

ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI
FAKULTA STROJNÍ

Studijní program: N0715A270014S

Studijní specializace: Bez specializace

DIPLOMOVÁ PRÁCE

Studium cementované vrstvy u oceli 1.2343

Autor: Bc. David REISCHIG

Vedoucí práce: Dr. Ing. Zbyšek NOVÝ

Akademický rok 2023/2024

ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI

Fakulta strojní

Akademický rok: 2023/2024

ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

(projektu, uměleckého díla, uměleckého výkonu)

Jméno a příjmení: **Bc. David REISCHIG**
Osobní číslo: **S22N0051P**
Studijní program: **N0715A270014 Materiálové inženýrství a výrobní technologie**
Téma práce: **Studium cementované vrstvy u oceli 1.2343**
Zadávající katedra: **Katedra materiálu a strojírenské metalurgie**

Zásady pro vypracování

- Zpracování ocelí pro nástroje pro tváření za tepla
- Vliv technologických parametrů na cementaci ocelí
- Hodnocení kritických parametrů z hlediska životnosti tvářecích nástrojů
- Experimentální program
 - Příprava vzorků nástrojové oceli pro cementaci a následné zušlechtnění
 - Chemicko tepelné zpracování vzorků
 - Vyhodnocení vybraných parametrů zpracovaných vzorků
- Výsedky a diskuze
- Závěr

Rozsah diplomové práce: **50-70 stran**
Rozsah grafických prací: **fotodokumentace, obrázky**
Forma zpracování diplomové práce: **tištěná/elektronická**

Seznam doporučené literatury:

M.I. Ismail, S.S.Iskander, E.B.Saleh: Carburizing of steels. Surface Technology, Vol. 12, Issue 4, April 1981, Pages 341-349.

A. A. Emamverdian, Y. Sun, Ch. Cao, C. Pruncu, Y. Wang: Current failure mechanisms and treatment methods of hot forging tools. Engineering Failure Analysis, Vol. 129, November 2021, 105678.

O. Brucelle, G. Bernhart: Methodology for service life increase of hot forging tools. Journal of Materials Processing Technology, Vol. 87, Issues 1-3, March 1999, Pages 237-246.

Vedoucí diplomové práce: **Dr. Ing. Zbyšek Nový**
Katedra materiálu a strojírenské metalurgie

Konzultant diplomové práce: **Ing. David Hradil**
COMTES FHT a.s.

Datum zadání diplomové práce: **16. října 2023**
Termín odevzdání diplomové práce: **24. května 2024**

L.S.

Doc. Ing. Vladimír Duchek, Ph.D.
děkan

Prof. Ing. Ludmila Kučerová, Ph.D.
vedoucí katedry

Prohlášení o autorství

Předkládám tímto k posouzení a obhajobě diplomovou práci zpracovanou na závěr studia na Fakultě strojní Západočeské univerzity v Plzni.

Prohlašuji, že jsem tuto diplomovou práci vypracoval samostatně, s použitím odborné literatury a pramenů uvedených v seznamu, který je součástí této diplomové práce.

V Plzni dne:

.....

podpis autora

Poděkování

Touto cestou bych rád poděkoval vedoucímu diplomové práce panu Dr. Ing. Zbyškovi Novému za vedení diplomové práce. Dále bych rád poděkoval Ing. Davidovi Hradilovi za veškerou pomoc spojenou s vypracováním teoretické a experimentální části diplomové práce a Ing. Jířímu Hájkovi, Ph.D. za odborné konzultace.

ANOTAČNÍ LIST DIPLOMOVÉ PRÁCE

AUTOR	Příjmení Bc. Reischig	Jméno David		
STUDIJNÍ PROGRAM	N0715A270014 Materiálové inženýrství a výrobní technologie			
VEDOUcí PRÁCE	Příjmení (včetně titulů) Dr. Ing. Nový	Jméno Zbyšek		
PRACOVÍŠTĚ	ZČU - FST - KMM			
DRUH PRÁCE	DIPLOMOVÁ	BAKALÁŘSKÁ	Nehodící se škrtněte	
NÁZEV PRÁCE	Studium cementované vrstvy u oceli 1.2343			

FAKULTA	strojní	KATEDRA	KMM	ROK ODEVZD.	2024
----------------	---------	----------------	-----	--------------------	------

POČET STRAN (A4 a ekvivalentů A4)

CELKEM	78	TEXTOVÁ ČÁST	66	GRAFICKÁ ČÁST	12
---------------	----	---------------------	----	----------------------	----

STRUČNÝ POPIS (MAX 10 ŘÁDEK) ZAMĚŘENÍ, TÉMA, CÍL POZNATKY A PŘÍNOSY	Diplomová práce se zabývá chemicko-tepelným zpracováním a tepelným zpracováním nástrojové oceli 1.2343. Ocel byla zkoumána z hlediska vhodnosti pro chemicko-tepelné zpracování metodou cementace v plynu a v prášku. Následně byla ocel tepelně zpracována za různých podmínek s cílem najít nejvýhodnější parametry pro aplikaci v praxi. Vyhodnocení probíhalo podle následujících parametrů: tvrdost, posouzení z hlediska mikrostruktury a odolnost proti opotřebení.
KLÍČOVÁ SLOVA ZPRAVIDLA JEDNOSLOVNÉ POJMY, KTERÉ VYSTIHUJÍ PODSTATU PRÁCE	chemicko-tepelné zpracování, cementace, tepelné zpracování, nástrojová ocel, životnost nástroje, gradient tvrdosti, míra opotřebení

SUMMARY OF DIPLOMA SHEET

AUTHOR	Surname Bc. Reischig	Name David		
STUDY PROGRAMME	N0715A270014 Materials Science and Manufacturing Technology			
SUPERVISOR	Surname (Inclusive of Degrees) Dr. Ing. Nový	Name Zbyšek		
INSTITUTION	ZČU - FST - KKS			
TYPE OF WORK	DIPLOMA	BACHELOR	Delete when not applicable	
TITLE OF THE WORK	Lifetime enhancement of close die forging tools			

FACULTY	Mechanical Engineering	DEPARTMENT	KMM	SUBMITTED IN	2024
----------------	------------------------	-------------------	-----	---------------------	------

NUMBER OF PAGES (A4 and eq. A4)

TOTALLY	78	TEXT PART	66	GRAPHICAL PART	12
----------------	----	------------------	----	-----------------------	----

BRIEF DESCRIPTION TOPIC, GOAL, RESULTS AND CONTRIBUTIONS	The master's thesis focuses on chemical-heat treatment and heat treatment of tool steel 1.2343. The steel was investigated in terms of its suitability for chemical-heat treatment by the carburizing method in gas and powder. Subsequently, the steel was heat-treated under different conditions in order to find the most suitable parameters for practical application. The evaluation was carried out according to the following parameters: hardness, microstructural assessment and wear resistance.
KEY WORDS	chemical-heat treatment, cementation, heat treatment, tool steel, tool life, hardness gradient, wear rate

Obsah

Přehled použitých zkratk a symbolů.....	10
Seznam obrázků	12
Seznam tabulek	14
1 Úvod.....	15
2 Tváření ocelových polotovarů.....	16
2.1 Tváření za studena.....	17
2.2 Tváření za tepla	17
2.2.1 Volné kování	19
3 Tepelné zpracování nástrojových ocelí pro práci za tepla	20
3.1 Žihání nástrojových ocelí pro práci za tepla.....	20
3.1.1 Žihání s překrystalizací	20
3.1.2 Žihání bez překrystalizace.....	21
3.2 Kalení nástrojových ocelí pro práci za tepla	21
3.2.1 Objemové kalení	22
3.2.2 Povrchové kalení.....	22
3.3 Popouštění	22
4 Chemicko-tepelné zpracování.....	24
4.1 Cementace	24
4.1.1 Příprava cementační vsázky	24
4.1.2 Cementace v plynném prostředí.....	24
5 Představení oceli 1.2343	28
5.1 Mechanické vlastnosti	28
5.2 Tepelné zpracování oceli 1.2343	29
5.2.1 Žihání na snížení vnitřního pnutí	29
5.2.2 Žihání na měkko	29
5.2.3 Tváření za tepla	29
5.2.4 Kalení	29
5.2.5 Popouštění.....	30
6 Výzkum cementace u oceli 1.2343	32
6.1 Cementace v prášku.....	32
6.2 Cementace v kapalném prostředí.....	33
6.3 Cementace pomocí plazmatu.....	33
6.4 Cementace v plynu	35

6.4.1	Experimentální program roku 2021	35
6.4.2	Experimentální program roku 2022	36
7	Úvod do experimentální části.....	37
8	Vstupní kontrola materiálu	38
9	Příprava vzorků	40
10	Chemicko-tepelné zpracování a tepelné zpracování	44
10.1	Úvodní zkoušky	44
10.1.1	Úvodní zkoušky cementace v plynném prostředí	44
10.1.2	Úvodní zkoušky kalení a popouštění	44
10.1.3	Cementace v plynu	46
10.1.4	Tepelné zpracování po cementaci v plynu	46
10.2	Cementace v prášku	48
10.2.1	Tepelné zpracování po cementaci v prášku.....	49
11	Zkoušky otěruvzdornosti.....	58
11.1	Opotřebení za pokojové teploty	58
11.2	Opotřebení za zvýšené teploty	58
12	Diskuze výsledků	60
13	Závěr.....	63
	Seznam použitých zdrojů	64
	PŘÍLOHA č. 1.....	i
	PŘÍLOHA č. 2.....	iii
	PŘÍLOHA č. 3.....	v
	PŘÍLOHA č. 4.....	vii
	PŘÍLOHA č. 5.....	ix
	PŘÍLOHA č. 6.....	xi

Přehled použitých zkratk a symbolů

A	Pěchovací koeficient	-
ac	Termodynamická aktivita uhlíku	-
A _{c1}	Teplota	°C
A _{c3}	Teplota	°C
AISI	American Iron and Steel Institut	-
Al ₂ O ₃	Korund	-
ARA	Anizotermický rozpad austenitu	-
ASTM	American Society for Testing and Materials	-
C	Uhlík	-
C ₃ H ₈	Propan	-
CH ₃ OH	Methanol	-
CH ₄	Methan	-
CO	Oxid uhelnatý	-
CO ₂	Oxid uhličitý	-
C _p	Nauhličující potenciál	-
Cr ₇ C ₃	Karbid chromu K2	-
ČSN	Česká technická norma	-
EN	Evropská norma	-
Fe	Železo	-
Fe _{2,4} C	ε-karbid železa	-
Fe ₃ C	Karbid železa	-
G	Velikost zrna	-
HB	Tvrdost dle Brinella	-
HRC	Tvrdost dle Rockwella	-
HV	Tvrdost dle Vickerse	-
H ₂	Molekula vodíku	-
H ₂ O	Voda	-
CHTZ	Chemicko-tepelné zpracování	-
Cr	Chrom	-
ISO	International Organization for Standardization	-
M _f	Teplota	K
Mn	Mangan	-
Mo	Molybden	-
M _s	Teplota	K

n	Počet pēchovacích cyklu	-
Ni	Nikl	-
N ₂	Molekula dusíku	-
O ₂	Molekula kyslíku	-
P	Fosfor	-
pCO	Parciální tlak oxidu uhelnatého	MPa
pH ₂	Parciální tlak vodíku	MPa
pH ₂ O	Parciální tlak vodní páry	MPa
P _{k1}	Stupeň prokování	-
P _{k2}	Stupeň prokování	-
Ra	Aritmeticky průměrná odchylka drsnosti	μm
S	Síra	-
Si	Křemík	-
S ₀	Příčný průřez před kováním	mm ²
S ₀	Plošný obsah středního průřezu ingotu	mm ²
S ₁	Příčný průřez po kování	mm ²
S ₁	Plošný obsah středního průřezu pēchovaného ingotu	mm ²
S ₂	Plošný obsah největšího průřezu výkovku	mm ²
τ _{kr}	Kritická hodnota smykového napětí	MPa
T _t	Teplota tání	K
TZ	Tepelné zpracování	-
V	Vanad	-
ΔV	Změna objemu	m ³
W	Wolfram	-
W.NR	Číslo materiálu	-
ZA	Zbytkový austenit	-

Seznam obrázků

Obr. 1: Metalografický snímek licí struktury [2]	16
Obr. 2: Metalografický snímek struktury oceli po tváření [3]	16
Obr. 3: Vlákničitá struktura výkovku [2]	17
Obr. 4: Průběh změn velikosti zrna při kování [5]	18
Obr. 5: Mikrostruktura spálené oceli [5]	19
Obr. 6: Matematický model pýchování [5]	19
Obr. 7: Průběh ohřevu a ochlazování při kalení nástrojových ocelí pro práci za tepla [10]	20
Obr. 8: Sferoidizace perlitu při žíhání na měkko [2]	21
Obr. 9: Popouštěcí diagram oceli pro práci za tepla [13]	23
Obr. 10: Závislost času a teploty pro dosažení hloubky cementované vrstvy 1,5 mm [20]	26
Obr. 11: Aktivita uhlíku a uhlíkový potenciál v závislosti na teplotě [25]	27
Obr. 12: Závislost vrubové houževnatosti na tepelném zpracování oceli 1.2343 [31]	29
Obr. 13: ARA diagram pro ocel 1.2343 při ochlazování z 1000 °C [35]	30
Obr. 14: Závislost vrubové houževnatosti na teplotě popouštění [35]	30
Obr. 15: Tvrdost oceli 1.2343 v závislosti na teplotě popouštění [35]	31
Obr. 16: Gradient tvrdosti po cementaci v prášku a kalení z 1020 °C a) ochlazování na vzduchu, b) ochlazování ve vodě [36]	32
Obr. 17: a) Gradient tvrdosti po popouštění [36]	33
Obr. 18: b) Gradient tvrdosti po popouštění [36]	33
Obr. 19: Mikrostruktura povrchové vrstvy po cementaci a následném kalení při 1040, 1020 a 1000 °C [38]	34
Obr. 20: Gradient tvrdosti jádra (---) a tvrdosti povrchu (.) po kalení a dvojitým popouštěním při 500 °C/1 h a 500, 550 a 600 °C/1 h [38]	34
Obr. 21: Gradient tvrdosti po cementaci při 980 °C, $C_p=1,2$ po dobu 12 h, ochlazování v oleji, popouštění při 500 °C po dobu 2 hodin [39]	35
Obr. 22: Gradient tvrdosti při $C_p=1,5$ [39]	35
Obr. 23: Gradient tvrdosti při kalení z 1020 °C, popouštění při 600 °C po dobu 2 hodin a 560 °C po dobu 2 hodin [39]	36
Obr. 24: Gradient tvrdosti po cementaci při 920 °C, $C_p=1,2$ po dobu 24 h, ochlazování pomocí dusíku, popouštění při 575 °C po dobu 5 hodin a při 550 po dobu 5 hodin [39]	36
Obr. 25: Vzorek 1 - Hrubý globulární oxid	39
Obr. 26: Oblast použitá pro stanovení velikosti zrna - 1. blok	39
Obr. 27: Závislost teploty a času - 2. skupina vzorků	41
Obr. 28: Výsledný stav prokování bloku	42
Obr. 29: Závislost teploty a času - 3. skupina vzorků	42
Obr. 30: Průběh teplot při kalení – úvodní zkoušky	44

Obr. 31: Gradient tvrdosti po TZ při kalení z 1040 °C + popouštění 2x 575 °C	45
Obr. 32: Gradient tvrdosti po TZ při kalení z 1090 °C + popouštění 2x 575 °C	45
Obr. 33: Gradient tvrdosti po TZ při kalení z 1000 °C + popouštění 1x 575 °C s ochranou proti oduhlčení	46
Obr. 34: Gradient tvrdosti po TZ při kalení z 1040 °C + popouštění 1x 575 °C s ochranou proti oduhlčení	47
Obr. 35: Terciální karbidické částice – 10 000x	48
Obr. 36: Průběh teplot při kalení – po cementaci v prášku	50
Obr. 37: Gradient tvrdosti po TZ po kalení z 1020 °C + popouštění 150 °C s ochranou proti oduhlčení	51
Obr. 38: Gradient tvrdosti po TZ po kalení z 1020 °C + popouštění 150 + 575 °C s ochranou proti oduhlčení	52
Obr. 39: Gradient tvrdosti po TZ po kalení z 1020 °C + popouštění 150 + 575 + 550 °C s ochranou proti oduhlčení	53
Obr. 40: Mikrostruktura vzorku - 2. skupina, kalení z 1020 °C + 150 + 550 + 575 °C, oblast 0,9 mm od povrchu – 500x.....	53
Obr. 41: Mikrostruktura vzorku - 1. skupina, kalení z 1020 °C + 150 + 550 + 575 °C, oblast 0,6 mm od povrchu – 500x.....	53
Obr. 42: Gradient tvrdosti po TZ po kalení z 1050 °C + popouštění 150 °C s ochranou proti oduhlčení	54
Obr. 43: Mikrostruktura vzorku - 2. skupina, kalení z 1050 °C + 150 °C, oblast 0,3-0,4 mm od povrchu – 200x.....	54
Obr. 44: Mikrostruktura vzorku - 3. skupina, kalení z 1050 °C + 150 °C, oblast 5 mm od povrchu – 200x.....	54
Obr. 45: Gradient tvrdosti po TZ po kalení z 1050 °C + popouštění 150 + 575 °C s ochranou proti oduhlčení	55
Obr. 46: Gradient tvrdosti po TZ po kalení z 1050 °C + popouštění 150 + 575 + 550 °C s ochranou proti oduhlčení	56
Obr. 47: Mikrostruktura vzorku - 3. skupina, kalení z 1050 °C + 150 + 550 +575 °C, oblast 0,8 mm od povrchu – 500x.....	56
Obr. 48: Mikrostruktura vzorku - 1. skupina, kalení z 1050 °C + 150 + 550 +575 °C, oblast 0,7 mm od povrchu – 500x.....	56
Obr. 49: Mikrostruktura vzorku - 2. skupina, kalení z 1050 °C + 150 + 550 +575 °C, oblast 0,3-0,4 mm od povrchu – 500x.....	56
Obr. 50: Mikrostruktura vzorku - 1. skupina, kalení z 1050 °C + 150 + 550 +575 °C, oblast nauhličené vrstvy.....	57
Obr. 51: Mikrostruktura vzorku - 2. skupina, kalení z 1050 °C + 150 + 550 +575 °C, oblast nauhličené vrstvy.....	57
Obr. 52: Mikrostruktura vzorku - 3. skupina, kalení z 1050 °C + 150 + 550 +575 °C, oblast nauhličené vrstvy.....	57

Obr. 53: Mikrostruktura vzorku - 1. skupina, kalení z 1050 °C + 150 + 550 +575 °C, oblast jádra.....	57
Obr. 54: Mikrostruktura vzorku - 2. skupina, kalení z 1050 °C + 150 + 550 +575 °C, oblast jádra.....	57
Obr. 55: Mikrostruktura vzorku - 3. skupina, kalení z 1050 °C + 150 + 550 +575 °C, oblast jádra.....	57
Obr. 56: Rentgenová difrakce nauhličené vrstvy a jádra, vzorek z 2. skupiny	57
Obr. 57: Srovnání míry opotřebení a velikosti karbidických částic po cementaci v prášku s následným kalením a dvounásobným vysokoteplotním popouštěním.....	61
Obr. 58: Srovnání tvrdostí po cementaci v prášku s následným kalením a dvounásobným vysokoteplotním popouštěním	62

Seznam tabulek

Tab. 1: Chemické složení endoatmosféry [17].....	25
Tab. 2: Chemické složení oceli dle W.Nr., ČSN a ASTM [28], [29]	28
Tab. 3: Standardní mikročistota oceli H11 dle ASTM E45 A [30].....	28
Tab. 4: Chemické složení dodané oceli 1.2343.....	38
Tab. 5: Mikročistota dodané oceli 1.2343	38
Tab. 6: Tepelný režim 2. skupiny vzorků.....	41
Tab. 7: Přehledová tabulka skupin vzorků a jejich zpracování.....	43
Tab. 8: Chemické složení terciálních karbidů.....	48
Tab. 9: Chemické složení po cementaci v prášku 1000 °C / 20 h.....	49
Tab. 10: Parametry zkoušky otěruvzdornosti.....	58
Tab. 11: Zkouška metodou Pin on Disc za pokojové teploty.....	58
Tab. 12: Zkouška metodou Pin on Disc za zvýšené teploty.....	59

1 Úvod

Cementace je jednou z mnoha metod chemicko-tepelného zpracování, jejímž cílem je zvýšit mechanické vlastnosti výrobku, zejména tvrdost povrchu. Jednou z nejstarších aplikací cementace v historii může být například v období středověku, kdy kováři vkládali meče do pecí, kde se pro ohřev využívalo organických materiálů, jejichž spalováním vznikaly oxidy uhlíku, které nauhličovaly povrch výrobku a po zakalení zlepšovaly vlastnosti povrchu.

Od této doby se technologie cementace značně zlepšila a zdokonalila. Mezi nejpoužívanější metody cementace patří cementace v plynu, prášku a kapalném prostředí. Nejčastějším typem výrobku, který se dnes zpracovává metodou chemicko-tepelného zpracování cementací, jsou ozubená kola, kde je cílem získat po zakalení velmi tvrdý a otěruvzdorný povrch zubu se zachováním měkkého a houževnatého jádra.

Nástrojové oceli jsou charakterizovány důležitým parametrem, který se nazývá životnost nástroje. Snahou všech technologických zpracování, kterými materiál v průběhu výroby od polotovaru až po hotový výrobek prochází, je zvýšení tohoto parametru a prodloužení provozuschopnosti součásti. Mezi nejčastější finální operace zvyšující životnost nástroje patří zušlechťování. Posléze se mohou nástroje nitridovat, avšak nitridovaná vrstva neproniká do výrazné hloubky a jedná se spíše o desetiny milimetrů až jednotku milimetru od povrchu. Inovativní metodou zvyšování životnosti zápustek by mohla být cementace s následným zušlechtěním, která pro tyto oceli není typickým zpracováním, ale při správném provedení lze dosáhnout příznivé hloubky cementované vrstvy a zvýšení životnosti nástroje.

Cíle této práce jsou optimalizace technologie cementace a dalšího tepelného zpracování u oceli 1.2343 pro práci za tepla, stanovení vlivu stupně prokovaní oceli na průběh cementace a zlepšení průběhu gradientu tvrdosti pro zvýšení životnosti nástrojů vyrobených z této oceli. Předpokládá se testování několika technologických variant procesu cementace na vzorcích z uvedené oceli a následné hodnocení pomocí měření tvrdosti, mikrotvrdosti, metalografických analýz a měření opotřebení za pokojových i zvýšených teplot technikou Pin on Disc.

2 Tváření ocelových polotovarů

V průběhu technologie tváření je nejčastějším cílem změnit geometrii tvářeného materiálu. Během namáhání se uplatňují dvě hlavní složky deformace, elastická a plastická. Elastická složka představuje deformaci, která není trvalá a po uvolnění vnějšího napětí se rozměry výrobku vrátí do původního tvaru. Plastická složka představuje deformaci, která je trvalá a má trvalý vliv na tvar výrobku. Aby nastala plastická deformace, je nutno vyvinout napětí vyšší, než je mez kluzu daného materiálu. Nejčastěji se mechanismus plastické deformace uplatňuje pomocí skluzu dislokací.

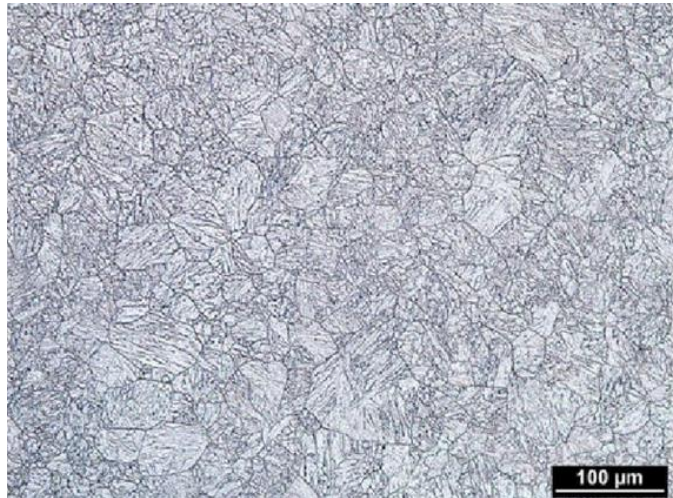
Skluz dislokací se řídí následujícími zákonitostmi [1]:

1. Kluz obvykle nastává v rovinách, které jsou nejhustěji obsazeny atomy.
2. Směr skluzu je totožný se směrem, kde jsou atomy nejhustěji obsazeny.
3. Ze skupiny možných skluzových rovin a směrů se uplatňuje kluzný systém, ve kterém smykové napětí τ dosahuje hodnoty rovné τ_{kr} .
4. Smykové napětí dosahuje maximálních hodnot v rovinách, které jsou skloněny pod úhlem 45° k hlavním rovinám, což jsou ty roviny, kde působí pouze normálové pnutí.

Během procesů tváření dochází také k dalším jevům, např. rozbití licí struktury, viz Obr. 1, zvyšování stupně prokování, zvyšování pevnosti a zjemnění či změna tvaru zrna. Po dokončení tváření je typická zrnitá struktura, viz Obr. 2. Nepřímým ukazatelem kvality materiálu bývá často právě stupeň prokování. S vyšším stupněm se získává vyšší homogenita celého výrobku. Stupeň prokování lze stanovit podle mnoha výpočtů, nejrozšířenější metodou je stanovení na základě poměru průřezu po a před kováním, viz rov. 2.1.



