



TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI
Fakulta strojní



Optimalizace způsobu nitridace těla soustružnických nožů z oceli 16 343

Diplomová práce

Studijní program: N2301 – Strojní inženýrství
Studijní obor: 2301T048 – Strojářská technologie a materiály
Autor práce: **Bc. Štefan Pravda**
Vedoucí práce: Ing. Adam Hotař, Ph.D.



TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI
Fakulta strojní
Akademický rok: 2015/2016

ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

(PROJEKTU, UMĚLECKÉHO DÍLA, UMĚLECKÉHO VÝKONU)

Jméno a příjmení: **Bc. Štefan Pravda**
Osobní číslo: **S14000541**
Studijní program: **N2301 Strojní inženýrství**
Studijní obor: **Strojírenská technologie a materiály**
Název tématu: **Optimalizace způsobu nitridace těla soustružnických nožů z oceli 16 343**
Zadávací katedra: **Katedra materiálu**

Z á s a d y p r o v y p r a c o v á n í :

1. Seznamte se se způsoby nitridace těl soustružnických nožů. Prostudujte doporučenou literaturu, týkající se nitridace ocelí.
2. Proveďte metalografické šetření a měření mikrotvrdosti různými způsoby nitridovaných vzorků.
3. Výsledky vyhodnoťte, porovnejte a zformulujte závěry.



Rozsah grafických prací: dle potřeby
Rozsah pracovní zprávy: 40 - 50 stran
Forma zpracování diplomové práce: tištěná/elektronická
Seznam odborné literatury:


[1] PÍŠEK, F., aj. *Nauka o materiálu I, 4. svazek Železo a slitiny*. Rec. K. Stránský. 2. vyd. Praha: Academia, 1975.

[2] DAĐOUREK, K. *Vybrané technologie povrchových úprav*. 1. vyd. Liberec: Technická univerzita v Liberci, 2006.


[3] ASM HANDBOOK COMMITTEE. *ASM Handbook. Vol. 4, Heat treating*. Materials Park : ASM International, 1997. ISBN 0-87170-379-3

Vedoucí diplomové práce: Ing. Adam Hotař, Ph.D.
Katedra materiálu

Datum zadání diplomové práce: 12. října 2015
Termín odevzdání diplomové práce: 27. května 2016


prof. Dr. Ing. Petr Lenfeld
děkan




prof. Ing. Petr Louda, CSc.
vedoucí katedry

V Liberci dne 12. října 2015

Prohlášení

Byl jsem seznámen s tím, že na mou diplomovou práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 Sb., o právu autorském, zejména § 60 – školní dílo.

Beru na vědomí, že Technická univerzita v Liberci (TUL) nezasahuje do mých autorských práv užitím mé diplomové práce pro vnitřní potřebu TUL.

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

Diplomovou práci jsem vypracoval samostatně s použitím uvedené literatury a na základě konzultací s vedoucím mé diplomové práce a konzultantem.

Současně čestně prohlašuji, že tištěná verze práce se shoduje s elektronickou verzí, vloženou do IS STAG.

Datum:

Podpis:

Poděkování

Děkuji tímto vedoucímu diplomové práce Ing. Adamu Hotařovi, Ph.D. za věcné připomínky a odborné rady při vypracování diplomové práce, paní Vlastě Čílové, Ing. Václavu Kubíčkoví, Ing. Martinu Švecovi za pomoc při realizaci experimentu, Ing. Vlastimilu Belákovi a kolektivu firmy Karned Tools s. r. o. za vstřícný přístup a ochotu.

Také děkuji své rodině a svým blízkým, kteří mě vždy podporovali při mém studiu a zejména při psaní diplomové práce.

ANOTACE

Cílem diplomové práce je porovnat a optimalizovat způsoby nitridace řezných nástrojů, respektive těl soustružnických nožů vyráběných ve firmě Karned Tools s. r. o. Úvod práce seznamuje s teorií o tepelném a chemicko-tepelném zpracování ocelí se zaměřením na nitridování a jeho metody. V experimentální části jsou porovnány tři možné metody nitridace soustružnických nožů. Bylo provedeno měření mikrotvrdosti, metalografické šetření a navíc k tomu chemická analýza nitridovaných vzorků. Výsledky byly porovnány a vyhodnoceny.

Klíčová slova

SOUSTRUŽNICKÝ NŮŽ, CHEMICKO-TEPELNÉ ZPRACOVÁNÍ, NITRIDACE, MĚŘENÍ

ABSTRACT

The purpose of this thesis is to compare and optimize nitriding methods of cutting tools, or more precisely of tool holders produced in the company Karned Tools s.r.o. The beginning of the thesis introduces the theory of heat treatment and chemical heat treatment of steel, focusing on nitriding and its methods. The experimental section contains the comparison of three possible methods of nitriding of tool holders. There were performed microhardness measurements, a metallographic investigation and in addition, a chemical analysis of nitrided samples. The results were compared and evaluated.

Key words

TOOL HOLDER, CHEMICAL HEAT TREATMENT, NITRIDING, MEASUREMENT

OBSAH

Seznam symbolů a zkratk.....	8
1. ÚVOD.....	10
2. TEORETICKÁ ČÁST.....	10
2.1 Tepelné zpracování ocelí.....	10
2.2 Rovnovážné tepelné zpracování – žíhání.....	12
2.3 Nerovnovážné tepelné zpracování – kalení.....	14
2.4 Popouštění.....	21
2.5 Chemicko-tepelné zpracování.....	22
2.6 Cementace.....	24
2.7 Nitridace.....	30
2.8 Základní metody nitridace.....	36
2.9 Iontová nitridace.....	37
3. EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST.....	45
3.1 Popis experimentu.....	46
3.2 Měření tvrdosti.....	48
3.3 Metalografické šetření struktury oceli.....	55
3.4 Chemická mikroanalýza nitridovaných vrstev.....	61
3.5 Diskuse.....	65
4. ZÁVĚR.....	71
5. SEZNAM POUŽITÝCH ZDROJŮ.....	73
5.1 Seznam obrázků.....	73
5.2 Seznam tabulek.....	76
5.3 Seznam grafů.....	77
6. SEZNAM PŘÍLOH.....	78

SEZNAM SYMBOLŮ A ZKRATEK

Zkratka/Symbol	Jednotky	Popis
TOS		fa TOS VARNSDORF a.s
KT		fa Karned Tools s.r.o.
TU		Technická univerzita
TZ		Tepelné zpracování
CHTZ		Chemicko-tepelné zpracování
VBD		Vyměnitelná břitová destička
Fe-Fe₃C		Binární rovnovážný diagram (železo – karbid železa)
Fe-N		Binární rovnovážný diagram (železo – dusík)
IRA		Izotermický rozpad austenitu
ARA		Anizotermický rozpad austenitu
FCC		Krychlová plošně středěná mřížka
HCP		Hexagonální těsně uspořádaná mřížka
Ac₁		Překryštalizační teplota v soustavě Fe-C
Ac₃		Překryštalizační teplota v soustavě Fe-C
A_{cm}		Překryštalizační teplota v soustavě Fe-C
M_s		Teplota začátku martenzitické přeměny

M_f		Teplota konce martenzitické přeměny
Φ	mm	Průměr
T	°C	Teplota
t	h	Čas
HRC		Tvrдость podle Rockwella
HV		Tvrдость podle Vickerse
Pa		Jednotka tlaku
MPa		Jednotka tlaku
mbar		Jednotka tlaku
V		Jednotka elektrického napětí
μm		Měrná jednotka délky
α		Reakční fáze
γ		Reakční fáze
ε		Reakční fáze
γ'		Reakční fáze
Si		Křemík
Cr		Chrom
Ni		Nikl
Fe		Železo
Mo		Molybden
Mn		Mangan
Al		Hliník
N		Dusík

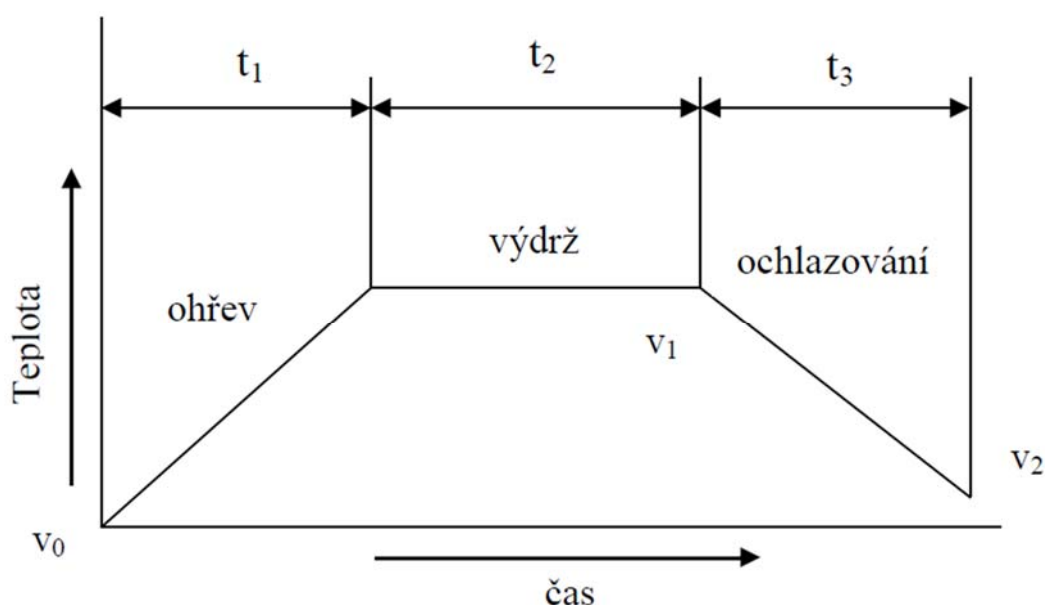
1. ÚVOD

V mnoha aplikacích je nutné zajistit poměrně houževnaté a pevné jádro a tvrdý povrch pro zvýšení otěruvzdornosti. Jedním z takovýchto případů jsou i těla soustružnických nožů. Základní požadavky kladené na těla soustružnických nožů jsou vysoká povrchová tvrdost (odolnost proti otěru) a pevné a houževnaté jádro. Aby nože splňovaly tyto vlastnosti, je výroba soustružnických nožů řešena zvyšováním mechanických vlastností povrchové vrstvy polotovaru, který je dodáván v zušlechtěném stavu. V případě požadavku na vyšší pevnost jádra než u dodávaných polotovarů se provádí „přezušlechtění“ na vyšší hodnoty. Tato diplomová práce se zabývá úpravou povrchu oceli 16 343.7 (ze které jsou vyráběny soustružnické nože ve firmě Karned Tools s. r. o.) metodou plynové, nízkotlaké plynové (vakuové) a pulzní iontové nitridace.

2. TEORETICKÁ ČÁST

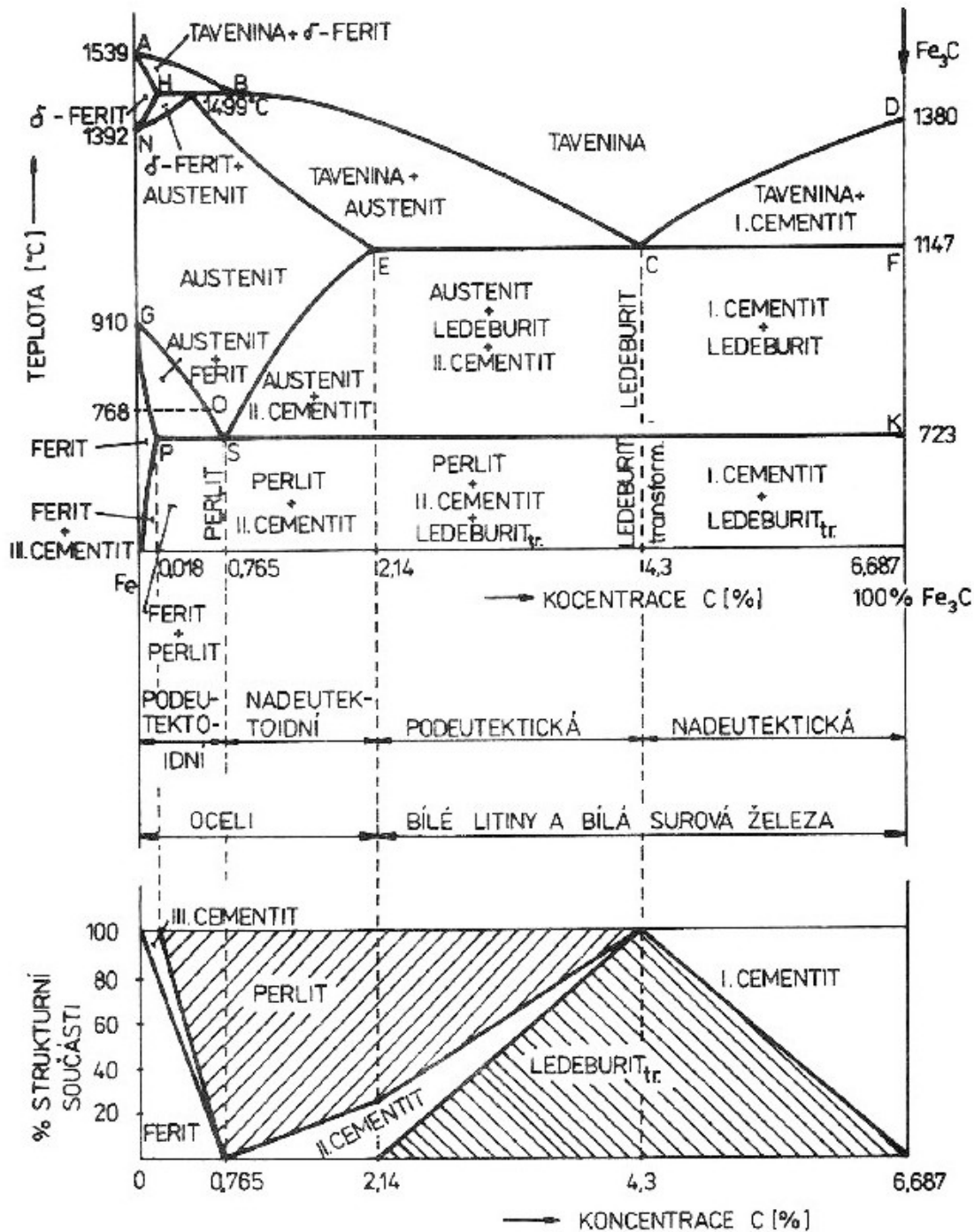
2.1 TEPELNÉ ZPRACOVÁNÍ OCELÍ

Základem tepelného zpracování jsou tepelné procesy nebo kombinace procesů za účelem změn především mechanických vlastností. Ocel v tuhém stavu je ohřívána na předepsanou teplotu, následuje výdrž na teplotě a pak ochlazení definovanou rychlostí (**obr. 1**) tak, aby se dosáhlo požadovaných vlastností.



Obr. 1: Průběh tepelného zpracování [4]

Podle dosažené struktury rozdělujeme tepelné zpracování (dále TZ) na rovnovážné (žhání) a nerovnovážné (kalení). U těchto operací se mění jen struktura oceli, aniž dochází ke změnám chemického složení. Hlavním činitelem, který ovlivňuje změny vlastností oceli při TZ, je teplota. Strukturální přeměny, které vznikají při ohřevu a ochlazování ocelí během TZ, se řídí rovnovážným diagramem Fe-Fe₃C (**obr. 2**).



Obr. 2: Binární rovnovážný diagram Fe-Fe₃C [4]

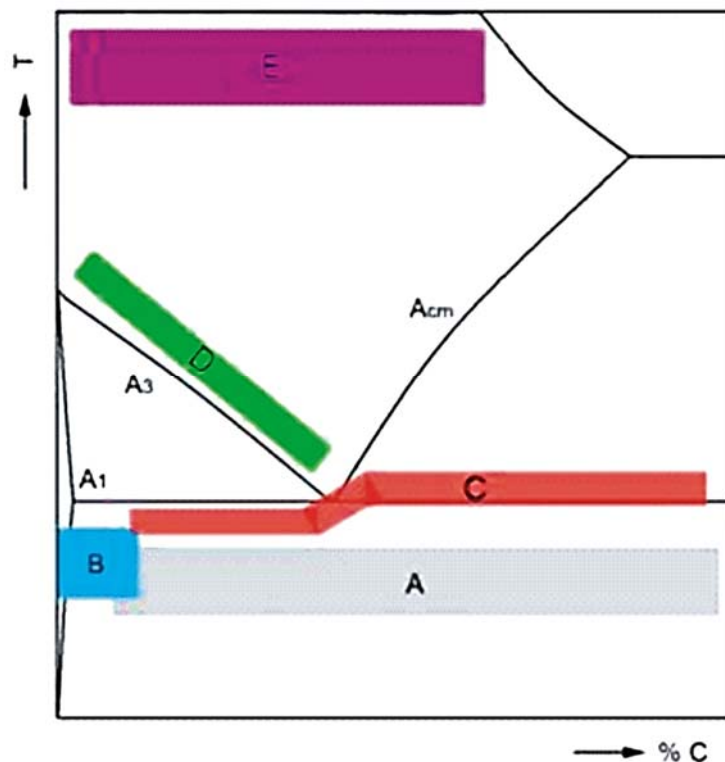
2.2 ROVNOVÁŽNÉ TEPELNÉ ZPRACOVÁNÍ – ŽÍHÁNÍ

Žíhání má charakter ohřevu, výdrže na dané teplotě a velmi pomalého ochlazování, případné strukturní přeměny se řídí taktéž binárním rovnovážným diagramem Fe-Fe₃C (**obr. 2**), kde můžeme sledovat průběh změn při ochlazování slitin železa s různým obsahem uhlíku. Cílem žíhání je zlepšení technologických vlastností, homogenity materiálu, snižování vnitřního pnutí a příprava materiálu na další TZ. Ocelové polotovary jsou často dodávány vyžíhané na měkko hlavně pro zlepšení obrobitelnosti, s minimem vnitřního pnutí a „sbalenými“ karbidy Fe₃C.

Žíhání se podle teploty ohřevu dělí do dvou hlavních skupin:

- ŽÍHÁNÍ BEZ PŘEKRYSTALIZACE
- ŽÍHÁNÍ S PŘEKRYSTALIZACÍ

Nejčastěji používané způsoby žíhání (oblasti žíhacích teplot) jsou znázorněny v rovnovážném binárním diagramu Fe-Fe₃C, viz **obr. 3**.



Obr. 3: Žíhací teploty v diagramu Fe-Fe₃C: A) žíhání na snížení pnutí, B) rekrystalizační, C) na měkko, D) normalizační, E) homogenizační [5]

ŽÍHÁNÍ BEZ PŘEKRYSTALIZACE

ŽÍHÁNÍ NA MĚKKO

Ohřev probíhající na teploty pod A_{c1} je obvyklý pro podeutoktoidní oceli. Používá se pro zlepšení obrobiteľnosti (při obsahu uhlíku vyšším než 0,4%), nebo pro lepší tvárnost za studena. Teploty žíhání mírně nad A_{c1} (nadeutektoidní oceli) se volí pro dosažení rychlejšího sbalení nerozpuštěných částic nadeutektoidního karbidu. Následujícím pomalým ochlazováním přes A_{c1} vzniká eutektoidní karbid ve tvaru zrn. Rozmezí teplot se pohybuje mezi 670–730°C (**obr. 3, C**). Výdrž na teplotě je u uhlíkových ocelí v rozmezí 4–8 hod. U legovaných ocelí (tzn. s vyšším obsahem slitinových přísad, které zpomalují rychlost difuze uhlíku ve feritu, nebo stabilizují cementit) může doba výdrže být až několik desítek hodin. Žíhání s pomalým ochlazováním má za následek změnu lamelárního perlitu na globulární s následným zlepšením obrobiteľnosti a minimalizací vnitřního pnutí ve struktuře oceli.

ŽÍHÁNÍ KE SNÍŽENÍ VNITŘNÍHO PNUTÍ

Ohřev probíhá na teploty 470–650°C (**obr. 3, A**), výdrž na této teplotě a pomalé ochlazování v peci. Při tomto procesu nedochází k záměrné změně struktury oceli. Používá se pro snížení vnitřního pnutí, které vzniká při předchozích operacích (obrábění, válcování, svařování).

REKRYSTALIZAČNÍ ŽÍHÁNÍ

Ohřev materiálu na teploty 550–700°C (**obr. 3, B**), výdrž na teplotě a následné pomalé ochlazování, nejčastěji na vzduchu. Využívá se pro obnovení tvárných vlastností po tváření materiálu za studena. Tvářením za studena roste pevnost, mez kluzu a tvrdost, klesá tažnost a houževnatost.

ŽÍHÁNÍ PRO ODSTRANĚNÍ KŘEHKOSTI PO MOŘENÍ

Ohřev bývá v rozmezí teplot 300–500°C po dobu 1 až 4 hod. Ochlazování může probíhat na vzduchu nebo v peci. Používá se u výrobků, které byly mořeny v kyselinách za účelem odstranění oxidických vrstev. V průběhu moření dochází k difuzi vodíku do povrchu, zde materiál křehne, proto je důležité v těchto místech difuzními pochody vodík odstranit.

ŽÍHÁNÍ S PŘEKRYSTALIZACÍ

HOMOGENIZAČNÍ ŽÍHÁNÍ

Využívá se k vyrovnaní chemického složení oceli, především u ingotů. Ohřev bývá na teploty 950–1200°C (**obr. 3, E**). Ochlazování probíhá v peci nebo na vzduchu. Může také probíhat i kombinovaně v závislosti na druhu a tvaru součásti, např. do 400°C v peci a dále pak na vzduchu. Při tomto způsobu žíhání dochází ke zhrubnutí zrna.

NORMALIZAČNÍ ŽÍHÁNÍ

Používá se především u podeutoktoidních ocelí, u kterých došlo k zhrubnutí zrna při lití, nebo při tváření za vysokých teplot. Ohřev bývá na teploty 30–50°C nad teplotou A_{c3} (**obr. 3, D**). Ochlazování probíhá na vzduchu. Účelem tohoto způsobu je vytvoření rovnoměrné a jemnozrnné struktury feritu a perlitu, čímž jsou zajištěny stejnoměrné mechanické vlastnosti.

IZOTERMICKÉ ŽÍHÁNÍ

Používá se k dosažení rovnovážné struktury a zlepšení obrobiteľnosti. Ohřev probíhá na teplotách podobných jako u normalizačního žíhání (30–50°C nad teplotou A_{c3}). Průběh ochlazování:

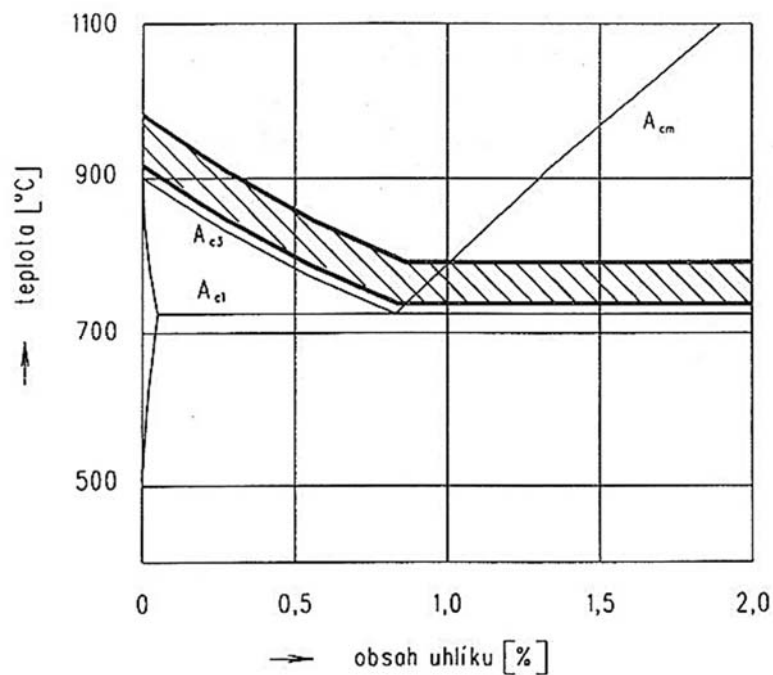
1. Rychlý pokles teploty na perlitickou přeměnu
2. Výdrž na konstantní teplotě (přeměna austenitu na perlit)
3. Dochlazení na vzduchu

2.3 NEROVNOVÁŽNÉ TEPELNÉ ZPRACOVÁNÍ – KALENÍ

Podstatou kalení je ohřev do oblasti austenitu, následné rychlé ochlazení, kdy jsou částečně nebo úplně potlačeny difuzní pochody. Kalením se dosahuje vysoké tvrdosti a odolnosti proti opotřebení součástí. Tyto vlastnosti jsou spojeny se vznikem nerovnovážné struktury martenzitu (anizotermické kalení), popř. bainitu (izotermické kalení). Vznikem nové mikrostruktury se současně zvětší mírně i její objem důsledkem

změny krystalické mřížky železa. To způsobuje problémy hlavně při kalení velkých součástí: deformace tvaru, velké vnitřní pnutí, nebezpečí trhlin, až prasknutí součástí. Výsledné vlastnosti ovlivňuje také velikost martenzitických jehlic. Jemnozrnnost, respekt. hrubozrnnost martenzitických jehlic je závislá na kalicí teplotě, rychlosti ochlazování,

ale závisí i na dalších faktorech (legury v oceli atd.). Kalicí teplota je závislá na obsahu uhlíku a legur. Pro uhlíkové oceli (bez legur) se dá kalicí teplota zakreslit do binárního diagramu Fe-Fe₃C (**obr. 4**). Jelikož výsledná struktura (martenzit, bainit) je nerovnovážná, je potřeba strukturu popustit.

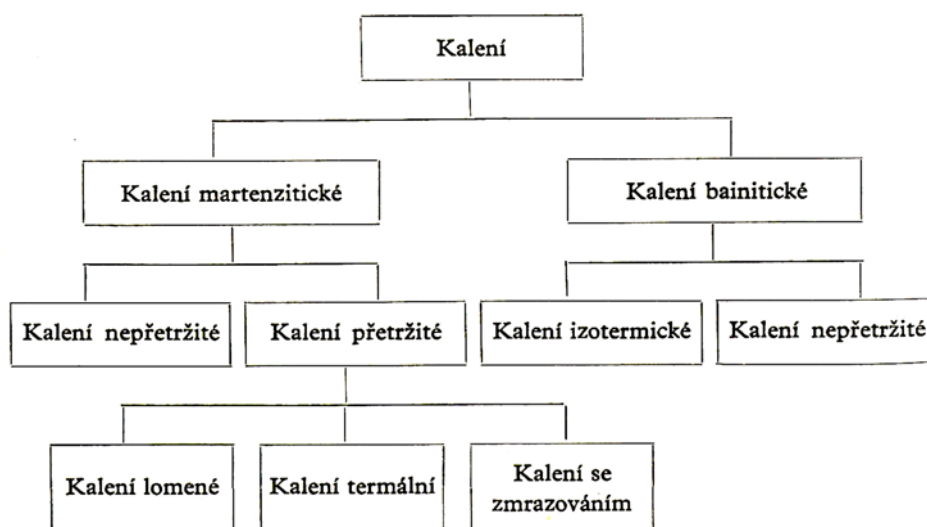


Obr. 4: Část binárního diagramu Fe-Fe₃C s přehledem kalicích teplot [4]

ZPŮSOBY KALENÍ A KALICÍ PROSTŘEDÍ

Způsoby kalení (**tab. 1**) jsou závislé na požadovaných vlastnostech kalené součásti, její velikosti, tvaru a na druhu použité oceli. Při plynulém ochlazování jsou součásti kaleny (ochlazovány) v prostředí o pokojové teplotě (studená lázeň). Při přetržitém kalení je použito buď dvou prostředí o pokojové teplotě, kde ochlazovací intenzita je rozdílná, a nebo teplé lázně.

