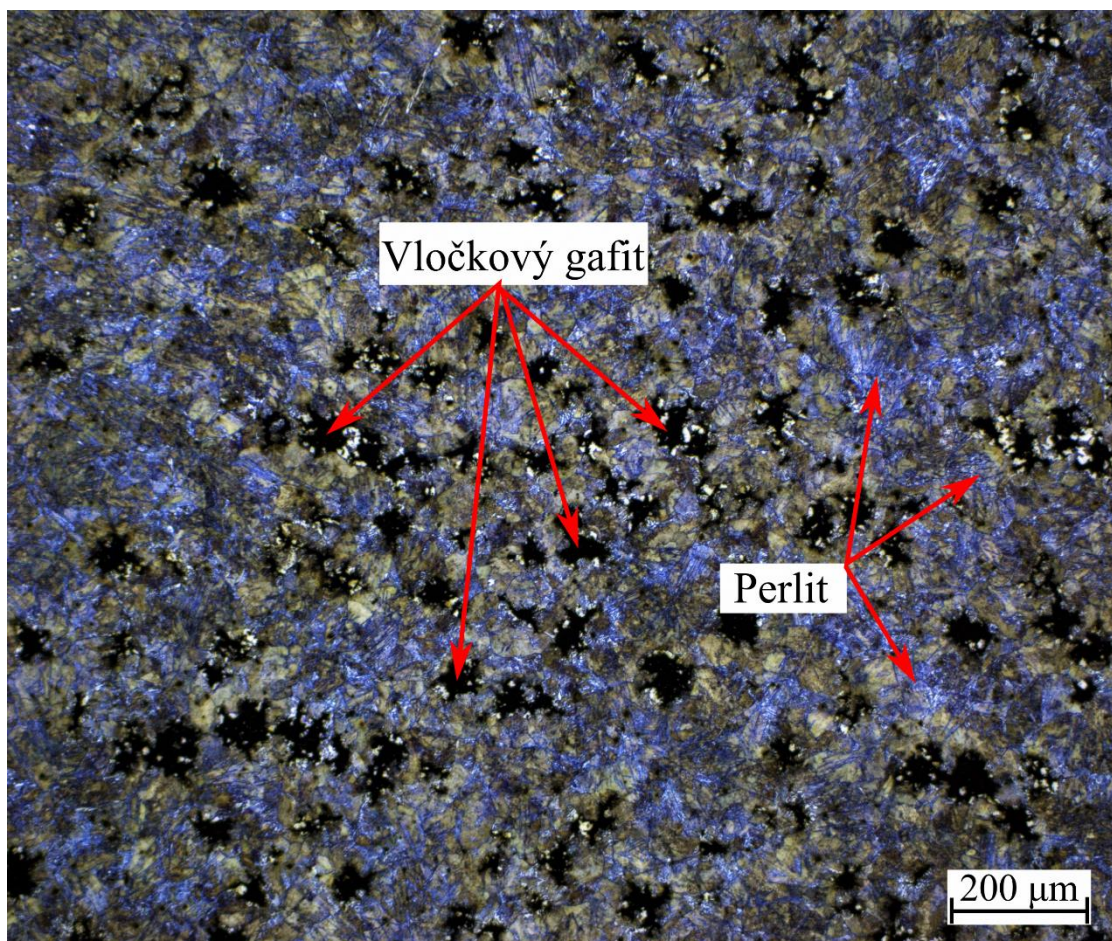
Perlit se zde vyskytuje jednak jako samostatná fáze a jednak jako součást transformovaného ledeburitu. Coby samostatná fáze si zachovává tvar původních austenitických útvarů vzniklých při tuhnutí – dendritů. Jejich délka ve směru primárních os pak může být, oproti velikostem ostatních útvarů ve struktuře, značná (obr. 44). V rámci ledeburitu je naopak lamelární povaha jeho perlitických součástí viditelná jen při velmi vysokých rozlišeních (obr. 45).