Obr. 1: Metallografický snímek licí struktury [2]



Obr. 2: Metallografický snímek struktury oceli po tváření [3]

$$P_{k1} = \frac{S_1}{S_0} \quad (2.1)$$

Kde P_{k1} je stupeň prokování, S_1 je příčný průřez polotovaru po kování a S_0 je příčný průřez polotovaru před kováním [4].

Příklad složitějšího výpočtu, kde se počítá už i s několika operacemi je nastíněn zde, viz rov. 2.2.

$$P_{k2} = A^n * \frac{S_1^n}{S_0} * \frac{S_1}{S_2} \quad (2.2)$$

Kde P_{k2} je stupeň prokování, A je pēchovací koeficient (volí se od 0,7 až 0,9), n je počet pēchovacích operací, S_0 je plošný obsah středního prūřezu ingotu, S_1 je plošný obsah středního prūřezu pēchovaného ingotu a S_2 je plošný obsah největšího prūřezu vūkovku [5]. Praktická hodnota stupně prokování se pohybuje okolo 3–4 [6].

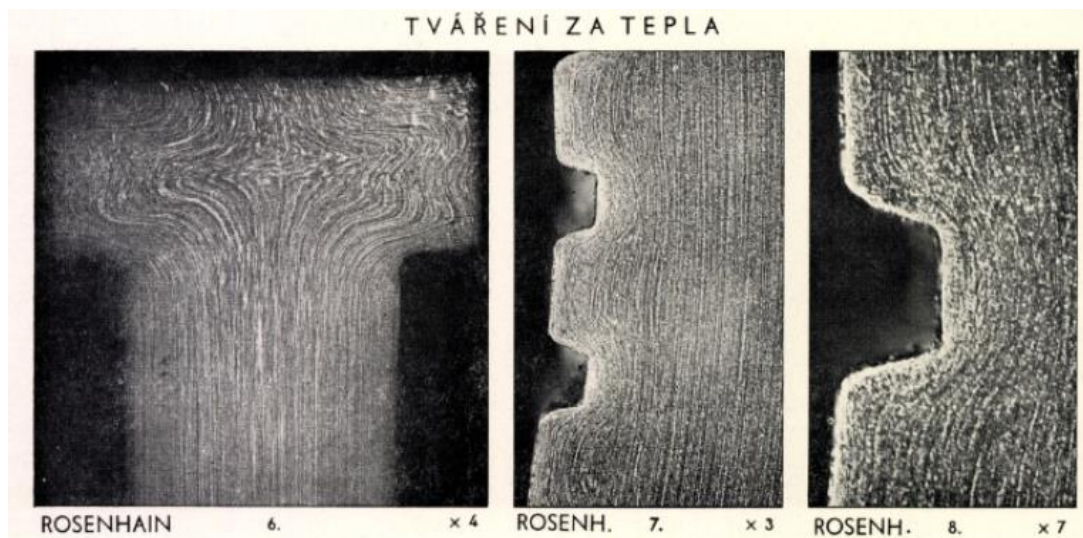
Vzhledem k teplotě procesu se dělí tvāření na dvě hlavní skupiny, a to tvāření za studena a za tepla.

2.1 Tvāření za studena

Tvāření za studena je definované jako tvāření, při němž není teplota materiálu vyšší, než je rekrystalizační teplota materiálu. Ta zpravidla bývá okolo 0,3-0,4 T_t . Zrna materiálu se při tvāření za studena deformují ve směru toku materiálu a zvyšuje se v nich hustota poruch, zejména dislokací. Tvāření v této oblasti teplot mění mechanické vlastnosti, například zvyšuje pevnostní parametry, mez kluzu a mez pevnosti. Zároveň se snižují tažnost a kontrakce [6].

2.2 Tvāření za tepla

Tvāření za tepla je definované jako tvāření, při němž je teplota materiálu vyšší než rekrystalizační teplota materiálu. Často bývá teplota natolik vysoká, že odpevňovací procesy probíhají již během tvāření nebo krátce po něm. Během tvāření dochází také k odstraňování některých typů vad, které mohly vzniknout během tuhnutí ingotu, jedná se např. o bubliny, uzavřené staženiny a menší uzavřené trhliny. Vady, které komunikují s povrchem se při tvāření neopraví. Při tvāření se odstraňuje dendritická struktura a vzniká charakteristická vláknitá struktura, která se vyznačuje usměrněním přítomných nečistot či jiných případných nehomogenit do vláken ve směru toku materiálu, viz Obr. 3. Směr vláken by měl být shodný se směrem největšího normálového napětí, jejich přítomnost je pro ocel dané čistoty příznivá, nicméně pro dosažení pozitivního efektu by vlákna neměla být přerušena, například obráběním [6].

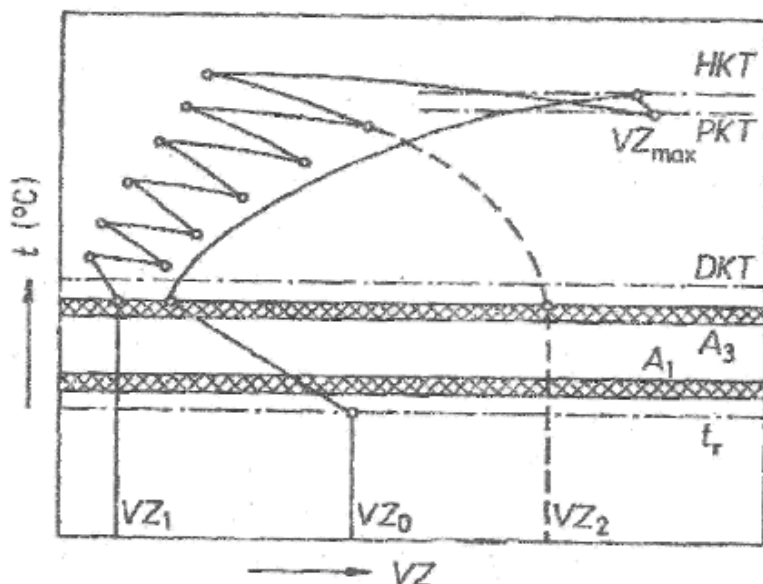


Obr. 3: Vlāknitā struktura vūkovku [2]

Kováním lze značně upravovat velikost zrna vūkovku, a s tím i jeho mechanické a fyzikální vlastnosti. Při ohřevu na horní kovací teplotu dochází vždy ke zhrubnutí austenitického zrna z původní velikosti, následně kování vede ke zjemňování zrna a to jak v austenitické fázi, tak následně ve stavu feriticko-karbidickém. V optimálním případě je konečná velikost zrna menší než vstupní [5]. Tento proces popisuje Obr. 4. Se zmenšující se velikostí zrna roste schopnost difúze uhlíku v materiálu díky zvětšení účinné plochy hranic zrn,

po kterých uhlík difunduje rychleji než uvnitř zrna. Dále je v materiálu po tváření obvykle vyšší množství mřížkových poruch, díky kterým je aktivační energie nutná na zahájení difúze nižší než v počátečním stavu.

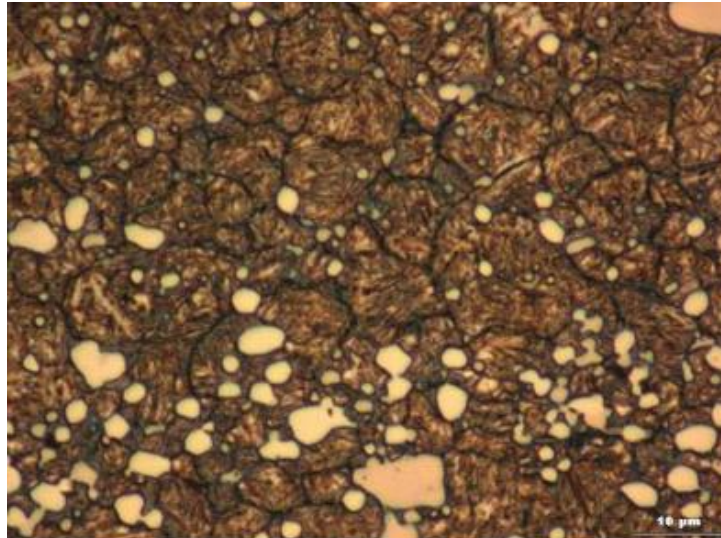
Typickým jevem souvisejícím s tvářením za tepla je oduhličování povrchu, tento jev se dá ale snadno vyřešit, a to pomocí přídavku na opracování, kdy po jeho obrobení získáme neoduhličený povrch [7].



Obr. 4: Průběh změn velikosti zrna při kování [5]

Obecně se teploty tváření pohybují okolo $0,65 - 0,75 T_f$. Při vysokých teplotách klesá odpor materiálu proti deformaci a síly potřebné pro tváření za tepla jsou až 10x nižší než za studena [6].

Nad teplotami tváření jsou oblasti přehřátí a spálení oceli, které mají negativní vliv na strukturu oceli. Přehřátí oceli je charakterizováno jako silné zhrubnutí zrna, které má za následek výrazné zhoršení vrubové houževnatosti a může způsobit selhání dílu, které se projeví typickým hrubozrnným až kamenitým lomem. Jemnozrnnou strukturu lze obnovit pomocí normalizačního žíhání s ohřevem nad A_{c3} , nebo překováním s následným vyžíháním. Speciálním případem přehřátí oceli je spálení, viz Obr. 5. Ke spálení dojde, když je teplota ohřevu natolik vysoká, že dojde k natavení hranic zrn. Zejména při spálení se z hranic zrn uvolňuje síra a fosfor tvořící sulfidy a fosfidy železa, dalším možným jevem je oxidace natavených hranic zrn, která má za následek tvorbu oxidických filmů. Při spálení materiálu dochází k úplnému znehodnocení materiálu [1], [8].



Obr. 5: Mikrostruktura spálené oceli [5]

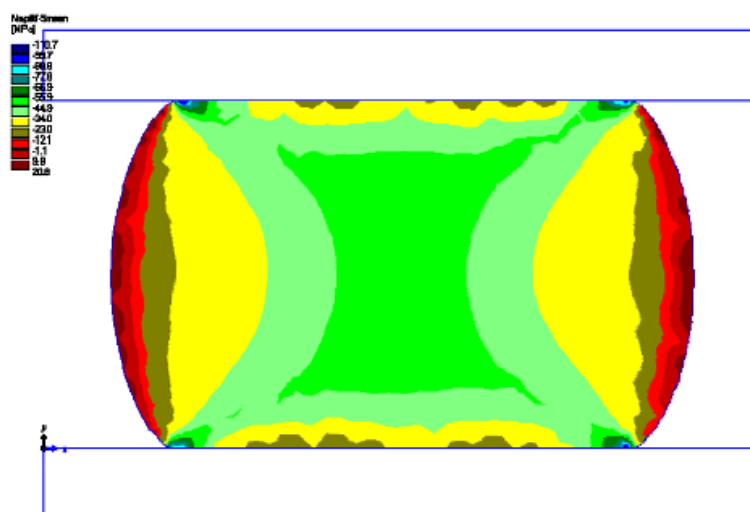
2.2.1 Volné kování

Volné kování je jednou z nejjednodušších metod objemového tváření. Deformace výkovku je realizována pomocí rázových úderů – kování na bucharu, nebo kvazistaticky působící silou – kování pomocí lisu.

Mezi hlavní metody volného kování patří:

1. Pěchování, kdy se zvětšuje průřez výkovku na úkor jeho výšky.
2. Prodlužování, kdy se prodlužuje délka výkovku při současném snižování jeho průřezu.

Při pěchování dochází k deformaci mezi dvěma čelistmi kovadel, viz Obr. 6. Předností této metody je dosažení vysokého stupně prokování materiálu a maximální snížení anizotropie výkovku, typickým znakem pěchovaného polotovaru je soudkovitost. Při pěchování je nutno dbát na to, aby počáteční výška polotovaru byla maximálně 2,5 - 3x větší, než je průměr polotovaru. V případě vysokých a štíhlých polotovarů hrozí zhroucení během tváření a výsledný výkovek má nepravidelný tvar [1].



Obr. 6: Matematický model pěchování [5]

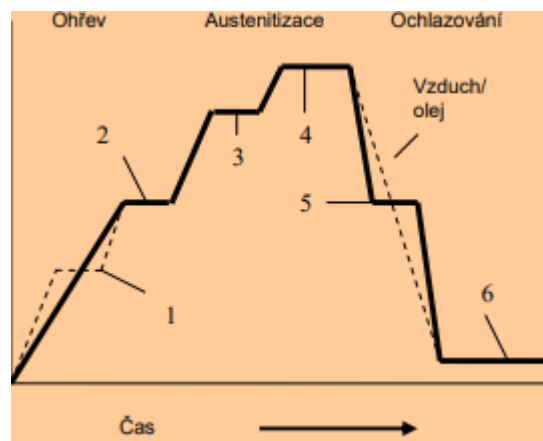
3 Tepelné zpracování nástrojových ocelí pro práci za tepla

Tepelné zpracování ocelí se zabývá problematikou přeměny mikrostruktury pro dosažení požadovaných vlastností. Podstatou každého tepelného zpracování je ohřev s definovanou rychlostí, výdrž na teplotě a ochlazování s definovanou rychlostí. Mezi základní způsoby tepelného zpracování patří žihání, kalení a popouštění.

3.1 Žihání nástrojových ocelí pro práci za tepla

Žihání je metoda tepelného zpracování, kdy se materiál pomalu ohřívá na požadovanou teplotu, dalším krokem je výdrž na této teplotě a posléze se provádí pomalé ochlazování. Podle výše teploty se dělí žihání na žihání s překrystalizací a žihání bez překrystalizace. Protože jsou nástrojové oceli vysoce legované, je často nutné volit stupňovitý ohřev. Cílem je poskytnutí dostatku času pro vyrovnání teplot mezi povrchem a jádrem, nebo pro zajištění plynulé transformace na austenit, viz Obr. 7 [9].

S přibývajícím množstvím legur klesá tepelná vodivost a v případě založení materiálu na vysokou teplotu bez predehřevu hrozí jeho popraskání.



Obr. 7: Průběh ohřevu a ochlazování při kalení nástrojových ocelí pro práci za tepla [10]

3.1.1 Žihání s překrystalizací

Aby byla splněna podmínka překrystalizace, je nutno provádět žihání, při kterém se ohřev provádí minimálně nad teplotu A_{c1} dané oceli. Příkladem takového žihání je u běžných ocelí např. žihání normalizační, základní, nebo žihání ke zhrubnutí zrna [11].

3.1.1.1 Homogenizační žihání

Účelem homogenizačního žihání je vyrovnání chemické nestejnorodosti v celém objemu materiálu. Toto žihání se zejména uplatňuje u ingotů v litém stavu, kde je vysoká nestejnorodost chemického složení. Výše ohřevu a výdrže převyšuje všechny ostatní typy žihání, zpravidla jde o teploty od 1000 do 1250 °C, výdrž bývá v řádech několika hodin. Vzhledem k ekonomické náročnosti této operace bývá často spojováno toto žihání s následným tvářením za tepla. Horní tvářecí teplota je často blízká teplotě homogenizačního žihání daného materiálu [11].

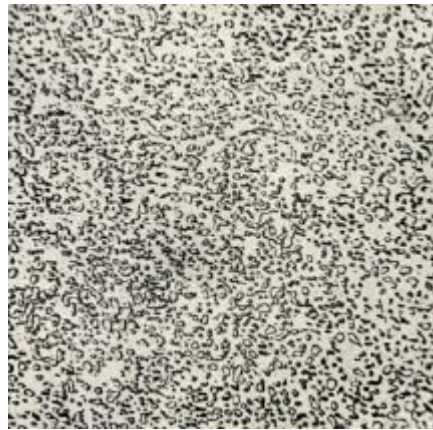
V případě požadavku homogenizace prvků rozpustných ve feritu a lze provádět toto žihání těsně pod hranici teploty A_{c1} dané oceli [11].

3.1.2 Žihání bez překrystalizace

Aby se dalo žihání řadit do skupiny žihání bez překrystalizace, je nutno, aby teplota ohřevu nepřekročila teplotu A_{c1} . Pro binární diagram Fe-Fe₃C tato teplota činí 727 °C.

3.1.2.1 Žihání na měkko

Žihání na měkko je nejčastějším typem žihání nástrojových ocelí pro práci za tepla. Většina těchto ocelí se dodává právě v tomto stavu, aby bylo zajištěno jejich snadné obrobení. Současně je tento stav stavem výchozím pro další tepelné, či chemicko-tepelné zpracování. Technologický postup se skládá z ohřevu na teplotu těsně pod A_{c1} a výdrže po dobu několika hodin, většinou se jedná o cca 2-4 hodiny. Princip snížení tvrdosti spočívá ve vytvoření vhodných podmínek pro přeměnu lamelárního perlitu na globulární, viz Obr. 8, čímž dojde ke snížení tvrdosti. Tento mechanismus lze urychlit pomocí kolísání okolo teploty A_{c1} . S rostoucím obsahem uhlíku se teplota zvyšuje i nad A_{c1} , protože s narůstajícím množstvím karbidů roste potřebná teplota i čas nutný k jejich rozpuštění. S pomalým ochlazováním přes kritické teploty 600-650 °C klesá tvrdost, protože se dosahuje co nejhrubšího globulárního perlitu [11].



Obr. 8: Sferoidizace perlitu při žihání na měkko [2]

3.1.2.2 Žihání ke snížení pnutí

Žihání ke snížení pnutí se provádí zejména po předchozích procesech, které vedly k jeho zvýšení, např. deformace za studena a nerovnoměrné ochlazování. Podmínkou tohoto žihání je, že nesmí dojít ke změně struktury. Technologie žihání se provádí při teplotách nižších než A_{c1} , výdrži na této teplotě a pomalým ochlazením. V případě žihání již popuštěných výrobků, musí být teplota žihání nižší než teplota popouštění, aby nedošlo k nechtěnému snížení tvrdosti [11].

3.2 Kalení nástrojových ocelí pro práci za tepla

Účelem kalení je zvýšení tvrdosti, pevnosti a otěruvzdornosti materiálu, materiál je zahřátý z pravidla na teplotu vyšší než A_{c3} , následuje výdrž na teplotě a následně je ochlazen nadkritickou rychlostí, čímž vznikne nerovnovážná struktura, tvořená martenzitem nebo bainitem. Kalení je možné provádět jako objemové nebo jako povrchové. Jak již bylo řečeno v kapitole 3.1.2.1, žihání na měkko je často vstupní stav před dalším tepelným zpracováním a to z toho důvodu, aby před martenzitickou transformací byl materiál zbaven všech vnitřních pnutí a předešlo se případnému znehodnocení materiálu např. v podobě nežádoucí deformace [7].

3.2.1 Objemové kalení

Pro získání maximální tvrdosti po kalení je nutno zajistit rozpuštění všech karbidů do matrice tvořené austenitem. Pro standardní nízkolegované oceli postačí teplota 30 až 50 °C nad A_{c3} , u vysokolegovaných ocelí, jako jsou například nástrojové oceli pro práci za tepla, je tato teplota závislá na konkrétním množství jednotlivých legur a bývá často vyšší než v předchozím případě. Jak již bylo řečeno v kapitole 3.1, při ohřevu na kalící teploty u nástrojových ocelí je nutno zajistit stupňovitý a pozvolný ohřev. Tento ohřev se může skládat z 2 až 3 prodlev před dosažením kalící teploty. První prodleva se typicky volí okolo 450 až 500 °C s cílem vyrovnání teploty povrchu a jádra. V této oblasti dochází k uvolňování vnitřních pnutí. Bez provedené prodlevy by nerovnoměrně nashromážděné vnitřní pnutí z předchozích operací mohlo způsobit lokální trvalé deformace [9]. Druhá prodleva se volí těsně před dosažením teploty A_{c1} , aby došlo před transformací k rovnoměrnému prohřátí v celém průřezu a transformace proběhla rovnoměrně. Třetí stupeň se volí v oblasti přeměny austenitu, cílem je zaručení plynulé a rovnoměrné transformace. Po výdrži na teplotě kalení následuje nadkritické ochlazování. Charakteristikou nadkritického ochlazení je, že není materiálu poskytnut dostatek času pro vytvoření rovnovážné struktury. Pro nástrojové oceli se nejčastěji volí kalení do oleje, na vzduchu; (vzhledem k tomu, že tyto oceli jsou často samokalitelné); nebo pomocí přetlaku dusíku. Martenzitická transformace je zahájena po dosažení teploty M_s a tvorba martenzitu probíhá až do dosažení teploty M_f . Nikdy ovšem není možné zaručit 100 % obsah martenzitu v celém objemu, teplota M_f leží často pod bodem mrazu a ochlazení na takto nízké teploty je v praxi těžko ekonomicky dosažitelné při hromadné výrobě. V základní struktuře po objemovém kalení zůstává téměř vždy určité množství zbytkového austenitu, obvykle se jedná o jednotky procent [11], [12], [13].

3.2.2 Povrchové kalení

Povrchové kalení je proces, který trvá v řádu několika sekund. Cílem je provést velmi rychlý ohřev na austenitizační teplotu s následným nadkritickým ochlazením. Oproti objemovému kalení se zde zpravidla volí vyšší teplota ohřevu. Výchozí struktura hraje důležitou roli ve schopnosti austenitu rychle rozpustit karbidy. Spolu se zjemněním zrna a rovnoměrností výchozí struktury se zvyšuje rychlost rozpouštění, velmi vhodná výchozí struktura je tedy např. jemný lamelární perlit. Povrchové kalení se nejčastěji provádí pomocí indukce s následnou vodní sprchou, nebo pomocí laseru. Povrchová vrstva zakalená laserem vykazuje lepší vlastnosti, a to zejména díky užšímu tepelně ovlivněnému pásmu [14].

3.3 Popouštění

Popouštění je tepelné zpracování, při kterém ohřev není vyšší než teplota A_{c1} . Princip spočívá v ohřevu na popouštěcí teplotu, výdrži okolo 1-2 hodin a vhodném ochlazení. Cílem popouštění je snížit vnitřní pnutí, které vzniklo při kalení na úkor mírného poklesu tvrdosti a zlepšení houževnatosti. Při popouštění dochází k rozpadu martenzitu a transformaci zbytkového austenitu. Popouštění se standardně dělí na nízkoteplotní do 350 °C a vysokoteplotní nad 450 °C [15].

Vzhledem k aplikaci nástrojových ocelí pro práci za tepla se tyto materiály popouštějí vysokoteplotně a opakovaně. Po prvním popouštění se stále v matici může vyskytovat určité množství zbytkového austenitu. U ocelí s vysokým množstvím legur, zejména Cr, Mo a V, nastává rozpad austenitu až za vyšších teplot, viz Obr. 9 [11]. K jeho přeměně na nepopouštěný martenzit dochází při 2. popouštění, následně lze zařadit ještě 3. popouštění, kdy se tento vzniklý martenzit rozpadne na popouštěný, čímž se dosáhne maximální houževnatosti dané struktury [13].

V případě nevhodně zvolených teplot popouštění může nastat jev zvaný jako popouštěcí křehkost. Popouštěcí křehkost se dělí na nízko a vysokoteplotní. V případě nástrojových ocelí určených pro práci za tepla, je třeba se vyvarovat zejména vysokoteplotní popouštěcí křehkosti. Tato křehkost je vyvolána segregací nečistot na hranic původních austenitických zrn [16].

Míra křehkosti se zvyšuje s obsahem Cr a Ni, náchylnost naopak snižuje Mo a W [11]. Vysokoteplotní popouštění se dá rozdělit na tzv. 4 stádia [16], [11].

1. Stádium

První fáze popouštění nastává při teplotách do 200 °C, hlavním znakem je, že se martenzit přesycený uhlíkem začne rozpadat z tetragonální mřížky na kubickou s nízkouhlíkovým martenzitem. Uhlík, který se při rozpadu vyloučí, vytvoří karbidické fáze $Fe_{2,4}C$, nazývané jako ϵ -karbidy. Struktura po popouštění dosahuje nižšího stavu vnitřní napjatosti a současně nedochází k výraznému snížení tvrdosti.

2. Stádium

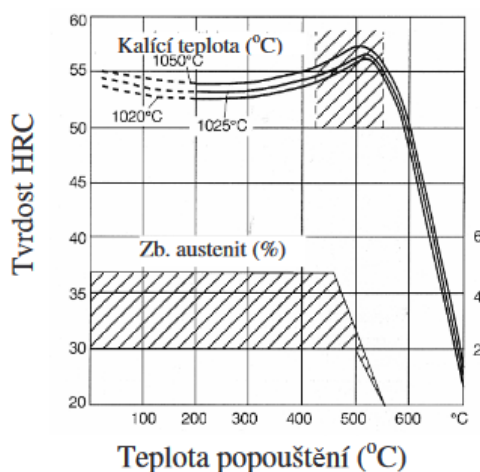
Druhá fáze probíhá v rozmezí teplot od 200 do 300 °C, během této fáze dochází k další precipitaci ϵ -karbidů.

3. Stádium

Třetí fáze spočívá ve vzniku struktury popouštěného martenzitu, k tomuto jevu dochází při teplotách od 300 do 500 °C. ϵ -karbidy se stabilizují na karbidy Fe_3C a současně klesá obsah C v martenzitu a dochází k přeměně na ferit alfa. Při použití nižších teplot (cca do 400 °C) převažuje cementit tyčinkovitých tvarů, při vyšších teplotách vznikají tvary kulovitého cementitu. Vznik těchto dvou fází se v některých publikacích označuje jako sorbitická struktura. Během tohoto stádia popouštění dochází k výraznému snížení tvrdosti, ale také ke zvýšení houževnatosti a snížení vnitřního pnutí. Dále dochází od cca 400 °C k rozpadu zbytkového austenitu na bainitickou strukturu.