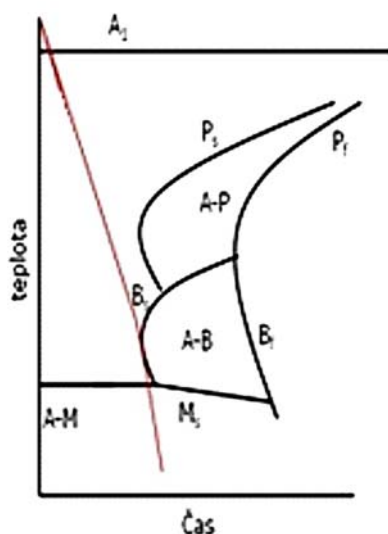
Tab. 1: Přehled způsobů kalení oceli [4]



ZPŮSOBY KALENÍ

NEPŘETRŽITÉ KALENÍ

Je to nejčastěji používaný postup. Po austenitizaci (ohřev nad A_{c3} či A_{c1}) s výdrží na kalicí teplotě. Následuje vložení do kalicího prostředí (voda, olej, vzduch), jehož teplota je nižší než teplota počátku martenzitzické přeměny (**obr. 5**). Po vychladnutí předmětu v kalicím prostředí následuje popouštění. Vliv legur snižuje nutnou ochlazovací rychlost pro dosažení M_s (u ocelí s 5% Ni stačí již ochlazovat „na vzduchu“).

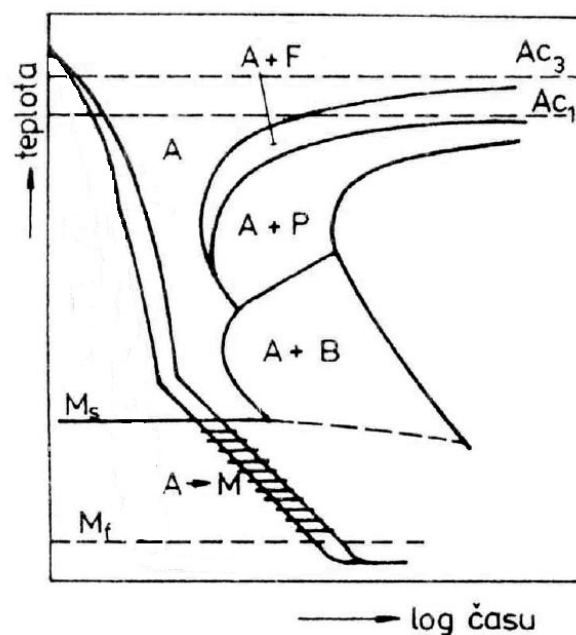


Obr. 5: Rychlost ochlazování v ARA diagramu - transformace austenitu na martenzitu, eutektoidní oceli [5]

PŘETRŽITÉ KALENÍ

Lomené kalení

Tento typ kalení probíhá tak, že se kalená součást s odlišnou ochlazovací schopností ochlazuje ve dvou studených lázních po sobě. Předmět se vyjme z první lázně po takové době, aby jeho teplota byla o něco vyšší než teplota M_s dané oceli a dochladí se v druhé lázni s menším ochlazovacím účinkem právě v oblasti martenzitické přeměny (**obr. 6**). Například se předmět ochladí prudce ve vodě nad teplotu M_s a pak se dochladí v oleji. To má za následek zmenšení vnitřního pnutí při nepřetržitém kalení do vody. Lomeného kalení je využito při kalení složitých předmětů z ocelí kalitelných do vody.

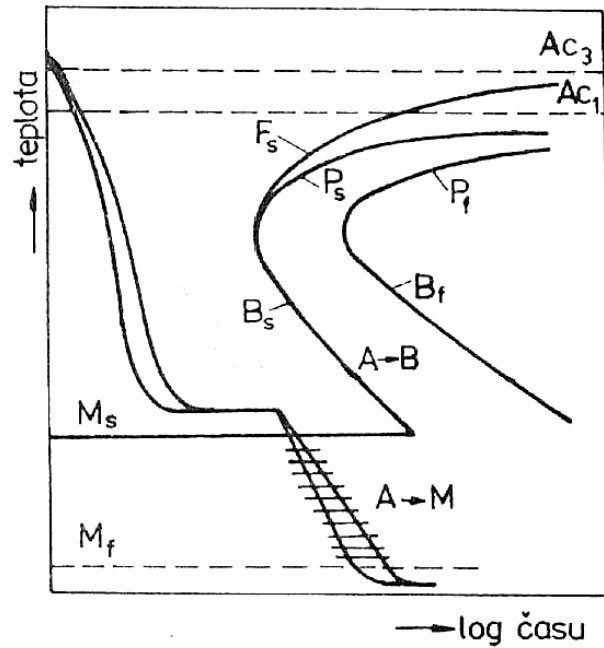


Obr. 6: ARA diagram podeutektoidní oceli – lomené kalení [4]

Termální kalení

Podstatou je snížení pnutí a deformace v kaleném předmětu. Ohřátý předmět na austenitizační teplotu se ochladí v solné nebo olejové lázni o teplotě těsně nad teplotu počátku martenzitické přeměny dané oceli asi 20 až 30°C nad M_s (**obr. 7**). Na teplotě předmět setrvá tak dlouho, aby došlo k vyrovnání teplot v jádře a na povrchu předmětu při zachování austenitického stavu. Po vyrovnání teplot se předmět vyjme ještě v austenitickém stavu z lázně a ochlazuje se dále na vzduchu. Martenzitická přeměna pak probíhá při pomalé ochlazovací rychlosti – vnitřní pnutí je podstatně menší než při kalení do studené lázně.

Termální kalení je vhodné pro kalení tvarově složitých součástí a nástrojů z nelegovaných a nízkolegovaných ocelí, které jsou určeny pro kalení do vody.



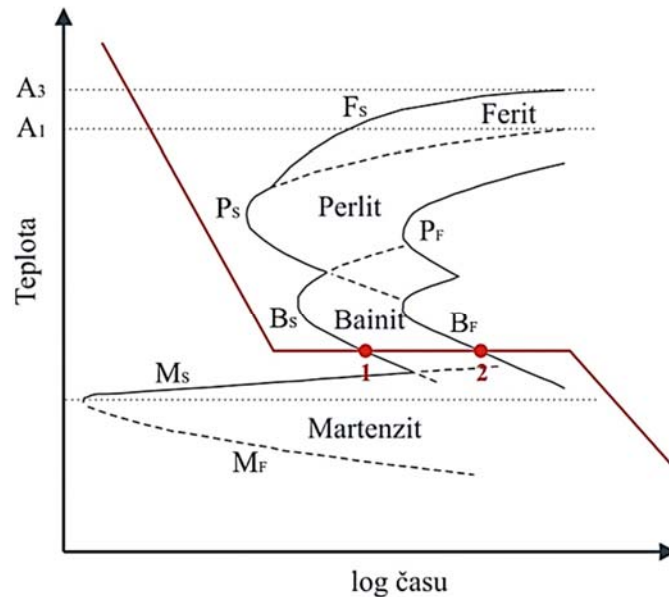
Obr. 7: IRA diagram podeutektoidní oceli – termální kalení [4]

Kalení se zmrazováním

Tento způsob kalení se používá pro minimalizaci zbytkového austenitu. Zmrazení následuje ihned po kalení. Využívá se tam, kde je požadavkem stabilizace rozměrů a maximální tvrdost součásti (měřidla, valivá ložiska).

Kalení izotermické

Kalicím prostředím při konstantní teplotě (cca 500°C) jsou nejčastěji solné lázně. Po izotermickém kalení (**obr. 8**) se již nepopouští (menší vnitřní pnutí, menší nebezpečí trhlin), protože bainit má nejenom dostatečnou pevnost a tvrdost, ale i houževnatost. Mezi výhody tohoto kalení patří vyšší vrubová houževnatost a mez únavy.



Obr. 8: Průběh rychlosti ochlazování IRA diagram, transformace austenitu na bainit [5]

KALENÍ – ZÁKLADNÍ POJMY

Aby bylo možné ocel účinně zakalit, tzn. získat kalením vysokou tvrdost, musí být kalitelná. U mnoha součástí, zvláště konstrukčních ocelí, je důležitá nejen tvrdost po kalení, ale i hloubka zakalení, resp. možnost zakalení součásti v celém průřezu. Tento jev je popsán jednotlivými pojmy:

Kalitelnost je schopnost materiálu dosáhnout nerovnovážného stavu. Je zásadně ovlivněna obsahem uhlíku. Jako kalitelné jsou označovány oceli s obsahem uhlíku nad 0,35%, kdy lze již zaručit vznik zákalné struktury. U legovaných ocelí se obsah uhlíku potřebný k zakalení mírně snižuje, a to díky přísadám legujících prvků v oceli.

Prokalitelnost je schopnost daného typu oceli dosáhnout po kalení v určité hloubce pod povrchem požadovaných mechanických vlastností (pevnosti, houževnatosti) v celém průřezu. Za prokalenou se obvykle považuje vrstva, která má tvrdost odpovídající struktuře o minimálně 50% martenzitu. Schopnost prokalení se ověřuje Jominiho čelní zkouškou prokalitelnosti.

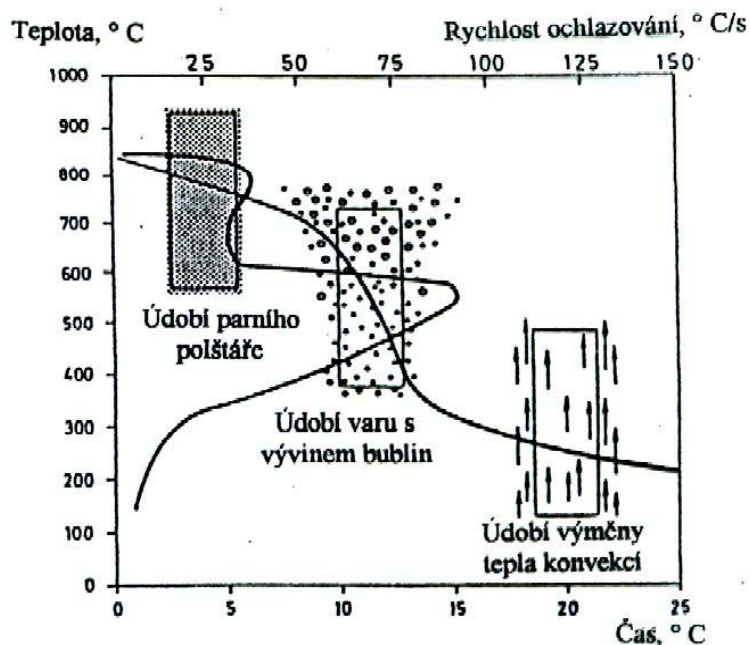
Zakalitelnost je nejvyšší dosažitelná tvrdost oceli, která je dána především tvrdostí martenzitu. Tvrdost martenzitu ovlivňuje obsah uhlíku v oceli, se zvyšujícím se obsahem tvrdost martenzitu stoupá. [4]

KALICÍ PROSTŘEDÍ

Kalicí prostředí se volí podle druhu oceli, požadovaných struktur, velikosti a tvaru předmětu. Ochlazovací účinnost prostředí závisí především na tepelné vodivosti, měrném a výparném teple a na jeho viskozitě. Účinnost kalicího prostředí také ovlivňuje měrný povrch součásti a jeho nečistota. Kalicí prostředí lze rozdělit na dvě skupiny: na prostředí, které mění skupenství a které nemění.

Typickým příkladem prostředí, které mění skupenství, je **voda**. Voda je nenáročné, nehořlavé a levné kalicí prostředí. Má velmi intenzivní kalicí účinek, dosahuje se zde nadkritických rychlostí ochlazování i u uhlíkových ocelí. Během ochlazování součásti ve vodní lázni dochází k vytvoření tzv. parního polštáře na povrchu kalené součásti, který značně omezuje účinnost ochlazování. Dobu, po kterou je parní polštář stabilní, nazýváme jako **1. údobí** ochlazování (**obr. 9**). Po dostatečném ochlazení se parní polštář zhroutí. Nastane přímý kontakt lázně s povrchem kalené součásti. Na povrchu součásti se velmi intenzivně vyvíjejí parní bubliny, které odvádějí velké množství tepla, tudíž dochází

ke značně rychlému ochlazování. To je **2. údobí** ochlazování označené jako údobí varu. Při poklesu teploty povrchu na teplotu varu lázně vývoj parních bublin ustává. Začíná **3. údobí** ochlazování - vedením a prouděním. Ochlazovací účinnost vody lze zvýšit jejím pohybem, přísadou solí (NaCl, NaNO₃, KNO₃) nebo louhu (NaOH). Nevýhodou tohoto kalicího prostředí je vznik velkých pnutí v zakalené součásti.



Obr. 9: Průběh ochlazování při kalení do vody [5]

Mírnější kalicí (ochlazovací) prostředí je **olej** (10x menší rychlost než voda v oblasti martenzitické přeměny). Ochlazování v něm probíhá podobně jako u vody, jen s tím rozdílem, že se plynný film dříve poruší a maxima ochlazovacích rychlostí leží kolem 500°C. Používá se většinou pro nízkolegované oceli a reprodukovatelnost dosažených hodnot TZ bývá problematická. Za provozu olej stárne, proto se filtruje či vyměňuje. Užívá se převážně minerálních olejů, zejména pro jejich tekutost (viskozitu). Velmi mírným kalicím prostředím je **vzduch**. Vzduchem se kalí pouze samokalitelné oceli tř. 16 (od 4% Ni) resp. 19, pro případné zvýšení účinku se vzduch dmýchá pod tlakem. Dalším médiem jsou roztavené **solné lázně**. Jedná se o plynulé ochlazování, při kterém se dosáhne nejmenšího vnitřního pnutí. Jako soli pro tepelné zpracování ocelí se používají sodné a draselné chloridy, dusičnany, dusitany. Procentní podíl chloridu barnatého v lázni se zvyšuje s narůstajícími teplotními požadavky. Speciální solné lázně se používají například k izotermickému kalení. V některých případech používáme roztavené **kovové lázně**, které mají podobné vlastnosti jako solné lázně (např. patentování drátu).

Rozvojem kalení ve vakuových pecích, kdy nedochází k ovlivňování povrchu obrobku při ohřevu (okujení, oduhličení), lze použít ke kalení tlakový **dusík**. Často jsou dosaženy vyšší tvrdosti než u kalení do oleje. [3]

2.4 POPOUŠTĚNÍ

Po kalení vždy následuje popouštění, tzv. ohřev součásti, na teploty mezi přibližně 100–650°C, při němž se vhodným ohřevem a dostatečnou výdrží na teplotě ovlivňují vlastnosti ocelí, zejména se odstraňuje vnitřní pnutí a klesá tvrdost. Nejčastěji se provádí v popouštěcích pecích. Vzhledem k povrchu výrobků po kalení se volí typ pece s a nebo bez ochranné atmosféry. Vlivem teplot při popouštění kalené oceli probíhá několik charakteristických dějů:

Při teplotách 80–180°C - Tetragonální martenzit se transformuje na nízkouhlíkový kubický martenzit a zároveň precipitují přechodové karbidy.

Mezi teplotami 180–300°C - Nastává rozpad zbytkového austenitu na bainit.

Současně v teplotním rozmezí 200–400°C - Dochází k úplnému rozpadu martenzitu na ferit a cementit ve velmi jemné formě.

Nad teplotou 400°C až do 650°C - Postupně se zvětšují cementitické kulovité částice a mizí jehlicovitý charakter struktury. Výsledkem je jemná struktura s kuličkovitým cementitem v základní feritické hmotě, která se nazývá sorbit. Tato struktura

se vyznačuje pevností a vysokou houževnatostí. Tepelné zpracování, které je kombinací kalení a popouštění na vysoké teploty (nejčastěji nad 400°C), se nazývá zušlechťování.

Při zvyšování popouštěcí teploty nemusí vždy docházet ke zvyšování houževnatosti zakalené oceli. Jsou dvě oblasti popouštěcích teplot, při nichž dochází k poklesu houževnatosti, tzv. popouštěcí křehkost.

Popouštěcí křehkost vyskytující se v oblasti teplot 260–320°C souvisí s přeměnou zbytkového austenitu a nelze ji potlačit ani rychlým ochlazením z popouštěcí teploty, a proto je nevratná - trvalá. Naproti tomu popouštěcí křehkost vznikající při popouštění na teploty 450–600°C souvisí se segregací nečistot na hranicích zrn předchozího austenitu spíše než se vznikem a růstem nové fáze. Dále může ocel zkřehnout při pomalém ochlazení z vysokých popouštěcích teplot. [3]

2.5 CHEMICKO-TEPELNÉ ZPRACOVÁNÍ

Chemicko-tepelné zpracování spočívá v obohacování povrchových vrstev ocelových součástí difuzním pochodem, jejichž chemické složení se liší od složení základního materiálu v jádře zpracovávaného dílu. Změnou chemického složení těchto vrstev vzniknou buď přímo, nebo dalším tepelným zpracováním, tvrdé otěruvzdorné vrstvy. Docílené změny složení povrchové vrstvy v požadované tloušťce se dosahuje jejím sycením vhodnými prvky. Jde zejména o prvky:

- uhlík (cementování)
- dusík (nitridování)
- dusík a uhlík (nitrocementování, karbonitridování)
- bór (boridování)
- síra a dusík (sulfonitridování)
- křemík (křemíkování)
- chrom (chromování)

Chemicko-tepelné zpracování (dále CHTZ) je ve své podstatě kombinovaný proces přenosu hmoty a tepla, jehož základními a rozhodujícími ději jsou zpravidla:

- disociace – kterou se z vhodných sloučenin uvolňují aktivní atomy
- adsorpce – při které adsorbované atomy migrují na povrch
- absorpce – vstup aktivních atomů do povrchu
- difuze – pohyb atomů mřížkou ve směru koncentračního spádu

Průběh celého procesu i hranice jeho možností, které jsou limitovány parametry rovnovážných stavů, jsou pro dané prostředí a zpracovávaný materiál dány zejména výškou teploty.

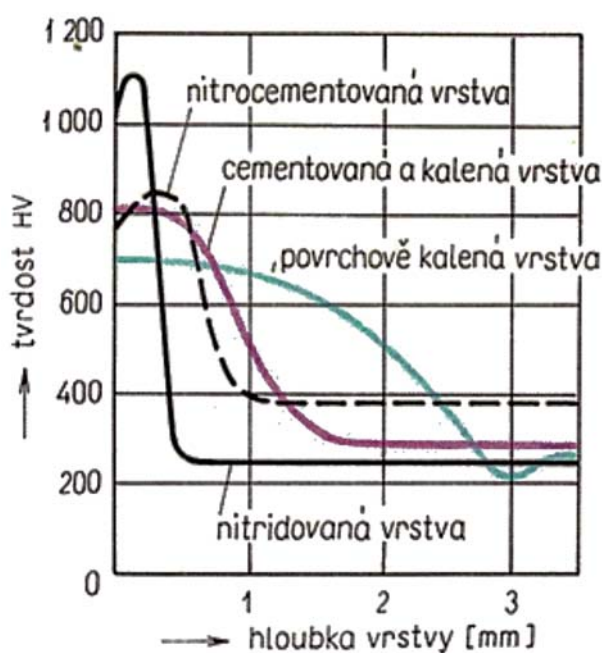
Zpracování součástí probíhá při zvýšených teplotách v tuhém (v prášku), kapalném (solné lázně) nebo plynném chemicky aktivním prostředí (účinná atmosféra).

Některé z těchto postupů vyžadují pro dosažení tvrdosti povrchové vrstvy následné kalení, jiné mohou být použity bez dalšího tepelného zpracování. Přehledně jsou chemicko-tepelné difuzní procesy z hlediska dalšího TZ uvedeny v **tab. 2**.

Tab. 2: Rozdělení chemicko-tepelných procesů

A: Bez dalšího tepelného zpracování	B: S následujícím kalením
<p>Nitridování Boridování Chromátování Difúzní sírování Karbonitridace</p>	<p>Cementování Nitrocementování</p>

Nejčastěji používané způsoby CHTZ jsou cementace, nitridace, nitrocementace a karbonitridace. Mezi další kombinované metody patří sulfonitridace a oxinitridace. Jednotlivé způsoby povrchového tvrzení vykazují značné rozdíly tvrdosti a hloubky vrstvy (**obr. 10**), ale také nákladů i doby pochodu.



Obr. 10: Průběh tvrdosti v závislosti na typu chemicko-tepelného zpracování [3]

Nitridování – dosahuje se značné tvrdosti (až 1200 HV), vrstvy jsou však velmi slabé, a proto nevhodné pro veliké měrné tlaky, neboť je nebezpečí prolomení vrstvy, pokud jádro není dostatečně tvrdé (např. při nitridování nástrojů).

Cementování – vrstvy mají větší tloušťku při nižších tvrdostech (~ 800 HV), které dobře odolávají jak opotřebením, tak vysokým měrným tlakům (např. ozubená kola).

Nitrocementování – cílem je vytvoření vrstvy obohacené nejen uhlíkem, ale i dusíkem. Toho lze docílit v kyanidových solných lázních (750–850°C) a procesu se říká **kyanování**. Další možností je provést nitrocementaci v plynné cementační atmosféře s přísadkou čpavku.

Karbonitridování – vytváří vrstvu obohacenou uhlíkem a dusíkem při nižších teplotách (650–750°C). Vzniká vrstva karbonitridů, která zvyšuje odolnost součásti proti opotřebením a zadřením.

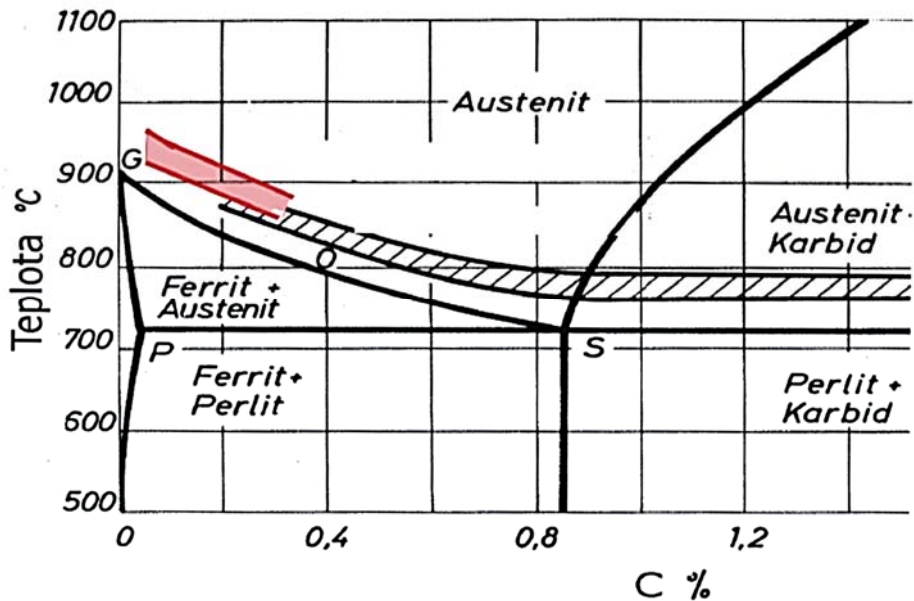
Sulfonitridování – vrstva tvořená sírou, uhlíkem, dusíkem a kyslíkem o tloušťce několik mikrometrů. Takto vzniklá vrstva má výborné třecí vlastnosti a velmi dobře se osvědčuje i při špatném mazání.

Sulfinizování – podobný pochod jako u sulfonitridování, při kterém se však povrch dílu nasycuje výhradně sírou. Toho je možné dosáhnout např. při použití směsi čpavku se sirovodíkem nebo sirouhlíkem.

Předností těchto způsobů jsou tlaková pnutí v povrchové vrstvě, která příznivě ovlivňují mez únavy a snižují pravděpodobnost vzniku trhlinek zejména při nitridaci nebo po mírnějším kalení (termálním do oleje apod.), při cementaci a nitrocementaci. Tyto přednosti nemají předměty povrchově kalené (tvrdost až kolem 700 HV), které jsou vhodné zejména pro největší měrné tlaky. CHTZ je vhodné zejména pro drobnější, funkčně důležité součástky. Účelem chemicko-tepelného zpracování je zvýšení jednak korozivzdornosti, tak kalitelnosti, oteruvzdornosti a také žárupevnosti.

2.6 CEMENTACE

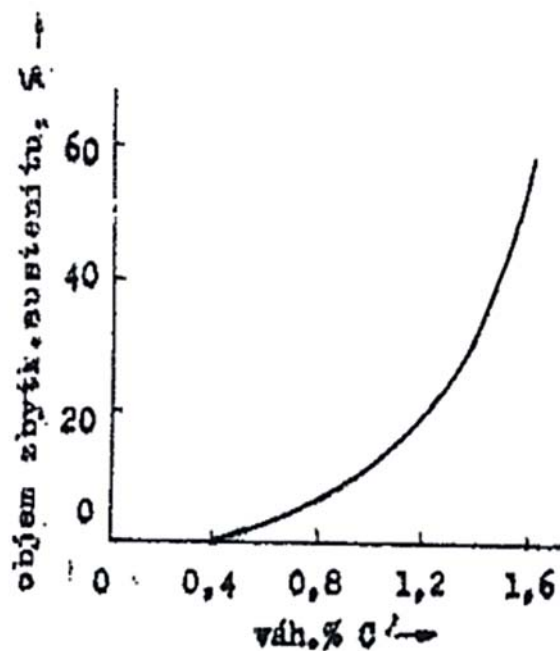
Tento způsob CHTZ je určen k sycení povrchu součásti uhlíkem. Na povrchu měkkých ocelí (0,1–0,3% uhlíku) vzniká vrstva obohacená uhlíkem. Sycení se provádí vždy nad teplotou A_{c3} (cca 50°C nad A_{c3}) v oblasti austenitu, kde rozpustnost uhlíku v austenitu je více než 0,8% (**obr. 11**). Není vhodné přivádět uhlík z vnějšího prostředí při teplotách, při nichž se vyskytuje ferit, protože rozpustnost uhlíku ve feritu je příliš nízká.



Obr. 11: Teploty austenitizace uhlíkových ocelí. Červeně vyznačena oblast cementačních teplot [6]

Hlavní účel cementace je zvýšení tvrdosti povrchu oceli při zachování měkkého a zároveň houževnatého jádra.

S procentem uhlíku se také současně mění i množství zbytkového austenitu v oceli (obr. 12). Z obrázku je zřejmé, že nad 0,8% C silně roste objem zbytkového austenitu a s tím je spojený pokles tvrdosti.



Obr. 12: Množství zbytkového austenitu v závislosti na obsahu uhlíku v oceli [3]

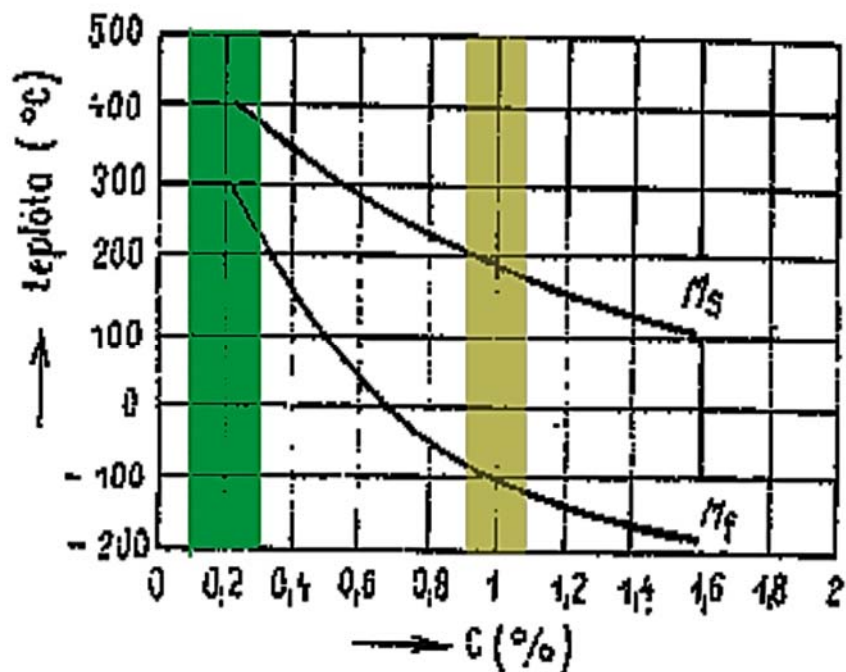
Proto zpravidla není vhodné nasycit povrchovou vrstvu uhlíkem na vyšší než eutektoidní obsah.