Obr. 45: Strukturní detail lamelárního perlitu v rámci ledeburitu při zvětšení d 2000×

- Litina s vločkovým grafitem a perlitickou matricí (stav po grafitizačním žhání)

Ve struktuře na obr. 46 jsou dobře viditelné částice vločkového grafitu v perlitické matrici. Tyto částice grafitu vznikly procesem grafitizace cementitu v rámci grafitizačního žhání podeutektické bílé litiny.

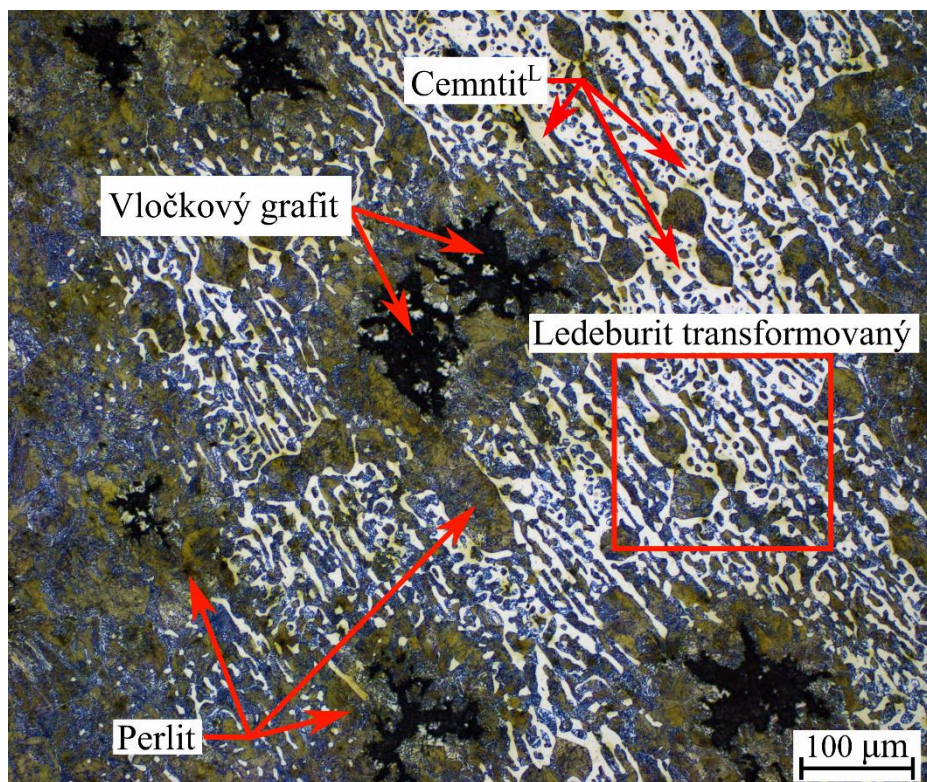


Obr. 46: Struktura litiny s vločkovým grafitem při zvětšení 100×

Grafitizace funguje na principu rozpadu přesyceného tuhého roztoku, kterým je austenit. Ten má vyšší rovnovážnou koncentraci uhlíku v rovnováze s cementitem než s grafitem. To způsobuje koncentrační spád od mezifázového rozhraní austenit-cementit k rozhraní austenit-grafit. Difuze uhlíku, která při grafitizačním žhání probíhá, potom funguje ve směru tohoto koncentračního spádu. [8]