4. Stádium

Poslední stádium popouštění nastává při teplotách vyšších než 500 °C. V tomto stádiu dochází k nárůstu tvrdosti a pevnosti v důsledku precipitace karbidů z matrice, tento jev je také nazýván jako sekundární tvrdost a je charakteristický pro nástrojové nebo obecně vysokolegované martenzitické oceli.



Obr. 9: Popouštěcí diagram oceli pro práci za tepla [13]

4 Chemicko-tepelné zpracování

Cílem chemicko-tepelného zpracování (dále jako CHTZ) je vhodné upravení chemického složení povrchových vrstev materiálu pro dosažení lepších mechanických vlastností povrchu, zejména zvýšení tvrdosti, otěruvzdornosti a odolnosti proti opotřebení. CHTZ probíhá obvykle za zvýšených teplot, při kterých se zvyšuje rychlost sycení povrchu daným prvkem. Mezi nejčastější CHTZ patří cementace a nitridace, méně časté jsou dále např. karbonitridace, nitrocementace a boridace.

4.1 Cementace

Proces cementace spočívá v sycení povrchu uhlíkem. Zvýšený obsah uhlíku se projevuje po zakalení zvýšeným množstvím karbidů, což má za následek zvýšení tvrdosti povrchových vrstev materiálu. Mezi základní typy cementace patří cementace v plynu, prášku a kapalném prostředí. K cementaci se obvykle používají nízkouhlíkové oceli, kde je přínos tvrdého povrchu a houževnatého jádra nejvyšší. Po zakalení těchto ocelí se často provádí popouštění na nízkou teplotu (do 200 °C) pro zachování nejvyšší možné tvrdosti s mírným nárůstem houževnatosti. Cementovaná vrstva má typický obsah uhlíku okolo 0,8 % [17].

Při kalení dochází k distorzi vlivem změny mřížky austenitu na martenzit. Martenzit má vyšší měrný objem než austenit, což způsobuje, že po zakalení se v povrchové vrstvě vyskytuje vhodné tlakové napětí, které zabraňuje tvorbě únavových trhlin a má kladný vliv na životnost povrchu [18], [19].

Změnu objemu z austenitu na martenzit popisuje rov. 4.1.1.

$$\Delta V = 4,64 - 0,53 * (\% C). \quad (4.1.1)$$

Kde ΔV je změna objemu a % C je množství uhlíku v matrici [20].

4.1.1 Příprava cementační vsázky

Nečistoty na povrchu, zejména zbytky oleje mají nežádoucí vliv na průběh cementace a přestup uhlíku do povrchu. Před cementací je vždy nutné provést důkladné očištění. Čištění může probíhat pomocí např. pomocí alkalických roztoků, nebo pomocí nepolárních rozpouštědel [20].

4.1.2 Cementace v plynném prostředí

Cementace v plynném prostředí se provádí při teplotách od 850 °C a vyšších [20]. Cementační atmosféra se produkuje buď přímo v retortě pece nebo v endogenerátorech. Jako zdroj uhlíku pro sycení povrchu se nejčastěji používá zemní plyn, dá se ale využít i dalších chemických sloučenin jako jsou např. methanol či isopropanol.

4.1.2.1 Cementace v endoatmosféře

Endoatmosféra se skládá ze směsi plynů CO, N₂, CO₂, H₂O a CH₄. Atmosféra se produkuje v endogenerátorech pomocí rozpadu kapalných látek např. methanolu, isopropanolu nebo pomocí rozpadu plynných uhlovodíků, např. methanu a propanu se vzduchem [20].

V peci se udržuje lehký přetlak, a to z důvodu zabránění kontaminaci okolním vzduchem, který by výrazně ovlivňoval nauhličující potenciál atmosféry [17]. Samotná endoatmosféra má nízký účinek cementace a vyžadovala by velké průtoky plynu, proto se nauhličující potenciál endoatmosféry obohacuje dalšími plyny bohatými na uhlík [21]. Typické složení takovéto atmosféry popisuje Tab. 1.

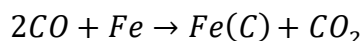
Tab. 1: Chemické složení endoatmosféry [17]

Složka	N ₂	H ₂	CO	CO ₂	CH ₄	H ₂ O	O ₂
Přibližné zastoupení v hm. %	40	40	20	0,3	0,5	0,8	0.2

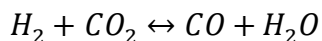
Způsobů, jak dosáhnout atmosféry se zvýšeným nauhličujícím potenciálem je několik, může se používat například methan, propan, či jiné uhlovodíky [22].

Během cementace probíhá řada chemických reakcí. Tyto reakce se dělí na dvě základní skupiny: zvyšující nauhličující potenciál s produkty CO a snižující nauhličující potenciál s produkty CO₂ a H₂O [23].

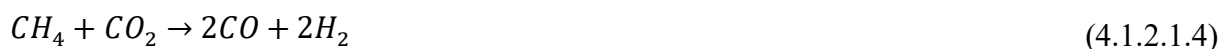
K nauhličování dochází především díky reakci oxidu uhelnatého s povrchem železa, viz rov. 4.1.2.1.1.



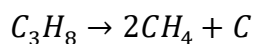
Vodík zvyšuje koncentraci oxidu uhelnatého, protože reaguje s oxidem uhličitým, viz rov. 4.1.2.1.2. Tato rovnice se také nazývá jako tzv. rovnice vodního plynu a stanovením poměru CO/CO₂ a H₂/H₂O se určuje cementační potenciál [17].



Štěpení methanu probíhá při teplotách od 700 °C a vyšších. Přiváděním methanu do atmosféry cementační retorty se zvyšuje uhlíkový potenciál, viz rov. 4.1.2.1.3, 4.1.2.1.4 a 4.1.2.1.5 [17].



V případě použití vyššího uhlovodíku, než je methan dochází ke krakování – štěpení na kratší řetězce, viz rov. 4.1.2.1.6 [17].



Jak již bylo řečeno, obohacovat atmosféru lze také pomocí kapalných uhlovodíků. Rozpad methanolu během cementace popisují rov. 4.1.2.1.7 a 4.1.2.1.8 [24].



4.1.2.2 Měření nauhličujícího potenciálu Cp

Nauhličující potenciál je parametr atmosféry, který udává množství uhlíku, které by v této atmosféře absorbovalo čisté železo mechanismem difúze. Aby docházelo k přestupu uhlíku směrem do jádra materiálu, musí být nauhličující potenciál vyšší než množství uhlíku v povrchové vrstvě.

Jak již bylo řečeno, nauhličující potenciál se dá měřit pomocí poměru parciálních tlaků CO/CO₂ a H₂/H₂O, viz rov. 4.1.2.2.1., kde a_c je termodynamickou aktivitou uhlíku, p_{H_2O} je parciální tlak vodní páry, p_{CO} je parciální tlak oxidu uhelnatého a p_{H_2} je parciální tlak vodíku [20].

$$K = \frac{a_c p_{H_2O}}{p_{CO} p_{H_2}} \quad (4.1.2.2.1)$$

Další možnou metodou měření nauhličujícího potenciálu je měření pomocí rosného bodu, viz rov. 4.1.2.2.2 [20].

$$\text{Rosný bod} = \frac{5422,18}{14.73316 - \ln p_{H_2O}} - 273,15 \quad (4.1.2.2.2)$$

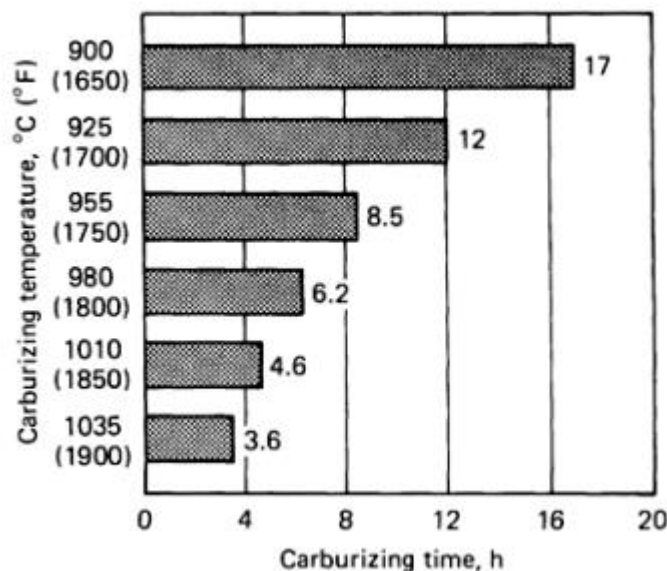
Častěji využívaným způsobem měření je uhlíková, respektive kyslíková sonda. Tato sonda funguje na stejném principu jako lambda sonda ve spalovacích motorech automobilů, kde určuje množství kyslíku potřebného pro dokonalé spálení veškerého paliva. V případě cementace se měří množství kyslíku vyskytujícího se v peci [22].

4.1.2.3 Přestup uhlíku do povrchu

Množství uhlíku absorbovaného povrchem, je závislé na třech hlavních parametrech. Jde o teplotu, při které cementace probíhá, o čas, respektive dobu cementace a složení cementační atmosféry.

Jak již bylo řečeno v úvodu, cementace v plynu probíhá od teplot 850 °C a vyšších. Teplota má zásadní vliv na difúzi uvnitř materiálu. Přírůstek nasyceného uhlíku při 925 °C je cca o 40 % vyšší než při 870 °C [20]. Teploty okolo 925 °C jsou často používané v praxi, protože jde o kompromis mezi rychlostí sycení uhlíkem a nežádoucím hrubnutím zrna během cementace.

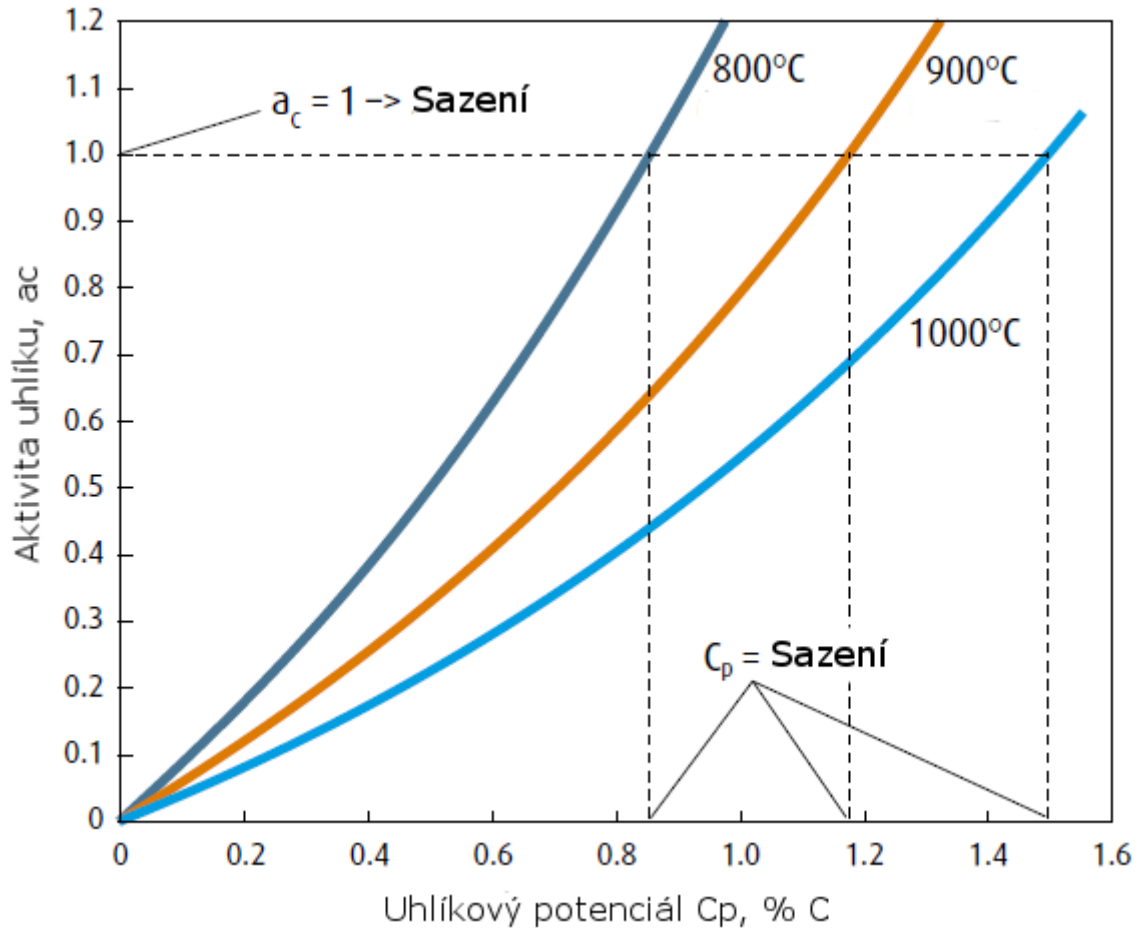
Doba, po kterou jsou součásti cementovány, výrazně ovlivňuje hloubku nauhličené vrstvy. Při cementaci za standardních teplot dochází k nauhličení vrstvy cca 0,1 mm za 1 h cementace. Obr. 10 zobrazuje, kolik hodin je potřeba cementovat při dané teplotě pro dosažení hloubky cementované vrstvy 1,5 mm [20].



Obr. 10: Závislost času a teploty pro dosažení hloubky cementované vrstvy 1,5 mm [20]

Pro každou cementační teplotu existuje nauhličující potenciál, kdy je aktivita uhlíku $a_c = 1$ a sycení povrchu probíhá maximální rychlostí.

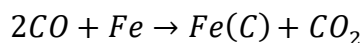
Během cementace mohou také probíhat nežádoucí jevy, např. sazení, a to zejména při nevhodném zvolení cementační teploty a nauhličujícího potenciálu, viz Obr. 11.



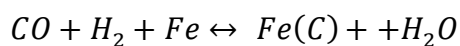
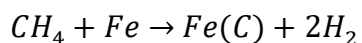
Obr. 11: Aktivita uhlíku a uhlíkový potenciál v závislosti na teplotě [25]

Samotný přestup uhlíku z prostředí do oceli se uskutečňuje pomocí disociace oxidu uhelnatého, methanu vyjádřeno rovnicí vodního plynu, viz rov. 4.1.2.3.1, 4.1.2.3.2 a 4.1.2.3.3.

(4.1.2.1.3)



(4.1.2.1.4)



(4.1.2.1.5)

Vytvoření cementační vrstvy po nasycení povrchu se uskutečňuje mechanismem difúze uvnitř materiálu [26].

5 Představení oceli 1.2343

Ocel 1.2343 dle W.Nr., dále známá jako H11 dle AISI či 19 552 dle ČSN, je nástrojová ocel pro práci za tepla. Tato ocel nachází velmi časté využití jako materiál pro nástroje pro tváření za tepla, zejména pro tvorbu zápustek. Další použití jsou např. vysoce namáhané konstrukční díly. Dále se využívá u forem pro tlakové lití lehkých kovů [27]. Chemické složení dle W.Nr., ASTM a ČSN je uvedeno v Tab. 2.

Tab. 2: Chemické složení oceli dle W.Nr., ČSN a ASTM [28], [29]

Norma	Chemické složení v %							
	C:	Mn:	Si:	P:	S:	Cr:	Mo:	V:
W.Nr	1.2343							
	0.33 - 0.41	0.25 - 0.50	0.80 - 1.20	<0.03	<0.02	4.80 - 5.50	1.10 - 1.50	0.30 - 0.50
ČSN	19 552							
	0.32 - 0.42	0.20 - 0.50	0.80 - 1.20	<0.03	<0.03	4.50 - 5.50	1.20 - 1.50	0.30 - 0.50
ASTM	AISI H11							
	0.33 - 0.43	0.20 - 0.60	0.80 - 1.25	<0.03	<0.03	4.75 - 5.50	1.10 - 1.60	0.30 - 0.60

Vzhledem k aplikacím je požadována vysoká čistota oceli. Typická mikročistota dle ASTM E45 A – metoda nejhoršího pole dosahuje hodnot, viz Tab. 3.

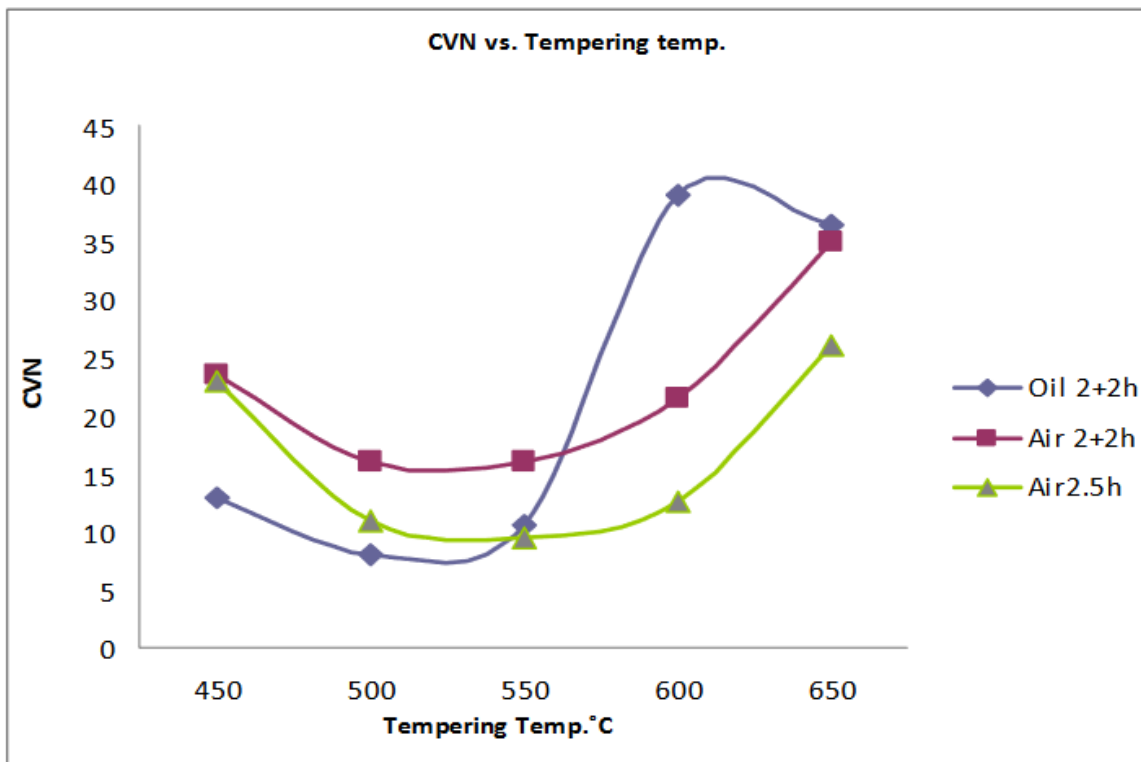
Tab. 3: Standardní mikročistota oceli H11 dle ASTM E45 A [30]

Typ vměstku A		Typ vměstku B		Typ vměstku C		Typ vměstku D	
Jemný	Hrubý	Jemný	Hrubý	Jemný	Hrubý	Jemný	Hrubý
2	1	1	1	1	0,5	1,5	1

5.1 Mechanické vlastnosti

Materiál se vyznačuje dobrou odolností proti tepelnému zatěžování a teplotním rázům. Další z důležitých vlastností je vysoká vrubová houževnatost, která dosahuje až 40 J při popuštění na teplotě 600 °C a zakalení v oleji. Další závislosti vrubové houževnatosti na metodě tepelného zpracování popisuje Obr. 12 [31].

Po zakalení lze dosáhnout tvrdosti až 57 HRC a následně se popouští obvykle na 50–52 HRC, ne však méně než 45 HRC. Mez pevnosti po zakalení dosahuje až 2000 MPa a mez kluzu 1650 MPa s poměrným prodloužením až 9 % [32] a kontrakcí 30 % [33].



Obr. 12: Závislost vrubové houževnatosti na tepelném zpracování oceli 1.2343 [31]

5.2 Tepelné zpracování oceli 1.2343

5.2.1 Žihání na snížení vnitřního pnutí

Žihání pro snížení vnitřního pnutí se provádí ohřevem na teploty do 650 °C s následnou výdrží 1–2 hodiny a ochlazováním na vzduchu. V případě žihání v již popouštěném stavu musí být teplota žihání nižší, než byla teplota popouštění [35].

5.2.2 Žihání na měkko

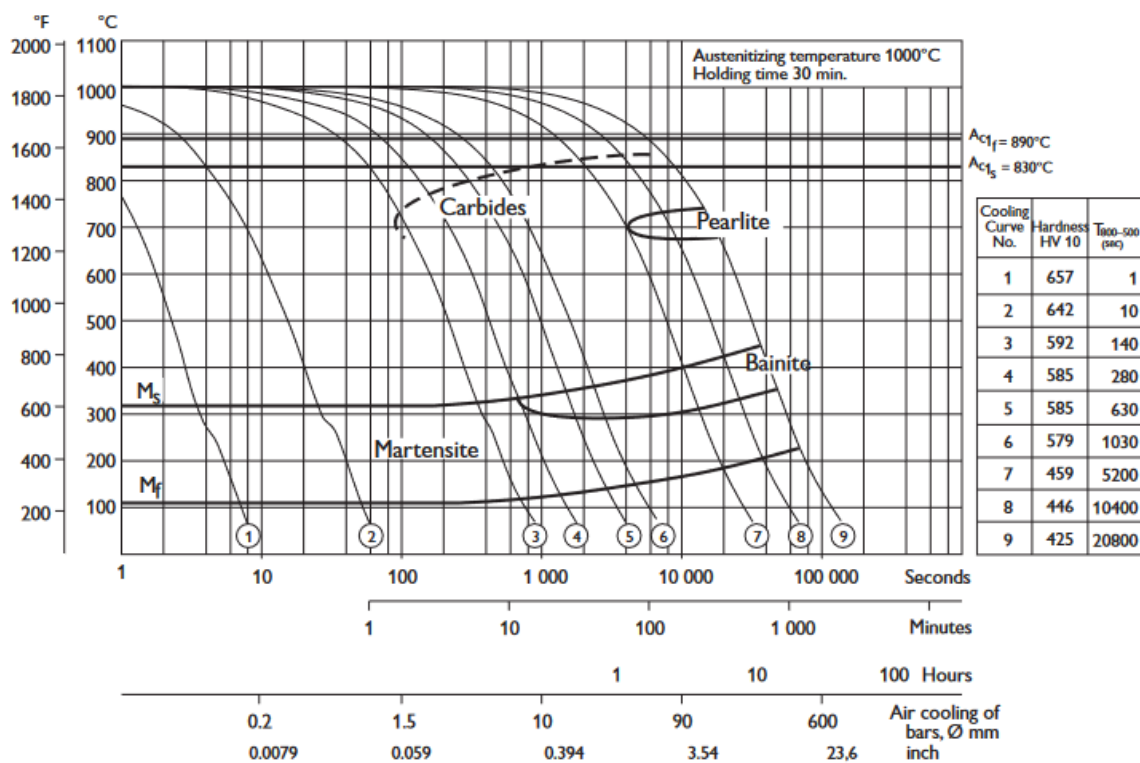
Žihání na měkko se provádí ohřevem na 760–780 °C, výdrží od 2 do 4 hodin a pomalým ochlazováním v peci [29], po dosažení teploty 650 °C a nižší lze dále ochlazovat na vzduchu [30]. Výsledná tvrdost je cca 229 HB.

5.2.3 Tváření za tepla

Tváření za tepla probíhá za teplot od 900 do 1100 °C s následným ochlazováním v peci.

5.2.4 Kalení

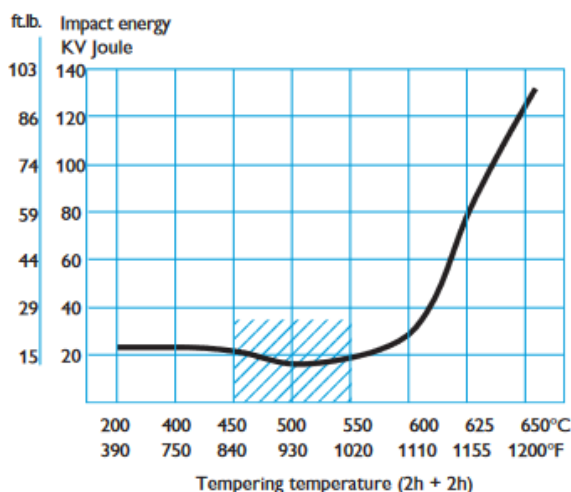
Ocel 1.2343 je samokalitelná na vzduchu, v praxi se často kalí ochlazováním v olejové lázni, nebo pomocí přetlaku dusíku. Doporučená teplota kalení je od 1000 do 1050 °C, přičemž ohřev se provádí minimálně se dvěma výdržemi na teplotách nižších, než je teplota kalení. Obvykle je první výdrž v oblasti od 600 do 650 °C a druhá od 820 do 850 °C, při zařazení třetí výdrže se volí teplota druhé na 820 °C a třetí na 900 °C [35]. Příklad kalení z 1000 °C zobrazuje ARA diagram na Obr. 13.