Doba cementace se stanovuje podle teploty cementace, požadované hloubky cementační vrstvy a typu oceli. Tvrdost cementované vrstvy po zakalení je obvykle 58 až 62 HRC. Hloubka bývá několik desetin milimetru, běžně 2 mm.

Sycení povrchu uhlíkem může být prováděno v sypaném prostředí (cementační prášky), tavenině (soli) či v plynu (endoplyn). Pro běžné uhlíkové cementační oceli je rychlost růstu vrstvy přibližně 0,5 mm za 2 hodiny.

Po cementaci musí následovat kalení a popouštění.

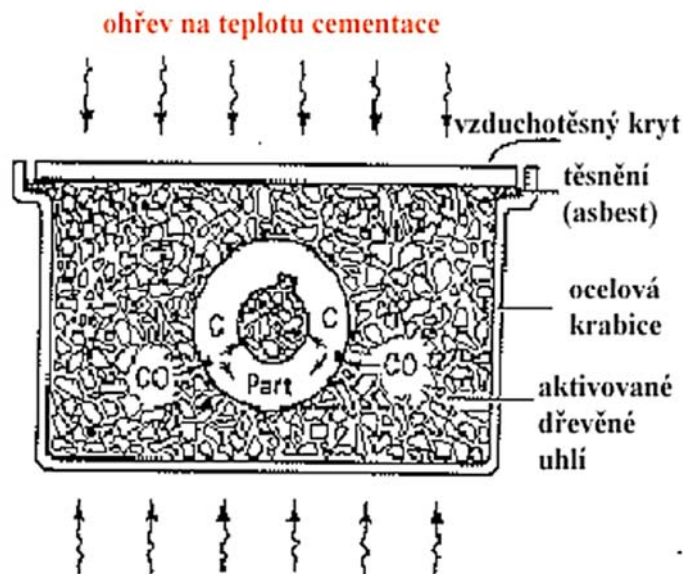
Vlivem odlišného obsahu uhlíku ve vrstvě a jádru se liší teploty M_s a M_f pro teploty kalení vrstvy a jádra. Změny M_f a M_s v závislosti na %C viz **obr. 13**.



Obr. 13: Závislost martenzitické přeměny na procentu uhlíku. Zeleně oblast cementačních ocelí (jádro), žlutě oblast cementovaných vrstev (zvýšením obsahu uhlíku se změní teplota počátku a konce martenzitické přeměny) [5]

CEMENTACE V PRÁŠKU

Dnes je to již zastaralý způsob cementace. Používala se zpravidla směs dřevěného uhlí a uhličitanu barnatého v poměru 5 : 1, musí probíhat v těsně uzavřené nádobě (**obr. 14**). Ohřev je v rozmezí teplot 850–950°C. Nauhličení vrstvy o tloušťce 1 mm trvá až 10 hodin. Tento způsob se používá pro součásti menších rozměrů a jednodušších tvarů. Dnešní moderní cementační prášky jsou již bez obsahu bária.



Obr. 14: Zařízení na cementaci v prášku [6]

CEMENTACE V TAVENINĚ (solné lázni)

Dříve poměrně častá metoda, ale pro jedovatost kyanidů je zakázána. Jedná se o taveninu ze směsi chloridů a kyanidů. Přenašečem uhlíku do povrchu oceli je skupina CN, proto současně s uhlíkem vstupuje do povrchu oceli dusík.

CEMENTACE V PLYNNÉM PROSTŘEDÍ ZA ATMOSFÉRICKÉHO TLAKU

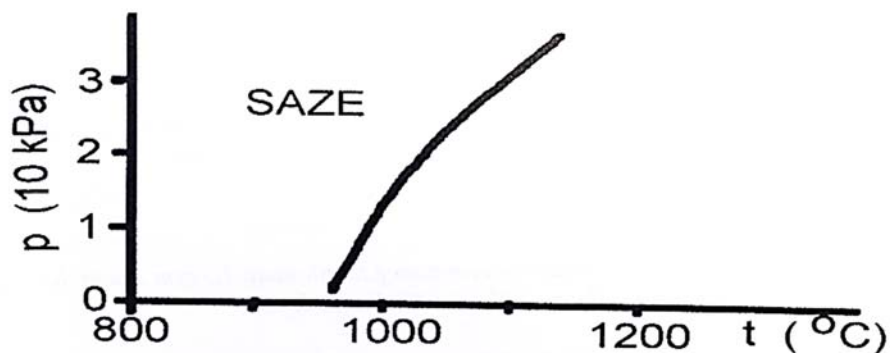
V úvahu připadají především následující atmosféry:

- Endoatmosféra – řízená atmosféra vhodná k cementaci je vyráběna mimo pec v endogenerátoru ze směsi plynu (zemní plyn, PB, ...) a vzduchu. Ve vytápěné (endo) muflí dochází vlivem katalyzátoru (Ni) k přeměně vstupní směsi na endoatmosféru s požadovaným složením. Vlastnosti atmosféry se dnes většinou kontrolují přes obsah jedné ze složek (CO_2 , O_2), popř. teplotou rosného bodu s následnou potřebnou regulací poměru vstupních plynů. Teplota procesu cca 1040°C .
- Atmosféra, která vzniká tepelným rozkladem metylakoholu ve směsi s dusíkem.
- Atmosféra vyráběná přímo v peci (MONOCARB), kdy je kapalná směs uhlovodíků vkapávána do prostoru pece na katalyzační čočku (kotouč Ni).

Používaná směs plynů je v termodynamické rovnováze. Pro dobrou cementaci je nutná regulace na uhlíkový potenciál atmosféry 0,8–1% C.

CEMENTACE VE VAKUU

Je to nový způsob cementace, který je v dnešní době stále více prosazován. Používá se uhlovodík rozkládající se přímo v peci. K zamezení sazení má snížený tlak (stovky Pa) a zpravidla zvýšenou teplotu cementace (950–1050°C). Cementace ve vakuu je velmi rychlá a povrch je kvalitnější než při klasické cementaci v plynu. Diagram sazení pro rozkládající se čistý methan ukazuje **obr. 15**.



Obr. 15: Diagram sazení pro rozkládající se methan [5]

Při vyšším nahliučujícím potenciálu je nebezpečí vzniku tzv. síťového cementitu na hranici zrn. K tomu, aby se udržel uhlíkový potenciál kolem 0,9% C, je použita regulace průběhu cementace.

Dnes nejčastěji používané metody regulace průběhu cementace jsou:

- **Pulzní cementace** – uhlovodík se přivádí v pulzech vždy po 3–5 minutách, následuje stejná doba ve vakuu – difuzní perioda. Zpravidla celkem 3 až 10 pulzů (syťící perioda).
- **Regulace na mez sazení podle průsvitnosti atmosféry** – saze silně pohlcují procházející světelný paprsek a podle toho je možné posuzovat počátek sazení.

- **Regulace podle nárůstu času** – úplným průběhem chem. reakce $\text{CH}_4 = \text{C} + 2\text{H}_2$ se zdvojnásobí objem plynu, čímž by v peci při úplném skončení reakce vzrostl tlak na dvojnásobek. Je stanovena mez, kdy je již reakce tak daleko, že je atmosféra příliš rozložená a může docházet k sazení a při dosažení odpovídajícího tlaku je atmosféra obnovena.

Nejmodernější metoda vakuové cementace je cementace v doutnavém výboji. Rozklad uhlovodíku probíhá v prostředí plazmy doutnavého výboje, celý proces připomíná iontovou nitridaci (popsáno v kapitole 2.9). Výhodou je dosažení rozkladu uhlovodíku bez nebezpečí vzniku sazí i při nižších teplotách a velmi dobrá regulovatelnost procesu.

KALENÍ PO CEMENTACI

Aby byla získána dostatečná tvrdost povrchu nasyceného uhlíkem, je nutné součást zakalit. Protože povrch má po cementaci podstatně vyšší obsah uhlíku než jádro, má také podstatně nižší optimální kalicí teplotu. Ke kalení po cementaci jsou v zásadě použity tři možné kalicí postupy:

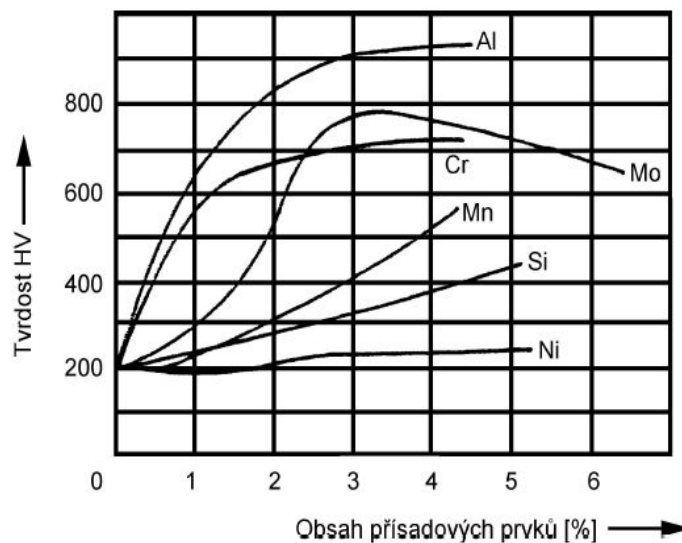
- **Přímé kalení** z cementační teploty – jádro je zakaleno téměř správně, ale povrchová vrstva je kalena z příliš vysoké teploty. Proto je struktura hrubozrnná a křehká. Používá se jen pro podřadné účely, ale je nejlevnější.
- **Jednoduché kalení** na vrstvu – se provádí pomalým ochlazováním součásti z cementační teploty na kalicí teplotu povrchové vrstvy a následně se zakalí. Vlastnosti vrstvy jsou optimální, jádro je však poněkud hrubší a křehčí, protože nedošlo k jeho správnému zakalení. Tento způsob kalení je nejčastější.
- **Dvojité kalení** na jádro a na vrstvu – součást se po cementaci nejprve zakalí z kalicí teploty jádra, pak se znovu ohřeje, ale pouze na kalicí teplotu povrchu a zakalí se znovu. Tím je vrstva správně zakalena, v jádře nenastala úplná překrystalizace, ale zůstane v něm převážná směs nízkouhlíkového martenzitu a malého množství vysokouhlíkového martenzitu. Tím se poněkud zvýší tvrdost jádra. Tímto způsobem je dosaženo optimálních mechanických vlastností po cementaci. Dvojité kalení je však ekonomicky méně výhodné a vede k větším deformacím po kalení.

2.7 NITRIDACE

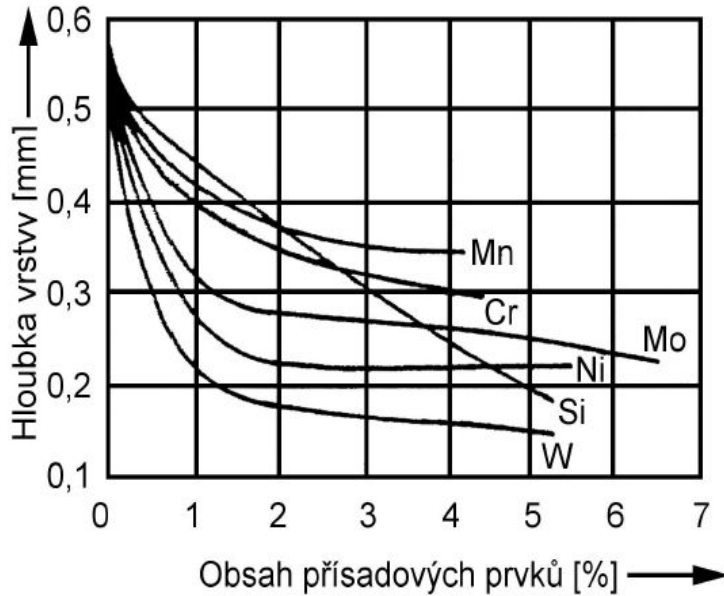
Nitridace je povrchové sycení oceli dusíkem, kterým se dosáhne tvrdosti až 1200 HV bez dalšího tepelného zpracování. Vysoká tvrdost povrchu součástí podporuje vysokou odolnost vůči opotřebení, odírání a zadírání. Mez únavy je zvýšena zejména tlakovým pnutím v povrchové vrstvě. Teploty nitridace začínají na 480°C, většina technologií se pak pohybuje v okolí 520°C. Časy jsou úměrné požadované hloubce nitridace od desítek minut (řezné břity) po desítky hodin (válce pro tratě). Široký rozsah volitelných teplot a hloubek vrstvy umožňuje dosažení různých vlastností zpracovávaných dílů pro celou řadu využití. Například krátkodobou nitridací (2–4 hod) se vytvoří slabá povrchová vrstva (0,02–0,04 mm), která zvyšuje odolnost proti opotřebení, únavě i korozi zejména u ocelí uhlíkových. Vliv na vlastnosti nitridační vrstvy má také obsah uhlíku. Malé množství uhlíku (měkká ocel) má za následek snadnou tvorbu tlustých a křehkých nitridačních vrstev, které se při styku dvou součástí drolí a bortí do měkkého materiálu. Naopak oceli s vysokým obsahem uhlíku kladou přítomností cementitu odpor vůči difuzi dusíku a dosáhnout požadované vrstvy bývá časově náročnější. Povrchové sycení je neúčinnější při použití na díly vyrobené z nitridačních ocelí, které jsou již pro tento způsob zpracování legovány prvky, které jsou nitridotvorné jako je chrom, molybden, vanad či hliník. [2]

VLIV LEGUR

Vysoká tvrdost je způsobena přítomností jemné disperze velmi drobných nitridů, zejména přísadových prvků, např. Al a Cr (**obr. 16**), vysokou hustotou dislokací a vysokou koncentrací intersticiálního dusíku. Pro nitridaci se volí zušlechtitelné oceli s 0,2–0,6% C. Obzvláště vhodné jsou nitridační oceli ČSN EN 10084 (s legujícími prvky Cr, Mn, Al) a ČSN EN 10083-3 (s legujícími prvky Cr, Ni, Mo).



Obr. 16: Vliv legujících prvků na povrchovou tvrdost nitridační vrstvy [2]



Obr. 17: Vliv legujících prvků na tloušťku nitrídační vrstvy [2]

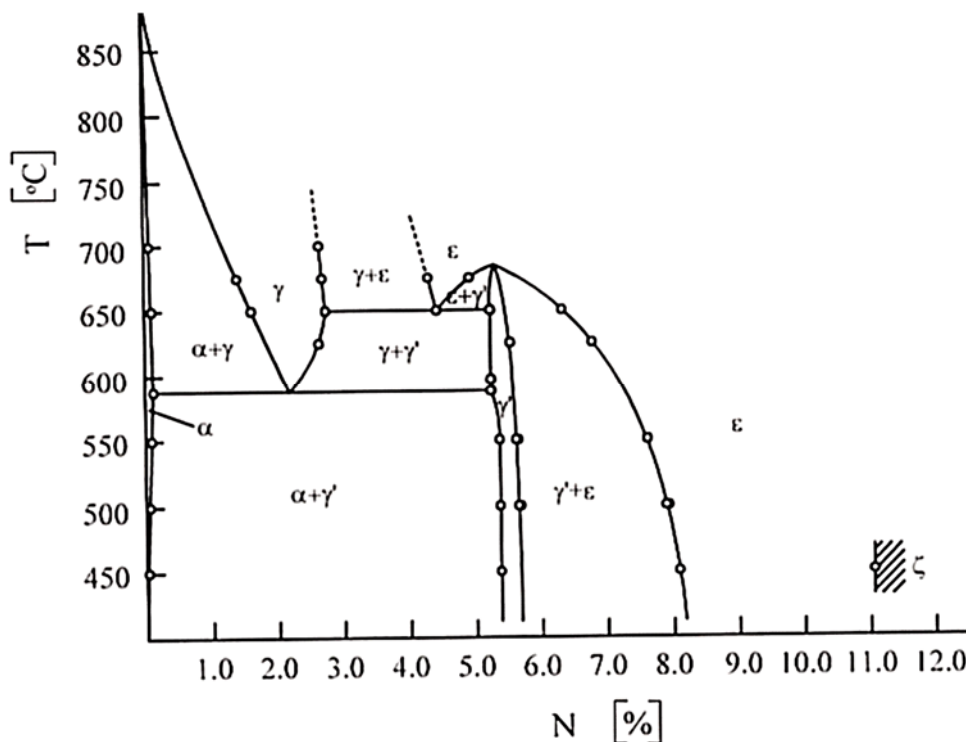
Prvky ovlivňují vlastnosti nitrídační vrstvy následovně:

- Al a Cr zvyšují tvrdost povrchové vrstvy. Nevýhodou hliníku je především zvyšování křehkosti vrstvy.
- Křehkost vrstvy se odstraňuje přidáním molybdenu, který výrazně zvyšuje houževnatost nitrídované vrstvy a snižuje popouštěcí křehkost.
- Nikl u Cr-Al ocelí zvyšuje pevnost, ale snižuje houževnatost bez vyváženého množství molybdenu. Pokles houževnatosti je u těchto ocelí zapříčiněn tvorbou precipitátů Ni-Al, které se tvoří při nitrídačních teplotách a vytvrzují jádro.
- Výrazné zvýšení tvrdosti zajišťuje v dostatečném množství také titan, tantal, niob, thorium.
- Prvky jako mangan nebo wolfram mají pouze malý vliv, tvrdost zvyšují jen ve velkém množství.

Oba tyto prvky ale snižují tloušťku nitrídační vrstvy (**obr. 17**). Vzhledem k omezenému množství ocelí s W (nástrojovky) není jeho vliv tak zásadní na rozdíl od Mn, který je průvodním prvkem prakticky ve všech ocelích (souvisí se základní výrobou ocelí). Stále je ale nutné brát v úvahu i procentuální zastoupení uhlíku, protože uhlík se slučuje s karbidotvornými prvky, takže se část legur při tvorbě nitridů neuplatní.

FÁZE V POVRCHOVÉ VRSTVĚ PO DIFUZI DUSÍKEM

Fázové složení nitridační vrstvy lze nalézt v diagramu Fe-N (**obr. 18**).

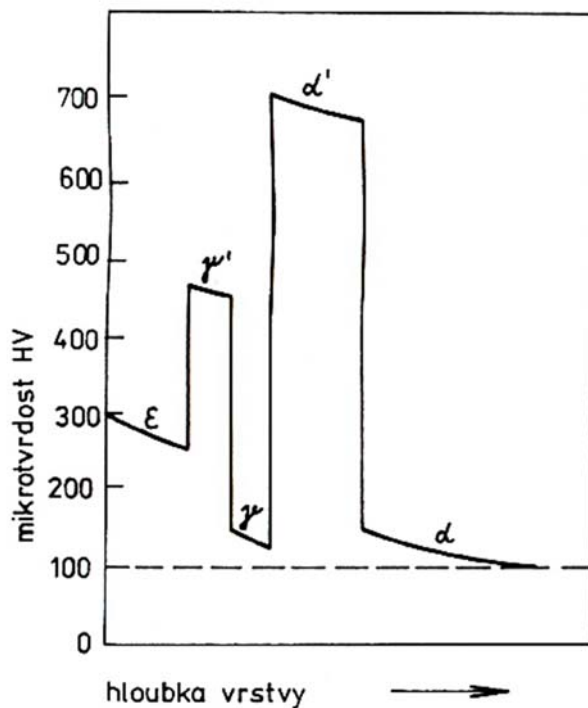


Obr. 18: Část binárního rovnovážného diagramu Fe-N [2]

Průběh jednotlivých fází směrem od povrchu do jádra součásti je složen ze dvou částí:

- **Povrchová vrstva** nitridů obsahující fázové složení ϵ (Fe_3N), $\epsilon + \gamma'$, γ' (Fe_4N a $\alpha + \gamma'$ (tzv. povrchová bílá vrstva) viz **obr. 18**.
- **Difuzní vrstva**, která leží pod bílou vrstvou, obsahující dusík jednak v tuhém roztoku, jednak sloučený s legujícími prvky a tvořící síťové nitridy po hranicích zrn nebo vyloučený ve formě nitridů uvnitř zrn. Obsahuje fáze γ a α .

Rychlost difuze dusíku ve fázi γ je padesátkrát nižší než ve fázi α . Aktivační energie ve fázi γ je průměrně dvakrát větší než u fáze α . Fáze ϵ , γ a α a produkty jejich rozpadu nemají vysokou tvrdost (**obr. 19**).

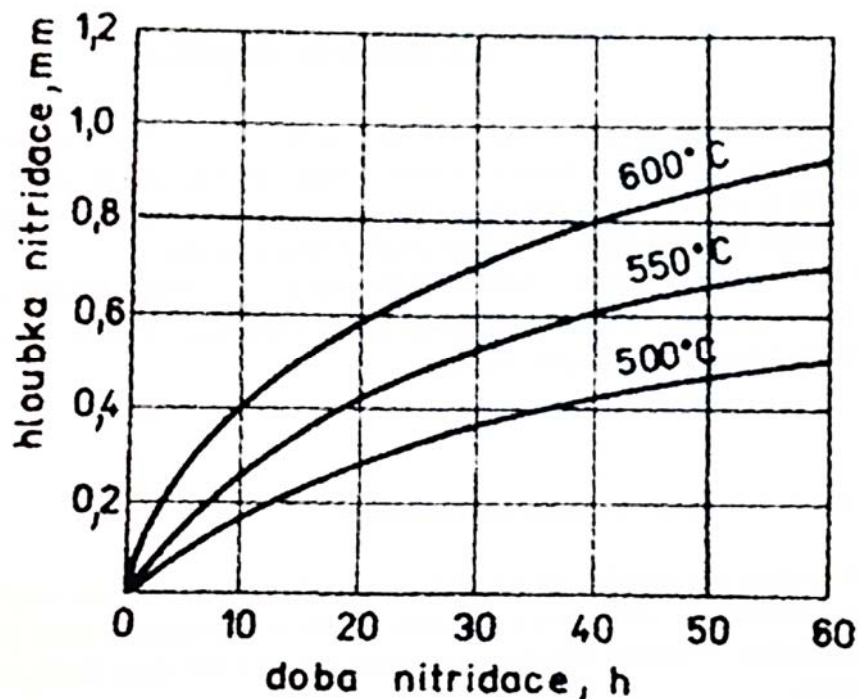


Obr. 19: Tvrdość fází soustavy Fe-N [2]

V případě uhlíkových ocelí se mohou po difuzi dusíku v povrchu objevit tyto reakční fáze:

- **Nitrid Fe_4N** – má krychlovou plošně středěnou mřížku (FCC), označován také jako γ' fáze. Tvrdość 450–500 HV. Přítomnost C v oceli omezuje jeho výskyt
- **Nitrid $Fe_{2-3}N$** – má hexagonální těsně uspořádanou mřížku (HCP), označován jako ϵ fáze. Tvrdość 250–300 HV. Přítomnost C v oceli ve větším množství, vzniká karbonitrid $Fe_{2-3}(C, N)$, který je křehčí a má tvrdość 400–450 HV
- **Nitrid Fe_2N** – označován jako ξ fáze, křehký, a proto nežádoucí
- **Brownit** – Eutektoid při 590°C, je velmi křehký, a proto nežádoucí

Zvýšením teploty (**obr. 20**) lze průběh urychlit, ale za cenu poklesu tvrdosti vrstvy a často také zvětšení její křehkosti, protože převládne tvorba nepříznivých nitridů železa, např. brownit.



Obr. 20: Celková hloubka nitridace v závislosti na čase a teplotě [2]

Nitridační vrstva se skládá, jak již bylo uvedeno, ze dvou hlavních částí: bílá vrstva a difuzní část. Nitridační atmosféra bez přítomnosti uhlíku má za následek vznik bílé vrstvy tvořené nitridem železa Fe_4N , který je intermetalickou fází γ' . Tloušťka této vrstvy dosahuje maximálně 8 μm . Je odolná vůči opotřebení a má dobré antikorozi vlastnosti. Pokud se do nitridační atmosféry přidá 0,5% uhlíku (jedná se již o karbonitridaci), vznikne na povrchu bílá vrstva o tloušťce až 30 μm tvořená precipitáty $Fe_{2-3}N$, označovaná jako fáze ϵ . Vrstva má výborné antikorozi vlastnosti a odolnost proti zadírání. Další možností je vytvořit pouze difuzní vrstvu. Toho se dá využít u součástí, u nichž je třeba zvýšit mez únavy. Při běžné nitridaci v plynu může vzniknout vícefázová vrstva $\epsilon + \gamma'$. Protože obě fáze mají jinou krystalografickou strukturu, dochází ve vrstvě ke značnému pnutí, které může vést ke vzniku mikroskopických trhlin [5]. Způsob nitridace se volí podle použití součásti tak, aby bylo dosaženo požadovaného fázového složení ve vrstvě. Optimální volba povrchové vrstvy je uvedena v **tab. 3**.

Tab. 3: Volba fázového složení povrchové vrstvy [5]

Rozhodující charakter namáhání	Obsah legovacích prvků v oceli	Fázové složení bílé vrstvy			Difúzní vrstva
		γ'	ε	$\gamma'+\varepsilon$	
Otěrem	Nízký	+	++	Vícefázová vrstva není vůbec vhodná	-
	Střední	++	+		-
	Vysoký	-	-		++
Únavou	Nízký	+	++		-
	Střední	+	+		++
	Vysoký	-	-		++
Korozi	Nízký	-	++		-
	Střední	+	++		-
	Vysoký	-	+		+

- nevhodné, + vhodné, ++ velmi vhodné

Pro efektivní zvýšení tvrdosti, odolnosti proti opotřebení a meze únavy musí mít povrchová vrstva tloušťku alespoň 0,2 až 0,3 mm a její vytvoření si vyžaduje několik desítek hodin. Je to tedy pochopitelně značně nákladný, dávající však vynikající výsledky. Předností nitridace je vrstva o velmi vysoké tvrdosti, která se téměř nemění až do teploty 600°C (**obr. 19**), velká rozměrová stabilita dílce a optimální vlastnosti jádra, kterých lze dosáhnout zušlechtním před nitridací. Konečnou operací bývá broušení na čisto, neboť nitridací se objem zvětšuje.

Jako vnitřní nitridace (nitrogenace) se někdy označuje proces nitridování plechů (590°C, směs NH₃-H₂) bez uhlíkových slitin Fe s Ti (0,2%), resp. s Nb (0,3%). Tvorbou nitridů těchto přísad se ferit výrazně zpevní, mez kluzu se podstatně zvýší (až kolem 600 MPa) za cenu poklesu tažnosti. Pro odstranění přebytku N se zařazuje žíhání v suchém H₂ (575–600°C). Použitím vyšší teploty (kolem 650°C) se vytvářejí za poměrně krátkou dobu tlustší vrstvy, které mají nižší tvrdost a jsou křehčí. Tyto vrstvy mají však zvýšenou odolnost proti korozi, proto se tohoto pochodu někdy používá jako antikorozního nitridování.

2.8 ZÁKLADNÍ METODY NITRIDACE

NITRIDACE V PLYNU

Je to nejběžnější nitridační metoda. Pochod probíhá při atmosférickém tlaku v prostředí rozkládajícího se čpavku (NH_3 , směsi NH_3+H_2 , resp. NH_3+N) za poměrně nízkých teplot ($500\text{--}550^\circ\text{C}$), a proto značně pomalu. Navíc tato metoda se hůře reguluje.