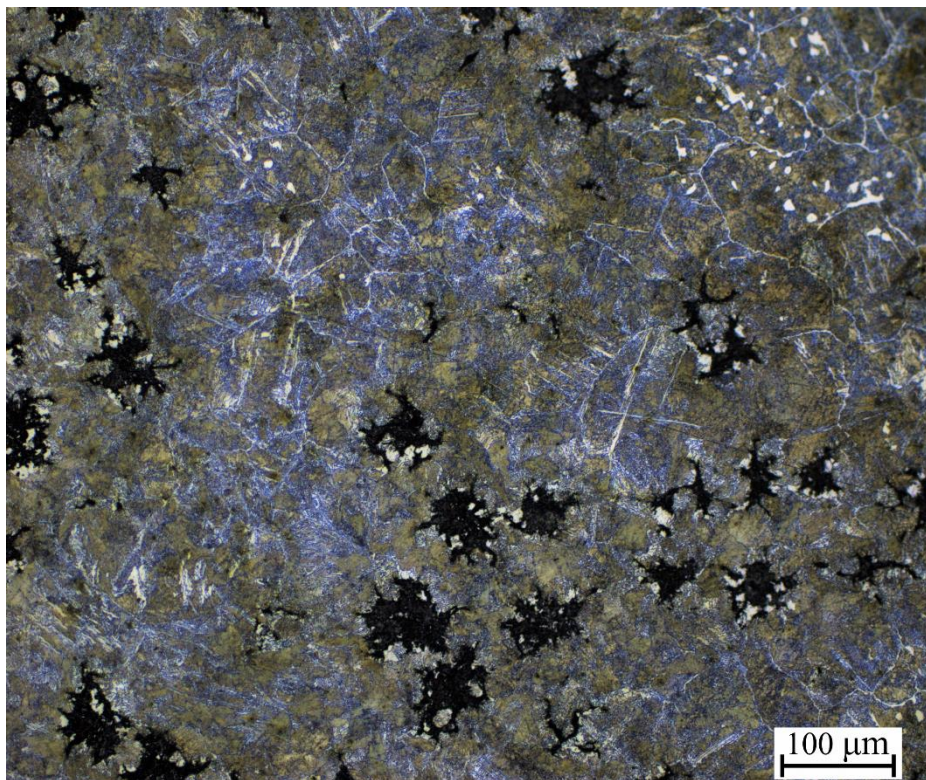
To je dobře viditelné na obr. 47, kde se ve struktuře stále vyskytují pozůstatky transformovaného ledeburitu, který se nestihl difuzně přeměnit. Zároveň se v jeho okolí nachází částice grafitu.

V průběhu temperování grafit roste do austenitu. Přičemž uhlík, který tvoří částice grafitu, difunduje z ledeburitického cementitu. Austenit se při snižování teploty vlivem transformace ledeburitu na ledeburit transformovaný přemění na perlit. Ten následně tvoří matrici této slitiny, ve které jsou přítomny částice grafitu s vločkovou morfologií.



Obr. 47: Struktura litiny s vločkovým grafitem při zvětšení 200× (1)

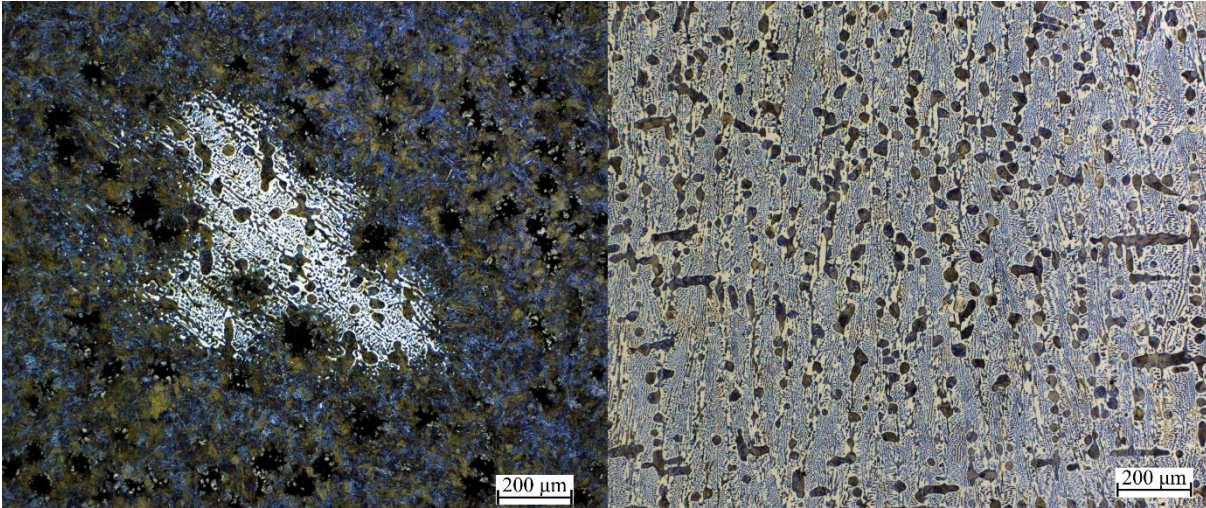
Na následujícím snímku (obr. 48) jsou zachycena polyedrická zrna perlitu se zbytkovými fragmenty nadeutektoidního cementitu po jejich hranicích, které jsou pozůstatkem po rozpadu bílé litiny.