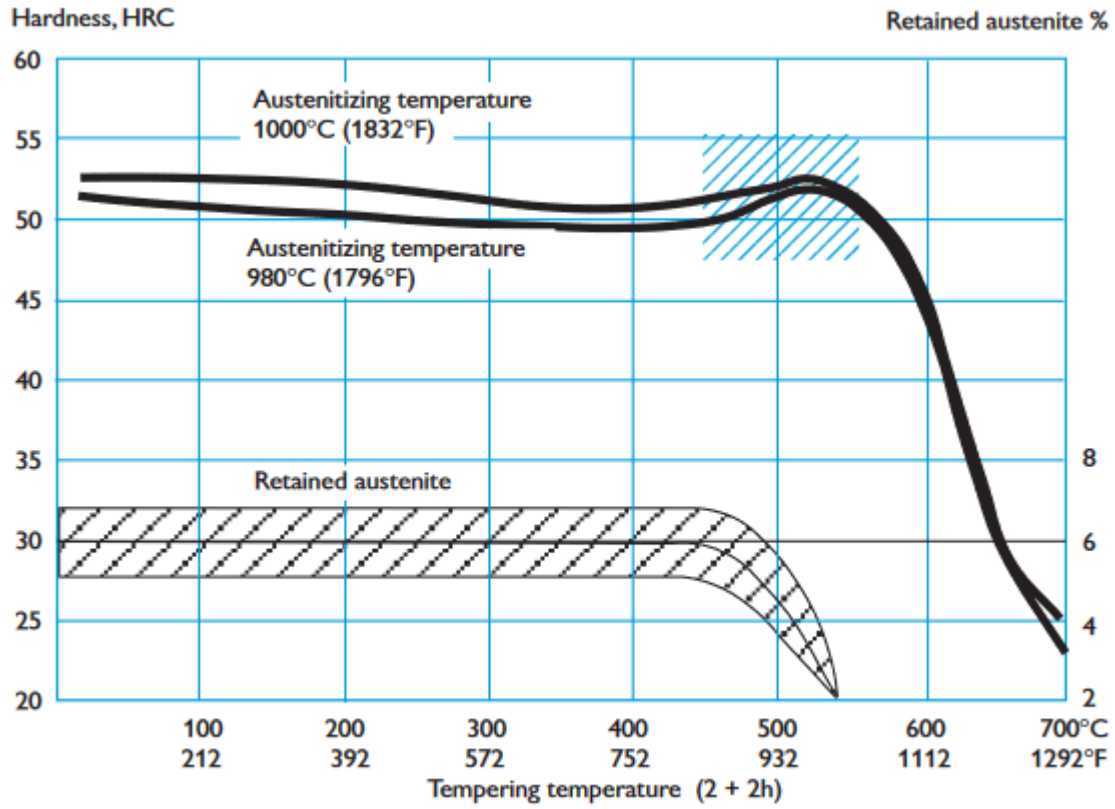
Obr. 13: ARA diagram pro ocel 1.2343 při ochlazování z 1000 °C [35]

5.2.5 Popouštění

Jak již bylo řečeno, nástrojové oceli pro práci za tepla se popouštějí minimálně 2x po sobě. Přičemž při 2. popouštění není teplota vyšší, než teplota při 1. popouštění. Při popouštění je důležité vyhnout se oblasti popouštěcí křehkosti, která nastává při teplotách od 430 do 550 °C, viz Obr. 14. Obvykle se popouštěcí teploty volí od 550 do 650 °C v závislosti na požadované tvrdosti. Doba popouštění je cca 2 hodiny na tloušťku 30 mm [30]. Tvrdost v závislosti na teplotě popouštění při kalení z 1000 a 980 °C popisuje Obr. 15 [35].



Obr. 14: Závislost vrubové houževnatosti na teplotě popouštění [35]



Obr. 15: Tvrdost oceli 1.2343 v závislosti na teplotě popouštění [35]

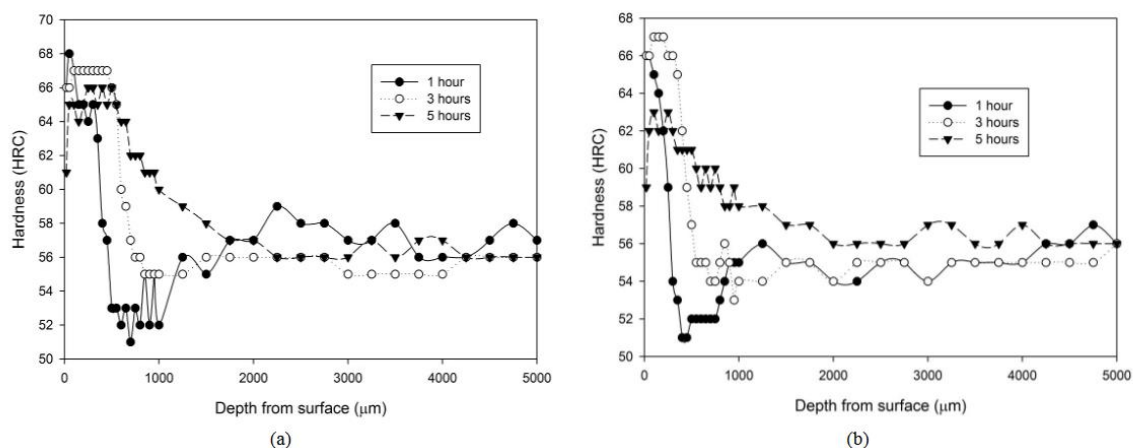
6 Výzkum cementace u oceli 1.2343

Ocel 1.2343 není určena pro cementaci, a proto k tomuto tématu zatím neexistuje žádný oficiální předpis, který by udávala norma. Do současnosti nebylo provedeno mnoho experimentálních měření a studií na toto téma.

6.1 Cementace v prášku

U oceli 1.2344, která se od oceli 1.2343 liší pouze obsahem vanadu, byla provedena cementace v prášku, při teplotě 1020 °C po dobu 1, 3 a 5 hodin, s následným kalením z této teploty, přičemž jako médium byl použit vzduch a voda. Po kalení byly dosaženy hodnoty tvrdosti zobrazené na Obr. 16 [36].

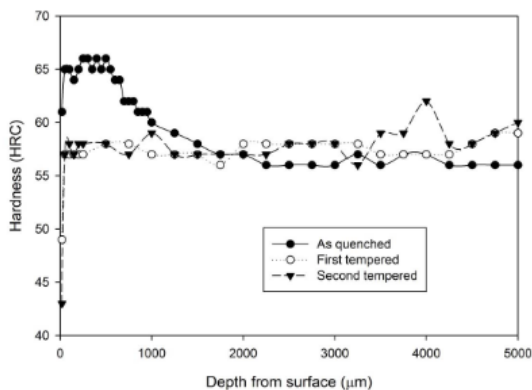
V obou případech lze vidět efekt zvýšeného obsahu uhlíku na povrchu v podobě zvýšené tvrdosti oproti jádru. Negativním jevem je zde rapidní pokles tvrdosti v oblasti od 0,3 do 1 mm od povrchu.



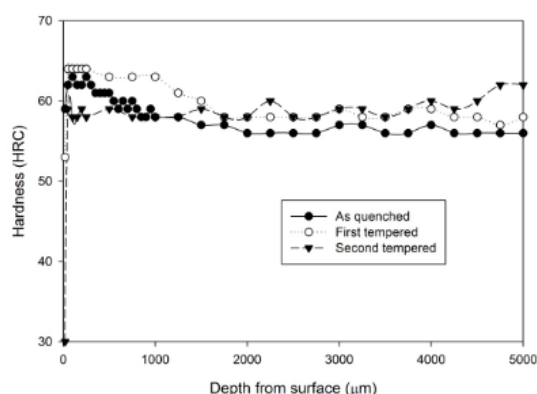
Obr. 16: Gradient tvrdosti po cementaci v prášku a kalení z 1020 °C a) ochlazování na vzduchu, b) ochlazování ve vodě [36]

Po kalení bylo následně provedeno dvoustupňové popouštění, první na 540 °C po dobu 4 hodin a druhé popouštění na teplotě 595 °C také po dobu 4 hodin. Popouštění bylo provedeno ve vakuové peci pro zabránění dezoxidace povrchu. Obr. 17 a 18 zobrazuje gradient tvrdosti v případě popouštění vzorků, které byly vystaveny cementaci v prášku po dobu 5 hodin.

Po popouštění lze vidět, že efekt cementované vrstvy prakticky vymizel a tvrdost jádra se vyrovnala povrchu v celé měřené délce, viz stav a, ve stavu b je po prvním popouštění vidět lehký gradient klesající tvrdosti od povrchu, ale po 2. popouštění nastává stejný jev jako v prvním případě [36].



Obr. 17: a) Gradient tvrdosti po popouštění [36]



Obr. 18: b) Gradient tvrdosti po popouštění [36]

Závěrem lze říci, že vliv cementace v prášku s danými parametry nemá výrazný vliv na konečný stav [36].

6.2 Cementace v kapalném prostředí

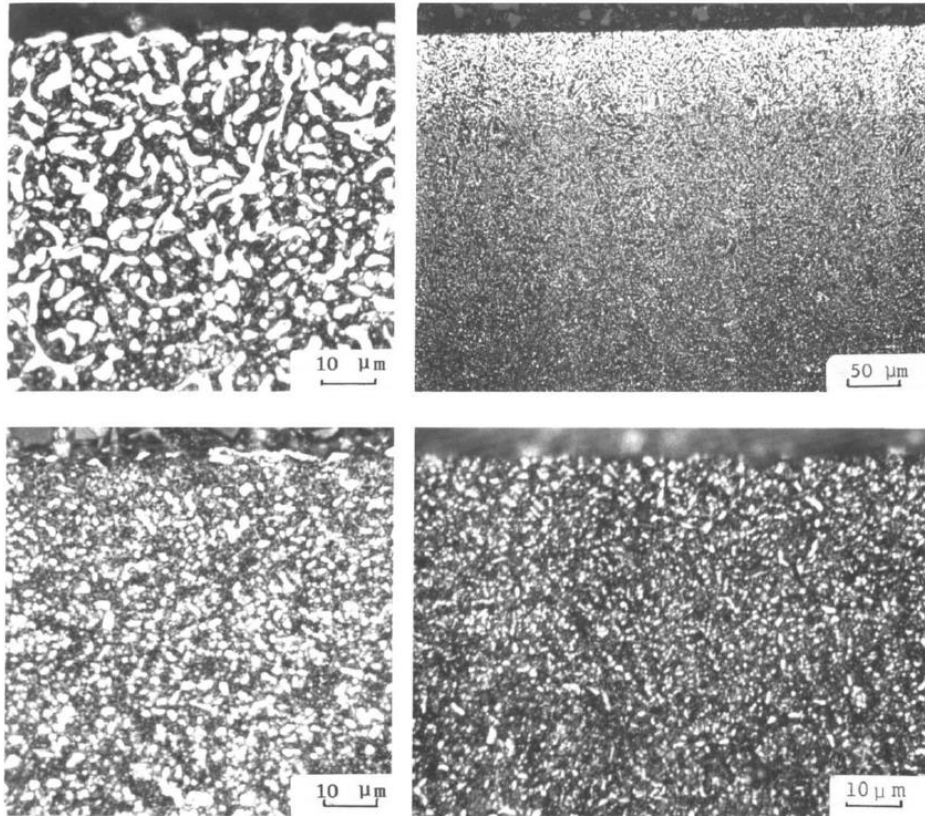
Další práce se zaměřovala na vyhodnocení odolnosti proti opotřebení oceli 1.2344 při cementaci v kapalném prostředí. Nauhličování probíhalo v kyanidu sodném při teplotě 840 °C po dobu 30 minut. V experimentální části byl proveden test odolnosti proti opotřebení povrchu metodou Pin on Disc, přičemž cementovaný vzorek měl o cca 17 % nižší množství odebraného materiálu z povrchu než vzorek v původním stavu [37].

6.3 Cementace pomocí plazmatu

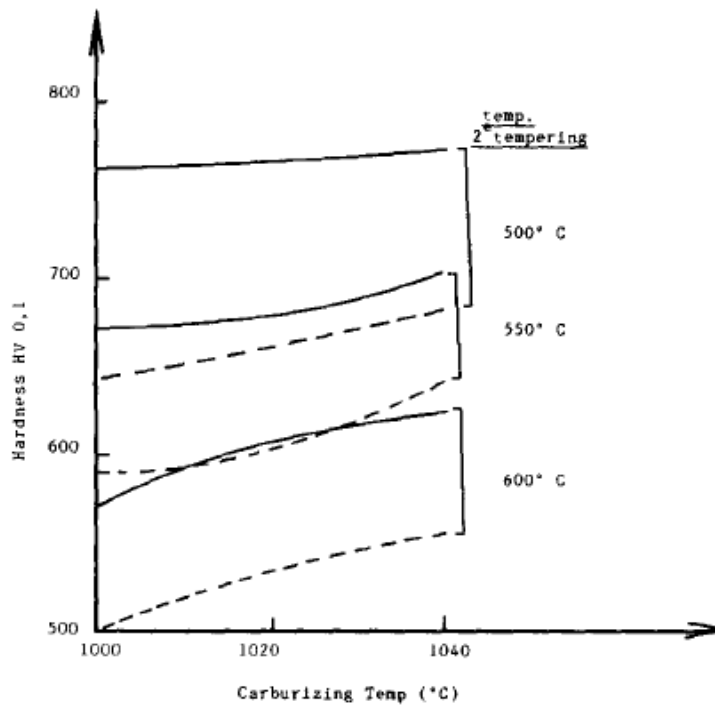
Nekonvenční a moderní technologie cementace oceli pomocí plazmatu byla zkoumána na ocelích 1.2343 a 1.2344. V roce 1991 proběhl jeden z prvních výzkumů tzv. metody „supercarburizing“, při kterém bylo cílem nasytit zrna austenitu za hranici rozpustnosti uhlíku. Cementace proběhla pomocí ohřevu a cementace ve vakuové peci. Samotná cementace probíhala při teplotách 1000 °C po dobu 3x15 min. sytících fází, mezi kterými byly vloženy 3x30 min. difúzní fáze. Zakalení proběhlo z 1000 °C a vzorky byly následně popouštěny na teploty od 500 do 600 °C ve vakuové peci [38].

Dále proběhly další studie, které se zaměřovaly na vliv nauhličení vzhledem k teplotě cementace a vliv na výslednou strukturu. Teploty byly zvoleny v hodnotách 1000, 1020 a 1040 °C, přičemž zvýšená teplota neměla efekt na maximální množství uhlíku v povrchu, které činilo 1,3 – 1,4 % C. Měla ovšem vliv na výslednou strukturu. Při teplotě 1000 °C bylo na povrchu větší množství jemných karbidů a se vzrůstající teplotou docházelo ke snižování jejich počtu a jejich hrubnutí, viz Obr. 19 [38].

Na Obr. 20 jsou zobrazeny tvrdosti jádra a povrchu v závislosti na teplotách kalení a popouštění. Maximální dosažená tvrdost povrchu při popouštění na 550 °C dosahovala cca 675 HV 0,1.



Obr. 19: Mikrostruktura povrchové vrstvy po cementaci a následném kalení při 1040, 1020 a 1000 °C [38]



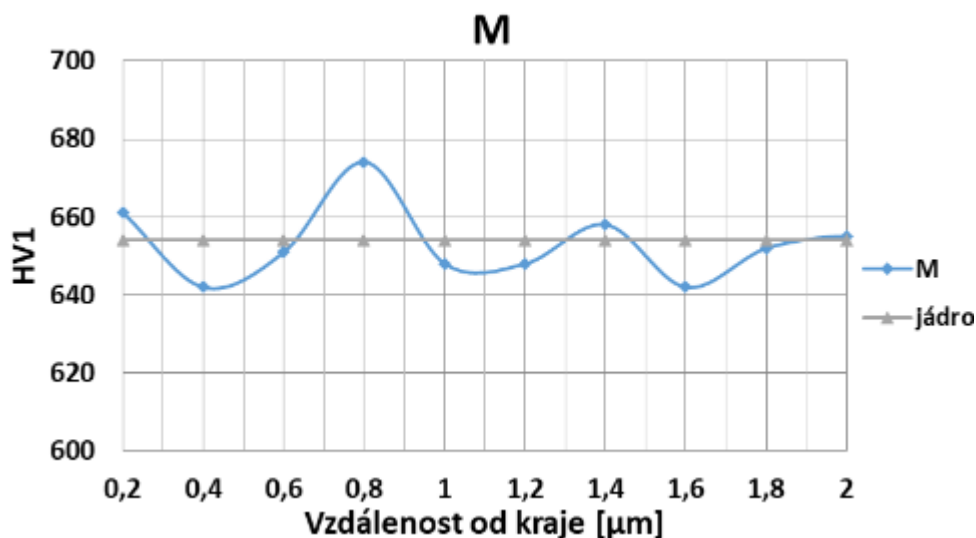
Obr. 20: Gradient tvrdosti jádra (---) a tvrdosti povrchu (.) po kalení a dvojitým popouštění při 500 °C/1 h a 500, 550 a 600 °C/1 h [38]

6.4 Cementace v plynu

Ve společnosti COMTES FHT a.s. probíhá výzkum cementované vrstvy u oceli 1.2343 od roku 2021.

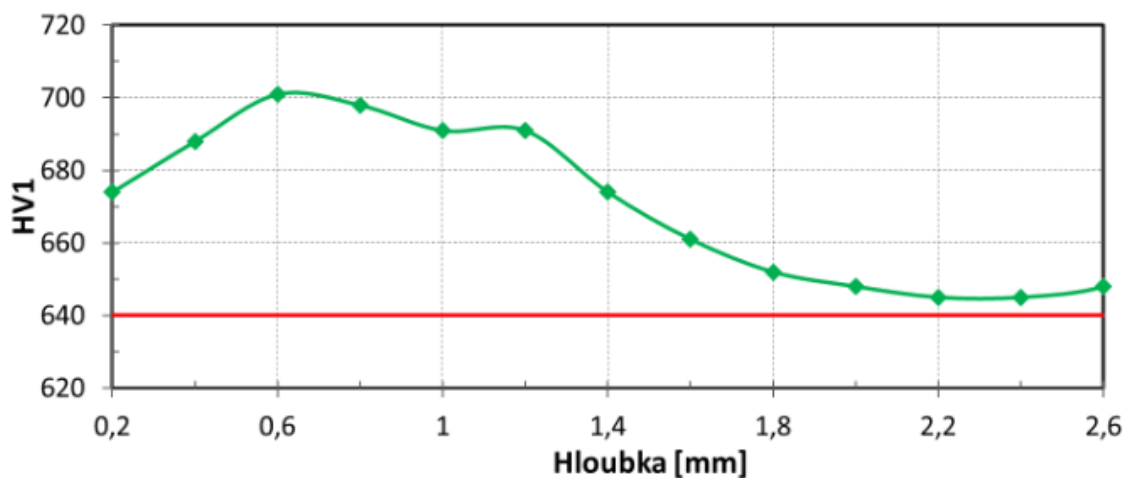
6.4.1 Experimentální program roku 2021

Experiment byl prováděn při teplotě 980 °C, nauhličující potenciál C_p byl nastaven na hodnotu 1,2 a doba cementace byla zvolena 12 hodin. Nauhličující atmosféra byla produkována z methanolu a propanu. Po uplynutí 12 hodin byl proveden proplach dusíkem a následovalo okamžité zakalení do oleje. Následovalo popuštění na 500 °C. Tvrdost od povrchu byla měřena na třech různých místech s krokem 0,2 mm, přičemž profil nevykazoval zvýšenou tvrdost v oblasti nauhličení, viz Obr. 21 [39].



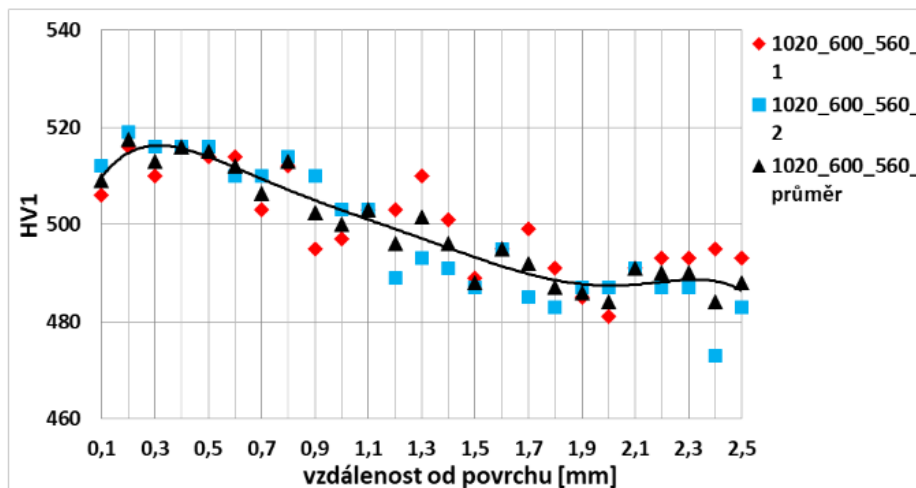
Obr. 21: Gradient tvrdosti po cementaci při 980 °C, $C_p=1,2$ po dobu 12 h, ochlazování v oleji, popouštění při 500 °C po dobu 2 hodin [39]

Další experiment byl proveden při nauhličujícím potenciálu $C_p = 1,5$, kalící teplota byla snížena na 920 °C a teplota popouštění byla 200 °C. Zbylé parametry zůstaly zachovány. V profilu tvrdosti je patrná nauhličená vrstva do hloubky cca 2 mm, přičemž povrch vykazuje oduhličení do cca 0,6 mm, viz Obr. 22 [39].



Obr. 22: Gradient tvrdosti při $C_p=1,5$ [39]

Poslední experiment se zaměřil na vakuové kalení cementovaného vzorku s cementační teplotou 980 °C a kalící teplotou 1020 °C, následně bylo provedeno nízkoteplotní popouštění při 200 °C a dvojitě vysokoteplotní popouštění při 600 a 560 °C. Na Obr. 23 je zobrazen profil tvrdosti po posledním popouštění na 560 °C, přičemž je vidět vliv cementace v podobě zvýšené tvrdosti až do cca 1,9 mm od povrchu. Oduhličení dosahuje cca 0,3 mm od povrchu [39].

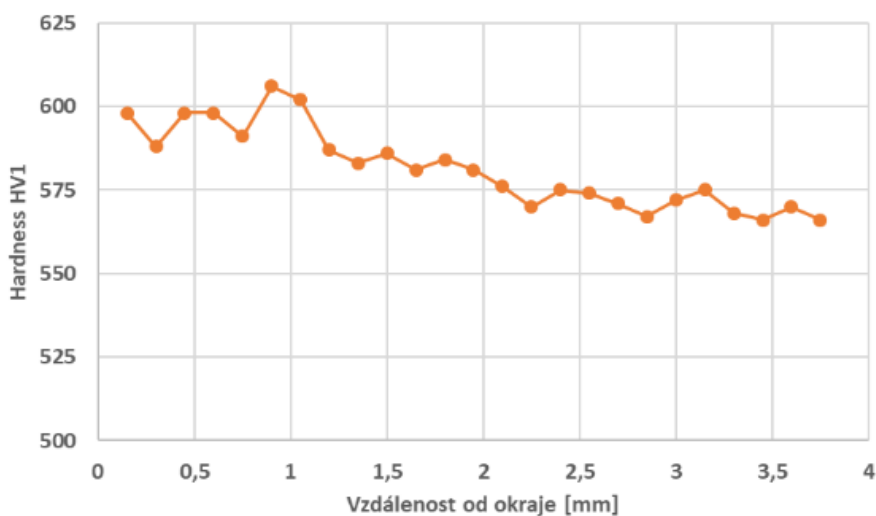


Obr. 23: Gradient tvrdosti při kalení z 1020 °C, popouštění při 600 °C po dobu 2 hodin a 560 °C po dobu 2 hodin [39]

6.4.2 Experimentální program roku 2022

V roce 2022 proběhl experiment s cementační teplotou 920 °C po dobu 24 hodin, cementační potenciál byl snížen na 0,9, kalící teplota byla 1030 °C, první popouštění proběhlo při 575 °C a druhé při 550 °C, každé po dobu 5 hodin, veškeré tepelné zpracování proběhlo ve vakuové peci z důvodu zabránění oduhličení povrchu. Experiment byl proveden na zápustce o hmotnosti cca 150 kg [39].

Povrchová tvrdost dosahuje hodnot od 600 do 610 HV1 do hloubky cca 1,2 mm, následně dochází k pomalému poklesu gradientu až do hloubky cca 2,5 mm, kde se tvrdost ustálila na cca 565 HV1, viz Obr. 24.



Obr. 24: Gradient tvrdosti po cementaci při 920 °C, Cp=1,2 po dobu 24 h, ochlazování pomocí dusíku, popouštění při 575 °C po dobu 5 hodin a při 550 po dobu 5 hodin [39]

7 Úvod do experimentální části

Cílem experimentální části diplomové práce bylo provedení nauhličení povrchu u oceli 1.2343 s nalezením optimální technologie a parametrů pro cementaci a následné tepelné zpracování. Další dílčí úkoly experimentální části spočívaly v analýze dodaného materiálu a přípravy vzorků pro následné chemicko-tepelné a tepelné zpracování.

Hodnotícími kritérii byla zejména tvrdost a gradient poklesu tvrdosti nauhličené vrstvy, zkouška otěruvzdornosti metodou Pin on Disc za pokojové a zvýšené teploty a v poslední řadě posouzení z hlediska mikrostruktury.

8 Vstupní kontrola materiálu

Materiál byl dodán ve tvaru bloků o rozměrech 100x100x420 mm. Vstupní stav materiálu byl žíhaný na měkko, což potvrdilo orientační měření tvrdosti s hodnotou 160 HV10, dle normy 1.2343. Dle EN ISO 4957 je maximální povolená tvrdost 235 HB, což odpovídá cca 247 HV.

Kontrola chemického složení byla provedena pomocí 3 měření. Chemické složení odpovídalo požadavkům 1.2343 dle EN ISO 4957, viz Tab. 4.