Vrstva se obvykle skládá ze dvou zón – sloučeninové vrstvy (bílá vrstva), která může být tvořena kubickým či hexagonálním nitridem, pod kterou se nachází vrstva rozpuštěného dusíku s precipitáty tvrdých karbonitridů. Sloučeninová vrstva na povrchu součástí přináší hlavní výhody v podobě vysoké odolnosti vůči opotřebení, odírání a zadírání. Difuzní vrstva přispívá k lepší mezi únavy a funguje jako podpora tvrdé sloučeninové vrstvy. Regulací teploty a řízením atmosféry zpracování lze ovlivnit složení vrstvy od tenkých sloučeninových vrstev pro lepší mez únavy až po tlusté sloučeninové vrstvy dusíku a uhlíku. Pro dosažení dobré odolnosti vůči opotřebení a korozi může následovat oxidace.

K nitridování v plynu se nejčastěji používá zvonových plynotěsných pecí vytápěných odporově. Při nitridování v plynu lze chránit část povrchu proti vytvoření tvrdé vrstvy tenkým povlakem cínu, popř. ochrannými pastami (s obsahem Sn).

Mezi typické použití této nitridace patří zpracování povrchu převodových kol, klikových hřídelů, vačkových hřídelů, zdvihátek ventilů, protlačovacích trnů, razicích nástrojů, kovacích zápustek, průtlačnic hliníku, vstřikovačů a nástrojů pro formování plastů.

Obecně platí, že nitridování v plynu lze používat na všechny oceli s obsahem chromu do 5%. V případě vyššího obsahu legujících prvků či nitridování nerezové oceli v plynu je dobré zvážit plazmovou nitridaci.

NITRIDACE V SOLNÉ LÁZNI

Tenčí nitridované vrstvy (asi do 0,05 mm), jaké se osvědčují na břitech řezných nástrojů, je účelnější vytvářet nitridováním v solné lázni – vysoká odolnost vůči odlupování. Používá se lázni složených ze směsi kyanidu sodného a kyanatanu draselného. Pro nitridování v lázni se hodí nástroje vyrobené z ocelí, které lze zpracovat na tzv. druhou tvrdost, kdy násobným popouštěním dochází k sekundární tvrdosti vlivem vzniku jemných precipitátů karbidů legur W, Mo, Co, V. Jsou to především oceli rychlořezné a vysokochromové. Nástroje musí být před nitridováním zakaleny a popuštěny. Doba nitridování v lázni je podstatně kratší než v plynu (0,5–4 hod). V lázni lze nitridovat i konstrukční oceli, ale tvoření tlustších vrstev je méně ekonomické než při nitridování v plynu. Vzhledem k jedovatosti solí je tato metoda používána minimálně.

2.9 IONTOVÁ NITRIDACE

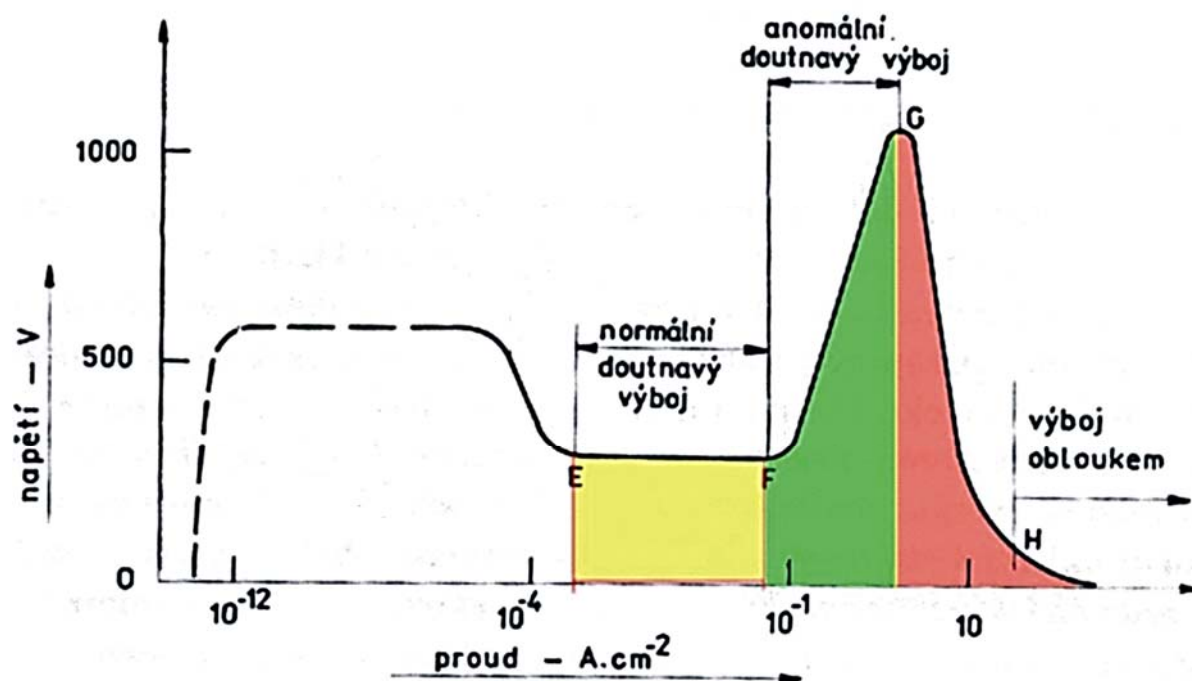
Iontová nitridace (jinak řečeno plazmová nitridace, nitridace v doutnavém výboji) je stejně jako jiné postupy nitridování podmíněna přítomností atomárního dusíku na povrchu kovu. V tomto případě se dusík vyskytuje ve formě iontů, proto velmi dobře difunduje do povrchu oceli.

PROCESY V ANOMÁLNÍM DOUTNAVÉM VÝBOJI

V CHTZ jsou velmi často používány procesy v elektrickém výboji ve vakuu – tzv. anomálním doutnavém výboji. V dnešní době je to nejmodernější používaný způsob nitridace. Anomální doutnavý výboj lze využít i u dalších procesů jako jsou cementování, křemíkování, boridování, titanování.

ELEKTRICKÉ VÝBOJE VE VAKUU

Směs plynů o celkovém tlaku značně menším než atmosférický (pod 5000 Pa) se jeví jako elektrický izolátor. Přivedeme-li mezi elektrody při tomto nízkém tlaku dostatečně vysoké napětí (zápalné), dojde k výboji. Příklad charakteristiky tohoto výboje je na **obr. 21**.



Obr. 21: Charakteristika výboje ve vakuu [2]

ZÁKLADNÍ TYPY VÝBOJE

- **Doutnavý výboj** – kanál mezi částí anody a katody, na katodě se kanál s rostoucím proudem rozšiřuje, napětí je konstantní a nezávislé na proudu (**obr. 21, oblast mezi body E, F**)
- **Anomální doutnavý výboj** – celá katoda je zasažena rovnoměrně výbojem, s rostoucím proudem se kanál rozšiřuje na anodě, napětí roste s proudem (**obr. 21, oblast mezi body F, G**)
- **Obloukový výboj** – vzniká katodová skvrna v místě nejsnazší emise elektronů (podporující termální elektrony) – napětí s proudem rychle klesá a dále je téměř konstantní – úzký výbojový kanál mezi anodou a katodou. Oblast záporného odporu odpovídá přechodu do obloukového výboje, který je za bodem **H** (**obr. 21**)

ANOMÁLNÍ DOUTNAVÝ VÝBOJ

Materiál je uložen ve vakuové nádobě, která je zapojena jako anoda a materiál jako katoda. Celá katoda je zasažena výbojem (na celé katodě tedy může docházet prakticky rovnoměrně k difuzi dopadajících iontů). Pro vznik elektrického pole je na anodu a katodu přiveden stejnosměrný proud o velikosti 400–1000 V, proudová hustota na katodě (0,1–10 mA/cm²).

Základním dějem v anomálním doutnavém výboji jsou: vytržení volných elektronů z katody přiloženým elektrickým polem, sekundární ionizace molekul plynu v prostoru mezi anodou a katodou dopadajícími elektrony a rekombinace takto vzniklých atomů.

Výboj probíhá v tlacích 10–1000 Pa. Při nižších tlacích je již malá pravděpodobnost sekundární ionizace - vzniká jen elektronový paprsek, při vyšších tlacích již vzniká doutnavý výboj jen velmi těžko. Základní schéma ve výboji v dusíku je na **obr. 21**. [2]

VLASTNÍ PROCES IONTOVÉ NITRIDACE

Při iontové nitridaci jsou zpracovávány součásti uloženy izolovaně ve vakuové nádobě (recipientu) a zapojeny jako katoda (**obr. 23**). Recipient je zapojen jako anoda a udržuje se v něm snížený tlak zředěné směsi plynů potřebných pro proces nitridace. Nejčastěji je to směs dusíku a vodíku ($N_2 + H_2$).

Po připojení stejnosměrného proudu o napětí 400 až 1000 V vznikne mezi stěnou recipientu (anodou) a povrchem součásti (katodou) elektrické pole. Napětí, proud a tlak musí být nastaveny tak, aby odpovídaly oblasti anomálního výboje. V elektrickém poli dochází k silné migraci molekul zředěného plynu, v důsledku nárazů pak k jejich štěpení a ionizaci. Kladné ionty jsou urychlovány směrem ke katodě, tzn. na povrch nitridovaných součástí. [5]

Nárůst rychlosti, a tím i kinetické energie, není lineární. K prudkému nárůstu dochází teprve v bezprostřední blízkosti povrchu součásti v oblasti katodového úbytku napětí. To má za následek, že největší intenzita dějů, probíhajících v takovémto anomálním doutnavém výboji, je soustředěna do úzkého pásma okolo povrchu součástí bez ohledu na jejich tvar nebo vzdálenost od stěny recipientu – anody (**obr. 23**). V tomto pásmu dochází ke štěpení molekul a ionizaci atomů.

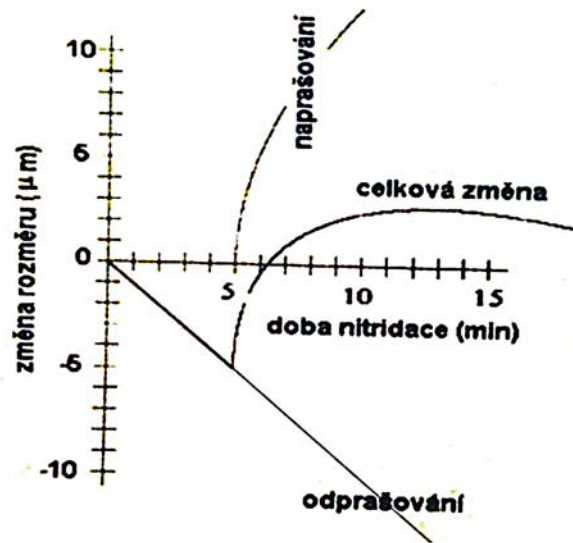
Anomální výboj má proto plošný charakter a jeho svítící korona kopíruje povrch součástí (**obr. 24**). Bez této vlastnosti by nebylo možné průmyslové využití doutnavého výboje pro difuzní pochody TZ (**obr. 21**). [5]

ZÁKLADNÍ PROCESY VE VÝBOJI

Odprašování – Kladné ionty neustále bombardují povrch součástí. Při dopadu se část jejich kinetické energie přemění na teplo a součásti jsou ohřívány. Kromě ohřevu vyřazují dopadající ionty z povrchu oceli atomy železa a dalších prvků, čímž dochází k úbytku hmoty a zmenšování rozměrů. Tento jev, který je nazýván odprašování nebo katodové odprašování, je nejzávažnějším dějem procesu iontové nitridace. Následkem odprašování nitridů je dokonalá depasivace povrchu oceli, a tím i zlepšení podmínek nitridace, zvláště u vysoce legovaných ocelí. Naproti tomu ochuzení povrchu o odprášený uhlík vede k potlačení karbonitridické sítky po hranicích zrn. Odprašování nezávisí na čase. [5]

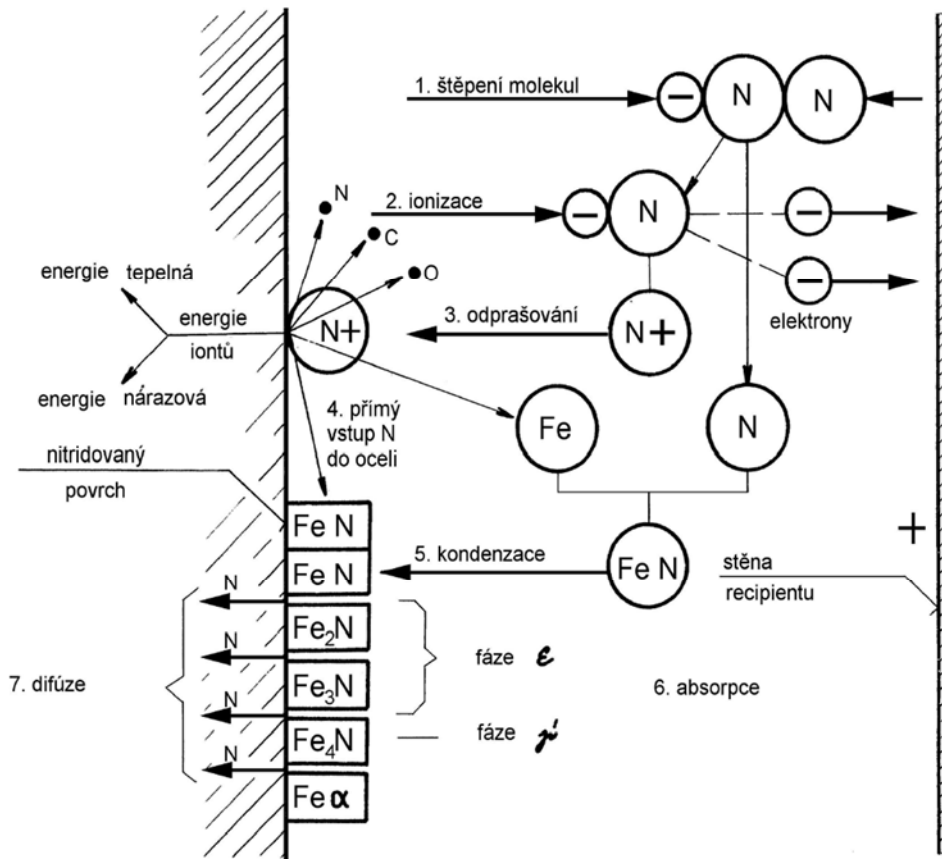
Naprašování – dopadající kladné ionty na katodě ulpívají a postupně do ní difundují, čímž dochází k růstu hmoty katody a zvětšování rozměrů. Protože jde o difuzní děj, závisí relativně málo na tlaku, ale je tím silnější, čím je vyšší teplota katody. Přírůstek hmoty je parabolicky závislý na čase (**obr. 22**). [5]

Rovnováha mezi oběma procesy je závislá na tlaku (nižší tlak podporuje odprašování) a teplotě (vyšší teplota podporuje odprašování), viz **obr. 23** [5]



Obr. 22: Vlivy na změnu hmoty katody při nitridaci ve výboji [5]

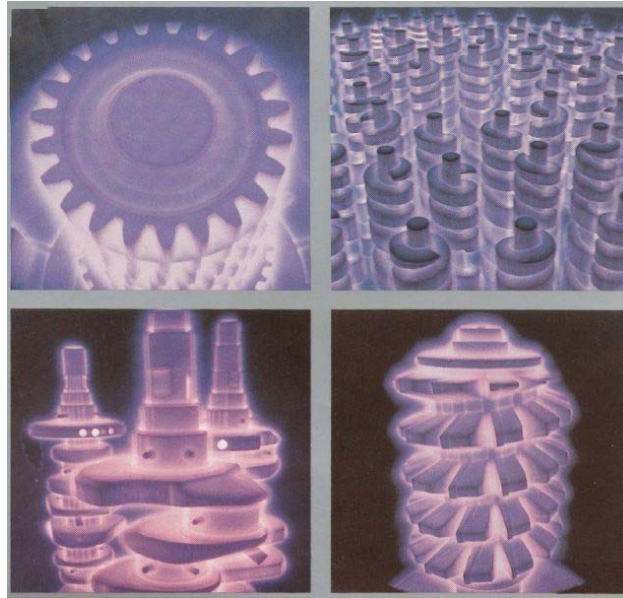
Zjednodušený postup dějů probíhajících na povrchu součástí je na obr. 23.



Obr. 23: Schéma dějů při iontové nitridaci [2]

Volbou vhodných podmínek (napětí, plošná hustota proudu, tlak a složení atmosféry) lze v podstatné míře ovládat tvorbu povrchové vrstvičky nitridů.

Je tedy zřejmé, že chemické reakce na povrchu, jejichž výsledkem je povrchová vrstva nitridů, probíhají u iontové nitridace za zcela jiných podmínek než u nitridace ve čpavkové atmosféře plynových pecí.



Obr. 24: Příklad vsázek pro iontovou nitridaci [5]

Základní schéma zařízení pro iontovou nitridaci (**obr. 25**):

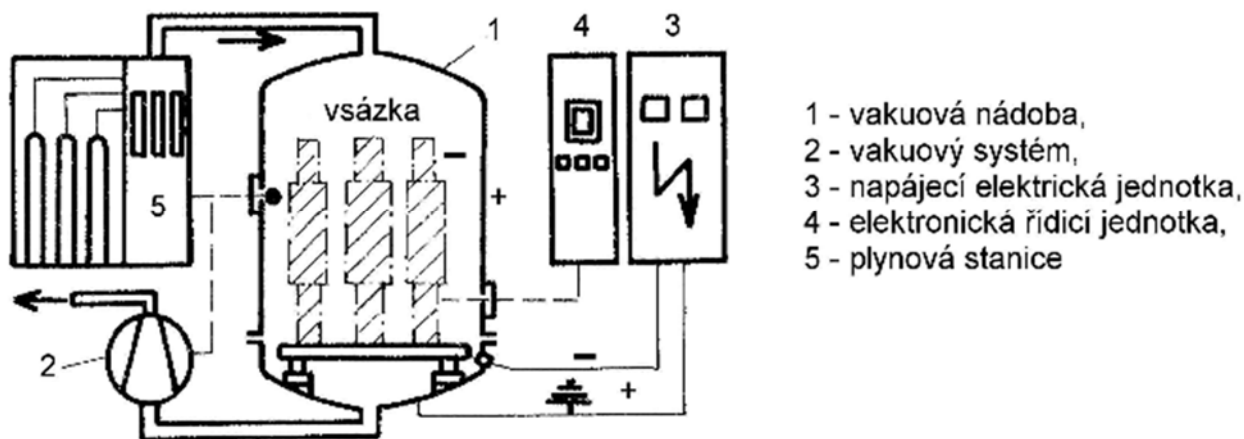
1 – Ve vakuové nádobě jsou uloženy zpracovávané součásti zapojené jako katoda.

2 – Vnitřní stěny nádoby (recipientu) jsou zapojeny jako anoda. V nádobě je snížen tlak na hodnotu 5 až 10 Pa, aby nedocházelo k ovlivnění nitridační atmosféry. Po zapnutí elektrického proudu udržuje vakuový systém předepsaný tlak nitridační atmosféry.

3 – Elektrická napájecí jednotka dodává do systému stejnosměrný proud v rozmezí 400 až 1000 V.

4 – Pro řízení a kontrolu celého procesu je v zařízení instalována řídicí a kontrolní jednotka. Ta pomocí čidel sleduje celý nitridační proces, zabezpečuje jeho chod dle nastavených parametrů a kontroluje celý proces.

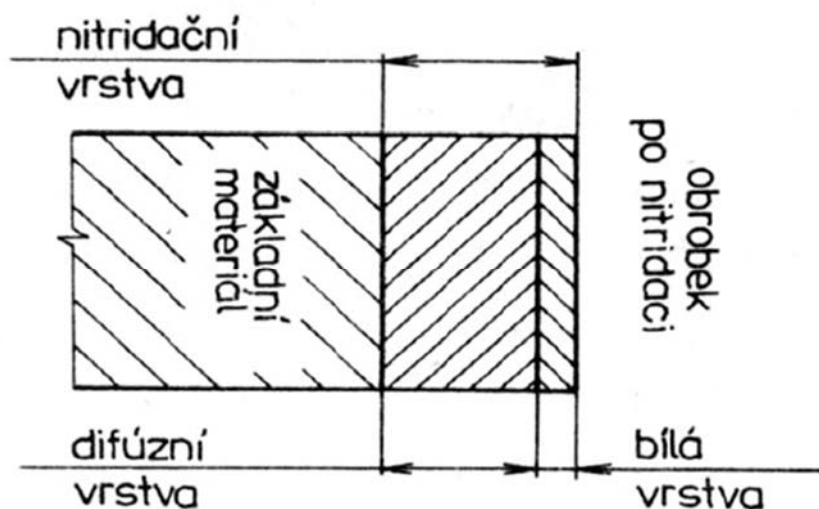
5 – Pro přípravu nitridační atmosféry slouží plynová stanice. Může se jednak skládat z nádob zvlášť na dusík a vodík, v případě spotřeby velkého množství atmosféry se používá systém čpavkového hospodářství, který zásobuje vakuovou nádobu štěpeným čpavkem.



Obr. 25: Základní schéma pro iontovou nitridaci [5]

STRUKTURA A TVRDOST IONTOVĚ NITRIDOVANÝCH VRSTEV

Nitridační vrstva se skládá ze dvou částí (**obr. 26**). Přímo na povrchu je vrstva jen několik mikrometrů tlustá, tzv. bílá vrstva, která je tvořena intermetalickou sloučeninou železa a dusíku. Poněvadž na metalografickém výbrusu se tato vrstva jeví bílá, byl jí přiřazen tento název. Pod touto vrstvou je difúzní vrstva, která sahá do hloubky několik desetin milimetru, která se jeví po naleptání Nitalem jako tmavší.



Obr. 26: Složení nitridační vrstvy [2]

Vznik povrchové bílé vrstvy lze řídit složením nitridační atmosféry. Pokud požadujeme u nízko a středně legovaných ocelí pouze vrstvu s fází γ' nebo $\varepsilon + \gamma'$, je nutné použít atmosféru složenou pouze z dusíku a vodíku. V prvním případě lze použít atmosféru o obsahu dusíku do 30%, v druhém případě více než 50%. Pro tvorbu vrstvy je nezbytné použít atmosféru obohacenou o uhlík. Ten je přidáván ve formě metanu. Složení takové atmosféry bývá 2 až 3% metanu, 67% dusíku a zbytek vodík.

U vysokolegovaných ocelí je pro vznik fáze γ' nutná přítomnost 50 až 80% dusíku, pro fázi ε jsou požadavky stejné jako u nízkoalegovaných ocelí [2].

Výsledná tvrdost a průběh mikrotvrdoti jsou (kromě vlivu legur a složení atmosféry) závislé na době a teplotě nitridace.

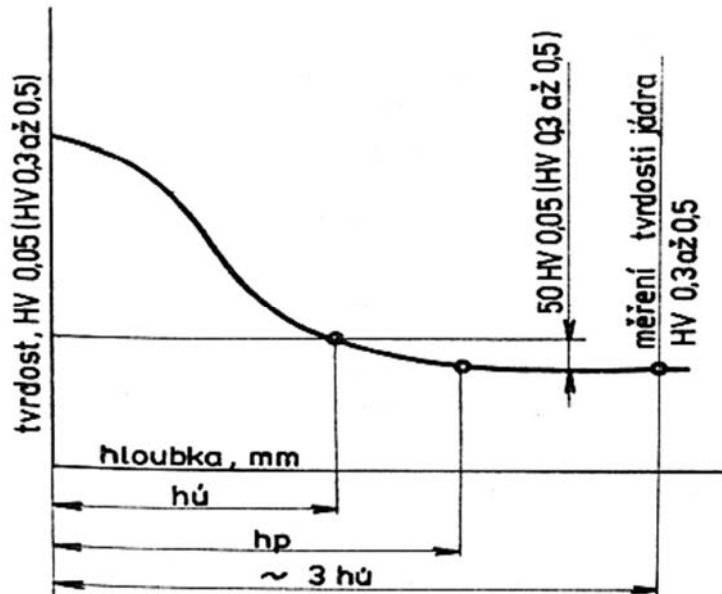
Při nízké teplotě a krátké době nitridace dochází k tvorbě tenkých a tvrdých vrstev. Se zvyšováním teploty a prodlužováním času se tvrdost na povrchu snižuje, její pokles směrem do jádra je však mírnější. Velmi tenkých vrstev se dosahuje při nitridaci řezných nástrojů a z důvodů antikoročních aplikací. Tloušťka těchto vrstev je do 0,1mm a je jí dosaženo do jedné hodiny (v solných lázních). V případě zvýšení odolnosti proti otěru a únavových vlastností lze aplikovat vrstvy o tloušťce 0,4 až 0,6 mm po dobu 15 až 40 hodin.

Přesnou hloubku nitridační vrstvy lze stanovit pouze měřením průběhu mikrotvrdoti. Za účinnou hloubku nitridační vrstvy (**obr. 27**) je považována kolmá vzdálenost od povrchu až k ose vtisku, kde je dosaženo tvrdosti vyšší o 50 jednotek mikrotvrdoti HV 0,05 nebo HV 0,3 až HV 1 než je skutečná tvrdost jádra. Za tvrdost jádra je považována ta, která byla zjištěna jako průměrná hodnota (používá se HV 0,3 až HV 1) ze tří vtisků měřených ve vzdálenosti od povrchu rovnající se přibližně trojnásobné hloubce nitridace.

Někdy je hloubka vrstvy určena vzdáleností od povrchu až k ose vtisku, kde dosáhne hodnoty požadované tvrdosti. To lze v případech, kdy je na výkrese předepsaná požadovaná tvrdost i v přímo uvedené zadané hloubce (většinou v souvislosti s technologií dobrušování rozměru ještě po nitridaci). Na výrobních výkresech je ale zpravidla uváděna tvrdost nitridační vrstvy vztahující se k povrchu a hloubka v mm.

Při hodnocení hloubky nitridační vrstvy pomocí mikrotvrdoti s rozptylem měření může dojít k rozporům vlivem velmi pozvolného přechodu vrstvy do jádra (u méně legované oceli) až o několik desetin mm. Pro odstranění rozporu při hodnocení hloubky vrstvy je doporučen následující postup.

V praxi se často používá kontrola hloubky nitridační vrstvy přímo na součásti odbrušováním na některé vedlejší ploše a měření tvrdosti např. přístrojem SONODUR. Tvrdost je nejdůležitějším a ve většině případů jediným kontrolovatelným ukazatelem správného provedení iontové nitridace.



Obr. 27 Schéma hodnocení hloubky nitrídační vrstvy, h_u – účinná hloubka nitrídační vrstvy, h_p – hloubka přechodu do jádra [5]

PŘEDNOSTI A NEVÝHODY NITRIDACE

Oproti původní klasické nitridaci v plynu má iontová nitridace následující přednosti:

- rychlejší sycení dusíkem
- možnost v širokém rozsahu řídit složení povrchové vrstvy
- vysoká kvalita povrchu
- minimální změny rozměrů
- vyšší produktivita
- malá spotřeba energie a plynů
- plynulejší přechod do jádra

Nevýhoda iontové nitridace spočívá v použití speciálního zařízení pro udržení hermetické těsnosti nádoby a sníženou úroveň tlaku. Vlastní řízení procesu vyžaduje vyšší úroveň elektronického řízení. Další nevýhody jsou:

- čištění povrchu je daleko náročnější než při klasické nitridaci
- efekt duté katody – potíže s otvory nebo štěrbinami různých rozměrů
- značná citlivost na přítomnost kyslíku. Dochází ke vzniku iontů obsahující kyslík a ke vzniku oxinitridů

3. EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

Ve firmě Karned Tools s. r. o. se vyrábějí těla soustružnických nožů (**obr. 28**) z oceli 16 343 v zušlechtěném stavu. Aby se zamezilo deformaci lůžka, do kterého se vkládá vyměnitelná břitová destička (tzn., aby se destička nevmačkávala do měkčího sedla), a těleso bylo chráněno před odíráním odchodem třísek z obrábění (**obr. 29**), je nutné provést následné chemicko-tepelné zpracování. V tomto případě se jedná o nitridaci, respektive dle kritérií stálých zákazníků volíme vhodnou technologii nitridace. Firma Karned Tools s. r. o. disponuje víceúčelovou linkou pro CHTZ (**obr. 30**), kde se zušlechtují, případně cementují těla soustružnických nožů. Nitridační technologie firma nevlastní a jsou zajišťovány externě – plynová nitridace (Constellium Extrusions Děčín s. r. o.), nízkotlaká (vakuová) plynová nitridace (Bodycote HT, s. r. o.), pulzní iontová nitridace (TOS VARNSDORF a. s.).