Obr. 48: Struktura litiny s vločkovým grafitem při zvětšení 200× (2)

- Porovnání struktur obou stavů

Na obr. 49 je dobře vidět markantní strukturní rozdíl podeutektické litiny o obsahu 4 Hm% C vlivem grafitizačního žíhání. Ve vyžíhané struktuře se vyskytuje pozůstatek transformovaného ledeburitu, avšak většina uhlíku je zde přítomna již ve formě grafitu s vločkovou morfológií. Grafit je, na rozdíl od ledeburitického cementitu, velmi měkký. To vysvětluje výrazný pokles tvrdosti této slitiny vlivem temperování, který je zaznamenán v tabulce 2.



*Obr. 49: Srovnání struktur bílé litiny (vpravo) a perlitické litiny s vločkovým grafitem (vlevo) při zvětšení 100×*



## 7 Diskuze experimentu

- Vozrek č. 6 (0,4 Hm% C) – normalizační žíhání

Účelem provedení normalizačního žíhání v případě vzorku č.6 bylo odstranění Widmannstättenovy struktury, zjemnění struktury jako takové a zvýšení mechanických vlastností, které je s těmito úkony spjato. Toho bylo dosaženo austenitizací a následnou opětovnou překrytalizací struktury.

V průběhu austenitizace dochází k heterogenní nukleaci austenitických zrn na rozhraní lamel perlitického feritu a cementitu. A také na hranicích perlitických kolonií s feritickými jehlicemi. Rychlost nukleace těchto zrn je větší než rychlost jejich následného růstu, a to tím výrazněji, čím je vyšší austenitizační teplota. Teplota zvolená pro experiment (860 °C) a stanovená výdrž na ní (1 hodina) se ukázaly být dostatečné pro austenitizaci. Po proběhnutí všech stádií austenitizace však začíná austenitické zrno vlivem vysoké žíhací teploty hrubnout. Z tohoto důvodu bylo pro požadované zjemnění struktury nezbytné, aby po dokončení austenitizace byla ocel dostatečně rychle ochlazena pod teplotu  $A_{c1}$ , kdy začíná opětovná nukleace perlitu a feritu na hranicích austenitických zrn. Rychlost ochlazování však nesmí být příliš vysoká, aby nedocházelo k opětovnému vzniku Widmannstättenovy struktury.

Tvrdość této slitiny se vlivem normalizačního žíhání zvýšila ze 139 na 148 HB 5/750/10. Tento nárůst není, oproti změnám tvrdostí při ostatních TZ provedených v rámci experimentu, výrazný. Avšak výsledná hodnota tvrdosti je pro ocel takového chemického složení poměrně dobrá. Pro srovnání: u uhlíkové oceli k zušlechťování 12 040, která má uváděný obsah uhlíku v rozmezí 0,32 – 0,40 Hm%, je uváděná maximální tvrdost při velikostech výrobků srovnatelných s experimentálním vzorkem 183 HB [12]. Vyšších hodnot tvrdosti i ostatních mechanických vlastností je možno dosáhnout zvýšením žíhací teploty. Avšak je nutné správně stanovit a následně dodržet výdrž, aby nedošlo ke zhrubnutí zrna.