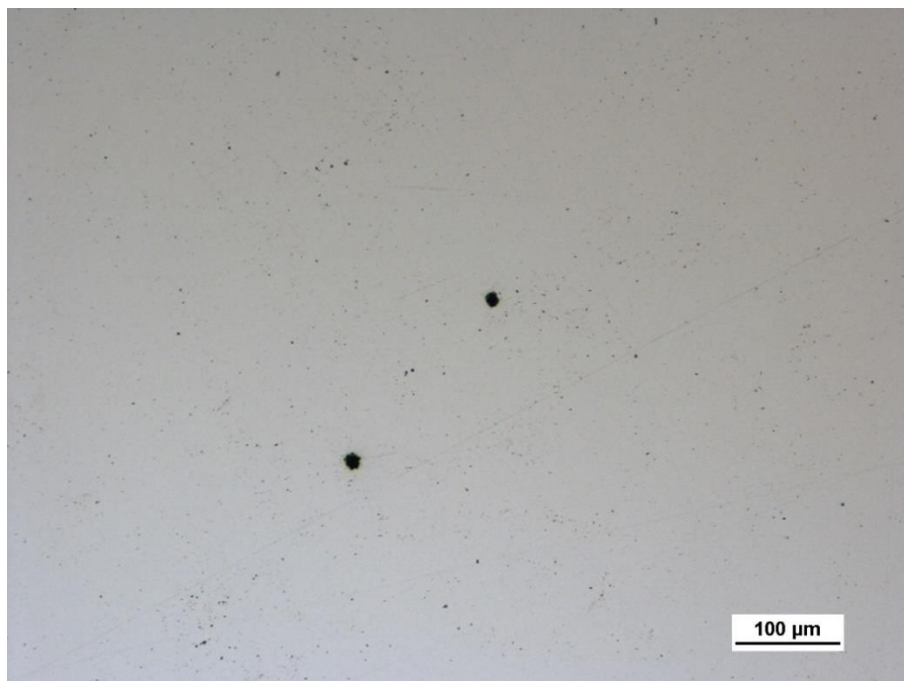
Tab. 4: Chemické složení dodané oceli 1.2343

Chemické složení v hm. %							
C:	Mn:	Si:	P:	S:	Cr:	Mo:	V:
0,37	0,35	1,10	0,018	0,006	4,99	1,15	0,34

Kontrola mikročistoty byla provedena dle normy ČSN ISO 4967. Ocel obsahovala ojedinělý výskyt jemných sulfidů (Typ A), hlinitanů (Typ B) a občasný výskyt jemných i hrubých oxidů (Typ D), které byly zastoupeny napříč všemi testovanými vzorky, viz Tab. 5 a Obr. 25.

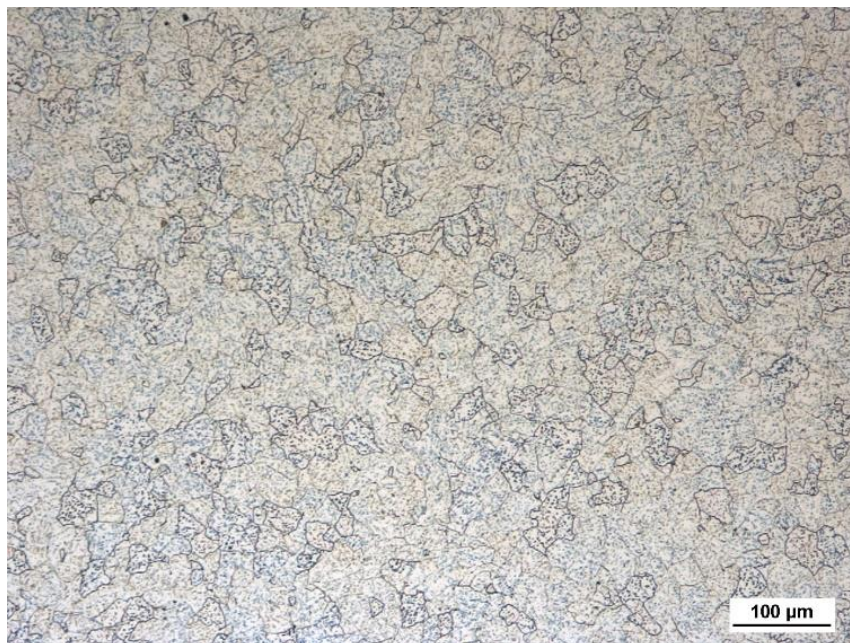
Tab. 5: Mikročistota dodané oceli 1.2343

Vzorek	Typ vměstku A		Typ vměstku B		Typ vměstku C		Typ vměstku D	
	Jemný	Hrubý	Jemný	Hrubý	Jemný	Hrubý	Jemný	Hrubý
1	1	0,5	0,5	0	0	0	1	1
2	0,5	0	1	0	0	0	1,5	0,5
3	0,5	0	1	0	0	0	1	1
4	0	0	0	0	0	0	1,5	1
5	0	0	1,5	0	0	0	1	0,5
6	0,5	0	0	0	0	0	1	0
Průměr	0,42	0,08	0,67	0	0	0	1,17	0,67



Obr. 25: Vzorek 1 - Hrubý globulární oxid

Poslední analýzou v rámci vstupní kontroly bylo stanovení velikosti zrna. Stanovení velikosti bylo provedeno pomocí průsečkové metody dle normy ČSN EN ISO 643. Pro stanovení velikosti byly použity dva dodané bloky oceli. U prvního bloku byla velikost zrna naměřena jako G8, viz Obr. 26, u druhého bloku byla velikost zrna naměřena jako G9. Z naměřených hodnot lze říci, že bloky jsou z hlediska velikosti zrn podobné jakosti.



Obr. 26: Oblast použitá pro stanovení velikosti zrna - 1. blok

9 Příprava vzorků

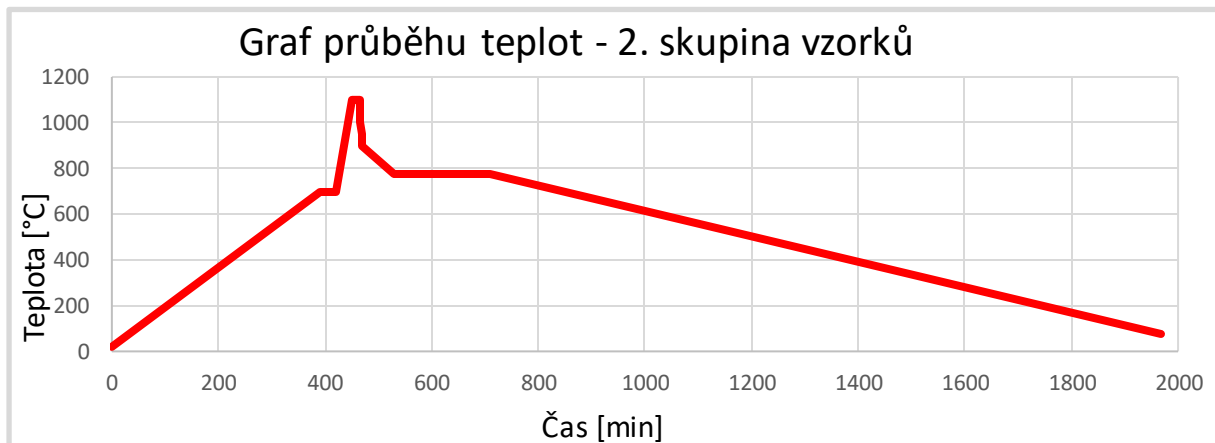
Jedním z cílů experimentální části bylo připravit 3 stupně jakosti z hlediska stupně prokování materiálu pro CHTZ. Jako řídicí kritérium jakosti byla stanovena velikost zrna před CHTZ.

Pro první skupinu vzorků byl použit vstupní stav materiálu, kde byla naměřena velikost zrna od G8 do G9.

Druhá skupina vzorků byla připravena pomocí kování za tepla (pěchováním). Jednou z požadovaných vlastností před CHTZ bylo zajištění rozměrové podobnosti s původním rozměrem, který činil 100x100 mm. Byl připraven přířez bloku o délce 150 mm. Ohřev na kovací teplotu byl proveden stupňovitě s prodlevou na 700 °C, přičemž bylo zajištěno ponechání materiálu na této teplotě po dobu minimálně 30 minut. Následně byly bloky přeloženy do předem vyhřáté pece na kovací teplotu, která činila 1100 °C, ohřev na kovací teplotu byl proveden během 45 minut. Kování bylo provedeno na 1 žár pomocí 3 pěchovacích cyklů a v poslední fázi kování bylo provedeno zarovnání na rozměr 100x100 ±2 mm. Pro dosažení maximálního prokování bloku byla vždy pěchována hrana o největší délce, nejprve byl pěchován rozměr 150x100x100 mm, z původní výšky byl blok napěchován na 96 mm a vznikl blok o přibližných rozměrech 96x130x130 mm, následně byla pěchována hrana o délce 130 mm na 86 mm, čímž vznikl blok o přibližných rozměrech 123x86x160 a v posledním kroku byla pěchována hrana o délce 160 mm na 100 mm, čímž vznikl blok o přibližných rozměrech 152x109x100 mm. Nakonec bylo provedeno zarovnání na průřez 100x100 mm. Na konci kování měl blok přibližnou teplotu 900 °C a byl přeložen do pece vyhřáté na 780 °C k žihání na měkko po dobu 3 hodin. Ochlazován byl následně v peci po doběhnutí programu žihání. Celý cyklus popisuje Tab. 6 a Obr. 27.

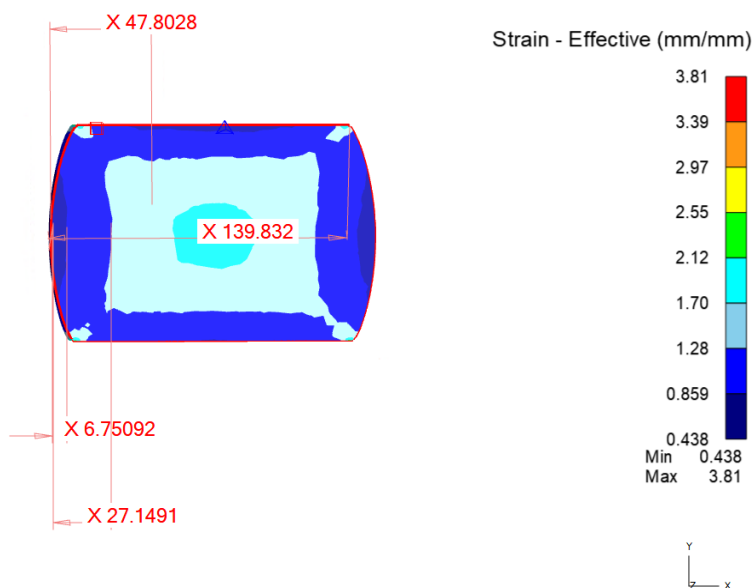
Tab. 6: Tepelný režim 2. skupiny vzorků

TEPELNÝ REŽIM – CHARAKTERISTICKÉ ÚDAJE				
Poř. Číslo	Operace	Teplota [°C]	Čas [min]	Zařízení
1	1. Ohřev	700	390	Pec KS
2	1. Vyrovnání teplot	700	30	pec KS
3	2. Ohřev	1100	30	Pec u lisu
4	2. Vyrovnání teplot	1100	15	Pec u lisu
5	1. Pěchování	1100	1,5	Lis
6	2. Pěchování	1000	0,5	Lis
7	3. Pěchování	950	0,5	Lis
8	Srovnání rozměrů	900	0,5	Lis
9	Dochlazení na žíhací teplotu	780	60	Pec KS
10	Žíhání na měkko	780	180	Pec KS
11	Ochlazování v peci	80	1320	Pec KS



Obr. 27: Závislost teploty a času - 2. skupina vzorků

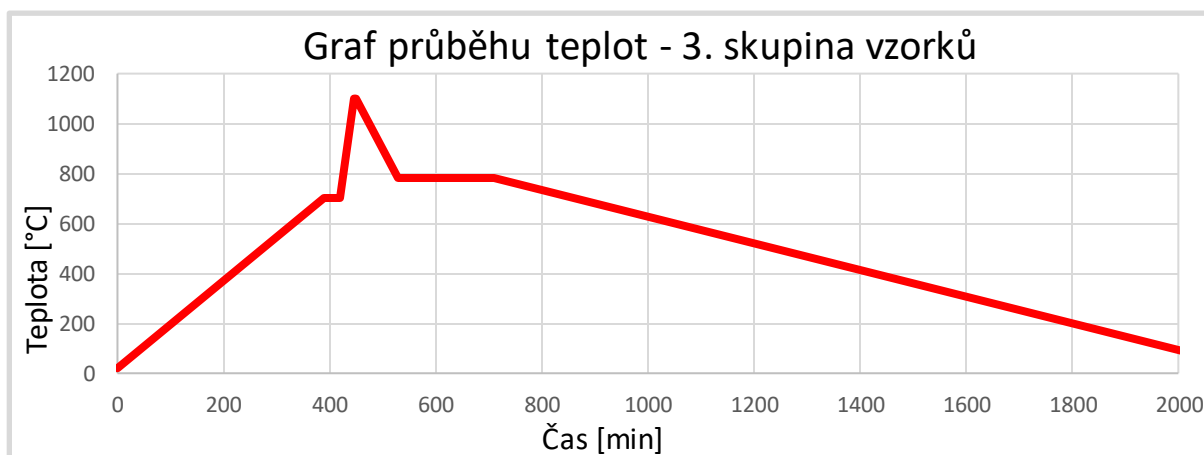
Před samotným kovááním byly provedeny simulace v programu Deform, pro zajištění homogenního prokováání v rámci studované povrchové vrstvy, viz Obr. 28.



Obr. 28: Výsledný stav prokování bloku

Po žhání na měkko byly odstraněny vystouplé boky seříznutím a výsledné rozměry činily 100x100x130 mm. Následně byl proveden metalografický výbrus pro zjištění velikosti zrna, kde hodnoty v rámci povrchové vrstvy (viz simulace) dosahovaly od G12 do G13.

Třetí skupina vzorků byla připravena pomocí žhání za vysokých teplot za účelem zhrubnutí zrna. Pro zhrubnutí byl připraven přířez o rozměrech 100x100x100, přičemž ohřev probíhal společně s vzorky z druhé skupiny. Ohřev byl identický v rámci pece KS, po přeložení do druhé pece na 1100 °C byla zvolena doba ohřevu 30 minut od založení a následně byl vzorek přeložen na 780 °C ke společnému žhání na měkko s druhou skupinou vzorků, viz Obr. 29. Výsledná velikost zrna se pohybovala od G6 do G8.



Obr. 29: Závislost teploty a času - 3. skupina vzorků

Před samotnou cementací byly všechny bloky povrchově obrobena na rozměr 90x90 mm z důvodu odstranění okujů a sjednocení rozměrů. Délka vzorků po nařezání činila 32 mm, přičemž se dále obrobily čelní plochy na typickou drsnost dílů před CHTZ, která činila Ra 3,2. Výsledná tloušťka činila 30 mm. V Tab. 7 je zobrazen přehled jednotlivých skupin a příslušných technologických zpracování.

Tab. 7: Přehledová tabulka skupin vzorků a jejich zpracování

Číslo skupiny	Technologie zpracování
1.	Výchozí stav - žíhaný na měkko (velikost zrna G8-G9)
2.	Kovaný stav + žíhání na měkko (velikost zrna G12-G13)
3.	Hrubnutý stav + žíhání na měkko (velikost zrna G6-G8)

10 Chemicko-tepelné zpracování a tepelné zpracování

10.1 Úvodní zkoušky

Vzhledem k pracnosti přípravy vzorků z 2. a 3. skupiny byly první zkoušky z hlediska vhodnosti chemického potenciálu provedeny na vzorcích z 1. skupiny, tedy ve vstupním stavu.

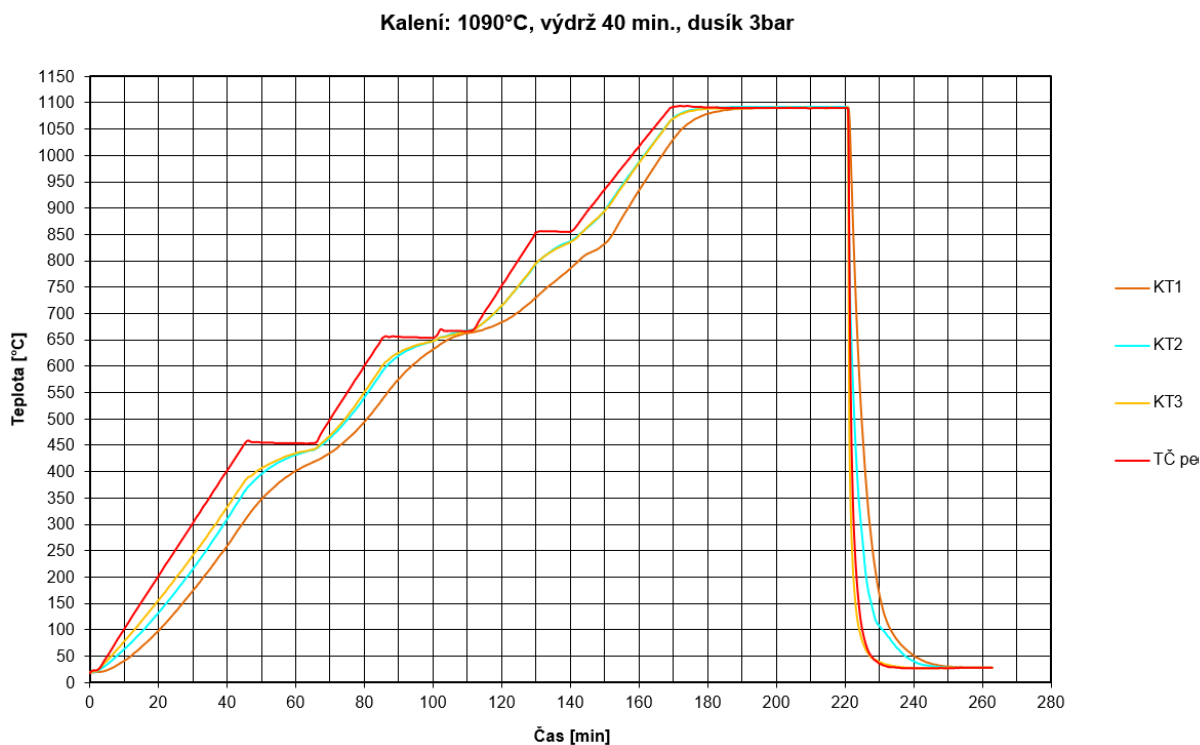
10.1.1 Úvodní zkoušky cementace v plynném prostředí

První experiment byl proveden na 3 vzorcích o rozměrech 90x90x30, hmotnost jednoho kusu činila cca 2 kg. Pod ochrannou atmosférou dusíku byl proveden ohřev na 870 °C, tento ohřev trval 3 hodiny a 5 minut. Po dosažení této teploty proběhlo zaplavení cementační retorty nahliučujícím plynem připraveným v endogenerátoru ze směsi methanolu a propanu. Požadovaná hodnota Cp byla nastavena na 1,5 a cementační teplota byla zvolena na 920 °C, té bylo dosaženo po 20 minutách od dosažení teploty 870 °C. Celý cyklus cementace probíhal po dobu 20 hodin, po jeho uplynutí bylo provedeno propláchnutí pece pomocí dusíku a následně byly vzorky ponechány chladnutí na vzduchu.

Druhý úvodní experiment byl proveden na identickém typu vzorků, přičemž změna spočívala v nahliučujícím potenciálu. Prvních 10 hodin byl potenciál opět nastaven na 1,5 a v následujících 10 hodinách byl potenciál nastaven na 1,3.

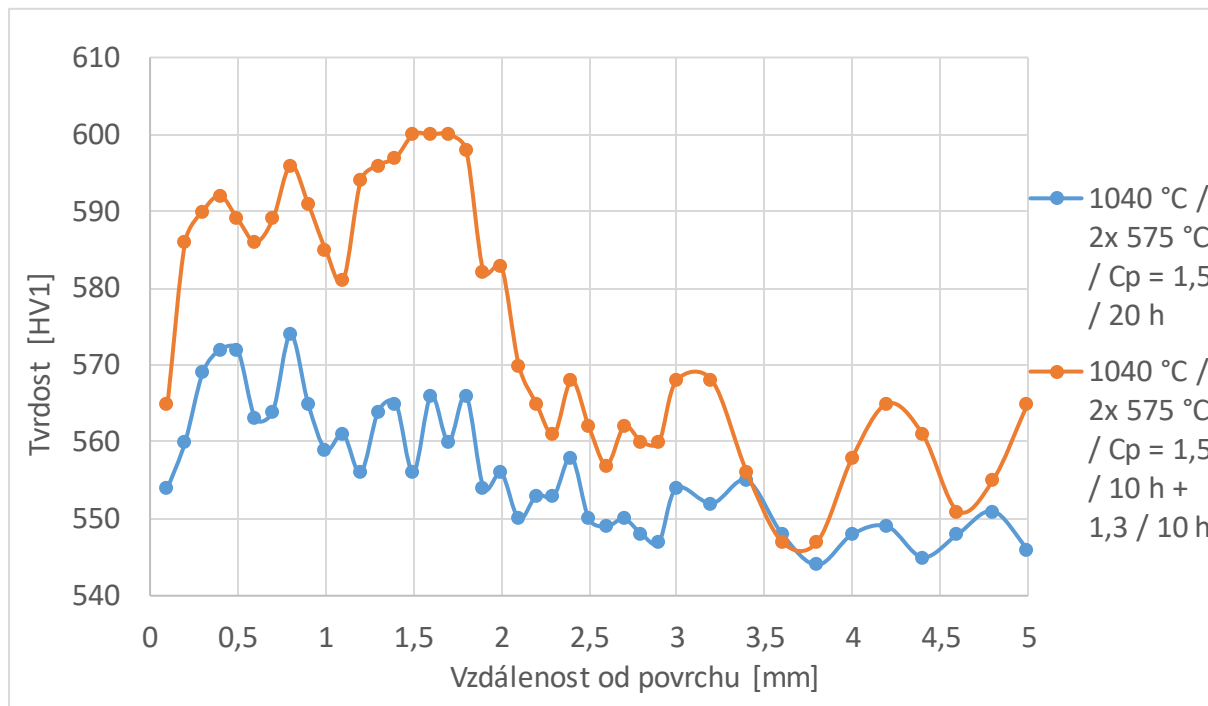
10.1.2 Úvodní zkoušky kalení a popouštění

Vzorky byly následně zakaleny ve vakuové peci pomocí přetlaku dusíku. Zakalení proběhlo při teplotě 1040 °C a 1090 °C. Během ohřevu na kalící teplotu byly zvoleny 3 prodlevy před dosažením maximální teploty. První prodleva proběhla při 450 °C, druhá při 650 °C a třetí při 850 °C. Výdrž na kalící teplotě byla 40 minut, viz Obr. 30, přičemž průběh teplot byl dokumentován pomocí čtyř termočlánků v obrázku označených jako KT1, KT2, KT3 a TČ Pec, kde TČ Pec bylo vlastní teplotní čidlo pece.

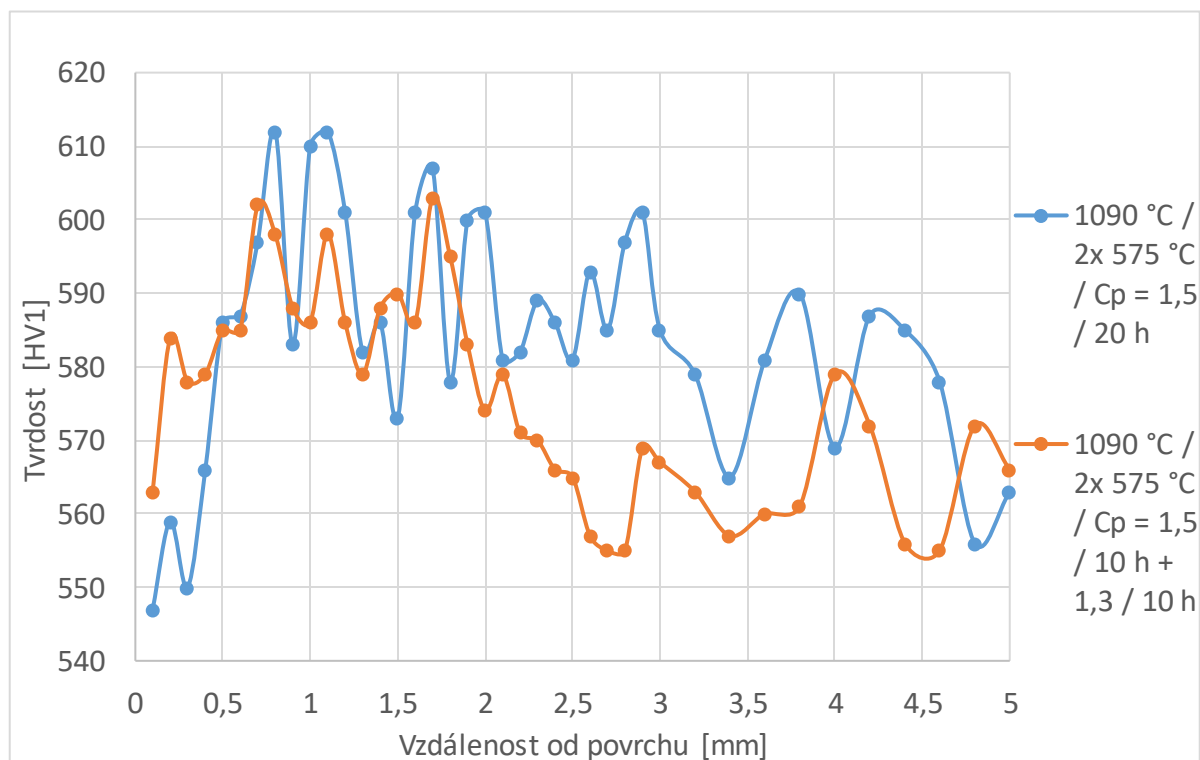


Obr. 30: Průběh teplot při kalení – úvodní zkoušky

Následně bylo provedeno nízkoteplotní popouštění při 150 °C a dvojitě vysokoteplotní popouštění při 575 °C, každé popouštění bylo provedeno po dobu 2 hodin. Obr. 31 zobrazuje průběhy tvrdostí po posledním popouštění, při kalící teplotě 1040 °C a Obr. 32 při kalící teplotě 1090 °C. Jednotlivé body vtisků tvrdoměrem byly nastaveny s odstupem 0,1 mm do vzdálenosti 3 mm, dále se pokračovalo v intervalech 0,2 mm. Aby nedošlo k vzájemnému ovlivnění měření, byly vpichy střídavě prováděny ve dvou řadách, vzdálených od sebe 0,2 mm.