Způsob nitridace se volí dle:

1. požadovaných mechanických vlastností
 - a. vysoká povrchová tvrdost: Plynová a nízkotlaká (vakuová) nitridace
 - b. vysoká dynamická odolnost: Pulzní iontová nitridace
2. požadavků zákazníka



Obr. 28: Nůž A10H SDQCR 07



Obr. 29: Detail lůžka nože A10H SDQCR 07



Obr. 30: Kalicí linka ELTERMA

3.1 POPIS EXPERIMENTU

Pro experiment bylo použito celkem 9 ks vzorků z oceli 16 343.7 (předem zušlechtěné, popuštěné na 620°C – cca 100°C nad nitridační teploty) o rozměrech $\varnothing 18 \times 50$ mm. Následně byly provedeny tři způsoby nitridace, každým způsobem byly nitridovány vždy 3 ks vzorků:

Plynová nitridace (NITREX)

K nitridaci se používá vytápěná pec na teplotu 520°C. Do pece se přivádí nitridační atmosféra ze štěpeného čpavku. Čpavek se rozkládá katalyticky ve speciální retortě – štěpič. Tato technologie nitridace je poměrně špatně regulovatelná. Vlastní nitridace potom probíhá při atmosférickém tlaku cca 12 hod. Předepsaná hloubka nitridační vrstvy je do 0,5 mm s dlouhým přechodovým pásmem. Tvrdost povrchové vrstvy se pohybuje v oblasti 850–900 HV 5.

Nízkotlaká (vakuová) plynová nitridace (NITRAL)

Nitridace probíhá 16 hodin při teplotách 540°C. Nitridační atmosféra se skládá z N_2 , NH_3 a oxidu dusného N_2O (rajský plyn). Ten působí jako aktivátor nitridace. Na povrchu oceli se štěpí molekulární dusík a difunduje do ní. Vznikající nitridační vrstva je bezporézní, vždy ale obsahuje určité množství kyslíku. Rychlost difuze je vyšší než při nitridaci v plynu. U tohoto způsobu nitridace je hloubka nitridační vrstvy 0,2 mm a tvrdost na povrchu 620–630 HV 5.

Pulzní iontová (plazmová) nitridace

Před vlastní nitridací se provádí čištění povrchu polotovarů (2x 0,5 hod) ve směsi vodíku, dusíku a argonu (10:1:1) s následným přechodem na atmosféru vodíku a dusíku (v poměru 3:1) pro samotný nitridační proces. Ten probíhá cca 8 hodin při teplotách 520°C a procesním tlaku 2,5 mbar. Dodavatelem garantovaná tloušťka nitridační vrstvy je 0,2–0,3 mm (bez následného broušení) a do 0,5 mm s tím, že se počítá s broušením povrchu (0,025 mm na stěnu). Tvrdost vrstvy je v rozmezí 800–850 HV 5.

Pro výrobu nožů se používá ocel 16 343.7 ve formě tyčoviny (**tab. 4**). Jedná se o středně legovanou ušlechtilou chrom-nikl-molybdenovou ocel.

Používá se pro vysoce namáhané nástrojové držáky, kde se vyžaduje při vysoké pevnosti dobrá houževnatost a zvýšená odolnost proti křehkému porušení. Vysoká houževnatost brzdí šíření únavových trhlin.

Tab. 4: Přehled vlastností oceli ČSN 16 343 [3]

Chemické složení v hmot. % (rozbor tavby)	C	Si max.	Mn	P max.	S max.	Cr	Mo	Ni	V
		0,30 – 0,38	max. 0,40	0,50 – 0,80	max. 0,025	max. 0,035	1,30 – 1,70	0,15 – 0,30	1,30 – 1,70
Složení hotového výrobku ¹⁾	0,28 – 0,40	max. 0,43	0,46 – 0,84	max. 0,030	max. 0,040	1,25 – 1,75	0,12 – 0,33	1,25 – 1,75	-
Mechanické vlastnosti v zušlechťeném stavu. ²⁾	Průměr mm	R _e min. MPa		R _m MPa		A min. %	Z min. %	KV min. J	
	d ≤ 16	1000		1200 - 1400		9	40	-	
	16 < d ≤ 40	900		1100 - 1300		10	45	45	
	40 < d ≤ 100	800		1000 - 1200		11	50	45	
	100 < d ≤ 160	700		900 - 1100		12	55	45	
160 < d ≤ 250	600		800 - 950		13	55	45		

Chemické složení zkušebních vzorků z oceli 16 343.7 bylo prověřeno ručním rentgen-fluorescenčním spektrometrem DELTA XRF na katedře materiálů TU v Liberci (**tab. 5**).

Tab. 5: Vlastnosti oceli ČSN 16 343.7 naměřené spektrometrem DELTA ED-XRF

Měřený prvek	Koncentrace hmot. %	Chyba měření (Statistická odchylka)
Si	0,41	±0,07
Cr	1,38	±0,05
Mn	0,7	±0,06
Fe	95,86	±0,14
Ni	1,42	±0,1
Mo	0,22	±0,01

Na nitridovaných vzorcích bylo provedeno:

- Měření tvrdosti – gradient mikrotvrdosti směrem od povrchu do jádra, tvrdost v jádře a na povrchu
- Metalografické šetření
- Chemická mikroanalýza nitridovaných vrstev

3.2 MĚŘENÍ TVRDOSTI

Gradient mikrotvrdosti nitridované vrstvy byl měřen od povrchu do jádra metodou Vickers při zatížení 200 g (HV 0,2). Měření bylo provedeno na mikrotvrdoměru Zwick 3212 (**obr. 31**) na katedře materiálů TU v Liberci. Celkem bylo naměřeno 12 hodnot na každém z 3 ks vzorků.



Obr. 31: Mikrotvrdoměr ZWICK 3212 na TU v Liberci

Vyhodnocení **hloubky nitridační vrstvy** bylo provedeno grafickou metodou, kdy k tvrdosti jádra byla přičtena hodnota o 50 jednotek mikrotvrdosti HV 0,2 vyšší, než je skutečná tvrdost jádra. V tomto místě byla vytvořena horizontální přímka. V průsečíku dvou vzniklých křivek a spuštěním kolmice k horizontální ose se odečetla hodnota hloubky nitridační vrstvy. Blíže bylo popsáno v kapitole 2.9, viz **obr. 27**.

Tvrдост na povrchu vzorků byla měřena zatížením 200 g (HV 0,2). Měření bylo provedeno na mikrotvrdoměru Zwick 3212 na katedře materiálů TU v Liberci. Celkem bylo naměřeno 5 hodnot na jeden vzorek (obsahující maximální a střední hodnotu + směrodatnou odchylku).

Tvrдост (technologická) v difuzní vrstvě byla měřena zatížením 5 kg (HV 5). Pro každý druh nitridace byla vypočítána střední hodnota tvrdosti a její směrodatná odchylka.

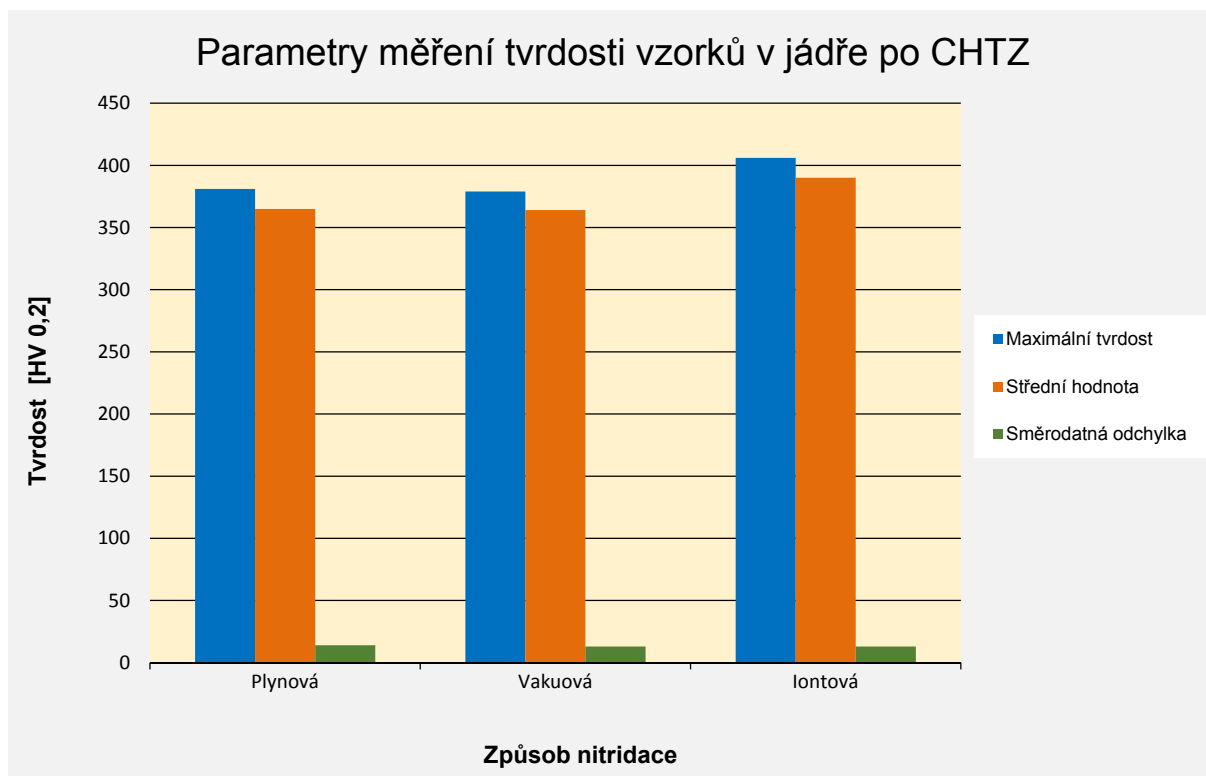
Tvrдост v jádře vzorků byla měřena zatížením 200 g (HV 0,2). Z naměřených hodnot (celkem 3 hodnoty na jeden vzorek) byla vypočítána střední hodnota tvrdosti v jádře a její směrodatná odchylka (**tab. 6**). Jedná se o průměrné hodnoty tvrdosti v jádře pro daný způsob nitridace, vyznačené v **grafech 2, 3, 4**.

Výsledné hodnoty jsou tabelárně a graficky zpracovány.

Tab. 6: Tvrдост v jádře

Způsob nitridace	Max. tvrdost [HV 0,2]	Střední hodnota [HV 0,2] + odchylka
Plynová	381	366 ±14
Nízkotl. vakuová	379	365 ±13
Pulzní iontová	406	390 ±13

Vzhledem k odběru vzorků z jedné polotovarové tyče (vyloučení rozdílu v chemickém složení různých taveb ocelí) je rozdíl tvrdosti jádra pravděpodobně způsoben nerovnoměrným teplotním polem v kalicím koši, případně i rozdílným průběhem ochlazování v olejové lázni (střed a kraj koše). Vliv může mít i malý rozdíl v chemickém složení a struktury na jedné polotovarové tyči.



Graf 1: Parametry měření tvrdosti vzorků v jádře (HV 0,2) – ocel 16 343.7

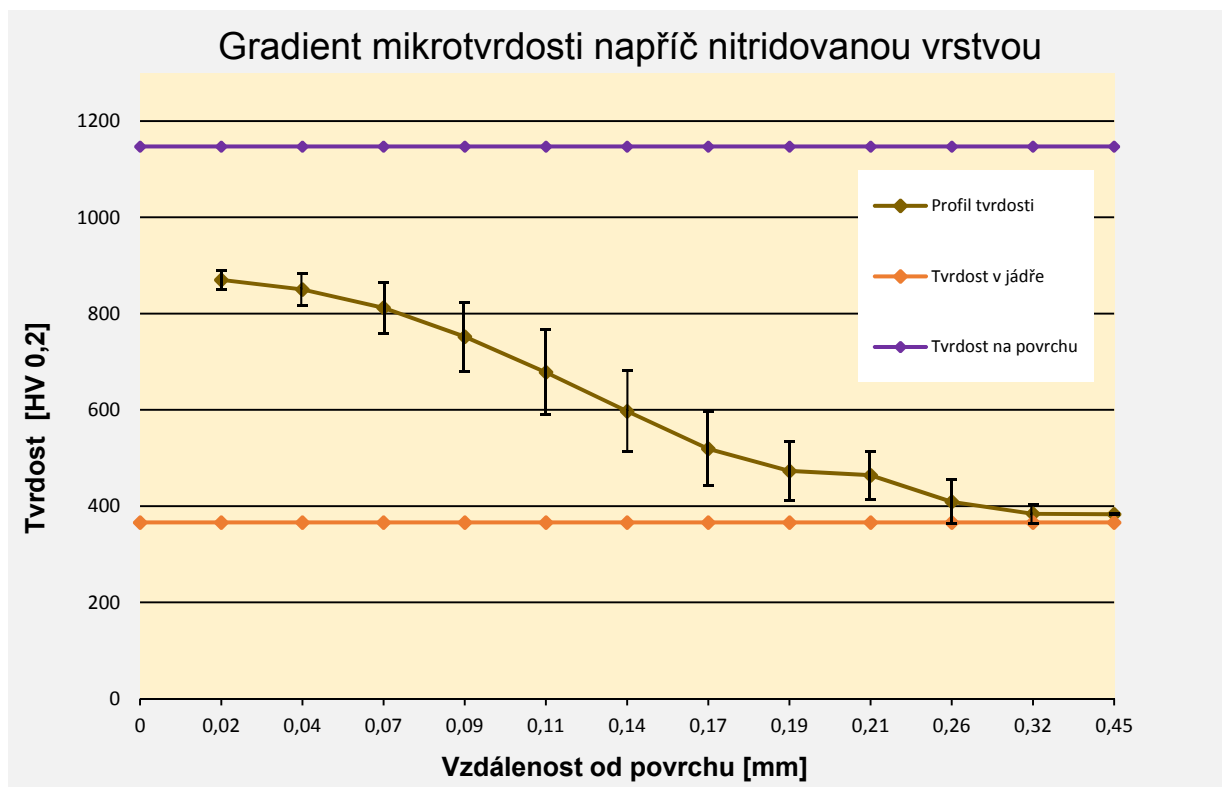
Z **grafu 1** je patrné, že rozdíly naměřených hodnot jsou minimální.

Plynová nitridace (NITREX)

V **tabulce 7** jsou uvedeny střední hodnoty měření mikrotvrdomosti (v určité vzdálenosti od povrchu) spolu s jejich směrodatnou odchylkou a také maximální výchylky od střední hodnoty. Tato měření byla provedena na vzorcích (3 ks) s plynovou nitridací. Největší odchylka od střední hodnoty byla zjištěna ve vzdálenosti 0,11 mm a nejmenší ve vzdálenosti 0,45 mm od povrchu vzorku. Hodnoty z **tab. 7** jsou zpracovány do **grafu 2**.

Tab. 7: Gradient mikrotvrdomosti – plynová nitridace

HV 0,2 (střední hodnota + odchylka)	870 ±20	850 ±33	812 ±53	752 ±72	678 ±88	597 ±84	519 ±77	473 ±61	464 ±50	409 ±45	384 ±20	383 ±1
Maximální výchylky od střední hodnoty	-13/23	-37/25	-41/59	-40/79	-71/98	-92/76	-52/82	-57/65	-39/56	-27/52	-13/23	-1/1
Vzdálenost od povrchu (mm)	0,02	0,04	0,07	0,09	0,11	0,14	0,17	0,19	0,21	0,26	0,32	0,45



Graf 2: Gradient mikrotvrdości – ocel 16 343.7 – plynová nitrídace

Z **grafu 2** lze vyčíst plynulý pokles tvrdości směrem do jádra. Vzhledem k charakteristice nitrídace (plynová) se potvrdil předpoklad velmi tvrdé povrchové vrstvy (**tab. 8**).

Tab. 8: Povrchová tvrdość nitrídační vrstvy – plynová nitrídace

Tvrdość HV 0,2					Střední hodnota [HV 0,2] + odchylka
1013	1286	1154	1028	1256	1147 ±126

V **tab. 9** jsou zobrazeny naměřené hodnoty tvrdości (technologické) vzorků plynové nitrídace v difuzní vrstvě.

Tab. 9: Tvrdość (technologická) v difuzní vrstvě – plynová nitrídace

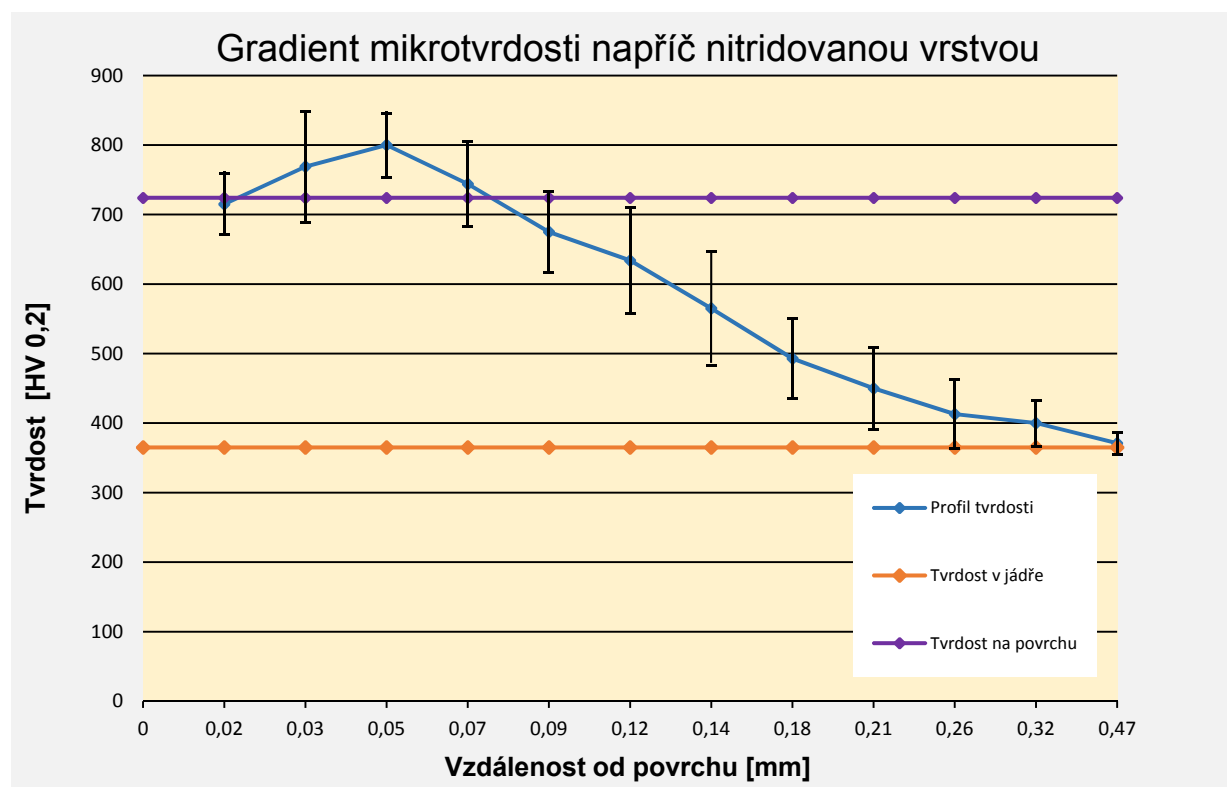
Tvrdość HV 5			Střední hodnota [HV 5] + odchylka	Maximální tvrdość [HV 5]
724,5	729,5	723,5	726 ±12	825

Nízkotlaká (vakuová) plynová nitridace

V **tabulce 10** jsou uvedeny střední hodnoty měření mikrotvrdomosti tří měřených vzorků (v určité vzdálenosti od povrchu) spolu s jejich směrodatnou odchylkou a maximální výchyly od střední hodnoty. Tato měření byla provedena na vzorcích s nízkotlakou plynovou nitridací. Největší odchylka od střední hodnoty byla zaznamenána ve vzdálenosti 0,14 mm a nejmenší ve vzdálenosti 0,47 mm od povrchu vzorku. Hodnoty z **tab. 10** jsou zpracovány do **grafu 3**.

Tab. 10: Gradient mikrotvrdomosti – nízkotlaká plynová nitridace

HV 0,2 (střední hodnota + odchylka)	715 ±44	769 ±80	800 ±46	744 ±61	675 ±58	634 ±76	565 ±82	493 ±58	450 ±59	413 ±50	400 ±33	371 ±16
Maximální výchyly od střední hodnoty	-43/45	-66/89	-36/52	-48/68	-66/41	-86/57	-91/67	-64/50	-57/60	-44/55	-36/29	-10/18
Vzdálenost od povrchu (mm)	0,02	0,03	0,05	0,07	0,09	0,12	0,14	0,18	0,21	0,26	0,32	0,47



Graf 3: Gradient mikrotvrdomosti – ocel 16 343.7 – nízkotlaká plynová nitridace

Pod povrchovou vrstvičkou je dosaženo maxima tvrdosti v hloubce 0,05 mm a poté tvrdost nitridace pozvolna přechází v tvrdost jádra (**graf 3**). Relativně nižší povrchová tvrdost oproti klasické plynové nitridaci je znázorněna v **tab. 11**.

Tab. 11: Povrchová tvrdost nitridační vrstvy – nízkotlaká plynová nitridace

Tvrdość HV 0,2					Střední hodnota [HV 0,2] + odchylka
737	710	775	792	606	724 ±73

Naměřené hodnoty tvrdosti (technologické) vzorků nízkotlaké (vakuové) plynové nitridace v difuzní vrstvě jsou uvedeny v **tab. 12**.

Tab. 12: Tvrdość (technologická) v difuzní vrstvě – nízkotlaká plynová nitridace

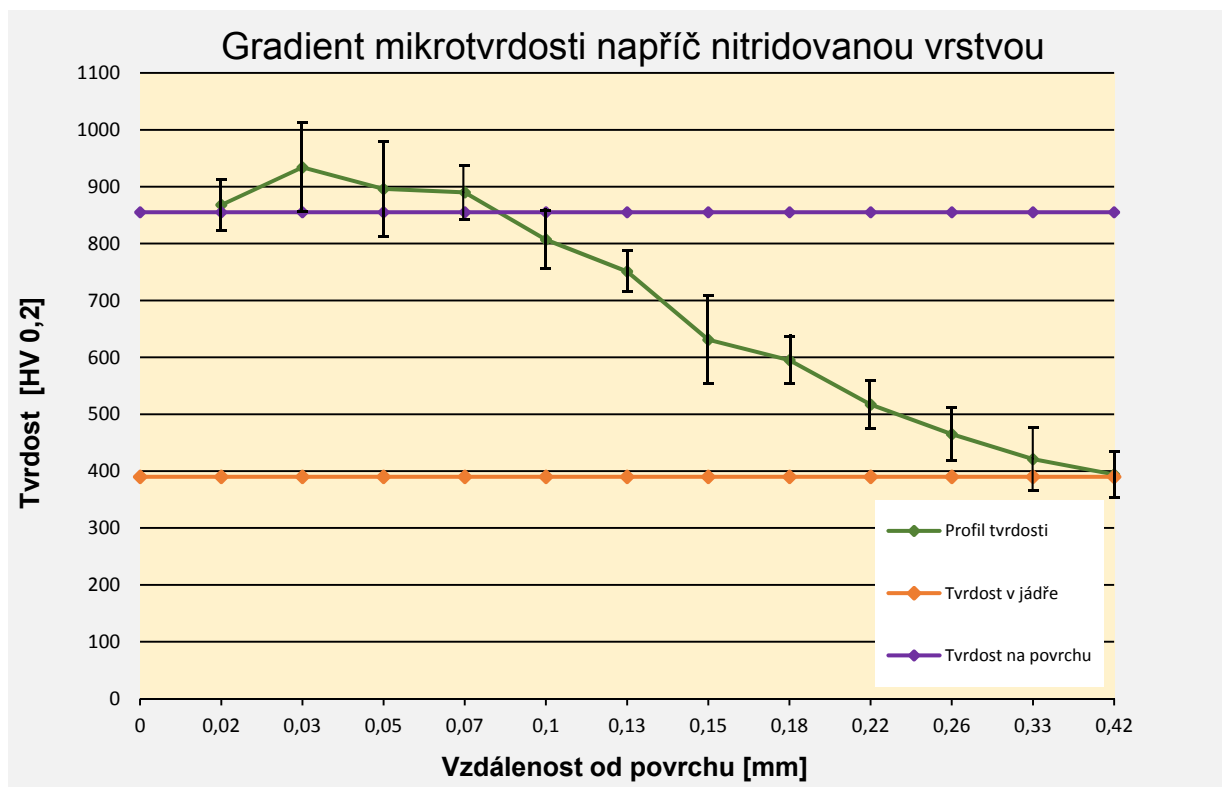
Tvrdość HV 5			Střední hodnota [HV 5] + odchylka	Maximální tvrdość [HV 5]
659,3	628,9	634,3	641 ±15	793

Pulzní iontová (plazmová) nitridace

Hodnoty v **tabulce 13** vyjadřují střední hodnotu měření mikrotvrdości tří měřených vzorků (v určité vzdálenosti od povrchu) spolu s jejich směrodatnou odchylkou a maximální výchylky od střední hodnoty. Největší odchylka měření byla zjištěna ve vzdálenosti 0,05 mm a nejmenší ve vzdálenosti 0,13 mm od povrchu vzorku. Hodnoty z **tab. 13** jsou zpracovány do **grafu 4**.

Tab. 13: Gradient mikrotvrdości – pulzní iontová nitridace

HV 0,2 (střední hodnota + odchylka)	868 ±45	934 ±78	896 ±84	890 ±48	807 ±51	751 ±36	631 ±77	595 ±42	517 ±42	465 ±47	421 ±55	394 ±41
Maximální výchylky od střední hodnoty	-52/26	-55/95	-79/89	-33/55	-50/52	-39/31	-45/89	-39/56	-43/40	-29/55	-52/57	-27/48
Vzdálenost od povrchu (mm)	0,02	0,03	0,05	0,07	0,1	0,13	0,15	0,18	0,22	0,26	0,33	0,42



Graf 4: Gradient mikrotvrdości – ocel 16 343.7 – pulzní iontová nitridace

Vzhledem k použití doutnavého výboje je maximální tvrdość v širším rozmezí (0,03–0,07 mm) než u plynových nitridací. Napojení nitridační vrstvy na jádro je plynulé (**graf 4**).

Hodnota povrchové tvrdości je mezi hodnotami klasické plynové a nízkotlaké vakuové nitridace viz **tab. 14**.

Tab. 14: Povrchová tvrdość nitridační vrstvy – pulzní iontová nitridace

Tvrdość HV 0,2					Střední hodnota [HV 0,2] + odchylka
826,9	870,6	935,1	828,9	810,6	855 ±50

Tvrdość (technologická) vzorků pulzní iontové nitridace v difuzní vrstvě je znázorněna v **tab. 15**.