- Vzorek č. 7 (0,7 Hm% C) – žíhání na měkko

Struktura vzorku č. 7 byla před žíháním tvořena lamelárním perlitem a feritickými jehlicemi po hranicích primárních austenitických zrn. Jak se ukázalo (obr. 38) žíhání na měkko nemělo na tyto jehlice žádný vliv. Vliv tohoto žíhání spočívá ve sferoidizaci lamelárního perlitu, ze kterého se tím stává perlit globulární. Tato morfologie je z termodynamického hlediska stabilnější a z hlediska mechanických vlastností je pro následné obrábění, či tváření mnohem výhodnější.

V průběhu výdrže na žíhací teplotě na lamely perlitu působí značné povrchové napětí. Ve snaze o snížení tohoto napětí na možné minimum se lamely cementitu začnou sbalovat do globulí přibližně kulovitého tvaru. Tyto globule tvrdého cementitu jsou součástí feritického okolí, které je velmi měkké.

Tvrdość této slitiny v litém stavu byla 242 HB 5/750/10. V rámci žíhání na měkko se tato tvrdost snížila na 150 HB 5/750/10. Žíhání na měkko tedy evidentně splnilo požadovaný efekt.

- Vzorek č. 9 (1,1 Hm% C) – žihání na měkko

Jak bylo popsáno výše, měl tento druh TZ na strukturu vzorku č. 9 kromě sferoidizace lamelárního perlitu ještě další pozitivní efekt. Tím je rozpad cementitického síťoví po hranicích austenitických zrn. To vede ke zvýšení houževnatosti této oceli.

Stejně jako v případě vzorku č. 7 i zde vedlo žihání na měkko ke snížení tvrdosti v rámci sferoidizace lamelárního perlitu. Z tabulky 2 vyplývá, že pokles tvrdosti je v případech obou slitin srovnatelný (cca 85 HB 5/750/10), přičemž výsledná hodnota tvrdosti je v případě této slitiny o něco vyšší. Když se vezme v potaz fakt, že obě slitiny prodělaly TZ ve stejné peci a velikosti jejich vzorků byly přibližně stejné, lze tuto vyšší tvrdost u vzorku č. 9 přisoudit vyššímu obsahu uhlíku v této slitině oproti vzorku č. 7.

U obou slitin (vzorek č. 7 a 9) se ve struktuře po vyžihání vyskytoval, krom perlitu globulárního, také zbylý perlit s lamelární morfologií. To je přisuzováno nedostatečné časové dotaci výdrže na žihací teplotě. V případě požadavku na ještě větší snížení tvrdosti může být u obou slitin aplikováno zvýšení této výdrže, a tím zvýšení podílu perlitu globulárního na úkor lamelárního.

- Vzorek č. 11 (4 Hm% C) – grafitizační žihání

Bílá litina je velmi tvrdý a křehký materiál, což potvrzuje naměřená hodnota 503 HB 5/750/10. Z toho důvodu se v technické praxi jako materiál využívá jen zřídka. Oproti tomu litina temperovaná, pro jejíž výrobu je bílá litina vstupním materiálem, nalézá velkou škálu technických využití.

Mezi její výhodné vlastnosti patří např. dobrá otěruvzdornost, žáruvzdornost, houževnatost atd. Temperovaná litina má lepší mechanické vlastnosti ve srovnání s litinou s lupínkovým grafitem, neboť vločkovitá morfologie grafitu vykazuje menší vrubové účinky.