Obr. 31: Gradient tvrdosti po TZ při kalení z 1040 °C + popouštění 2x 575 °C



Obr. 32: Gradient tvrdosti po TZ při kalení z 1090 °C + popouštění 2x 575 °C

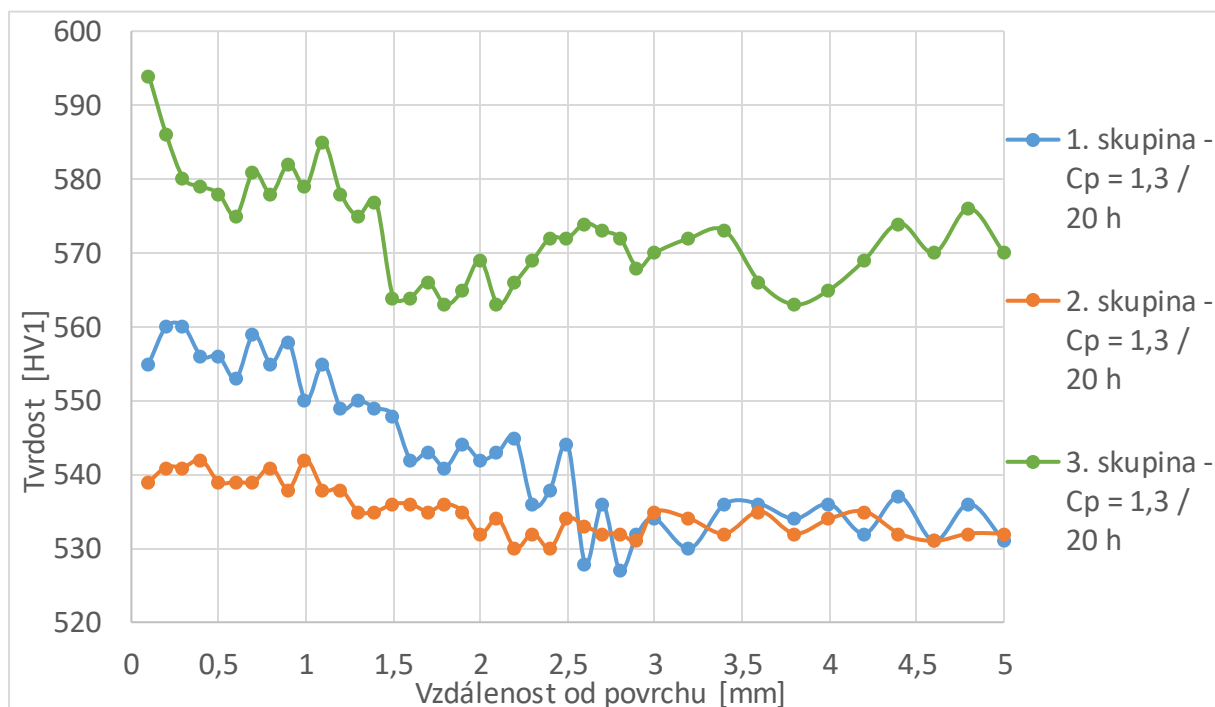
Z grafů lze vidět, že při zvýšení teploty kalení dochází k nárůstu tvrdosti v rámci celé měřené oblasti, současně je vidět vyšší oduhličení povrchu. Při kalící teplotě 1090 °C nejsou významné rozdíly mezi vzorky, nejvyšší tvrdost 600–610 HV1 je dosažena ve vzdálenosti 0,7 – 2 mm. Po kalení z teploty 1040 °C lze vidět, že vzorek, který byl cementován v režimu $C_p = 1,5 / 10 \text{ h} + 1,3 / 10 \text{ h}$, vykazuje vyšší tvrdost v celé měřené oblasti než vzorek, který byl cementován v režimu $C_p = 1,5 / 20 \text{ h}$. Nejvyšší dosažená tvrdost činila 600 HV1 ve vzdálenosti 1,5 mm od povrchu.

10.1.3 Cementace v plynu

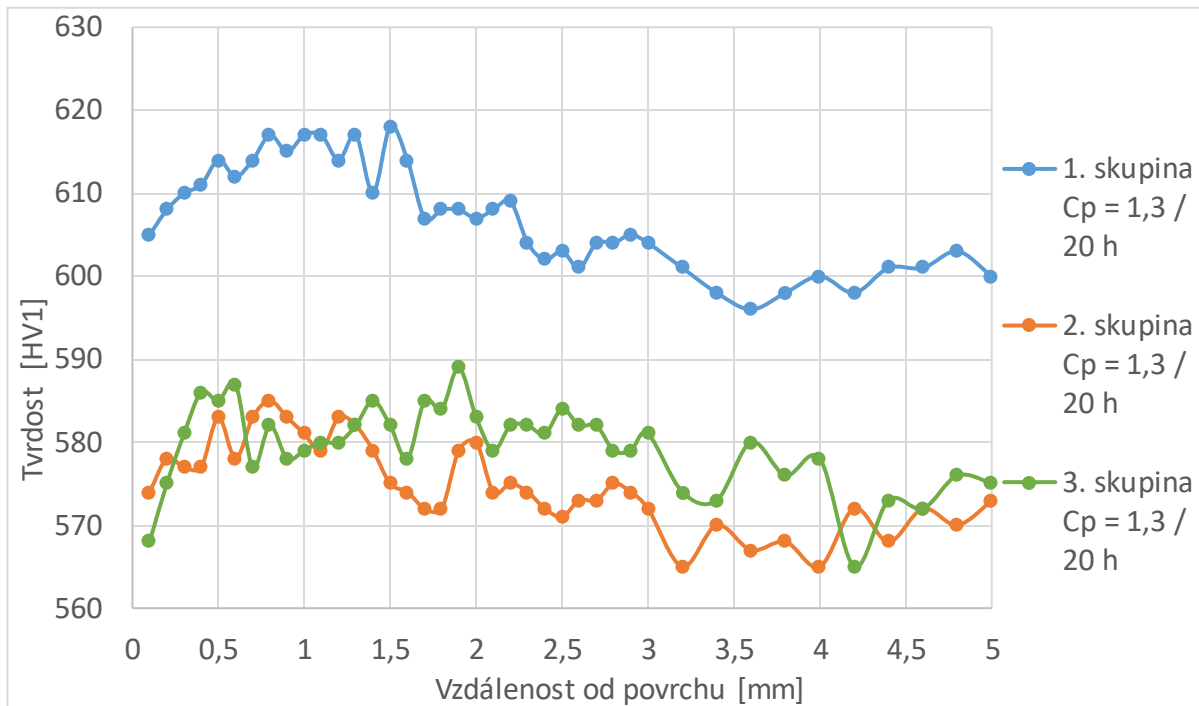
Vzhledem k lepším výsledkům při použití režimu cementace s nižším nauhličujícím potenciálem, byl proveden následující experiment v režimu cementace, při kterém byl nastaven nauhličující potenciál $C_p = 1,3 / 20 \text{ h}$ při teplotě 920 °C. Celkem byly cementovány 2 vzorky z každé skupiny, dohromady 6 vzorků.

10.1.4 Tepelné zpracování po cementaci v plynu

Kalení bylo provedeno při dvou různých teplotách. První, nižší teplota kalení byla zvolena v hodnotě 1000 °C, viz Obr. 33 a vyšší teplota kalení byla zvolena při 1040 °C, viz Obr. 34. Vzhledem k výraznému oduhličení z předchozích výsledků, bylo popouštění provedeno s ochranným nátěrem Tinderex. Vzorky byly 1x popouštěny při 575 °C po dobu 2 hodin.

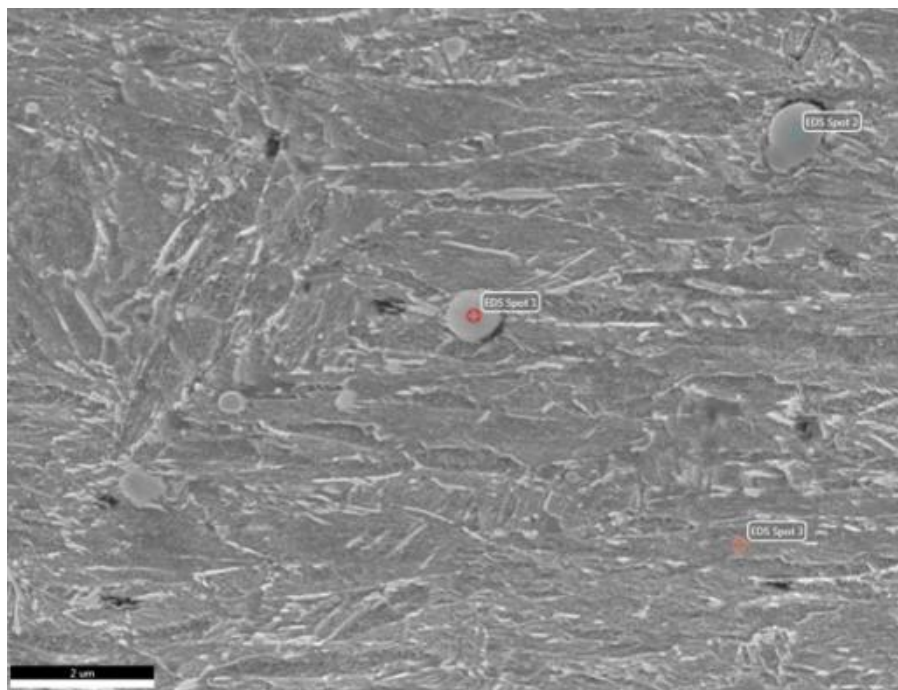


Obr. 33: Gradient tvrdosti po TZ při kalení z 1000 °C + popouštění 1x 575 °C s ochranou proti oduhličení



Obr. 34: Gradient tvrdosti po TZ při kalení z 1040 °C + popouštění 1x 575 °C s ochranou proti oduhličení

Oproti výsledkům z úvodních zkoušek lze vidět, že oduhličení povrchu již není tak patrné. Vzorky z 1. a 2. skupiny dosahují podobných hodnot tvrdosti ve vzdálenosti 2,5 mm od povrchu, do této vzdálenosti má vzorek z 1. skupiny vyšší tvrdost o cca 10–20 HV1, nejvyšší tvrdosti dosahuje vzorek z 3. skupiny. Důvod této zvýšené tvrdosti byl dále zkoumán pomocí řádkovacího elektronového mikroskopu. Matrice i povrch vzorku z 3. skupiny obsahovaly vyšší množství drobných karbidických částic, viz Obr. 35, který pochází z oblasti jádra vzorku. Důvod této zvýšené tvrdosti ovšem není jednoznačně vysvětlen. Ve studované oblasti byly nalezeny 2 typy částic z hlediska chemického složení na bázi Si-Mo-V-Cr a Mo-V-Cr, třetí oblast představuje chemické složení matrice viz Tab. 8.



Obr. 35: Terciální karbidické částice – 10 000x

Tab. 8: Chemické složení terciálních karbidů

	Si [hm. %]	Mo [hm. %]	V [hm. %]	Cr [hm. %]
Spot 1	4,19	37,39	2,85	5,69
Spot 2	x	3,25	6,28	44,81
Spot 3	1,09	0,91	x	5,98

V případě kalení z 1040 °C lze pozorovat podobný jev zvýšené tvrdosti v případě vzorku z 1. skupiny. Je pravděpodobné, že se jednalo o stejný případ zvýšeného množství precipitátů. Mezi vzorky z 2. a 3. skupiny nejsou patrné rozdíly.

Z těchto výsledků lze vidět, že rozdíly mezi tvrdostmi jádra a povrchu jsou prakticky minimální. Pohybují se v rozmezí od 20–25 HV1, takto malý rozdíl není typický po CHTZ pomocí cementace. Bylo proto provedeno orientační měření množství uhlíku v povrchové vrstvě u vzorku z 1. skupiny pomocí optického emisního spektrometru. V povrchu bylo naměřeno 0,45 hm. % C. Ve srovnání s původní hodnotou ze vstupní kontroly došlo ke zvýšení o zhruba 0,1 hm. %, mohlo se však jednat i o méně, protože dle chemických požadavků materiálu se množství uhlíku mohlo pohybovat až do 0,41 hm. % C.

Z důvodu neuspokojivých výsledků se již dále nepokračovalo v CHTZ pomocí cementace v plynu.

10.2 Cementace v prášku

Předpokládaným důvodem, proč nedocházelo k cementaci v plynném prostředí, byla nízká teplota. Z technických důvodů nebylo možné zvýšit teplotu cementace v plynu nad 920 °C, přešlo se tedy na cementaci pomocí prášku. Při použití této metody k výše uvedenému omezení nedocházelo.

V úvodním kroku bylo třeba otestovat, jak se prášek bude chovat při zvýšené teplotě. Výrobce cementačního prášku Durferrit neuvádí v příbalové dokumentaci graf, který by popisoval dosahované množství uhlíku při cementaci nad 950 °C.

Teplota cementace v úvodním kroku experimentu byla zvolena na 1000 °C a doba byla ponechána na 20 hodinách, v této úvodní zkoušce byl otestován malý vzorek z 1. skupiny. Ochlazování z cementační teploty probíhalo v krabici na vzduchu a bylo naměřeno celkem 1,16 hm. % C, viz Tab. 9.

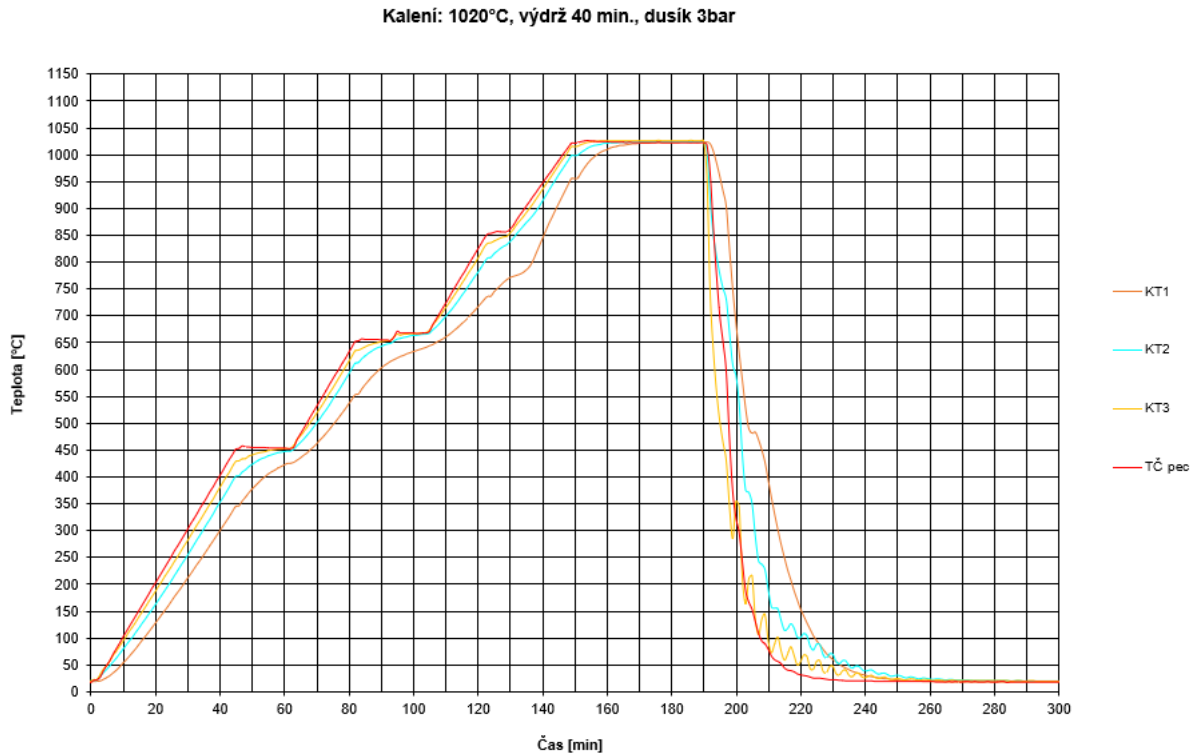
Tab. 9: Chemické složení po cementaci v prášku 1000 °C / 20 h

Chemické složení v hm. %							
C:	Mn:	Si:	P:	S:	Cr:	Mo:	V:
1,16	0,35	1,05	0,022	0,006	5,15	1,10	0,34

Cílem dalšího kroku bylo otestovat, zda se množství uhlíku v povrchu bude lišit vzhledem k zpracování vzorků z jednotlivých skupin. K získání co nejpřesnějších hodnot a zamezení potenciálního oduhličení během chladnutí z cementační teploty, byly vzorky po doběhnutí cyklu cementace vytaženy z cementační krabice a zakaleny v oleji. Režim cementace zůstal nezměněn. U vzorku z 1. skupiny byla naměřeno 1,39 hm.% C, u druhé skupiny bylo naměřeno 1,55 hm.% C a u třetí 1,03 hm.% C. Z těchto výsledků je patrné, že se snižující se velikostí zrna klesala schopnost materiálu absorbovat uhlík. Současně s těmito vzorky se provedla i fóliová zkouška, která potvrdila nauhličující potenciál prášku, na fólii bylo naměřeno 1,55 hm.% C.

10.2.1 Tepelné zpracování po cementaci v prášku

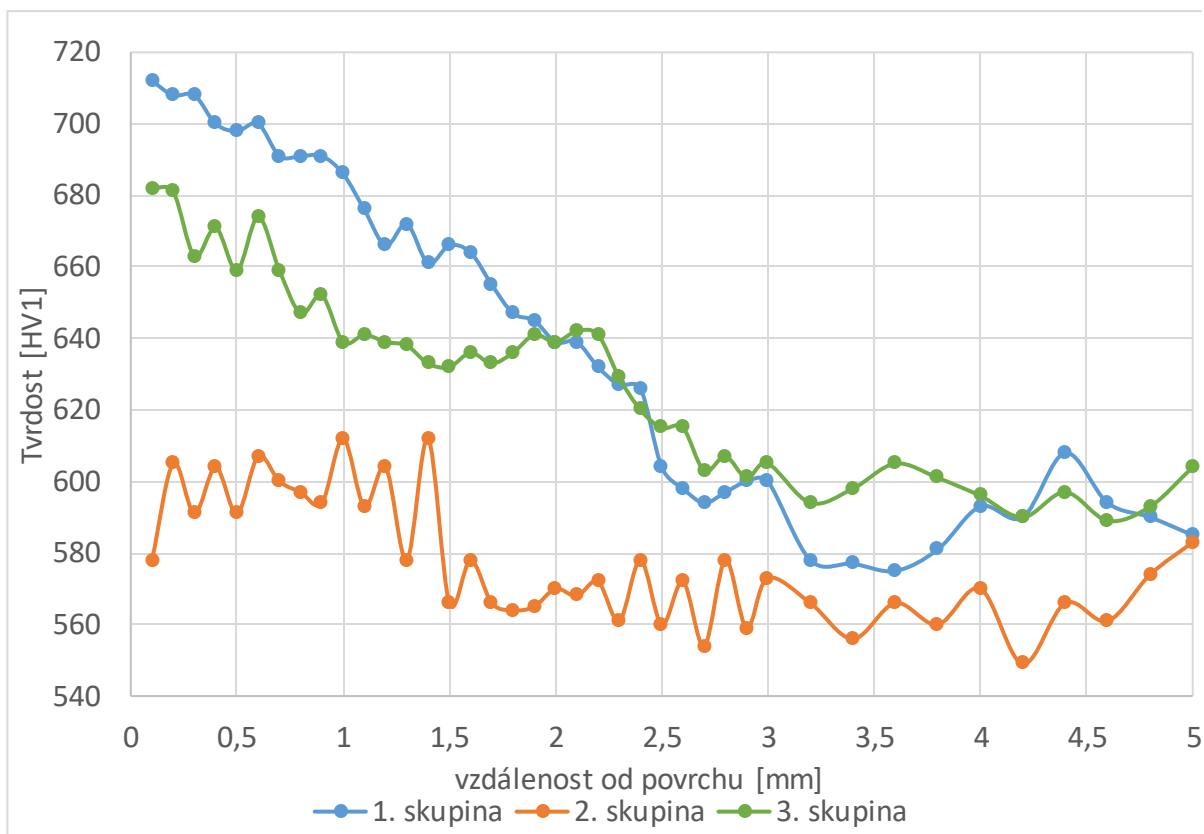
V rámci cementace v prášku byly vždy připraveny 2 vzorky z každé skupiny, dohromady celkem 6 vzorků. Tyto vzorky se následně kalily při kalících teplotách 1020 a 1050 °C, postupný ohřev a prodlevy byly identické s předchozím zpracováním, viz Obr. 36, přičemž průběh teplot byl dokumentován pomocí čtyř termočlánků v obrázku označených jako KT1, KT2, KT3 a TČ Pec, kde TČ Pec bylo vlastní teplotní čidlo pece. Popouštění bylo provedeno vždy s ochranným nátěrem Tinderex k zabránění oduhličení povrchu. Celkem byly na každém vzorku provedena 3 popouštění, 1. popouštění proběhlo při teplotě 150 °C, 2. popouštění bylo provedeno při 575 °C a 3. při 550 °C, doba výdrže na teplotě byla vždy 2 hodiny. Důvodem provedení výše uvedených tří stavů popouštění byla snaha o podrobné zdokumentování chování materiálu během popouštěcích režimů.



Obr. 36: Průběh teplot při kalení – po cementaci v prášku

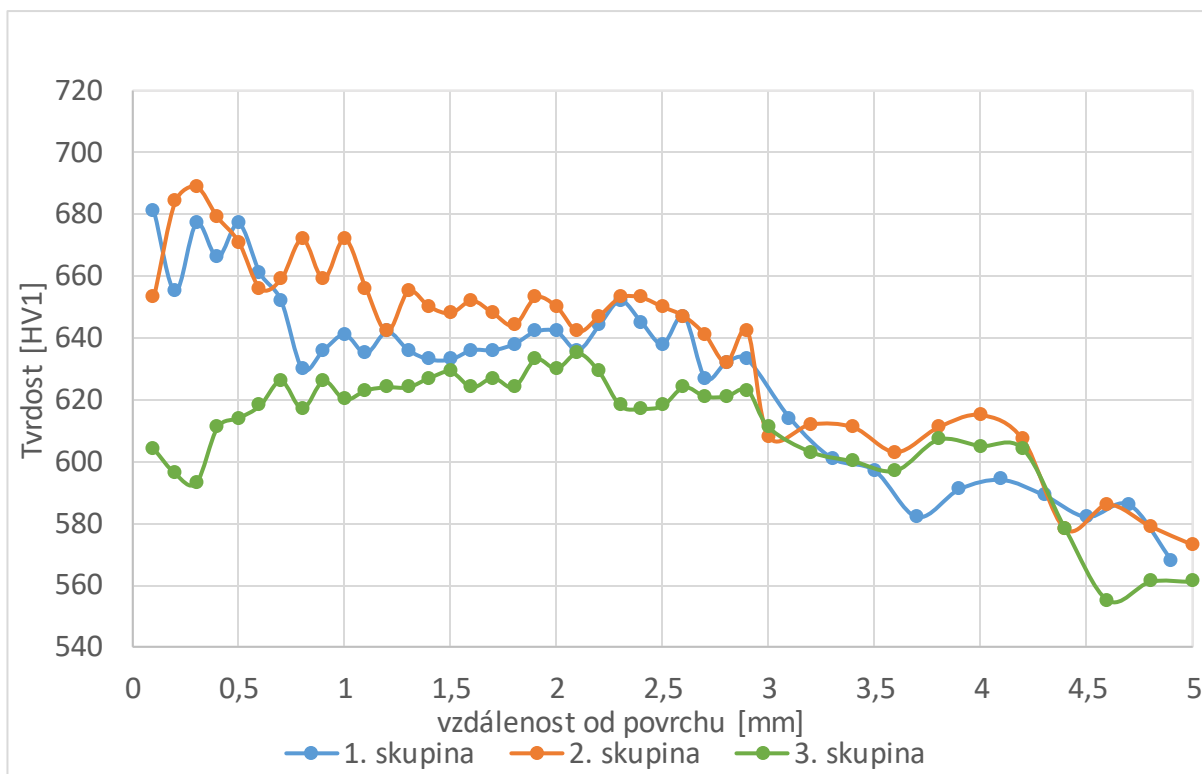
10.2.1.1 Průběh gradientu tvrdosti po kalení z 1020 °C

V první fázi byly analyzovány průběhy tvrdostí po nízkoteplotním popouštění. Srovnání všech vzorků je uvedeno na Obr. 37. Nejvyšších tvrdostí dosahoval vzorek z 1. skupiny s hodnotou přes 710 HV1 v těsné blízkosti od povrchu, následně tvrdost lineárně klesala rychlostí zhruba 45 HV 1 / mm až do hloubky cca 2,5 mm, kde se tvrdost ustálila na 600 HV1. Z hlediska nejvyšší dosažené tvrdosti následoval vzorek z 3. skupiny, kde byla naměřena tvrdost přes 680 HV1 na povrchu, pokračoval pozvolný pokles na tvrdost 640 HV1 v hloubce 1 mm, následně byla tvrdost konstantní až do hloubky 2 mm a dále pokračoval pozvolný pokles na tvrdost jádra, která činila zhruba 600 HV1. Na vzorku z 2. skupiny byly naměřeny nejnižší hodnoty tvrdosti, do hloubky zhruba 1,5 mm byla naměřena tvrdost okolo 600 HV1, posléze se ustálila na zhruba 565 HV1. Tato snížená tvrdost úzce souvisí s vysokým množstvím ZA na povrchu.