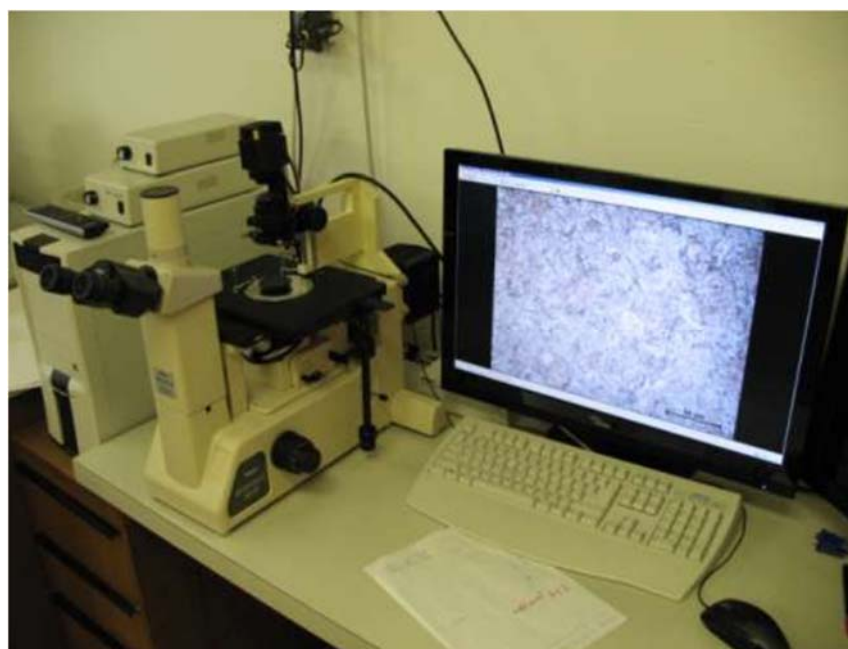
Tab. 15: Tvrdość (technologická) v difuzní vrstvě – pulzní iontová nitridace

Tvrdość HV 5			Střední hodnota [HV 5] + odchylka	Maximální tvrdość [HV 5]
734,7	765,2	774,7	754 ±20	835

3.3 METALOGRAFICKÉ ŠETŘENÍ STRUKTURY OCELI

Metalografický rozbor byl proveden v laboratoři katedry materiálu TU v Liberci s přístrojovým vybavením od firmy Buehler. K odběru vzorků byla použita metalografická rozbrušovací pila s chlazením, aby nedošlo při odběru vzorků ke změně struktury vyhřátím. Po odběru vzorků následovalo tzv. zapouzdření, které bylo provedeno lisováním za tepla na poloautomatickém zařízení Simplimet 1000. Dále bylo provedeno broušení na poloautomatické brusce následujícím postupem: 1. krok: srovnání povrchu (brusný papír – zrno P 320), 2. krok: broušení na podložce HERKULES + diamantová suspenze 9 μm , 3. krok: broušení na podložce TRIDENT + diamantová suspenze 3 μm , 4. krok: leštění na podložce CHEMOMET 0,05 μm s lešticí emulzí MASTERMET. Pro leptání (zviditelnění struktury) bylo použito leptadlo 3% Nital (roztok alkoholu a kyseliny dusičné), kterým se vytvoří na původním rovném povrchu reliéf. Nakonec proběhlo sušení vzorků.

Struktura byla pozorována na metalografickém mikroskopu NIKON EIPHOT 200 (**obr. 32**).

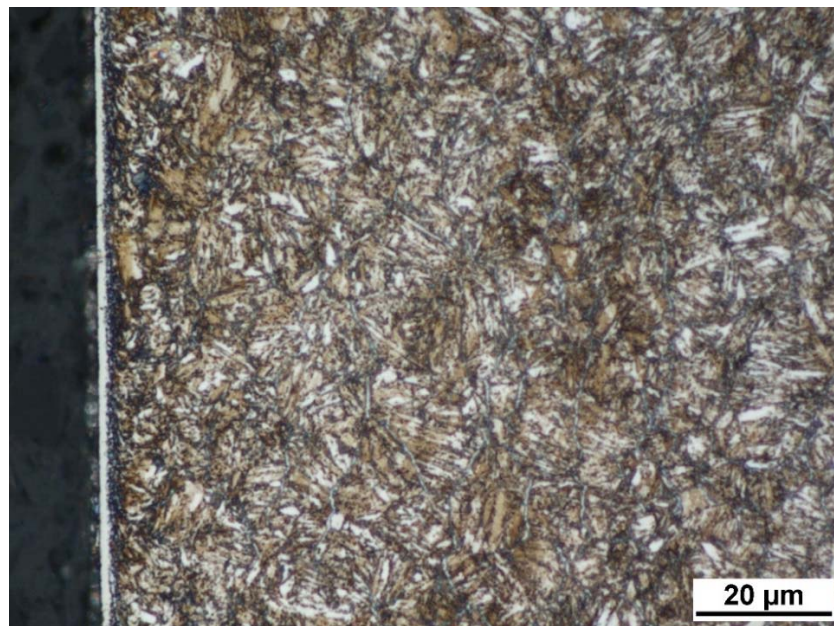


Obr. 32: Metalografický mikroskop NIKON EIPHOT 200

Výsledky metalografického šetření jednotlivých způsobů nitridace na vzorcích z oceli 16 343.7 jsou popsány níže:

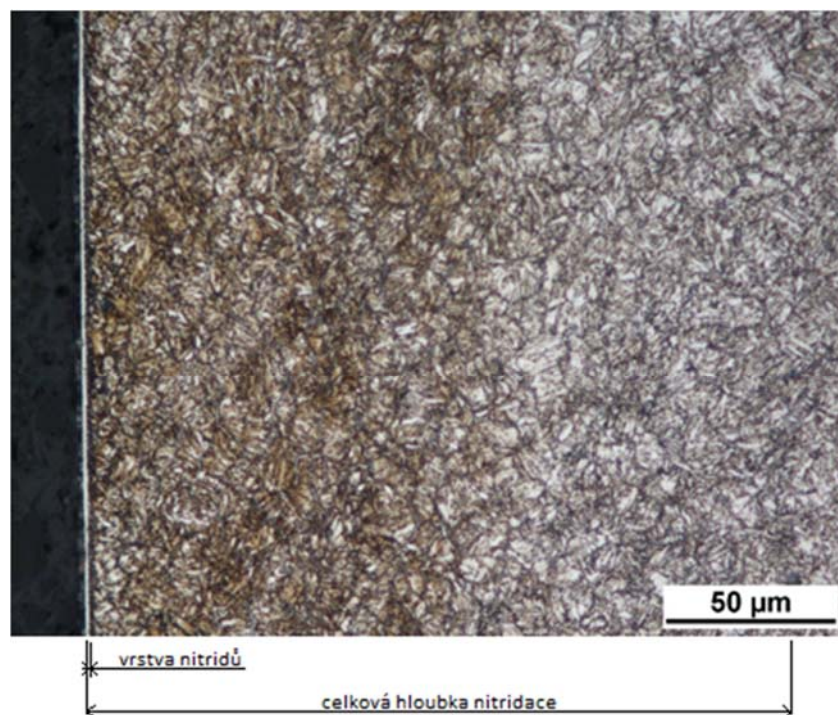
Plynová nitridace (NITREX)

Na povrchu vzorku z oceli 16 343.7, je souvislá, rovnoměrná povrchová (bílá) vrstvička nitridů o tloušťce 3–4 μm (**obr. 33**).

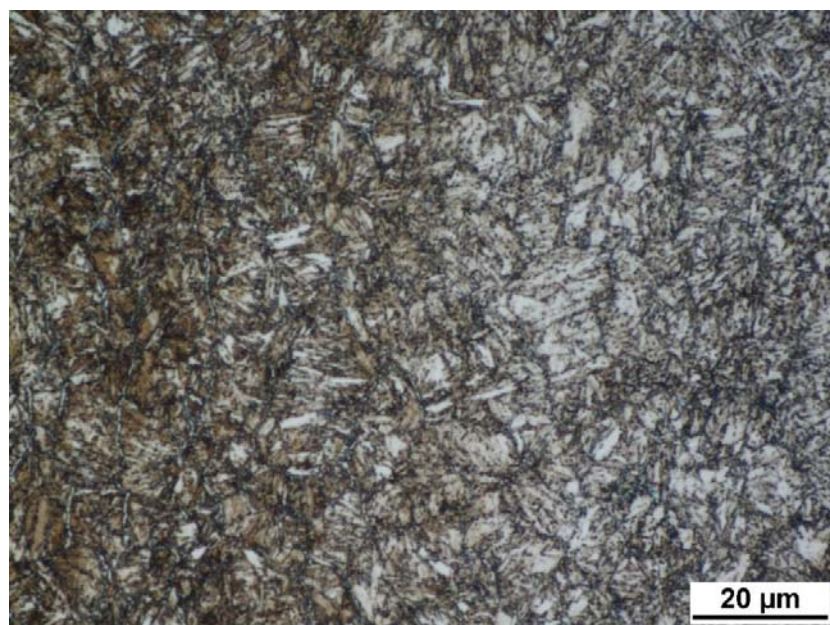


Obr. 33: Ocel 16 343.7 – Povrchová vrstva nitridů – plynová nitridace

V difuzní vrstvě (tmavěji leptané) je vyloučeno velmi jemné, téměř nepatrné, neúplné síťové karbonitridy zasahující do hloubky 0,14–0,15 mm. Pro zjištění celkové hloubky nitridace, která je kótována na **obr. 34**, byla u všech tří způsobů použita metoda z kapitoly 2.9 (**obr. 27**) – konec nitridace 50 HV nad tvrdost jádra. Přechodová vrstva je na **obr. 35**.



Obr. 34: Ocel 16 343.7 – Celkový průběh nitridační vrstvy – plynová nitridace

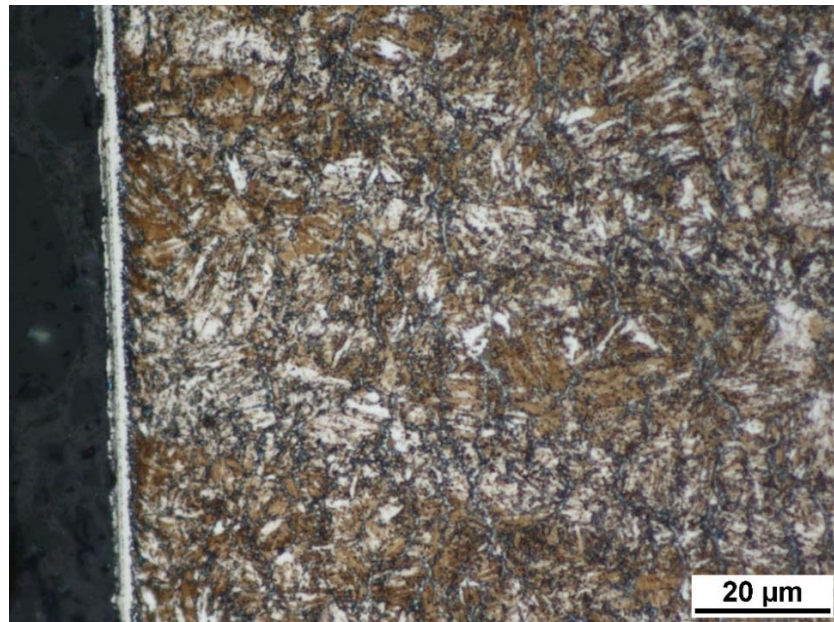


Obr. 35: Ocel 16 343.7 – Přechodová oblast – plynová nitridace

Základní strukturu (neovlivněnou nitridací) vzorku tvoří velmi jemný heterogenní sorbit.

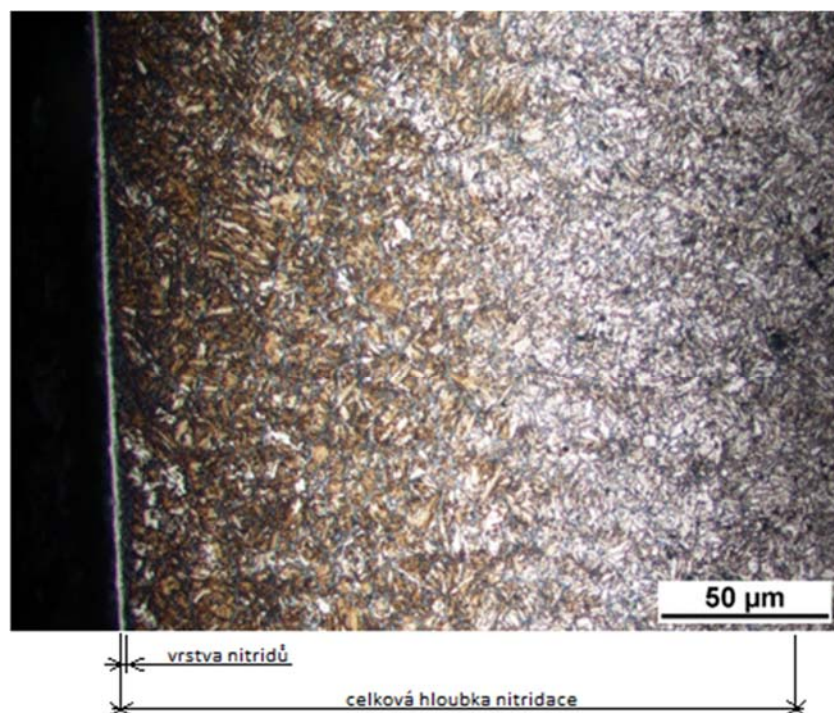
Nízkotlaká plynová (vakuová) nitridace (NITRAL)

Na povrchu vzorku z oceli 16 343.7, je vyloučena souvislá a rovnoměrná povrchová (bílá) vrstvička nitridů o tloušťce 2–3 μm (**obr. 36**).

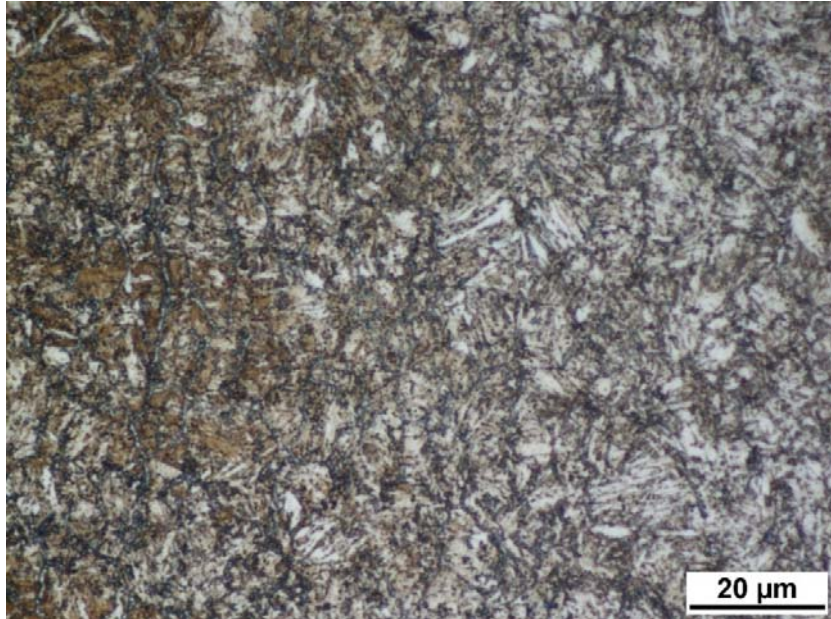


Obr. 36: Ocel 16 343.7 – Povrchová vrstva nitridů – nízkotlaká plynová nitridace

Pod ní je v difuzní vrstvičce do hloubky 0,006–0,01 mm vyloučena tmavá, silně popuštěná vrstvička. Velmi jemné, neúplné síťové karbonitridy se začíná objevovat v hloubce cca 0,015 mm a zasahuje do hloubky cca 0,02 mm (**obr. 37**). Přechodová vrstva je na **obr. 38**.



Obr. 37: Ocel 16 343.7 – Celkový průběh nitridační vrstvy – nízkotlaká plynová nitridace

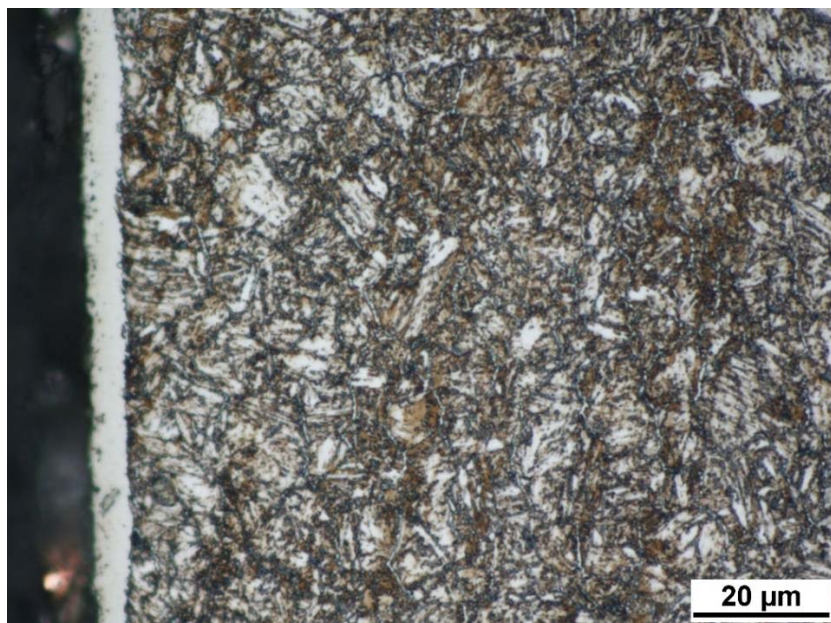


Obr. 38: Ocel 16 343.7 – Přejímová oblast – nízkotlaká plynová nitridace

Základní strukturu (neovlivněnou nitridací) vzorku tvoří velmi jemný, mírně popuštěný martenzit.

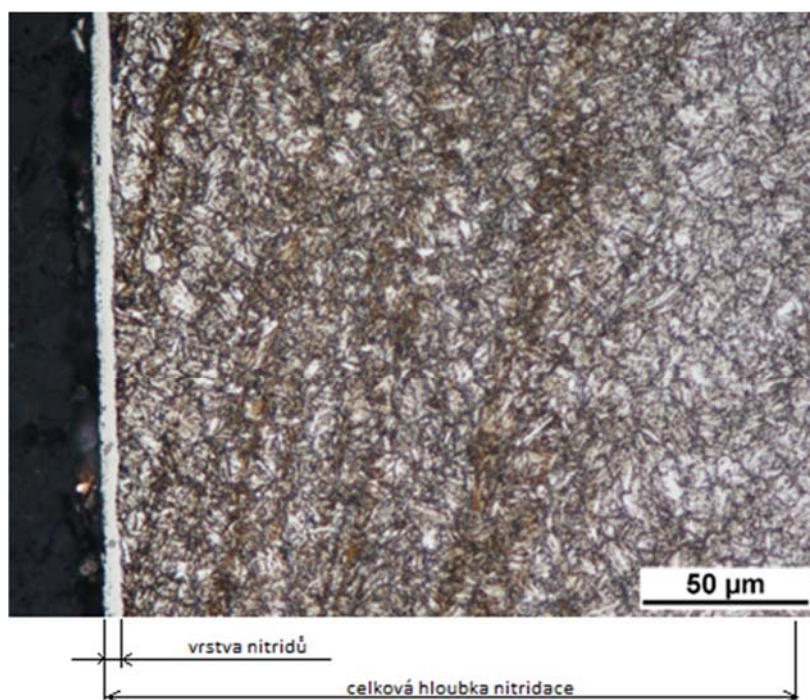
Pulzní iontová nitridace

Na povrchu vzorku z oceli 16 343.7 je vyloučena poměrně rovnoměrná a souvislá (bílá) vrstvička nitridů o tloušťce 5–6 μm (**obr. 39**).

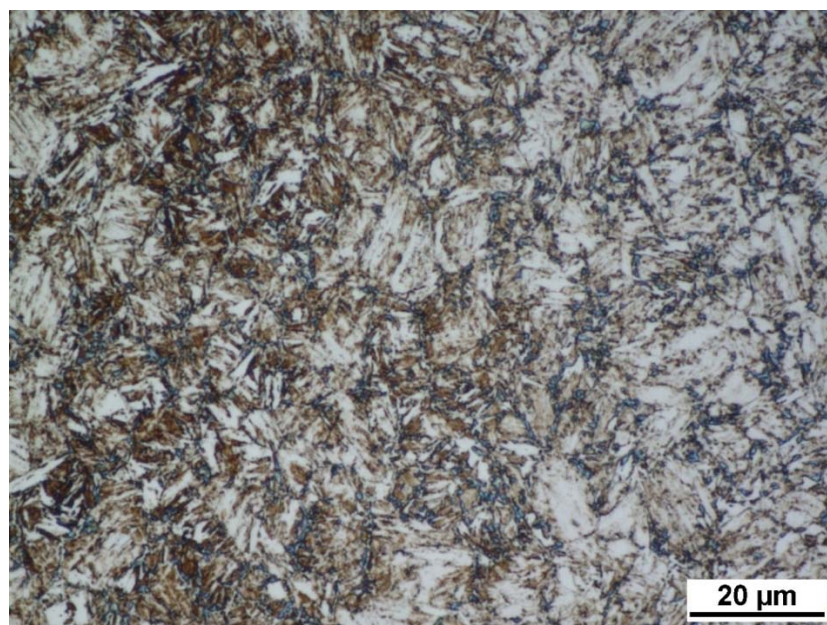


Obr. 39: Ocel 16 343.7 – Povrchová vrstva nitridů – pulzní iontová nitridace

Pod povrchovou vrstvičkou je v difuzní vrstvě vyloučeno velmi jemné, téměř úplné síťové karbonitridy zasahující do hloubky 0,25–0,26 mm (**obr. 40**). Přechodová vrstva je na **obr. 41**.



Obr. 40: Ocel 16 343.7 – Celkový průběh nitridační vrstvy – pulzní iontová nitridace



Obr. 41: Ocel 16 343.7 – Přechodová oblast – pulzní iontová nitridace

Mikrostrukturu jádra vzorku tvoří velmi jemná zrna martenzitu s počátkem rozpadu jehliček – heterogenní sorbit.

3.4 CHEMICKÁ MIKROANALÝZA NITRIDOVANÝCH VRSTEV

Navíc byla provedena chemická analýza v příčném řezu vzorků plynové, nízkotlaké vakuové a pulzní iontové nitridace pomocí rastrovacího elektronového mikroskopu TESCAN VEGA SHB s energiově disperzní analýzou (EDS). Měření bylo zaměřeno na zjištění chemického složení povrchové bílé vrstvičky a difuzní vrstvy podle daného způsobu nitridace. Hodnoty obsahu dusíku nelze pomocí energiově disperzní chemické mikroanalýzy naměřit přesně, proto je nutné brát výsledky jen jako poměr hodnot mezi jednotlivými vzorky.

V **tab. 16** je uvedeno chemické složení povrchové bílé vrstvičky pomocí energiově disperzní analýzy.

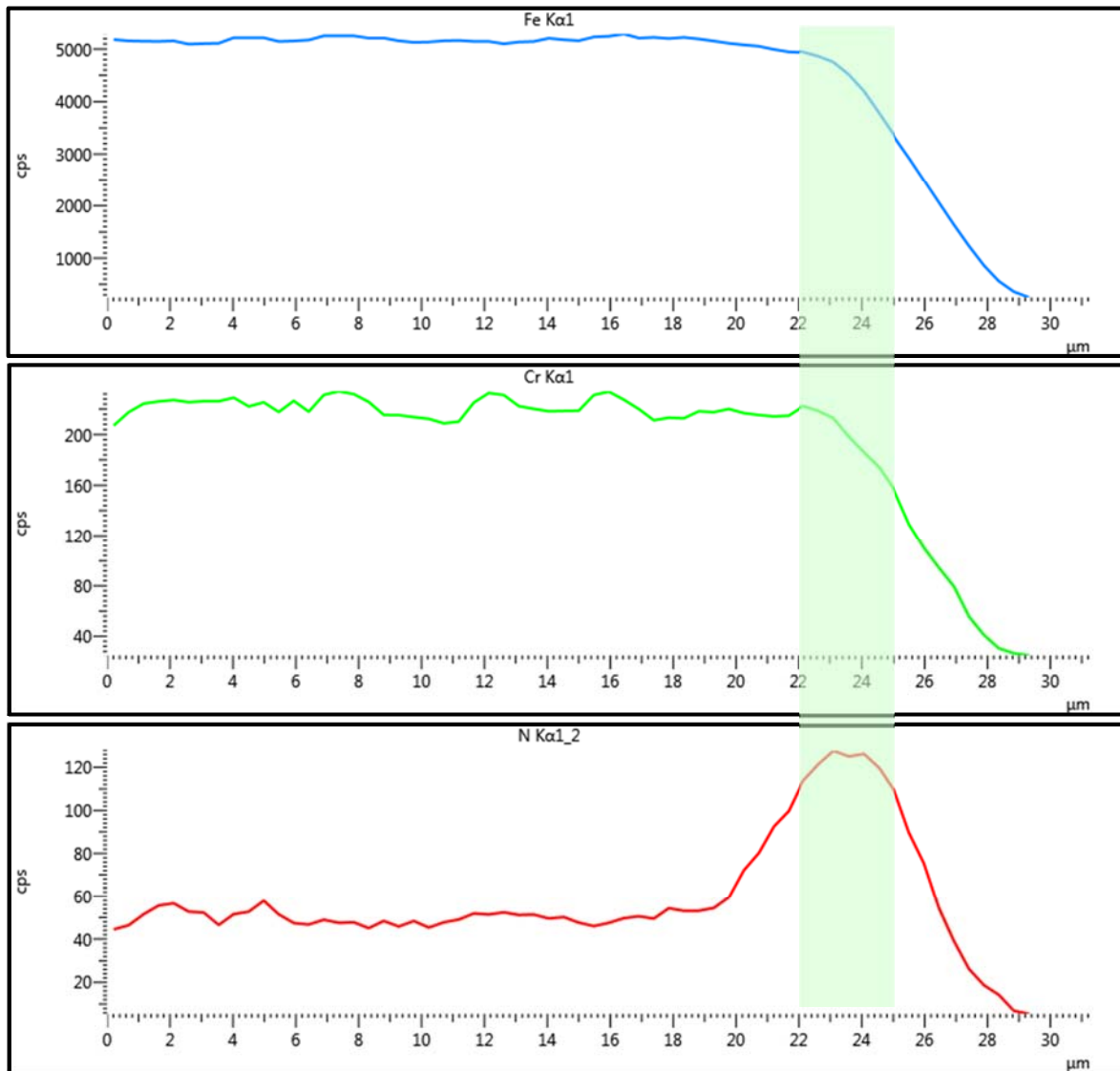
Tab. 16: Chemické složení bílé vrstvičky

Způsob nitridace	N [%hm]	Cr [%hm]	Fe [%hm]	C [%hm]	Si [%hm]
Plynová (Constellium)	5,4	1,4	92,8	-	0,4
Nízkotl. vakuová (Bodycote)	11,2	1,2	62	25,2	0,4
Pulzní iontová (TOS)	7,6	1,4	81	9,6	0,4

Výsledky měření pomocí chemické analýzy jednotlivých způsobů nitridace na vzorcích z oceli 16 343.7 jsou popsány a graficky zpracovány dále:

Plynová nitridace

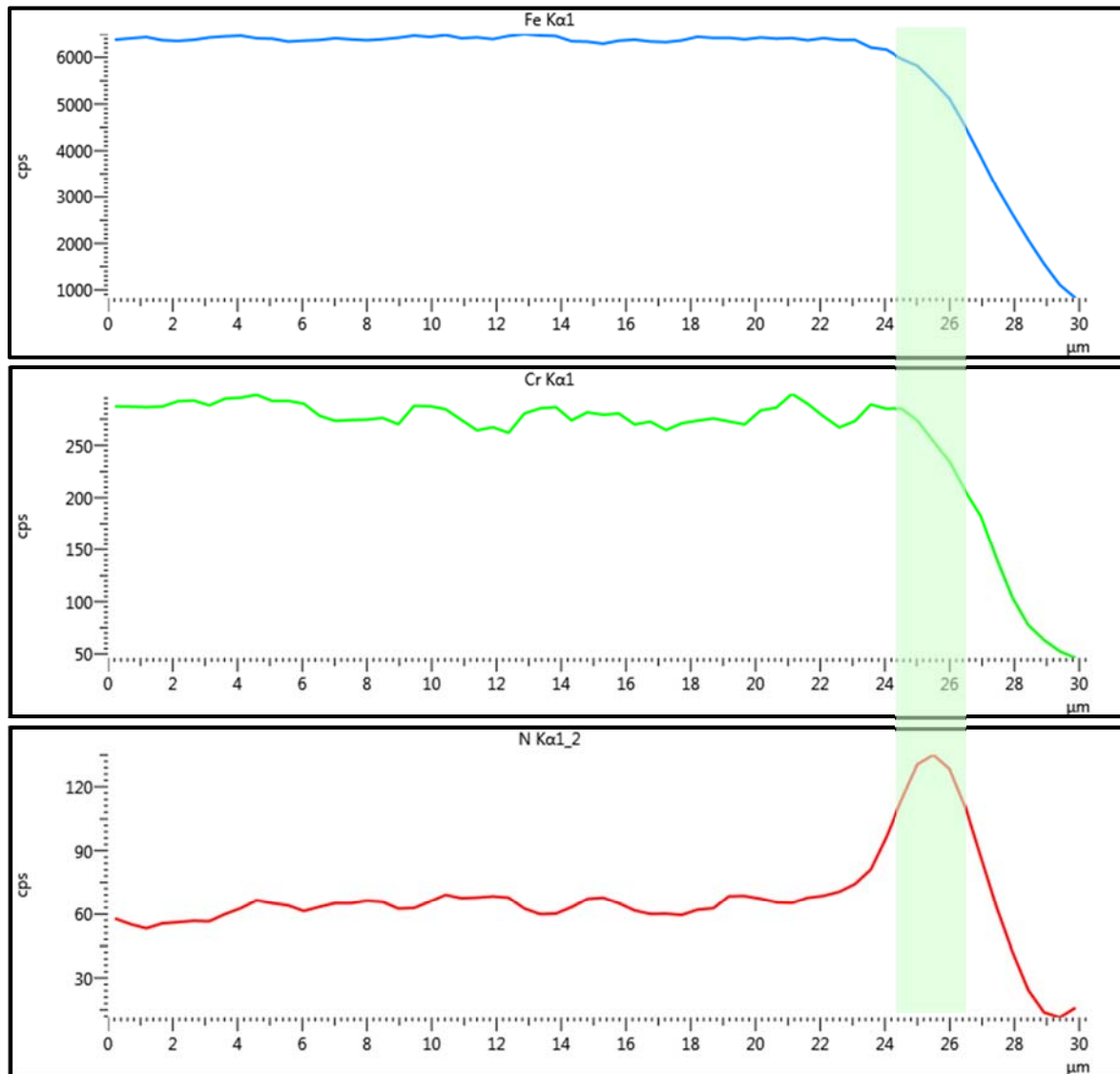
Poměrně pozvolný nárůst a pokles koncentrace dusíku v rozmezí 2–3 μm u vzorků plynové nitridace byl zjištěn v povrchové (bílé) vrstvičce a následně po přechodu do difuzní vrstvy byla koncentrace dusíku v rozsahu měření neměnná a obsah chromu v nitridační vrstvě odpovídal oceli 16 343.7, viz **obr. 42**.