Naměřená tvrdost litiny s vločkovým grafitem a perlitickou maticí, vytvořené grafitizačním žiháním v rámci experimentu, je 232 HB 5/750/10. Ta je oproti původní tvrdosti bílé litiny nižší o 271 jednotek HB. To je největším dosaženým rozdílem tvrdostí ze všech druhů žihání v rámci experimentu provedených. Takto markantní rozdíl je zapříčiněn přeměnou ledeburitického cementitu na vločkový grafit. Cementit jako takový je velmi tvrdá a křehká fáze. Jelikož se u bílé litiny jedná o složku, která v její struktuře zabírá nejvíce místa, opodstatňuje to její typické vlastnosti. Grafit oproti tomu je velmi měkký a tvárný. Jeho výskyt v podobě vloček (nízký vrubový účinek) společně s perlitickou maticí poté dodává této slitině optimální mechanické vlastnosti.

Pro případné požadované zvýšení tvrdosti či pevnosti můžeme temperovanou litinu podrobit dalšímu TZ, např. kalení.

## 8 Závěr

Tato práce se zabývala slitinami železa s uhlíkem, jejich strukturami a vlivem tepelného zpracování na ně. V rešeršní části bylo pojednáno o využití technických slitin železa a jejich vlastnostech. Byly popsány struktury a fáze vyskytující se v rámci metastabilní soustavy Fe-Fe<sub>3</sub>C. Značný prostor byl věnován popisu procesu austenitizace. Dále pak byla popsána technologie a principy procesů žíhání ocelí a litin a jejich vliv na vlastnosti zpracovávaných slitin. V závěru teoretické části bylo pojednáno o měření tvrdosti se zaměřením na Brinellovu metodu.

Experimentální část této práce pojednávala o vlivu různých druhů žíhání na strukturu a vlastnosti zvolených slitin. Slitiny pro tento experiment byly zvoleny z celého rozsahu chemického složení v rámci diagramu Fe-Fe<sub>3</sub>C. Jednalo se tedy o podeutektoidní ocele, ocel nadeutektoidní a podeutektickou bílou litinu.

Z těchto slitin byly vyrobeny vzorky pro měření tvrdostí a metalografické výbrusy pro pozorování struktur. Následně proběhlo tepelné zpracování, načež bylo provedeno srovnání struktur a naměřených hodnot tvrdostí v litém stavu a ve stavu po příslušném žíhání. Zvolenými žíhacími procesy byly žíhání na měkko, normalizační a grafitizační.

V rámci diskuze výsledků experimentu bylo uvedeno, že všechna provedená TZ měla předpokládaný efekt jak z hlediska strukturního, tak i co se týče tvrdosti. V případě vzorku č. 6 (0,4 Hm% C) vedlo normalizační žíhání k odstranění Widmannstättenu struktury, což je pozitivní zejména z hlediska houževnatosti této oceli, a celkovému zjemnění a zrovnoměnění struktury. To mělo za následek zvýšení tvrdosti, které lze přisuzovat právě zpevnění vlivem zjemněním zrna.

V případě vzorků č. 7 (0,7 Hm% C) a 9 (1,1 Hm% C) vedlo provedené žíhání na měkko ke sferoidizaci lamelárního perlitu, která byla příčinou poklesu tvrdostí obou těchto slitin. Tento pokles byl v případě obou slitin přibližně stejný. Což je opodstatněno tím, že žíhání prodělali za stejných podmínek. V případě vzorku č. 9 mělo žíhání na měkko další pozitivní efekt, kterým byl rozpad síťového sekundárního cementitu po hranicích primárních austenitických zrn, což zpravidla vede ke zvýšení houževnatosti dané oceli.

U vzorku č. 11 (4 Hm% C) bylo provedeno grafitizační žíhání. V rámci něhož se z bílé litiny, kterou tento vzorek byl, stala litina s vločkovým grafitem a perlitickou maticí. Toho bylo dosaženo grafitizací ledeburitického (popřípadě i perlitického) cementitu, který před žíháním tvořil většinu plochy metalografického výbrusu. Snížení obsahu cementitu ve struktuře zároveň vedlo k výraznému poklesu tvrdosti této slitiny, neboť je to právě cementit, který zapříčiňuje značnou tvrdost a křehkost bílé litiny.