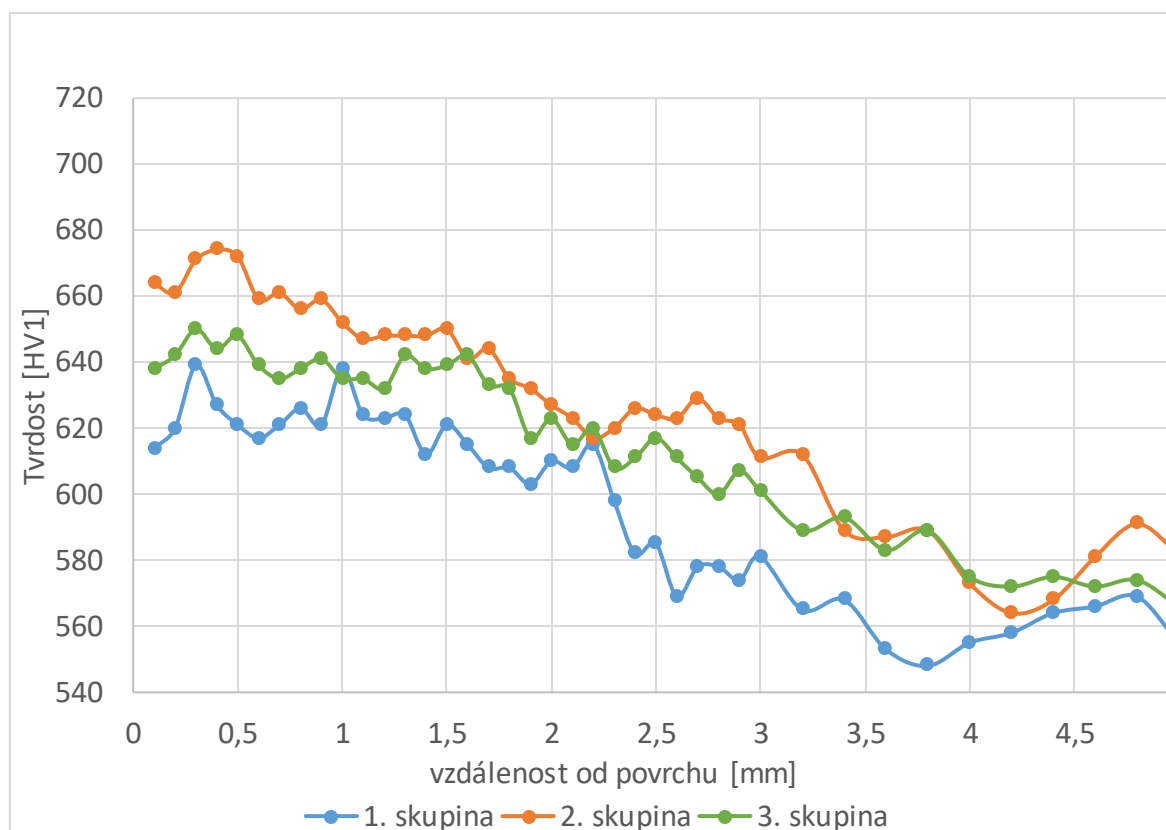
Obr. 37: Gradient tvrdosti po TZ po kalení z 1020 °C + popouštění 150 °C s ochranou proti oduhličení

V dalším kroku byly vyhodnocovány průběhy tvrdosti po 1. popouštění při 575 °C, viz Obr. 38. Nejvyšších tvrdostí dosahují vzorky z 1. a 2. skupiny ve vzdálenosti cca 0,5 mm od povrchu, následuje pokles na hodnotu okolo 650 HV1 až do hloubky 2,5 mm, přičemž vzorek z 2. skupiny vykazuje nepatrně vyšší hodnoty tvrdosti než vzorek z 1. skupiny. Dále pokračuje pozvolný pokles až na tvrdost jádra, která je okolo 580 HV1. Na vzorku z 3. skupiny byly naměřeny nižší hodnoty tvrdosti, na povrchu je vidět drobné oduhličení do hloubky cca 0,4 mm, dále se tvrdost ustaluje na hodnotě okolo 630 HV1 až do necelých 3 mm a pokračuje pozvolný pokles na tvrdost jádra která je okolo 570 HV1. Oproti minulému grafu došlo k výraznému nárůstu tvrdosti u vzorku z 2. skupiny vlivem rozpadu ZA a precipitací karbidů.

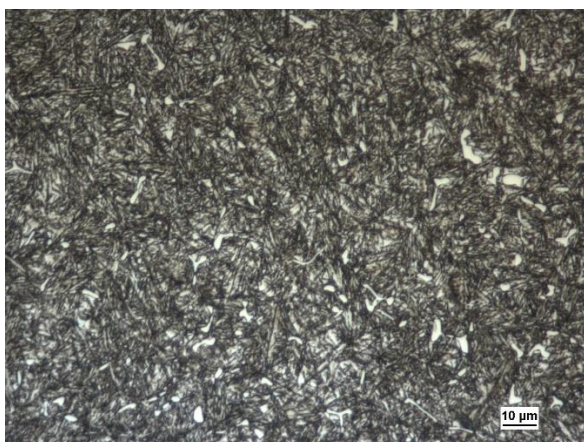


Obr. 38: Gradient tvrdosti po TZ po kalení z 1020 °C + popouštění 150 + 575 °C s ochranou proti oduhličení

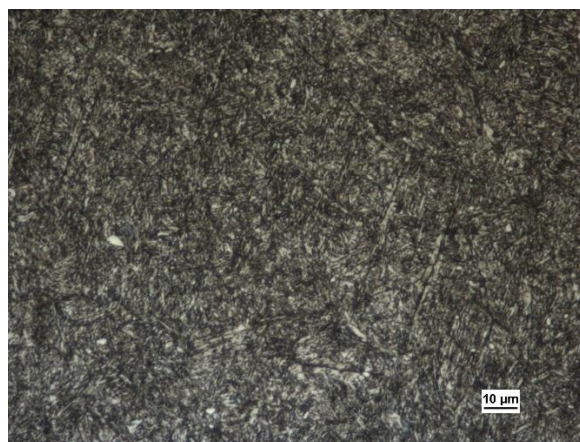
Po posledním popouštění při 550 °C došlo k sjednocení trendů poklesu tvrdosti z povrchu do jádra. Tvrdost jádra u všech vzorků činí 570 ± 10 HV1. Nejvyšší tvrdosti povrchu dosahoval vzorek z 2. skupiny s 675 HV1, maximální rozdíl tvrdosti mezi povrchem a jádrem byl okolo 100 HV1. Z grafu lze vidět, že nenastává prudký pokles tvrdosti, který je typický u ocelí určených k CHTZ pomocí cementace. Od maximální tvrdosti povrchu až na tvrdost jádra dochází k poklesu maximální rychlosti 25 HV1 / mm, viz Obr. 39. Tvrdost povrchu zde úzce souvisí s velikostí a množstvím karbidických částic v povrchových vrstvách, největší karbidy byly naměřeny na vzorku z 2. skupiny, kde maximální délka karbidických částic dosahovala 4 μm , viz Obr. 40, u vzorku z 3. skupiny byla naměřena maximální délka 3,3 μm , u vzorku z 1. skupiny délka činila 1,5 μm , viz Obr. 41.



Obr. 39: Gradient tvrdosti po TZ po kalení z 1020 °C + popouštění 150 + 575 + 550 °C s ochranou proti oduhlčení



Obr. 40: Mikrostruktura vzorku - 2. skupina, kalení z 1020 °C + 150 + 550 + 575 °C, oblast 0,9 mm od povrchu – 500x

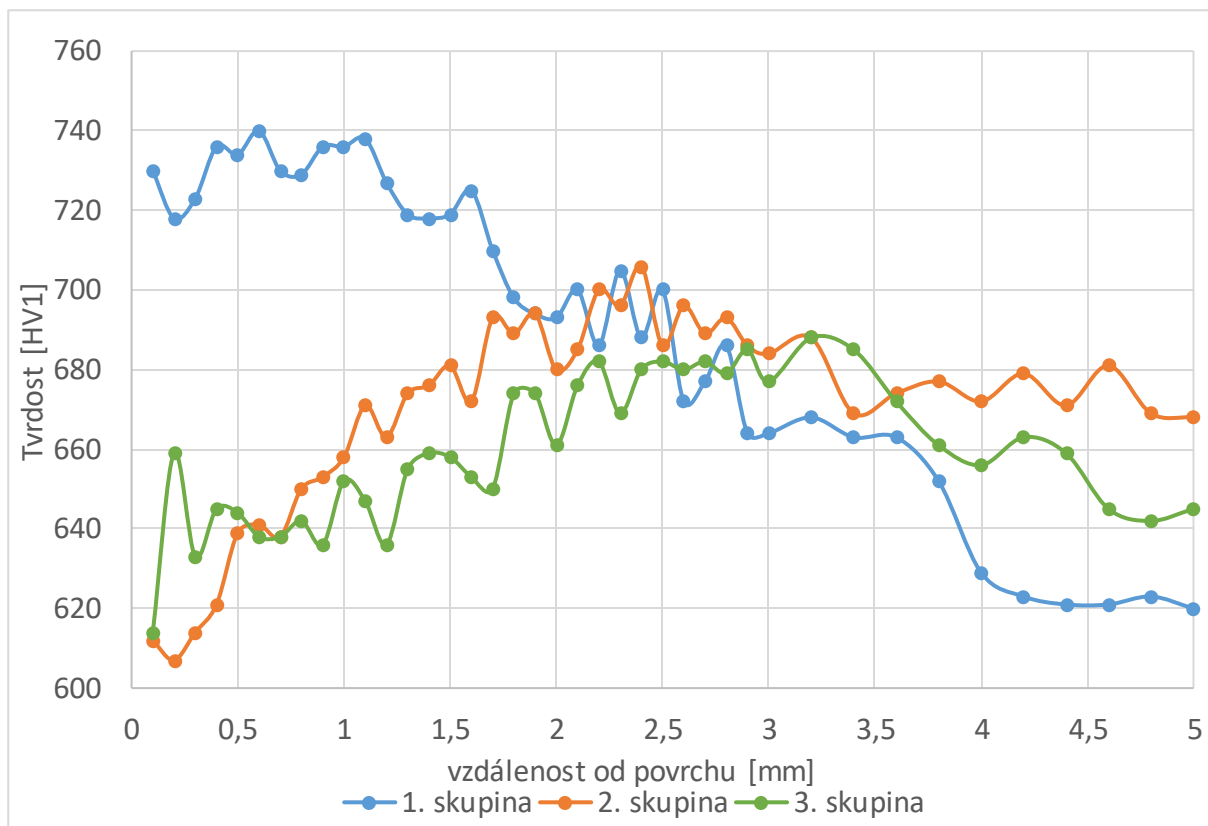


Obr. 41: Mikrostruktura vzorku - 1. skupina, kalení z 1020 °C + 150 + 550 + 575 °C, oblast 0,6 mm od povrchu – 500x

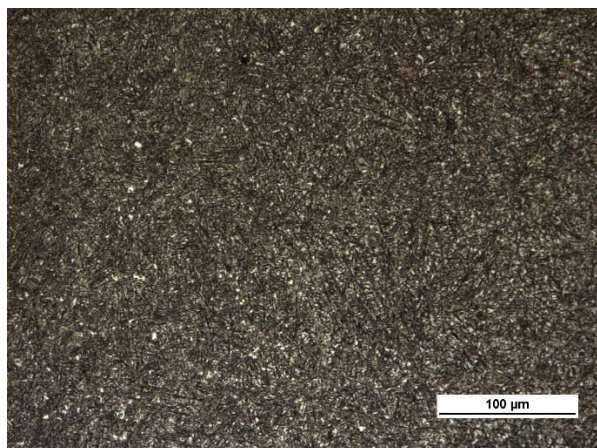
10.2.1.2 Průběh gradientu tvrdosti po kalení z 1050 °C

Analýza tvrdosti po nízkoteplotním popouštění při 150 °C vykazovala podobné výsledky, jako v případě kalení z 1020 °C. Vzorky z 2. a 3. skupiny mají podobný průběh tvrdosti, viz Obr. 42. V těsné blízkosti povrchu byla naměřena tvrdost 610–660 HV1, tvrdost se následně zvyšuje s postupně ubývajícím ZA, viz Obr. 43 a 44 až do hloubky 2,5 – 3 mm, kde maximální tvrdost dosahuje od 690 do 705 HV1, pokračuje pozvolný pokles na tvrdost jádra, která činí cca 660 HV1. U Vzorku z 1. skupiny byla naměřena tvrdost rovná nebo vyšší než

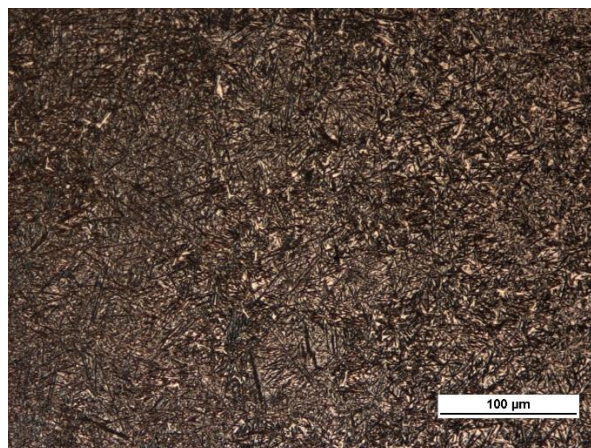
720 HV1 do hloubky 1,6 mm, následuje lineární pokles na tvrdost jádra 625 HV1, která se ustaluje v hloubce 4 mm od povrchu, gradient poklesu cca 40 HV1/mm. Ve srovnání s vzorkem z 1. skupiny při kalení z 1020 °C bylo dosaženo vyšší tvrdosti o cca 25 HV1 v celém měřeném spektru.



Obr. 42: Gradient tvrdosti po TZ po kalení z 1050 °C + popouštění 150 °C s ochranou proti oduhlčení



Obr. 43: Mikrostruktura vzorku - 2. skupina, kalení z 1050 °C + 150 °C, oblast 0,3-0,4 mm od povrchu – 200x



Obr. 44: Mikrostruktura vzorku - 3. skupina, kalení z 1050 °C + 150 °C, oblast 5 mm od povrchu – 200x

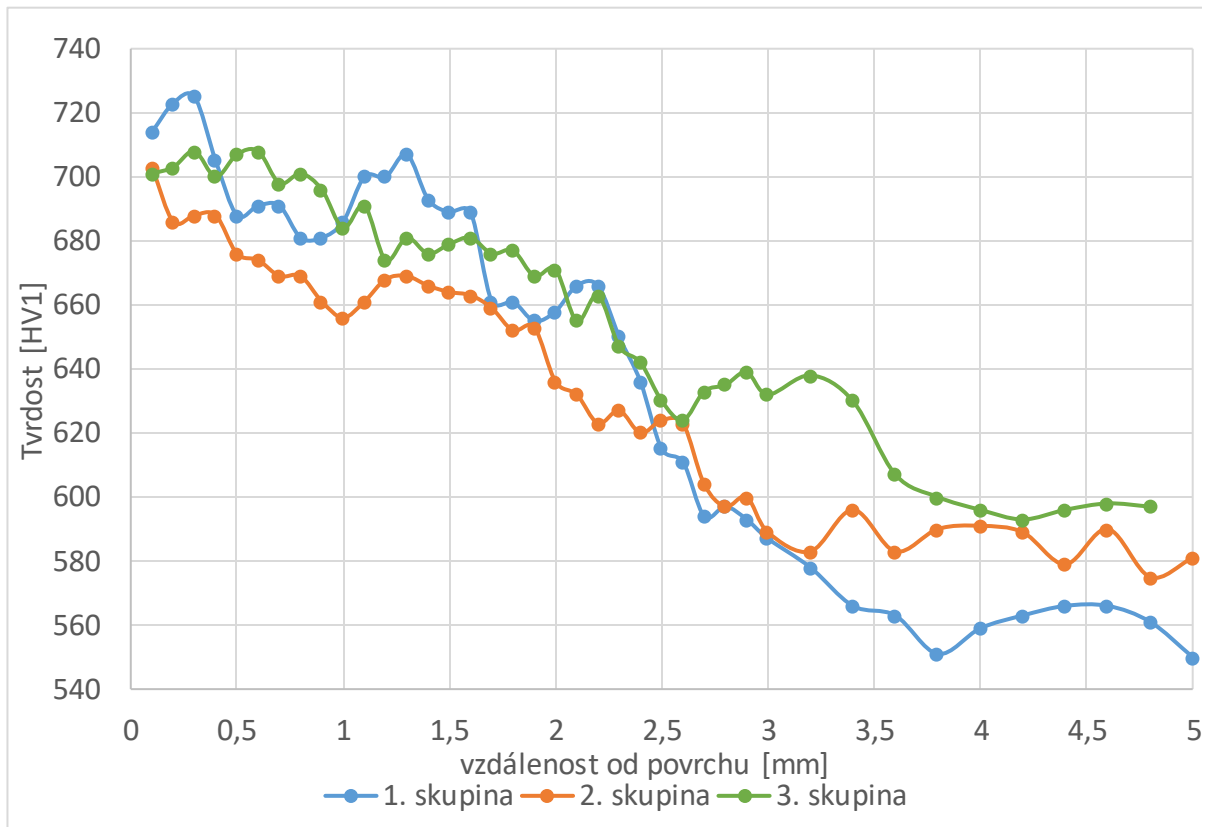
Po prvním vysokoteplotním popouštění, viz Obr. 45, dochází ke značnému sjednocení profilů a k zvýšení tvrdosti u vzorků z 2. a 3. skupiny vlivem rozpadu ZA. Nejvyšších tvrdostí v závislosti na vzdálenosti od povrchu dosahují vzorky z 2. a 3. skupiny, u vzorku z 3. skupiny byla naměřena nejvyšší tvrdost s hodnotou 730 HV1 v těsné blízkosti povrchu. Tvrdost jádra všech vzorků činí okolo 590 HV1 ve vzdálenosti 4 mm od povrchu, gradient poklesu je cca 40 HV1 / mm.



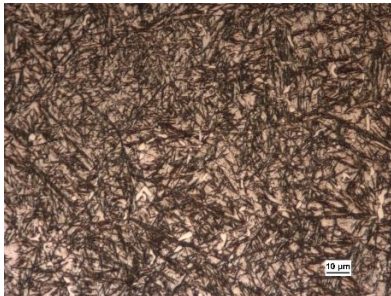
Obr. 45: Gradient tvrdosti po TZ po kalení z 1050 °C + popouštění 150 + 575 °C s ochranou proti oduhličení

Po posledním popouštění, viz Obr. 46, již nedošlo k výrazným změnám maximální tvrdosti. Nejvyšší tvrdost byla naměřena u vzorku z 1. skupiny s 725 HV1 ve vzdálenosti 0,3 mm, současně má tento vzorek nejměkčí jádro s cca 560 HV1. Vzorky z 2. a 3. skupiny mají tvrdost jader okolo 590 HV1, v oblasti cementované vrstvy dosahuje vzorek z 3. skupiny o cca 20 HV1 vyšší tvrdosti, v oblasti od 2,6 do 3,6 mm je tento rozdíl až 55 HV1. U vzorků bylo také provedeno měření velikosti karbidů v nauhličené vrstvě. Největší karbidy s průměrnou délkou 4 μm byly naměřeny u vzorku z 3. skupiny, viz Obr. 47. Vzorky z 1. a 2. skupiny měly shodnou maximální délku karbidů 2,5 μm, viz Obr. 48 a 49. Mikrostruktura byla dále analyzována pomocí řádkovacího elektronového mikroskopu. Na Obr. 50, 51 a 52 jsou zobrazeny oblasti z povrchové vrstvy, kde proběhlo nauhličení materiálu. Na snímcích 50 a 51 jsou vidět velké karbidické částice, které pravděpodobně vznikly během cementace při překročení křivky A_{cm} a hranice rozpustnosti uhlíku v austenitu. Dále jsou vidět produkty rozpadu ZA tvořené feritem a cementitem. Výrazné hranice obklopující strukturu feritu a cementitu představují strukturu popouštěného martenzitu s vysokým množstvím popouštěcích karbidů. Dále je na Obr. 53, 54 a 55 vidět mikrostruktura z oblasti jádra jednotlivých vzorků. Z Obr. 54 lze vidět protažení feritických útvarů, které vzniklo během tváření polotovaru. Rozdíl velikostí mikrostrukturních součástí je nejnázatelnější při porovnání vzorků z 2. a 3. skupiny. Dále je na Obr. 53 vidět výrazné snížení počtu popouštěcích karbidů v jádře vzorku ve srovnání s povrchem, viz Obr. 50. V poslední fázi materiálové analýzy proběhlo měření množství ZA metodou rentgenové difrakce v povrchu a v jádru vzorku, viz Obr. 56. V oblasti peaku FCC mřížky příslušící ZA (osa $x = 43,927 - 100\%$ intenzita a $x = 51,17 - 47,3\%$ intenzita) není vidět znatelný nárůst. Z těchto poznatků lze konstatovat, že množství ZA je na maximální úrovni jednotek %. Peak na hodnotě $x = 42,5$ přísluší karbidům, zejména karbidu Cr_7C_3 . Z hlediska

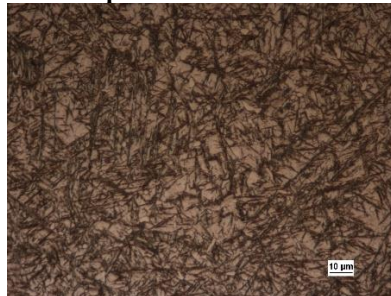
srovnání měření jádra a povrchu se jedná o velmi podobné výsledky s největším rozdílem v oblasti peaku karbidů. Měření bylo provedeno na vzorku z 2. skupiny.