Obr. 42: Liniový profil železa, dusíku a chromu – plynová nitridace, zeleně vyznačena vrstva nitridů

Nízkotlaká plynová (vakuová) nitridace

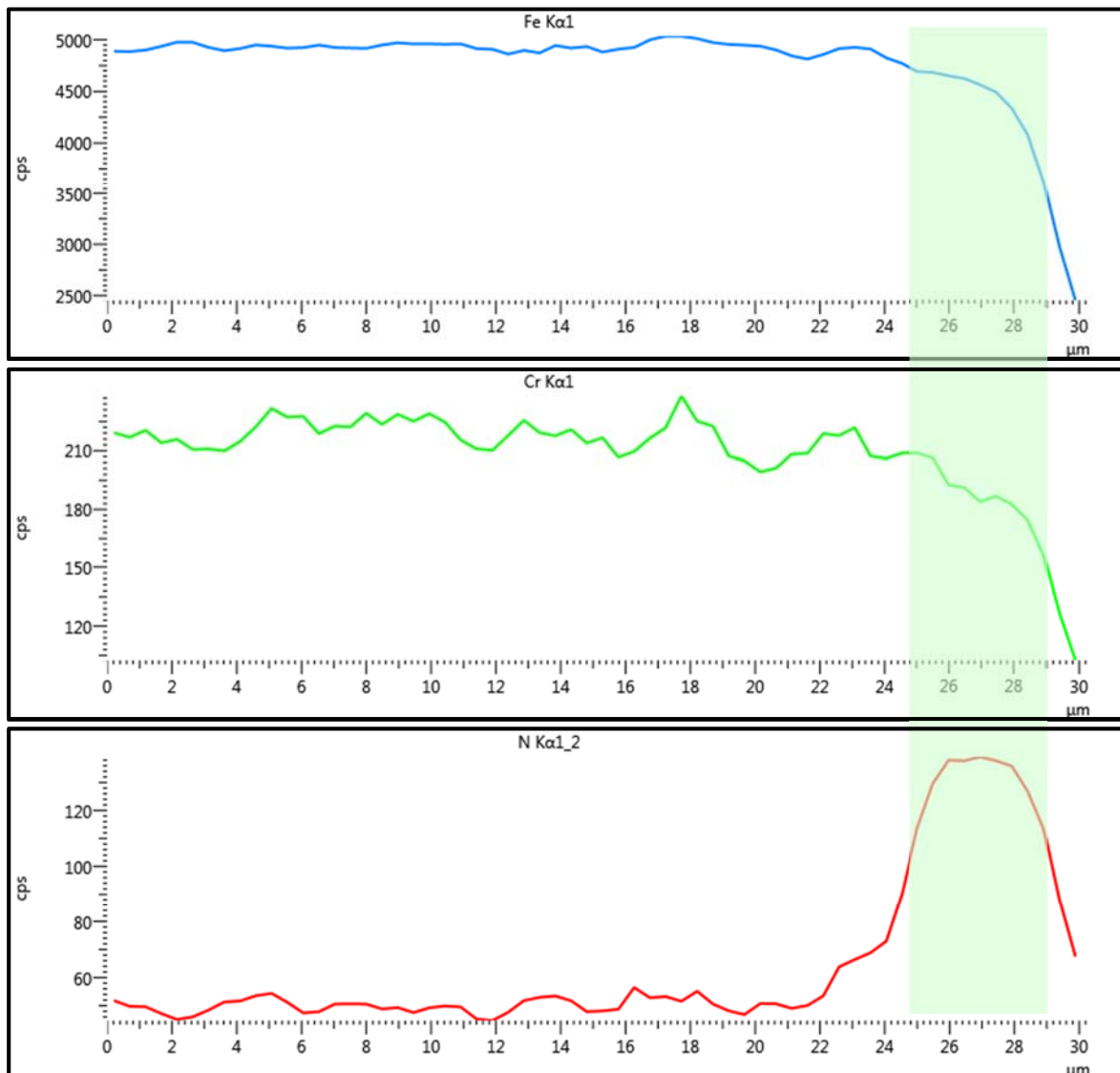
Vyšší obsah dusíku (v rozmezí 1–2 μm) u vzorků nízkotlaké vakuové nitridace byl zjištěn v povrchové (bílé) vrstvičce. Přechod do difuzní vrstvy byl plynulejší, v rozsahu měření byla koncentrace dusíku také neměnná a obsah chromu v nitridační vrstvě odpovídal oceli 16 343.7, viz **obr. 43**.



Obr. 43: Liniový profil železa, dusíku a chromu – nízkotlaká vakuová nitridace, zeleně vyznačena vrstva nitridů

Pulzní iontová nitridace

Vyšší obsah dusíku u vzorků pulzní iontové nitridace byl zjištěn jen přímo v povrchové (bílé) vrstvičce o tloušťce okolo 4 μm . Následně po zdánlivě strmějším přechodu do difuzní vrstvy došlo k poklesu obsahu N. Ten pak, byl v rozsahu měření prakticky neměnný a obsah chromu v nitridační vrstvě odpovídal oceli 16 343.7, **obr. 44**.



Obr. 44: Liniový profil železa, dusíku a chromu – pulzní iontová nitridace, zeleně vyznačena vrstva nitridů

3.5 DISKUSE

POROVNÁNÍ NAMĚŘENÝCH HODNOT

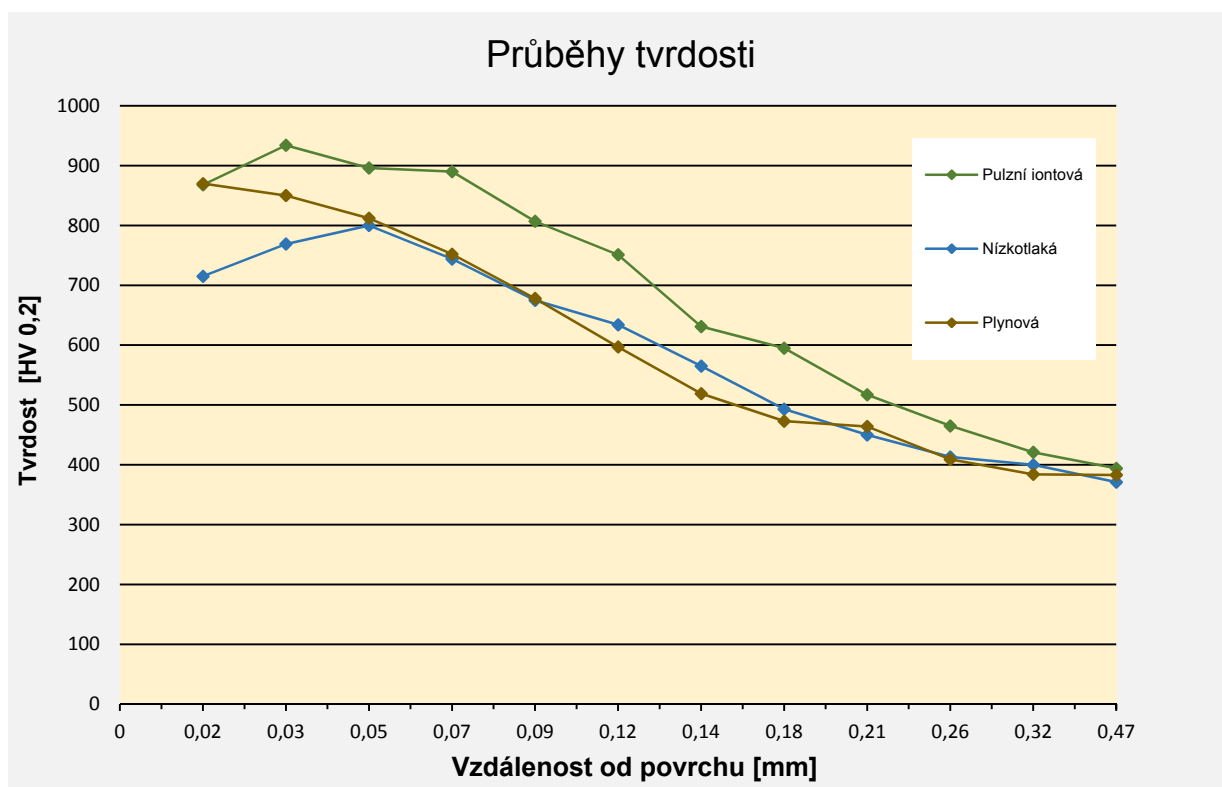
Výsledky šetření a hodnoty měření byly porovnány hlavně z těchto hledisek:

- Průběh nitridační vrstvy a její celková hloubka
- Povrchová tvrdost
- Struktura nitridační vrstvy (porovnání parametrů jednotlivých částí vrstvy)
- Chemické složení (obsah prvků v oblasti bílé a difuzní vrstvy)

Porovnávané vzorky vykázaly u rozdílných nitridačních technologií odlišný průběh nitridace (**graf 5**).

POROVNÁNÍ PRŮBĚHŮ TVRDOSTI NITRIDAČNÍ VRSTVY U VZORKŮ Z OCELI 16 343.7

Na **grafu 5** u plynové nitridace bylo zjištěno maximum tvrdosti cca 870 HV 0,2 hned na počátku, následuje plynulý pokles tvrdosti směrem do jádra. U nízkotlaké (vakuové) plynové nitridace byla pozorována tvrdost cca 710 HV 0,2, tvrdost pak následně roste a maxima dosahuje až v hloubce 0,05 mm, teprve potom tvrdost pozvolně klesá. Pulzní iontová nitridace dosahuje maximální tvrdosti cca 934 HV 0,2 v hloubce 0,03 mm a poté si tvrdost drží kolem cca 890 HV 0,2 až do hloubky 0,07 mm. Přechod tvrdosti nitridační vrstvy směrem do jádra je u tohoto způsobu nitridace strmější než u plynové nitridace.



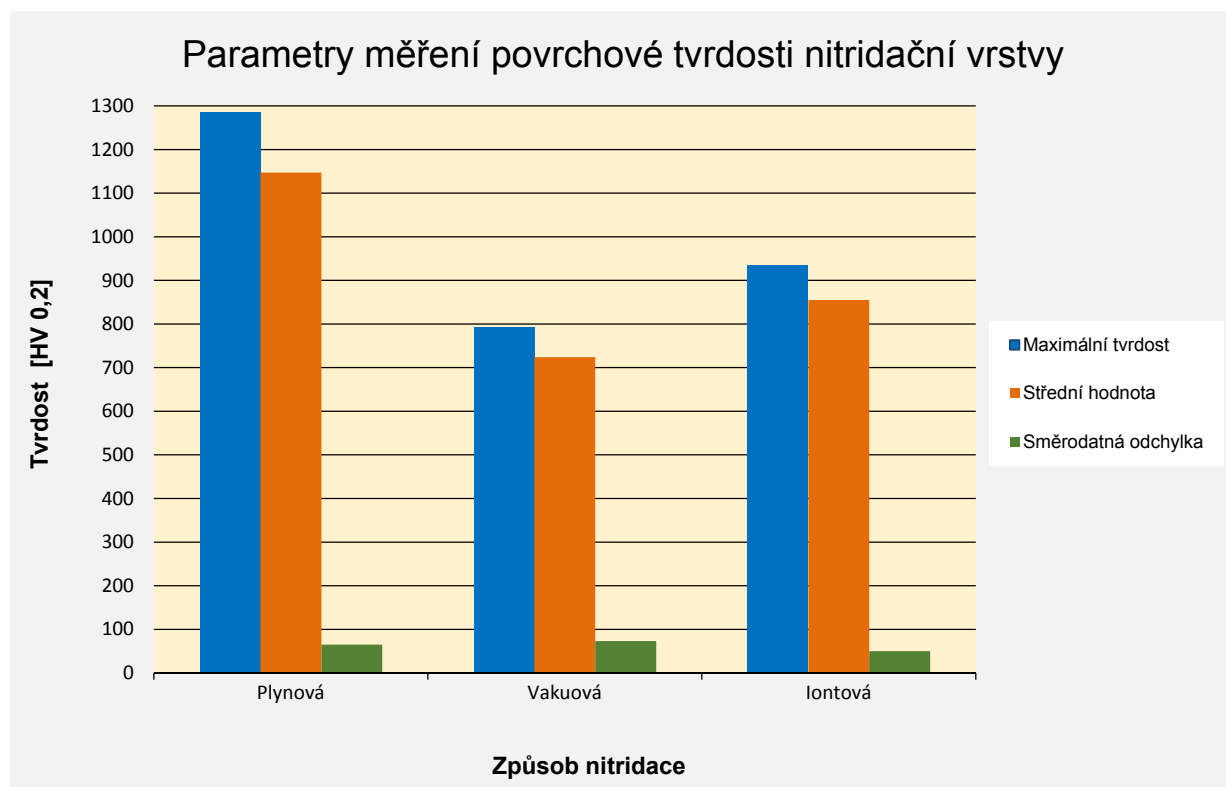
Graf 5: Průběh mikrotvrdosti plynové, nízkotlaké vakuové a pulzní iontové nitridace – ocel 16 343.7

POROVNÁNÍ POVRCHOVÉ TVRDOSTI VZORKŮ

Nejvyšší naměřená maximální a střední hodnota povrchové tvrdosti nitridačních vrstev, byla naměřena u vzorků plynové nitridace, viz **tab. 17 a graf 6**. Následuje pulzní iontová se střední hodnotou tvrdosti 855 HV 0,2 a nejnižší povrchovou tvrdost má nízkotlaká nitridace.

Tab. 17: Max. tvrdost, střední hodnota, směrodatná odchylka, měření povrchové tvrdosti nitridační vrstvy

Způsob nitridace	Max. tvrdost [HV 0,2]	Střední hodnota [HV 0,2] + odchylka
Plynová	1286	1147 ±65
Nízkotlaká vakuová	792	724 ±73
Pulzní iontová	935	855 ±50



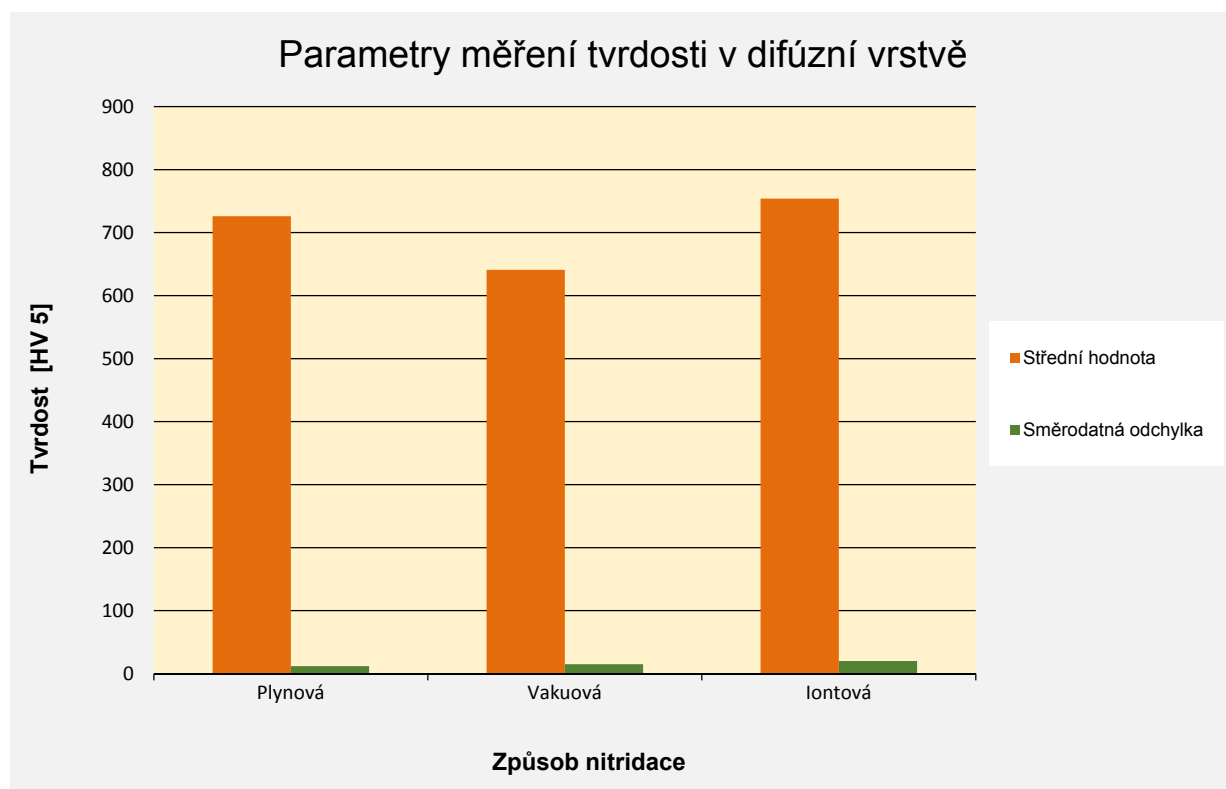
Graf 6: Porovnání výsledků měření povrchové tvrdosti nitridační vrstvy (HV 0,2)
- ocel 16 343.7

POROVNÁNÍ TVRDOSTI (TECHNOLOGICKÉ) VZORKŮ V DIFUZNÍ VRSTVĚ

Nejvyšší hodnota tvrdosti v difuzní vrstvě byla naměřena u vzorků pulzní iontové nitridace, viz **tab. 18** a **graf 7**.

Tab. 18: Střední hodnota, směrodatná odchylka, měření tvrdosti v difuzní vrstvě

Způsob nitridace	Střední hodnota [HV 5] + odchylka
Plynová	726 ±12
Nízkotlaká vakuová	641 ±15
Pulzní iontová	754 ±20



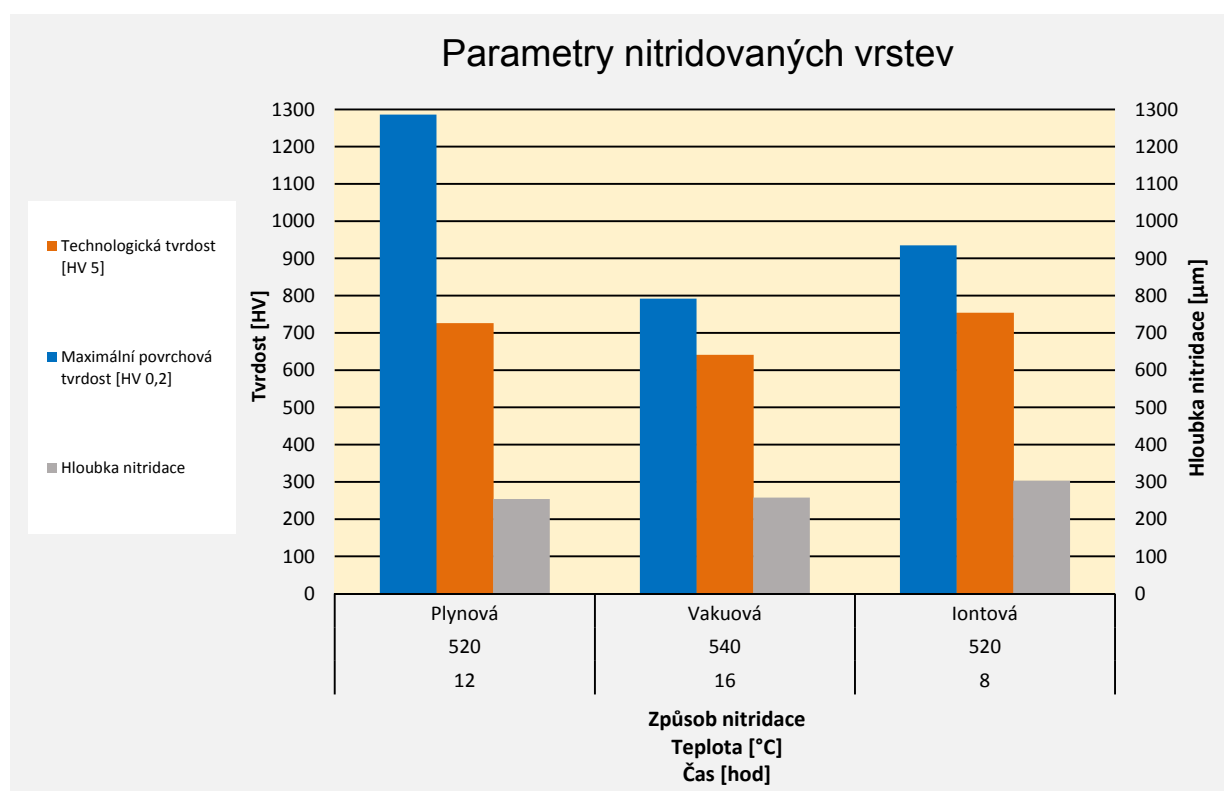
Graf 7: Porovnání výsledků měření tvrdosti v difuzní vrstvě (HV 5)
- ocel 16 343.7

Z **grafu 7** je zřejmé, že tvrdost v difuzní vrstvě po plynové a pulzní iontové nitridaci je velice podobná, což souhlasí s hodnotami tvrdosti gradientu naměřených v hloubce 0,02 mm (**graf 5**). Naopak vlivem popuštění (**obr. 37**) je tvrdost v difuzní vrstvě po nízkotlaké vakuové nitridaci nejnižší. To je opět podpořeno naměřeným průběhem tvrdosti (**graf 5**).

V **tab. 19** a v **grafu 8** je znázorněno zhodnocení maximálních hodnot povrchové tvrdosti, středních hodnot tvrdosti (technologické) v difuzní vrstvě a celkové hloubky nitrídační vrstvy s ohledem na způsob nitrídače při dané teplotě a času.

Tab. 19: Zhodnocení dosažených výsledků

Způsob nitrídače	Čas [hod]	Teplota [°C]	Max. povrchová tvrdost	Tvrdost (technologická) difuzní vrstvy	Tvrdost (technologická) dle dodavatele	Hloubka nitrídační vrstvy	
			[HV 0,2]	[HV 5]	[HV 5]	hů [mm]	
			naměřené	naměřené	udávané	naměřené	udávané
Plynová	12	520	1286	726	min. 650	0,254	0,2 +0,1
Nízkotl. vakuová	16	540	792	641	620–650	0,258	0,2 +0,1
Pulzní iontová	8	520	935	754	750–800	0,303	0,3–0,5



Graf 8: Zhodnocení dosažených výsledků nitrídačních vrstev jednotlivých technologií

Z **tab. 19** vyplývá, že nejvyšší maximální povrchové tvrdosti nitrídační vrstvy bylo dosaženo u plynové nitrídače při teplotě 520°C po dobu 12 hod. Rozdíly naměřených hodnot tvrdosti v difuzní vrstvě (technologická tvrdost), která byla dosažena nejvyšší u pulzní iontové nitrídače při teplotě 520°C po dobu 8 hod, jsou v rámci uvedených hodnot od dodavatele minimální. Hloubka vrstvy je srovnatelná u obou způsobů plynové nitrídače a největší hloubka nitrídační vrstvy byla naměřena u pulzní iontové nitrídače.

Mezi další zhodnocení patří i efektivita samotného procesu nitridace. Výrazná úspora času je zřejmá u pulzní iontové nitridace, přičemž je třeba brát v úvahu i samotné čištění povrchu polotovarů před vlastní nitridací, které vyžaduje potřebný čas cca 1 hodinu.

POROVNÁNÍ STRUKTURY NITRIDAČNÍ VRSTVY U VZORKŮ Z OCELI 16 343.7

Plynová nitridace je charakterizována souvislou, rovnoměrnou povrchovou (bílou) vrstvičkou nitridů o tloušťce 3–4 μm . V difuzní vrstvě je vyloučeno velmi jemné, téměř nepatrné, neúplné síťové karbonitridů zasahující do hloubky 0,14–0,15 mm.

Základní strukturu (neovlivněnou nitridací) vzorku tvoří velmi jemný heterogenní sorbit.

U **nízkotlaké vakuové nitridace** je vyloučena souvislá a rovnoměrná povrchová (bílá) vrstvička nitridů o tloušťce 2–3 μm . V difuzní vrstvě do hloubky 0,06–0,01 mm je vyloučena tmavá, silně popuštěná vrstvička. Velmi jemné, neúplné síťové karbonitridů se začíná objevovat v hloubce cca 0,015 mm a zasahuje do hloubky cca 0,02 mm.

Základní strukturu (neovlivněnou nitridací) vzorku tvoří velmi jemný, mírně popuštěný martenzit.

Pulzní iontová nitridace se vyznačuje poměrně rovnoměrnou a souvislou (bílou) vrstvičkou nitridů o tloušťce 5–6 μm . V difuzní vrstvě je vyloučeno velmi jemné, téměř úplné síťové karbonitridů zasahující do hloubky 0,25–0,26 mm.

Mikrostrukturu jádra vzorku tvoří velmi jemná zrna martenzitu s počátkem rozpadu jehliček – heterogenní sorbit.

V **tab. 20** je shrnuto porovnání struktury nitridační vrstvy všech tří způsobů nitridace, které byly provedeny na vzorcích z oceli 16 343.7.