V rámci experimentu bylo využito tří druhů žíhání, z nichž tři měli za následek pokles tvrdosti zpracovávané slitiny. Jediné TZ které naopak vedlo ke zvýšení tvrdosti bylo žíhání normalizační. Tato skutečnost potvrzuje očekávané výsledky, které korespondují s charakterem těchto žíhacích procesů.

## Seznam použitých zdrojů

- [1] Žihání pro odstranění vnitřních pnutí. *Heat Treatments* [online]. [vid. 2018-05-20]. Dostupné z: <http://www.heat-treatments.co.uk/services/stress-relieving>
- [2] PTÁČEK, Luděk. *Nauka o materiálu II. 2.*, opr. a rozš. vyd. Brno: CERM, 2002. ISBN 978-80-7204-248-7.
- [3] JECH, Jaroslav. *Tepelné zpracování oceli: metalografická příručka*. 4. vyd. přeprac. a dopl. Praha: SNTL, 1983.
- [4] PTÁČEK, Luděk. *Nauka o materiálu. I. 2.* opr. a rozš. vyd. Brno: Akademické nakladatelství CERM, 2003. ISBN 978-80-7204-283-8.
- [5] HLUCHÝ, Miroslav. *Strojírenská technologie 1. 2. díl, Metalografie a tepelné zpracování*. 3., přeprac. vyd. Praha: Scientia, 2002. ISBN 978-80-7183-265-2.
- [6] PACAL, Bohumil a Pavel DOLEŽAL. *Struktura a vlastnosti slitin metastabilní soustavy železo – karbid železa (Fe – Fe<sub>3</sub>C)* [online]. [vid. 2017-12-28]. Dostupné z: <http://ime.fme.vutbr.cz/images/umvi/opory/svms/index.htm>
- [7] DONALD R. ASKELAND. *The Science and Engineering of Materials*. 2nd Ed. London: Chapman and Hall, 1990. ISBN 978-0-412-34260-8.
- [8] KRAUS, Václav. *Tepelné zpracování a slinování*. 3. vyd. Plzeň: Západočeská univerzita, 2013. ISBN 978-80-261-0260-1.
- [9] TODOROV, R. P. a Kh. G. KHRISTOV. Widmanstätten Structure of Carbon Steels. *Metal Science and Heat Treatment* [online]. 2004, **46**(1/2), 49–53. ISSN 0026-0673. Dostupné z: doi:10.1023/B:MSAT.0000029601.58461.bd
- [10] SKÁLOVÁ, Jana, Rudolf KOVAŘÍK a Vladimír BENEDIKT. *Základní zkoušky kovových materiálů*. 4. vyd. Plzeň: Západočeská univerzita, 2005. ISBN 978-80-7043-417-8.
- [11] GOLDSTEIN, I. Joseph. *Scanning electron microscopy and X-ray microanalysis*. 3rd ed. New York: Kluwer, 2003. ISBN 978-0-306-47292-3.
- [12] FÜRBAACHER, Ivan. *Lexikon technických materiálů se zahraničními ekvivalenty: Svazek 3*. Praha: Dashöfer, 1998.

## Seznam použitých zkratek a symbolů

<b>Zkratka</b>	<b>Význam</b>
atd.	a tak dále
BCC	prostorově středěná kubická mřížka
FCC	plošně středěná kubická mřížka
např.	například
SEM	skenovací elektronová mikroskopie
TEM	transmisní elektronová mikroskopie
TZ	tepelné zpracování
tzv.	takzvaný

<b>Symbol</b>	<b>Jednotka</b>	<b>Veličina</b>
$A_{C1}; A_{C3}; A_{Cm}$	$^{\circ}\text{C}$	kritické teploty
$J_G$	$\text{mm}\cdot\text{s}^{-1}$	rychlost růstu austenitických zrn
$J_N$	$\text{zárodků}\cdot\text{mm}^{-3}\cdot\text{s}^{-1}$	rychlost nukleace austenitických zrn
$n$	–	Index lomu