Tab. 20: Porovnání struktury nitridační vrstvy u vzorků z oceli 16 343.7

Způsob nitridace	Tloušťka bílé vrstvy [μm]	Hloubka kam zasahuje síťové karbonitridů [mm]	Popis síťové karbonitridů
Plynová	3–4	0–0,14 (0,15)	velmi jemné, téměř nepatrné, neúplné
Nízkotlaká vakuová	2–3	0,015–0,02	velmi jemné, neúplné
Pulzní iontová	5–6	0–0,25 (0,26)	velmi jemné, téměř úplné

Ve všech případech je bílá vrstvička nitridů souvislá a rovnoměrná. Liší se však v tloušťce. Nejtenčí je u nízkotlaké plynové (vakuové) nitridace a nejtlustší vrstvičku má pulzní iontová nitridace.

Téměř úplné síťové karbonitridy bylo zjištěno pouze u pulzní iontové nitridace. U nízkotlaké vakuové nitridace se nachází popuštěná oblast prostá karbonitridy, proto je zde pokles tvrdosti v gradientu a nízká hodnota HV 5.

HODNOCENÍ CHEMICKÉHO SLOŽENÍ NITRIDAČNÍ VRSTVY U VZORKŮ Z OCELI 16 343.7

Zvýšená intenzita obsahu dusíku byla u všech tří způsobů nitridace nejvyšší v povrchové (bílé) vrstvičce. Výrazný nárůst obsahu dusíku koresponduje se strukturou povrchové bílé vrstvičky nitridů. Podíl chromu byl v rozsahu měření u všech tří metod nitridace prakticky stabilní.

TECHNICKO-EKONOMICKÉ VYHODNOCENÍ

Technologie má vliv na cenu výrobků. V případech, kde je požadovaná tvrdá vrstva bez dalších požadavků (houževnatost, vazba na jádro) bude hlavním ekonomickým ukazatelem cena:

- Constellium Extrusions Děčín s.r.o. – plynová nitridace (NITREX) – 40 Kč/kg
- Bodycote HT, s.r.o. – nízkotlaká (vakuová) nitridace (NITRAL) – 96 Kč/kg
- TOS VARNSDORF a.s. – pulzní iontová nitridace – 115 Kč/kg

U tvarově složitých nástrojů, kde je třeba zajistit vyšší tvarovou a únavovou pevnost včetně dostatečné vrubové houževnatosti, je požadována výhradně nejdražší pulzní iontová nitridace.

Na cenu nitridace mají vliv pořizovací a provozní náklady zařízení, které jsou např. u pulzní iontové nitridace nejvyšší, a také podíl lidského faktoru (obsluha), který má nejvyšší vliv u plynové nitridace (relativně nízké pořizovací náklady zařízení).

Dalším ekonomickým ukazatelem, který se může projevit do ceny technologie, jsou doprava a technologické termíny dodavatele. V tomto případě je doprava součástí celkových nákladů na nitridaci. Je ale důležitá i z hlediska časové frekvence – nabízené termíny dodávek nitridace musí korespondovat s dodržením termínu zakázky.

4. ZÁVĚR

V diplomové práci byl porovnán vliv plynové nitridace, nízkotlaké plynové (vakuové) nitridace a pulzní iontové nitridace na strukturu a tvrdost oceli 16 343, která byla dodána firmou Karned Tools s. r. o.

V teoretické části byla obecně popsána problematika tepelného zpracování a chemicko-tepelného zpracování se zaměřením na způsoby nitridace.

Experimentální část byla zaměřena na vyhodnocení vzorků z oceli 16 343.7 z hlediska průběhu tvrdosti napříč nitridovanou vrstvou (mikrotvrdost směrem od povrchu do jádra), povrchové tvrdosti nitridační vrstvy a také tvrdosti v jádře. Dále bylo provedeno metalografické šetření a navíc k tomu byla provedena chemická analýza nitridační vrstvy.

Výsledky lze shrnout do následujících bodů:

- 1) Plynová nitridace (Constellium Extrusions Děčín s. r. o.)
 - nejlevnější, nejtvrďší povrchová vrstva, oproti pulzní iontové nitridaci tenčí bílá vrstvička nitridů, ale tlustší než u nízkotlaké plynové (vakuové) nitridace, poměrně pozvolný přechod vrstvy do jádra.
- 2) Nízkotlaká plynová (vakuová) nitridace (Bodycote HT, s. r. o.)
 - dražší než klasická plynová nitridace, relativně nižší povrchová tvrdost, nejtenčí bílá vrstvička nitridů, plynulejší přechod vrstvy do jádra, umožňuje větší regulaci nitridace oproti klasické plynové nitridaci.
- 3) Pulzní iontová nitridace (TOS VARNSDORF a. s.)
 - nejdražší způsob nitridace, povrchová tvrdost v širším rozmezí než u plynových nitridací (tzn., že tvrdost začne klesat ve větší hloubce), oproti klasické plynové nitridaci nižší povrchová tvrdost, ale vyšší než u nízkotlaké vakuové nitridace, nejtlustší bílá vrstvička nitridů a zdánlivě strmý přechod vrstvy směrem do jádra.

Z výsledného porovnání lze konstatovat, že naměřené hodnoty se přibližují hodnotám, které uvádějí dodavatelé nitridačních technologií.

Ze zjištěných výsledků je tudíž nutno vycházet při volbě nitridace s potřebnými vlastnostmi podle požadavků na nástrojové těleso a které smluvně požaduje zákazník.

Obsah diplomové práce je přínosem pro správnou volbu způsobu nitridace dle typu řezných nástrojů vyráběných ve firmě Karned Tools s.r.o. a pro kontrolu správného provedení různých způsobů nitridace.

Tato diplomová práce byla zpracována s podporou projektu Studentské grantové činnosti – Studium a hodnocení struktur a vlastností materiálů – identifikační číslo 21123, Fakulty strojní Technické univerzity v Liberci v rámci podpory specifického vysokoškolského výzkumu poskytované Ministerstvem školství, mládeže a tělovýchovy v roce 2016.

5. SEZNAM POUŽITÝCH ZDROJŮ

[1] PÍŠEK, F., aj. *Nauka o materiálu I, 4. svazek Železo a slitiny*. Rec. K. Stránský. 2. vyd. Praha: Academia, 1975

[2] DAĐOUREK, K., *Vybrané technologie povrchových úprav*. 1. vyd. Liberec: Technická univerzita v Liberci, 2006

[3] PLUHAŘ Jaroslav, KORITA Josef, *Strojírenské materiály*, vyd. Praha 1966, SNTL

[4] PTÁČEK L. a kolektiv, *Nauka o materiálu I*, vyd. Brno: akademické nakladatelství CERM, s.r.o., 2003

[5] MORÁVEK Otakar, BABOROVSKÝ Vladislav, *Základy tepelného zpracování oceli*, vyd. Praha 1961, SNTL

[6] WALLA Viktor, *Praktická metalografie*, vyd. Praha 1962, SNTL

5.1 SEZNAM OBRÁZKŮ

Obr. 1 Průběh tepelného zpracování [4]

Obr. 2 Binární rovnovážný diagram Fe-Fe₃C [4]

Obr. 3 Žíhací teploty v diagramu Fe-Fe₃C: A) žíhání na snížení pnutí, B) rekrystalizační, C) na měkko, D) normalizační, E) homogenizační [5]

Obr. 4 Část binárního diagramu Fe-Fe₃C s přehledem kalících teplot [4]

Obr. 5 Rychlost ochlazování v ARA diagramu
- transformace austenitu na martenzit, eutektoidní oceli [5]

Obr. 6 ARA diagram podeutektoidní oceli – lomené kalení [4]

Obr. 7 IRA diagram podeutektoidní oceli – termální kalení [4]

Obr. 8 Průběh rychlosti ochlazování IRA diagram
- transformace austenitu na bainit [5]

Obr. 9 Průběh ochlazování při kalení do vody [5]

Obr. 10 Průběh tvrdosti v závislosti na typu chemicko-tepelného zpracování [3]

Obr. 11 Teploty austenitizace uhlíkových ocelí. Červeně vyznačena oblast cementačních teplot [5]

Obr. 12 Množství zbytkového austenitu v závislosti na obsahu uhlíku v oceli [3]

Obr. 13 Závislost martenzitické přeměny na procentu uhlíku. Zeleně oblast cementačních ocelí (jádro), žlutě oblast cementovaných vrstev (zvýšením obsahu uhlíku se změní teplota počátku a konce martenzitické přeměny) [5]

Obr. 14 Zařízení na cementaci v prášku [6]

Obr. 15 Diagram sazení pro rozkládající se methan [5]

Obr. 16 Vliv legujících prvků na povrchovou tvrdost nitridační vrstvy [2]

Obr. 17 Vliv legujících prvků na tloušťku nitridační vrstvy [2]

Obr. 18 Část binárního rovnovážného diagramu Fe-N [2]

Obr. 19 Tvrdost fází soustavy Fe-N [2]

Obr. 20 Celková hloubka nitridace v závislosti na čase a teplotě [2]

Obr. 21 Charakteristika výboje ve vakuu [2]

Obr. 22 Vlivy na změnu hmoty katody při nitridaci ve výboji [5]

Obr. 23 Schéma dějů při iontové nitridaci [2]

Obr. 24 Příklad vsázek pro iontovou nitridaci [5]

Obr. 25 Základní schéma pro iontovou nitridaci [5]

Obr. 26 Složení nitridační vrstvy [2]

Obr. 27 Schéma hodnocení hloubky nitridační vrstvy, h_u – účinná hloubka nitridační vrstvy, h_p – hloubka přechodu do jádra [5]

Obr. 28 Nůž A10H SDQCR 07

Obr. 29 Detail lůžka nože A10H SDQCR 07

Obr. 30 Kalicí linka ELTERMA

Obr. 31 Mikrotvrdoměr ZWICK 3212 na TU v Liberci

Obr. 32 Metalografický mikroskop NIKON EPIPHOT 200

Obr. 33 Ocel 16 343.7 – Povrchová vrstva nitridů – plynová nitridace

Obr. 34 Ocel 16 343.7 – Celkový průběh nitridační vrstvy – plynová nitridace

Obr. 35 Ocel 16 343.7 – Přechodová oblast – plynová nitridace

Obr. 36 Ocel 16 343.7 – Povrchová vrstva nitridů – nízkotlaká plynová nitridace

Obr. 37 Ocel 16 343.7 – Celkový průběh nitridační vrstvy – nízkotlaká plynová nitridace

Obr. 38 Ocel 16 343.7 – Přechodová oblast – nízkotlaká plynová nitridace

Obr. 39 Ocel 16 343.7 – Povrchová vrstva nitridů – pulzní iontová nitridace

Obr. 40 Ocel 16 343.7 – Celkový průběh nitridační vrstvy – pulzní iontová nitridace

Obr. 41 Ocel 16 343.7 – Přechodová oblast – pulzní iontová nitridace

Obr. 42 Liniový profil železa, dusíku a chromu – plynová nitridace, zeleně vyznačena vrstva nitridů

Obr. 43 Liniový profil železa, dusíku a chromu – nízkotlaká vakuová nitridace, zeleně vyznačena vrstva nitridů

Obr. 44 Liniový profil železa, dusíku a chromu – pulzní iontová nitridace, zeleně vyznačena vrstva nitridů

5.2 SEZNAM TABULEK

Tab. 1 Přehled způsobů kalení oceli [4]

Tab. 2 Rozdělení chemicko-tepelných procesů

Tab. 3 Volba fázového složení povrchové vrstvy [5]

Tab. 4 Přehled vlastností oceli ČSN 16 343 [3]

Tab. 5 Vlastnosti oceli ČSN 16 343.7 naměřené spektrometrem DELTA ED-XRF

Tab. 6 Tvrdost v jádře

Tab. 7 Gradient mikrotvrdosti – plynová nitridace

Tab. 8 Povrchová tvrdost nitridační vrstvy – plynová nitridace

Tab. 9 Tvrdost (technologická) v difuzní vrstvě – plynová nitridace

Tab. 10 Gradient mikrotvrdosti – nízkotlaká plynová nitridace

Tab. 11 Povrchová tvrdost nitridační vrstvy – nízkotlaká plynová nitridace

Tab. 12 Tvrdost (technologická) v difuzní vrstvě – nízkotlaká plynová nitridace

Tab. 13 Gradient mikrotvrdosti – pulzní iontová nitridace

Tab. 14 Povrchová tvrdost nitridační vrstvy – pulzní iontová nitridace

Tab. 15 Tvrdost (technologická) v difuzní vrstvě – pulzní iontová nitridace

Tab. 16 Chemické složení bílé vrstvičky

Tab. 17 Max. tvrdost, střední hodnota, směrodatná odchylka, měření povrchové tvrdosti nitridační vrstvy

Tab. 18 Střední hodnota, směrodatná odchylka, měření tvrdosti v difuzní vrstvě

Tab. 19 Zhodnocení dosažených výsledků

Tab. 20 Porovnání struktury nitridační vrstvy u vzorků z oceli 16 343.7

5.3 SEZNAM GRAFŮ

Graf 1 Parametry měření tvrdosti vzorků v jádře (HV 0,2) – ocel 16 343.7

Graf 2 Gradient mikrotvrdosti – ocel 16 343.7 – plynová nitridace

Graf 3 Gradient mikrotvrdosti – ocel 16 343.7 – nízkotlaká plynová nitridace

Graf 4 Gradient mikrotvrdosti – ocel 16 343.7 – pulzní iontová nitridace

Graf 5 Průběh mikrotvrdosti plynové, nízkotlaké vakuové a pulzní iontové nitridace
– ocel 16 343.7

Graf 6 Porovnání výsledků měření povrchové tvrdosti nitridační vrstvy (HV 0,2)
– ocel 16 343.7

Graf 7 Porovnání výsledků měření tvrdosti v difuzní vrstvě (HV 5)
– ocel 16 343.7

Graf 8 Zhodnocení dosažených výsledků nitridačních vrstev jednotlivých technologií

6. SEZNAM PŘÍLOH

Příloha 1 Výkresová dokumentace – TĚLO SOUSTR. NOŽE

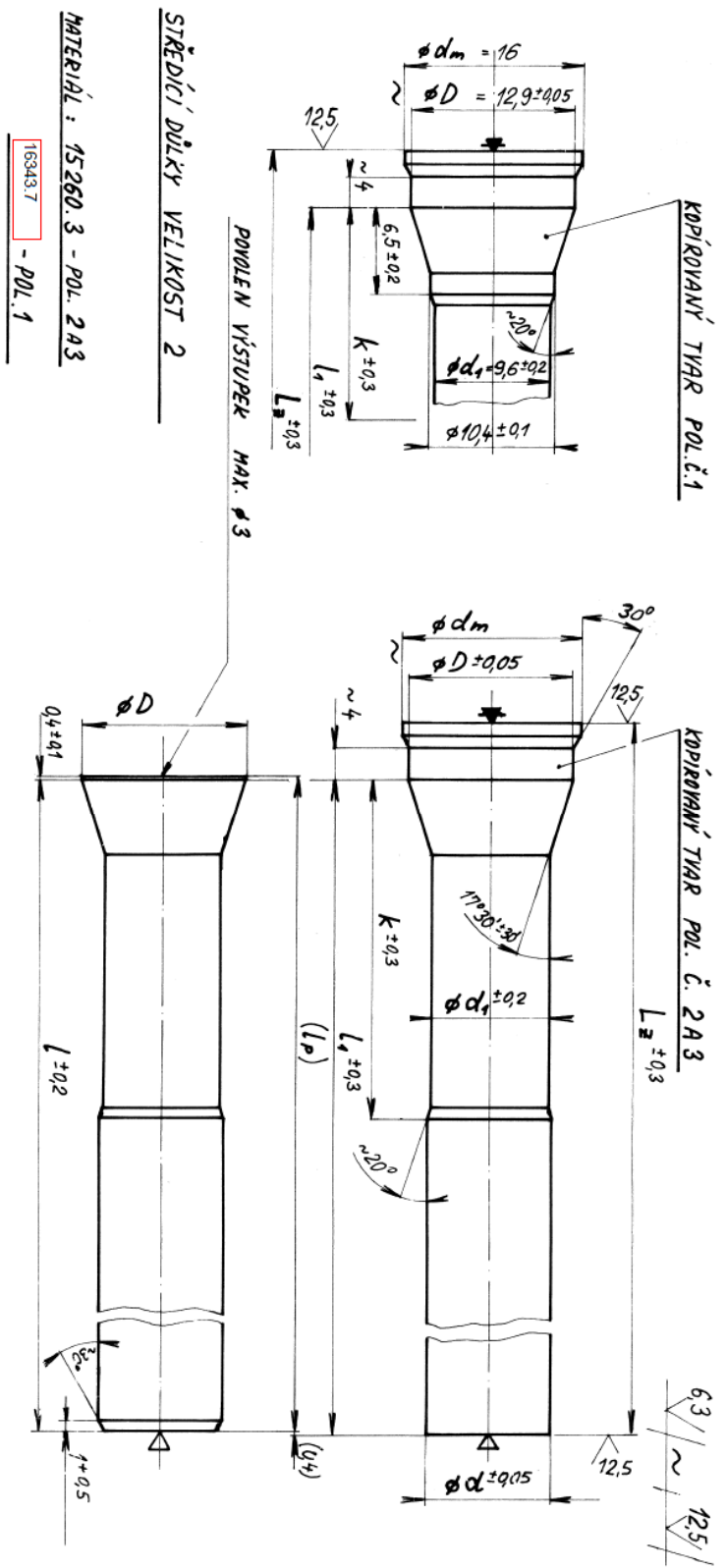
Příloha 2 Výkresová dokumentace – POLOTOVAR TĚLA SOUSTR. NOŽE

Příloha 3 Výkresová dokumentace – SEDLO PRO VCMT1103

Příloha 4 Ukázka technologického postupu

Příloha 5 Ukázka modelování v NX8,5

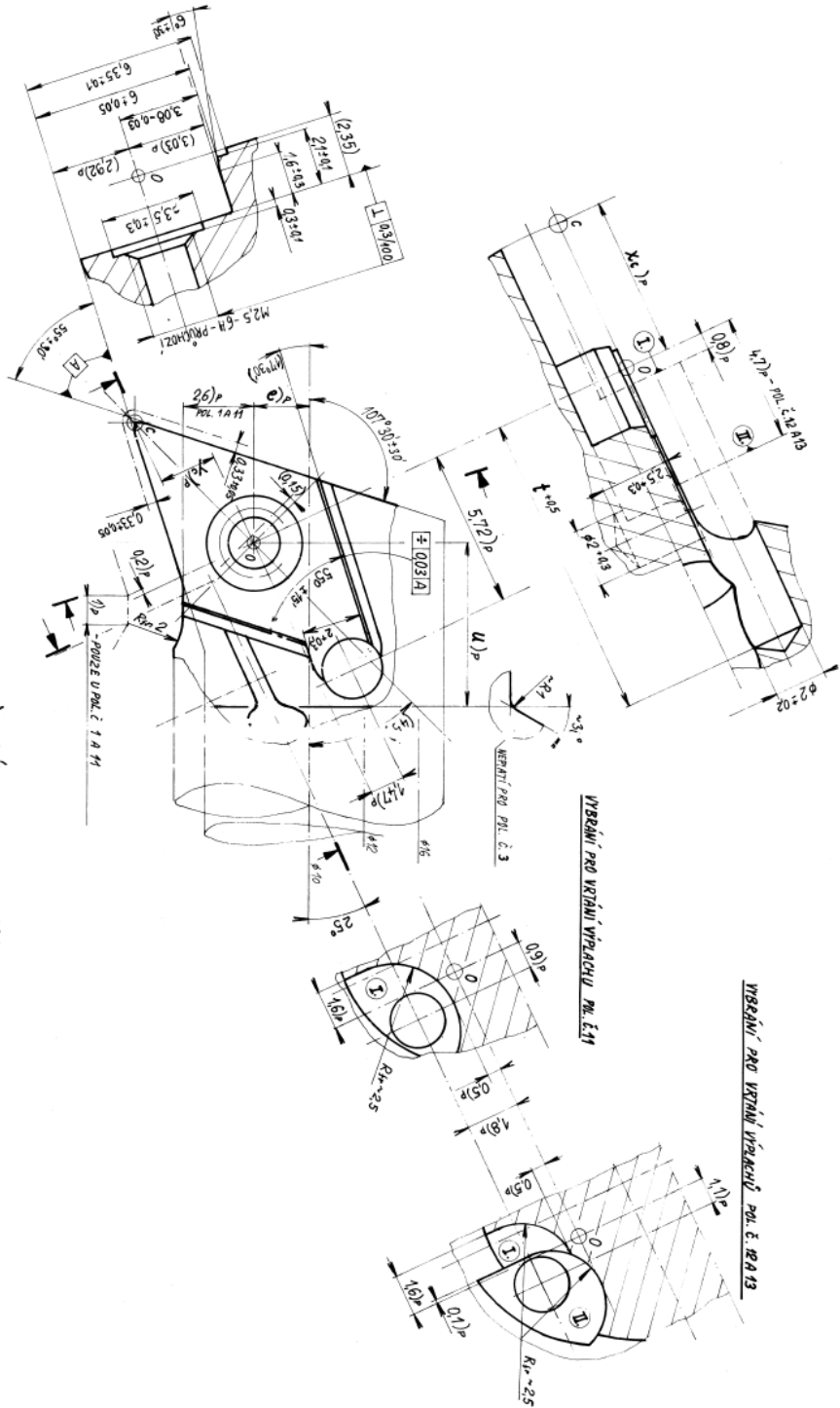
PŘÍLOHA 2



POL. VEL. NOŽE	OZN.	dm x ROZMĚR MAT.	dm x ROZMĚR L ₂	l ₁	(lp)	L ± 0.2	d ₁ ± 0.2	K ± 0.2	d ± 0.05	D ± 0.05	R _k výřez tělesa
1	10 H	φ16 x 110	108	100.7	100.7	100.3	9.6	18	10.15	12.9	TK 5773s TK 5774s
2	12 K	φ19 x 135	133	125.8	125.8	125.4	11.6	21 [⊙]	12.2	16.95	TK 5775s TK 5779s
3	16 M	φ23 x 160	158	150.8	150.8	150.4	15.6	30	16.3	20.85	TK 5776s TK 5780s

Název - Rozměr		Převzat		Mater. kontrola		Mater. výběr		Dob. kontrola		Ověř. výřezu	
Formulář 1		6.1/13		6.1/13		6.1/13		6.1/13		6.1/13	
Změna		Datum		Podpis		Index změny		Název - Typ		Převzat ISO 2768-m	
Starší výřez		6.1/13		6.1/13		6.1/13		6.1/13		6.1/13	
Metoda		Kontrola		V. Nový		KARNED TOOLS, s.r.o.		Evidenční číslo		TK 5781s	
Převzat		Schvál		20.05.2003		KARNED TOOLS, s.r.o.		POLDTOVAR SPOCR/L		φ10; φ12; φ16	
Line		20.05.2003									

PŘÍLOHA 3



JE - MIPY PRO PROGRAM
DOJE NUZE TK 16985

13	A 16M	19.5	5.74	2.06	7	6.04	TK 5779s
3	S	NENI					TK 5775s
12	A 12K SVOCR 07	14	5.76	2.12	7	4.06	
2	S	NENI					TK 5779s
11	A 10H	11	5.15	2.09	6	2.02	
1	S	NENI					
ROL.	OZN. MOZE	Wpach	XcD	Wch	Yp	(Z)p	WKRIS TELISA

KAMBERO TOOLS...		TK 16 985s	
SEDLO PRO DENT OTOBU SVOCR		TK 16 985s	

PŘÍLOHA 4

TECHNOLOGICKÝ POSTUP VÝROBY NOŽŮ

M KN310087 - KN310087 - S16R SVQCR 11	1,0000 - T0013 , 84001184	
10 P01 - REZAT D20x209 mm, 16343.7 , ODMASTIT .		Nast.0,17 hod, 0,40 MIN/KS, Mn. 1,0000
10 MM230008 - OCEL LOU 16343.7 D20 34CrNiMo6	0,5700 mn.požad.	0,5700 per + 0,00% + 0,0000
30 S03 - ZAROVNAT A NAVRTAT Z OBOU STRAN DLE Tk 1782s .		Nast.0,33 hod, 1,44 MIN/KS, Mn. 1,0000
40 S02 - SOUSTRUZIT STOPKU HOTOVE DLE Tk 1782s A DLE SAĚ		Nast.0,50 hod, 2,74 MIN/KS, Mn. 1,0000
50 S01 - ZAROVNAT ZADNI KONEC VCETNE SRAZENI 1,5+0,5x30S		Nast.0,33 hod, 1,44 MIN/KS, Mn. 1,0000
60 A02 - SOUSTRUZIT HOTOVE HLAVU VCETNE KRCKU DLE Tk 17		Nast.0,50 hod, 1,82 MIN/KS, Mn. 1,0000
70 A_JUNKER - BROUSIT STOPKU NAD16,10-0,02 MM DLE Tk 17		Nast.0,50 hod, 3,40 MIN/KS, Mn. 1,0000
80 B01_1 - BROUSIT U KRCKU NAD15,65+0,02 MM DLE Tk 1782s		Nast.0,50 hod, 1,44 MIN/KS, Mn. 1,0000
90 F01 - FREZOVAT TRI PLOSKY A ODJEHLIT .		Nast.0,50 hod, 4,12 MIN/KS, Mn. 1,0000
100 A_HERMLE C30 - FREZOVAT NAHERMLE C30 A ODJEHLIT- ě		Nast.0,66 hod, 9,83 MIN/KS (8,00 hod paesun
105 K01 [KONTROLA PRED] KONTROLA ROZMERU A ZAVITU PREI		Nast.0,00 hod, 5,00 MIN/KS, Mn. 1,0000
110 M07 [PRIPRAVA] PRIPRAVIT NA NITRIDACI, VC. CHRANENI ZAVI		Nast.0,00 hod, 0,66 MIN/KS, Mn. 1,0000
→120 Z01 - NUZ S16R SVQCR 11 - NITRIDOVAT V KOO, 0,2-0,3 mi		Koop: Constellium, 0,00 dnů doprava, Mn. 1,0
125 K01 [KONTROLA VSTUP] VSTUPNI KONTROLA DLE KP10001		Nast.0,00 hod, 1,00 MIN/KS, Mn. 1,0000
130 T01 [PISKOVAT, CERNIT] JEMNE PISKOVAT, CERNIT .		Nast.0,00 hod, 12,00 HOD/DÁVKU (1 dávek), ě
140 A_JUNKER - BROUSIT STOPKU NAD16g7 MM NACISTO ,TAO.		Nast.0,50 hod, 4,30 MIN/KS, Mn. 1,0000
150 A10 [LASER] ZNACIT LASEREM DLE VYKRESU .		Nast.0,00 hod, 0,50 MIN/KS, Mn. 1,0000
160 M01 [MONTAZ] OCISTIT, KALIBROVAT ZAVITY, MONTAZ, DEMON		Nast.0,00 hod, 1,89 MIN/KS, Mn. 1,0000
20 MK110598 - SROUB UPINACI US2506-T07P - Torx Plus	1,0000 mn.požad.	1,0000 per + 0,00% + 0,0000
170 K01 [KONTROLA] VYSTUPNI KONTROLA DLE KP 10.001		Nast.0,00 hod, 1,00 MIN/KS, Mn. 1,0000
180 M04 [BALENI] KONZERVOVAT, ZABALIT DLE BALICHO PREDP		Nast.0,00 hod, 1,00 MIN/KS, Mn. 1,0000
10 MK230002 - PRAPOREK FLAG T07P/84003270,náhrada za F	1,0000 mn.požad.	1,0000 per + 0,00% + 0,0000
20 MO110014 - ROSE PLASTIC QP 45 120	1,0000 mn.požad.	1,0000 per + 0,00% + 0,0000
30 MO420008 - PRIREZ PRUM. D46	1,0000 mn.požad.	1,0000 per + 0,00% + 0,0000

PŘÍLOHA 5

KONSTRUKCE NOŽE – „MODELOVÁNÍ“ V NX8,5