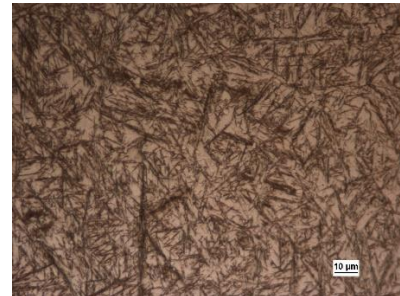
Obr. 46: Gradient tvrdosti po TZ po kalení z 1050 °C + popouštění 150 + 575 + 550 °C s ochranou proti oduhličení



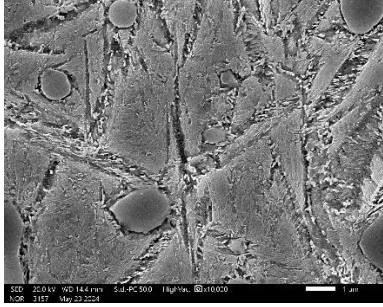
Obr. 47: Mikrostruktura vzorku - 3. skupina, kalení z 1050 °C + 150 + 550 + 575 °C, oblast 0,8 mm od povrchu – 500x



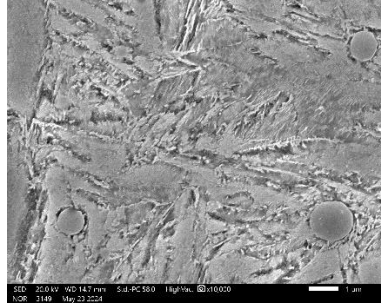
Obr. 48: Mikrostruktura vzorku - 1. skupina, kalení z 1050 °C + 150 + 550 + 575 °C, oblast 0,7 mm od povrchu – 500x



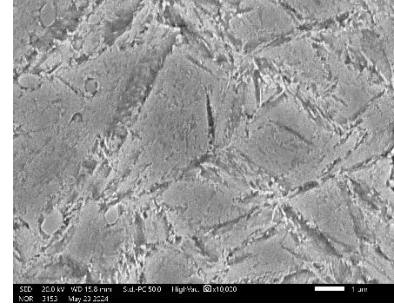
Obr. 49: Mikrostruktura vzorku - 2. skupina, kalení z 1050 °C + 150 + 550 + 575 °C, oblast 0,3-0,4 mm od povrchu – 500x



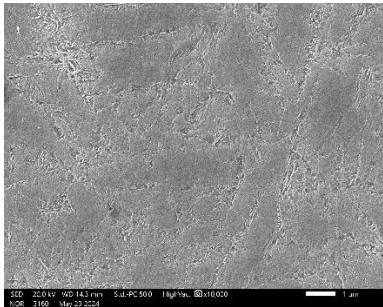
Obr. 50: Mikrostruktura vzorku - 1. skupina, kalení z 1050 °C + 150 + 550 +575 °C, oblast nahlíčené vrstvy



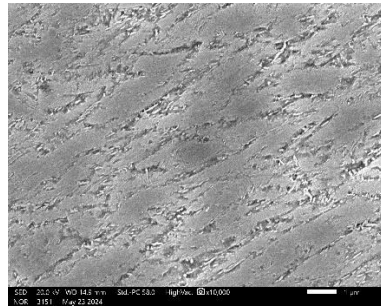
Obr. 51: Mikrostruktura vzorku - 2. skupina, kalení z 1050 °C + 150 + 550 +575 °C, oblast nahlíčené vrstvy



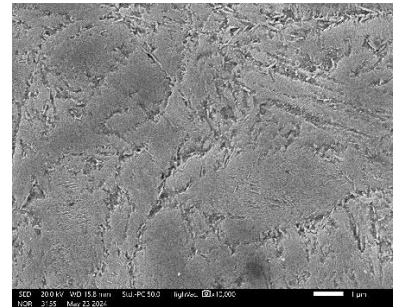
Obr. 52: Mikrostruktura vzorku - 3. skupina, kalení z 1050 °C + 150 + 550 +575 °C, oblast nahlíčené vrstvy



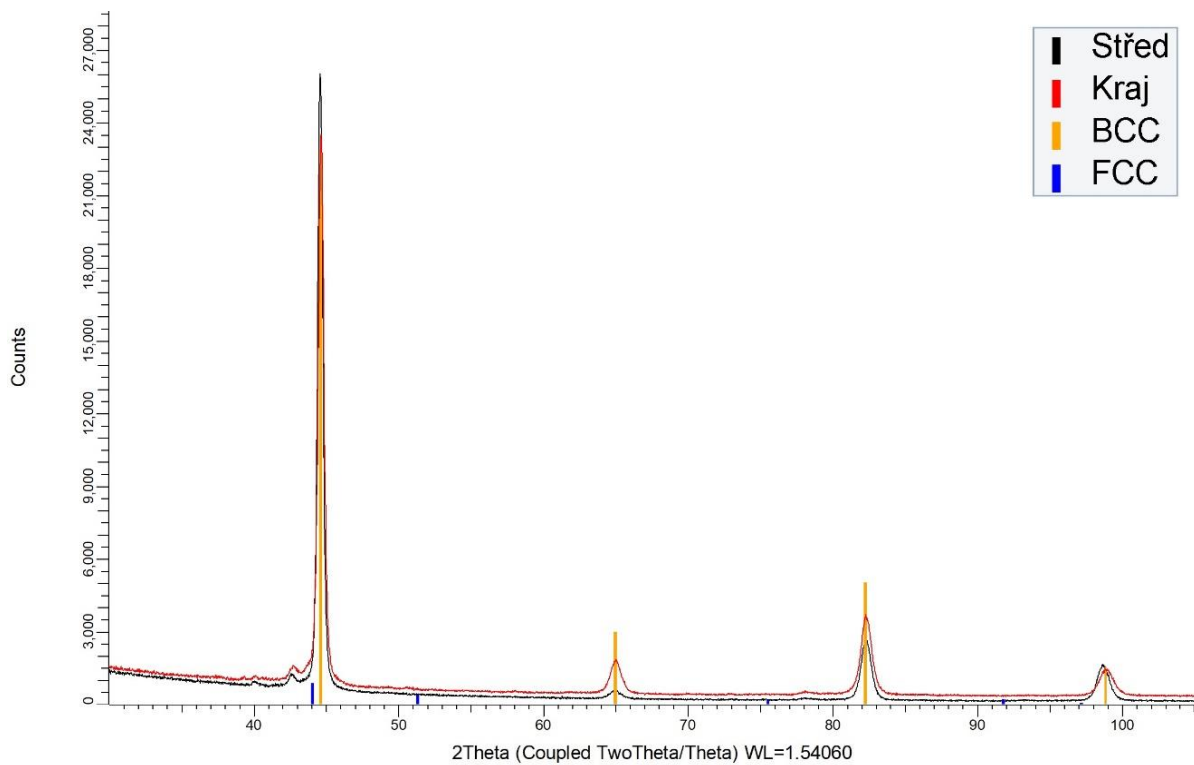
Obr. 53: Mikrostruktura vzorku - 1. skupina, kalení z 1050 °C + 150 + 550 +575 °C, oblast jádra



Obr. 54: Mikrostruktura vzorku - 2. skupina, kalení z 1050 °C + 150 + 550 +575 °C, oblast jádra



Obr. 55: Mikrostruktura vzorku - 3. skupina, kalení z 1050 °C + 150 + 550 +575 °C, oblast jádra



Obr. 56: Rentgenová difrakce nahlíčené vrstvy a jádra, vzorek z 2. skupiny

11 Zkoušky otěruvzdornosti

V poslední části experimentu byla provedena zkouška otěruvzdornosti metodou Pin on Disc. Vzhledem k neuspokojivým výsledkům cementace v plynu byly analyzovány pouze vzorky, na kterých cementace proběhla pomocí prášku. Pro srovnání byl přidán vzorek, který nebyl podroben CHTZ, ale pouze tepelnému zpracování (dále jako TZ) kalením z 1040 °C a popouštěním při 575 °C. Zkouška byla provedena s následujícími parametry, viz Tab. 10.

Tab. 10: Parametry zkoušky otěruvzdornosti

Číslo zkoušky	Materiál kuličky	Průměr kuličky [mm]	Poloměr kružnice [mm]	Počet cyklů	Teplota [°C]	Zatížení [N]	Celková vzdálenost [m]
1. zkouška	Al ₂ O ₃	6	2	30000	20	15	377
2. zkouška	Al ₂ O ₃	6	2	30000	450	15	377

Po provedení zkoušek bylo opotřebení analyzováno pomocí drsnoměru, z naměřeného profilu povrchu byl stanoven celkový objem odebraného materiálu a míra opotřebení v jednotkách 10⁻⁶ mm³ / Nm.

11.1 Opotřebení za pokojové teploty

Vzorky, které byly zpracovány pomocí CHTZ cementací vykazují až 3,25x vyšší odolnost proti opotřebení než vzorek bez CHTZ. Přínos vyšší kalící teploty z hlediska odolnosti proti opotřebení není jednoznačný.

U vzorků kalených při 1050 °C jsou rozdíly míry opotřebení do 10 %, přičemž nejmenšího opotřebení dosáhl vzorek z 1. skupiny.

Vzorek z 2. skupiny kalený při 1020 °C dosáhl o 11 % menšího opotřebení než vzorek z 1. skupiny a o 20 % menšího než vzorek z 3. skupiny v rámci stejného CHTZ a TZ zpracování, viz Tab. 11.

Tab. 11: Zkouška metodou Pin on Disc za pokojové teploty

Vzorek	objem odebraného materiálu [mm ³]	Míra opotřebení [10 ⁻⁶ mm ³ / Nm]
Bez CHTZ	0,2510	44,4
1. skupina 1050 °C	0,0824	14,6
2. skupina 1050 °C	0,0881	15,6
3. skupina 1050 °C	0,0917	16,2
1. skupina 1020 °C	0,0854	15,1
2. skupina 1020 °C	0,0768	13,6
3. skupina 1020 °C	0,0959	17

11.2 Opotřebení za zvýšené teploty

Při testování za zvýšených teplot již nedochází k tak výrazným rozdílům jako za teploty pokojové.

Nejnižší míra opotřebení byla naměřena u vzorku z 2. skupiny při kalení z 1050 °C, porovnáním se vzorkem bez CHTZ se jedná o 1,82x vyšší odolnost proti opotřebení. Podobného výsledku dosáhl i vzorek z 1. skupiny. Vzorek z 3. skupiny dosáhl jen o 15,5 % menšího opotřebení než vzorek bez CHTZ.

U vzorků kalených z 1020 °C míra opotřebení dokonce narostla u vzorku z 1. skupiny o 5 % vzhledem k vzorku bez CHTZ. U vzorku z 2. skupiny byl nepatrný rozdíl. Vzorek z 3. skupiny dosáhl velmi nízké míry opotřebení, přihlédnutím k naměřeným hodnotám a trendům chování jednotlivých vzorků zde zřejmě došlo k chybě během zkoušky a toto měření bylo považováno za neplatné, viz Tab. 12.

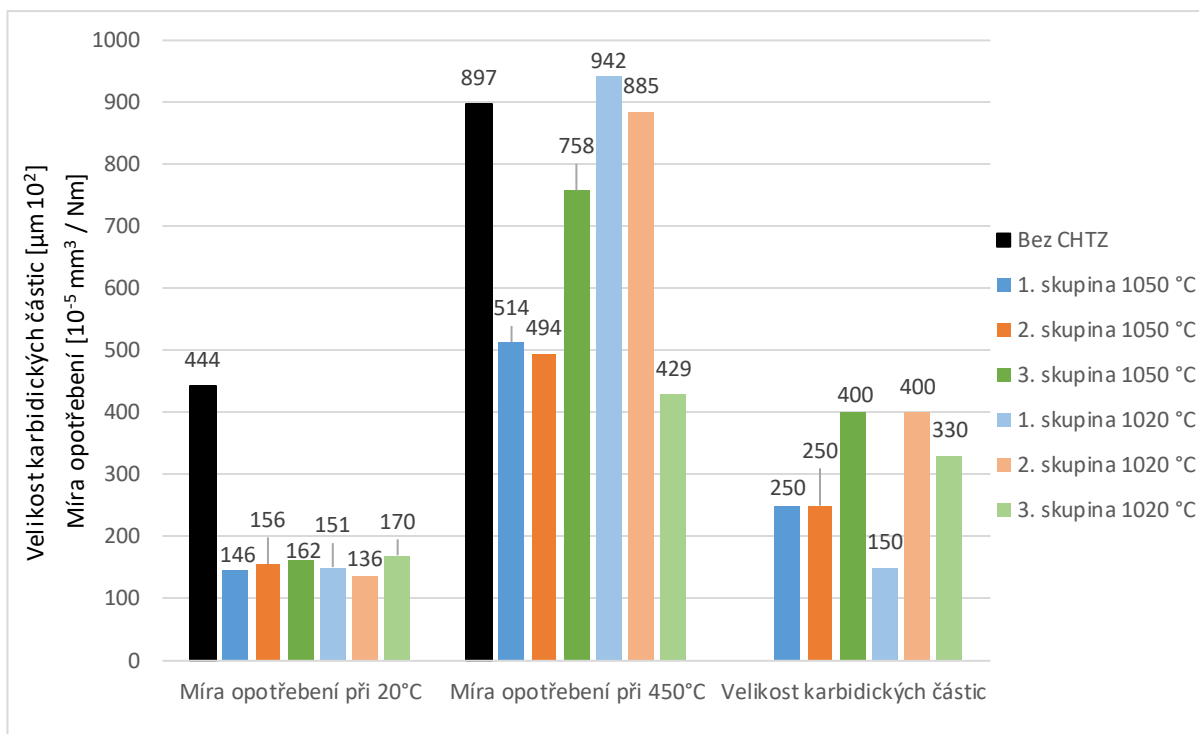
Tab. 12: Zkouška metodou Pin on Disc za zvýšené teploty

Vzorek	objem odebraného materiálu [mm ³]	Míra opotřebení [10 ⁻⁶ mm ³ / Nm]
Bez CHTZ	0,5075	89,7
1. skupina 1050 °C	0,2907	51,4
2. skupina 1050 °C	0,2796	49,4
3. skupina 1050 °C	0,4288	75,8
1. skupina 1020 °C	0,5327	94,2
2. skupina 1020 °C	0,5005	88,5
3. skupina 1020 °C	0,4853	42,9

12 Diskuze výsledků

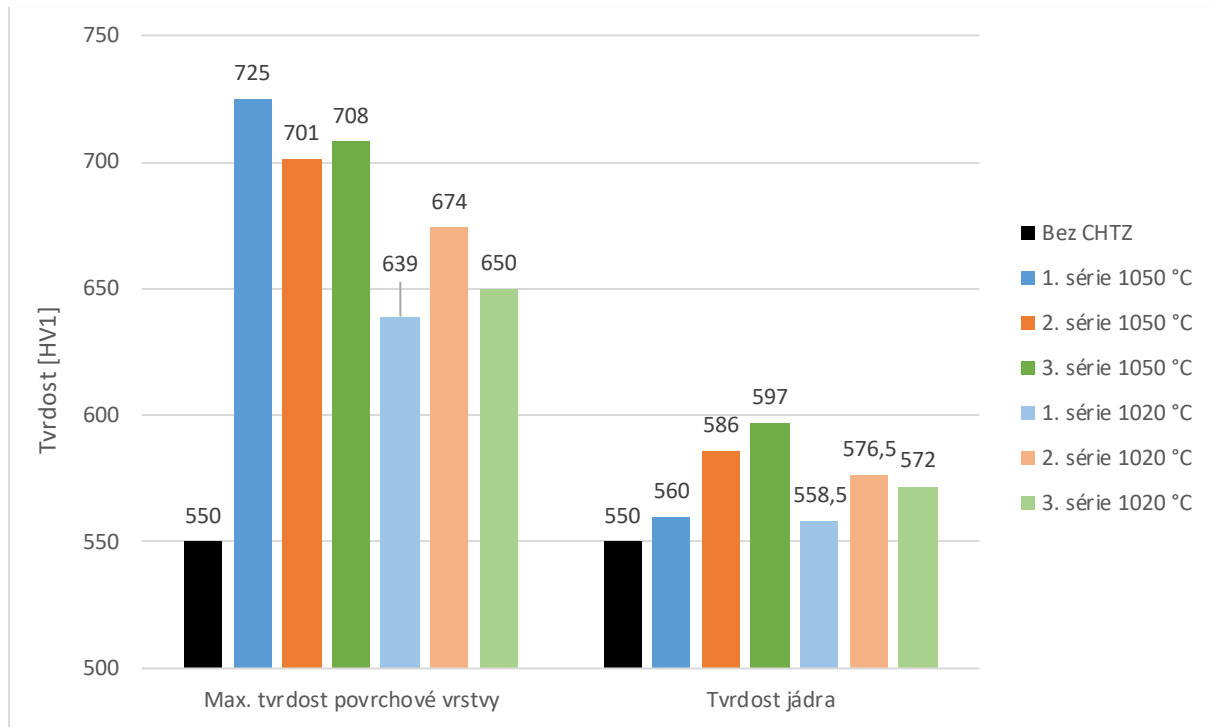
Cementace v plynu v režimu při 920 °C s nauhličujícím potenciálem $C_p = 1,3$ nepřinesla uspokojivé výsledky, nauhličení povrchu bylo oproti původnímu množství uhlíku zvýšeno pouze o cca 0,1 hm. % C. Takto nízké zvýšení množství uhlíku nemělo významný vliv na změnu tvrdosti v oblasti povrchu a jádra. V průběhu experimentu se ve dvou případech během kalení vytvořilo v povrchové vrstvě i v jádru vysoké množství jemných karbidických částic. Následkem mohlo být zvýšení tvrdosti až o 40 HV1 ve srovnání s ostatními vzorky, které byly podrobeny identickému CHTZ a TZ. Z provedených experimentů a měření tento jev ovšem nelze predikovat a není jisté, čím byl způsoben, zvýšená tvrdost by se také dala přisoudit lokální nehomogenitě materiálu. Současně nebyl prokázán opakovaný vliv původního zpracování pomocí tváření / žihání na výsledné hodnoty tvrdosti. V průběhu experimentu se prokázalo, že důvodem nízkého nasycení materiálu uhlíkem byla nízká teplota cementace, avšak z důvodu přenositelnosti na další technologická zařízení nebylo možné využít vyšší teploty cementace v plynu.

Cementace v prášku prokázala možnost cementace této oceli za určitých podmínek. Cementace byla provedena při teplotě 1000 °C po dobu 20 hodin v cementačním prášku značky Durferit. Po nízkoteplotním popouštění docházelo paradoxně k nízké tvrdosti v oblasti cementované vrstvy z důvodu vysokého množství ZA. K navýšení hodnot tvrdosti bylo třeba provádět opakované vysokoteplotní popouštění. Po finálním popouštění byla provedena zkouška na přítomnost ZA metodou rentgenové difrakce, která ukázala množství ZA v řádech jednotek %. Během cementace byl zkoumán vliv velikosti zrna na celkový průběh cementace. Výsledky ukázaly, že se zmenšujícím se zrnem roste značně schopnost oceli absorbovat uhlík. U vzorku z 2. skupiny, který byl připraven pomocí opakovaného pěchování, bylo naměřeno o cca 0,5 hm. % C více, než u vzorku z 3. skupiny, který byl podroben hrubnutí při vysoké teplotě. Toto zvýšené množství uhlíku nemělo zásadní vliv na maximální dosaženou tvrdost. Při testování za pokojové teploty dosáhly vzorky zpracované chemicko-tepelným zpracováním až 3,25x vyšší odolnosti proti opotřebení než vzorek bez chemicko-tepelného zpracování. Během testování za zvýšené teploty bylo dosaženo zvýšení odolnosti proti opotřebení až o 1,80x u vzorků s chemicko-tepelného zpracováním při kalení z teploty 1050 °C ve srovnání se vzorkem bez cementace. Při srovnání se vzorky kalenými z 1020 °C není oproti vzorku bez chemicko-tepelného zpracování výrazný rozdíl v odolnosti proti opotřebení. Celkově lepších výsledků bylo dosaženo v případě zpracování s vyšší teplotou kalení. Vzorky z 2. skupiny s nejvyšším obsahem uhlíku dosahovaly v případě kalení z teploty 1020 °C maximální délky karbidů v povrchových vrstvách okolo 4 μm, v případě kalení z teploty 1050 °C byla velikost karbidů shodná se vzorkem z 1. skupiny, maximální délka karbidů se pohybovala okolo 2,5 μm. Další největší naměřená délka karbidů ve velikosti 4 μm byla nalezena u vzorku z 3. skupiny kaleného z 1050 °C. Nejmenší velikost karbidů byla naměřena u vzorku z 1. skupiny při kalení z 1020 °C, kde velikost činila 1,5 μm, u vzorku z 3. skupiny při identickém zpracování byla naměřena maximální délka karbidů 3,3 μm, viz Obr. 57.



Obr. 57: Srovnání míry opotřebení a velikosti karbidických částic po cementaci v prášku s následným kalením a dvounásobným vysokoteplotním popouštěním

Ze souhrnného grafu, viz Obr. 58, je vidět znatelný vliv zvýšené tvrdosti povrchu a jádra se zvyšující se teplotou kalení. Vzorky kalené z 1050 °C dosahují v povrchové vrstvě tvrdostí vyšších až o 85 HV1 v porovnání se vzorky kalenými z 1020 °C při zachování totožného zpracování. Při srovnání tvrdostí jader již nedochází k výrazným rozdílům. Naměřené odchylky tvrdostí jader jsou způsobeny nehomogenitou materiálu. V případě vzorků z 1. a 2. skupiny se jedná o jednotky HV1. U vzorků z 3. skupiny je tento rozdíl 25 HV1. Procentuální rozdíl mezi tvrdostí povrchu a jádra u vzorků kalených z 1050 °C se pohybuje od 19 do 29 %. Při kalení z nižší teploty je tento rozdíl téměř o polovinu menší, s hodnotami od 14 do 17 %.



Obr. 58: Srovnání tvrdostí po cementaci v prášku s následným kalením a dvounásobným vysokoteplotním popouštěním

Dosahované tvrdosti povrchových vrstev byly srovnatelné jako v případě studie cementace pomocí plazmatu popsané v kapitole 6.3 [38]. Nepodařilo se však zatím dosáhnout vysoké koncentrace velkých karbidů v povrchových vrstvách, přestože množství absorbovaného uhlíku v povrchu bylo srovnatelné.

13 Závěr

V úvodu experimentální části diplomové práce byla provedena vstupní kontrola materiálu, přičemž se vyhodnocovala z hlediska řady parametrů. Prvním z těchto parametrů bylo chemické složení, měření ukázalo, že materiál vyhovoval předpisu. Dále byla v rámci vstupní kontroly provedena kontrola mikročistoty oceli, která dosáhla nadprůměrných výsledků a v neposlední řadě proběhlo měření velikosti zrn materiálu, které dosahovalo velikosti od G8 do G9.

Vzorky pro chemicko-tepelné zpracování a tepelné zpracování byly připraveny ve třech skupinách, přičemž hodnotícím kritériem byla naměřená velikost zrna. U první skupiny se použily vzorky bez dodatečného TZ, u kterých byla velikost zrna G8-G9. Druhá skupina byla připravena pomocí tváření za tepla, čímž bylo dosaženo zjemnění zrna na velikost G12-G13. Třetí skupina byla připravena pomocí žhání za vysoké teploty za účelem zhrubnutí materiálu. Po vysokoteplotním žhání byla naměřena velikost zrn G6-G8.

Cementace byla nejprve provedena pomocí aktivního prostředí plynu za různých hodnot nauhličujícího potenciálu Cp. Měření však ukázala, že pomocí cementace v plynu za použitých teplot a tlaků není technologicky možné dosáhnout nauhličení, které by mělo významný vliv na mechanické vlastnosti.

V další fázi byly provedeny experimenty pomocí cementace v prášku, přičemž byly použity teploty na horní hranici rozsahu, pro které je možné prášek použít. Tento experiment byl úspěšný a nejvyšší naměřené množství uhlíku v materiálu se pohybovalo okolo 1,5 hm. %. Tento stav byl dosažen v materiálu s nejvyšším stupněm prokování a s nejmenší velikostí původního austenitického zrna.

Po následném TZ byly naměřeny v povrchových vrstvách vzorků tvrdosti přes 700 HV1 s pomalu klesajícím gradientem, který dosahoval u všech vzorků hodnot okolo 30 HV1 / mm. Nauhličené vrstvy dosahovaly do hloubky 3,5 až 4 mm od povrchu.

Z hlediska mikrostruktury byla pozornost věnována velikosti karbidů v nauhličené vrstvě. Největší naměřené karbidy dosahovaly velikostí až 4 μm . Při kalení z vyšší teploty 1050 °C byly největší karbidy nalezeny u vzorku podrobeného hrubnutí. Zbylé dva vzorky dosahovaly stejných velikostí karbidů.

Zkouškou otěruvzdornosti metodou Pin on Disc za pokojové teploty byla naměřena až 3,25x vyšší odolnost proti opotřebení ve srovnání s materiálem bez CHTZ. Vyhodnocením zkoušky za vyšších teplot byl přínos CHTZ patrný především u vzorků kalených z teploty 1050 °C, kde naměřená hodnota odolnosti proti opotřebení byla až 1,80x vyšší. Nejvyšší odolnost proti opotřebení ve srovnání s materiálem bez CHTZ dosáhl vzorek s původní velikostí zrna G12-G13. Při kalení z nižší teploty 1020 °C byly rozdíly v řádech jednotek %.

Cílem diplomové práce bylo posoudit možnosti cementace u oceli 1.2343 a vyhodnotit vhodnost jednotlivých technologií. Lze konstatovat, že při specifických podmínkách tato nástrojová ocel lze cementovat. Z provedených měření dosahovala nejlepších výsledků technologie cementace pomocí prášku za zvýšené teploty. Pro další optimalizaci technologie se nabízí použití odlišných cementačních prášků a porovnání jejich charakteristik s možností mírného upravení parametrů cementace, zejména optimalizace teploty.

Seznam použitých zdrojů

- [1] BENEŠOVÁ, S; V. BERNÁŠEK, *Technologie tváření*. Plzeň: Západočeská univerzita v Plzni, 2014. s. 4, 15-16, 43-47. ISBN 978-80-261-0449-0.
- [2] KOŠELEV, V. *Metalografické tabulky*. Praha: Technicko-vědecké vydavatelství, 1952. s. 3-5, 13-17.
- [3] SNYDER, D.; CHEN, E. Y.; CHEN, C. C., Sammy. Deformation Characteristics and Recrystallization Response of a 9310 Steel Alloy. Online. In: *Metallurgical and Materials Transactions A*. 2013, s. 479-493. ISSN 1073-5623. Dostupné z: <https://doi.org/10.1007/s11661-012-1381-4>. [cit. 2024-05-17].
- [4] HAŠEK, V. *Kování*. Praha: Státní nakladatelství technické literatury, 1965. ISBN 04-233-65.
- [5] FABÍK, R. *Tváření kovů: učební text: studijní materiály pro studijní program Metalurgické inženýrství Fakulty metalurgie a materiálového inženýrství*. Ostrava: Vysoká škola báňská – Technická univerzita, 2012. s. 120, 226-227, 230. ISBN 978-80-248-2572-4.
- [6] LENFELD, P. *Technologie II. - 1. část (Tváření kovů)*. Online. 3. vydání. Liberec: Technická univerzita v Liberci, 2016. ISBN 8073720205, 9788073720209. Dostupné z: https://www.ksp.tul.cz/cz/kpt/obsah/vyuka/skripta_tkp/obsah.htm. [cit. 2023-11-19].
- [7] ERICH P.; A. ENGST; V. EICHLER; J. PRŮCHA; B. ESTERKA; J. KREJČÍK. *Nástrojové oceli Poldi a jejich užití*, SIP-41144/04918
- [8] BURDA, S. K. *Vady výkovků kovaných z ingotů*. Praha: Práce, 1958
- [9] WALTER, J. *Tepelné zpracování nástrojových ocelí ve vakuu*. Bakalářská práce. Praha: ČESKÉ VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V PRAZE FAKULTA STROJNÍ ÚSTAV MATERIÁLOVÉHO INŽENÝRSTVÍ, 2019. https://dspace.cvut.cz/bitstream/handle/10467/84214/F2-BP-2019-Walter-Jan-Zaverecne_prace.pdf?sequence=-1&isAllowed=y
- [10] *Zpracování nástrojových ocelí – Tváření a tepelné zpracování*. Online. Bolzano. Dostupné z: https://bbolzano.cz/assets/files/TP/Nastrojove_oceli/MOP_Zpracovani%20nastrojovych_%20oceli.pdf. [cit. 2023-11-19].
- [11] JECH, J. *Tepelné zpracování oceli: metalografická příručka*. 4., přeprac. a dopl. vyd. Praha: Státní nakladatelství technické literatury, 1983. s. 76–106.
- [12] MACEK, K.; P. ZUNA. *Nauka o materiálu*. Praha: České vysoké učení technické, 1996. ISBN 80-01-01507-6.
- [13] JURČI, P. *Nástrojové oceli ledeburitického typu*. Praha: České vysoké učení technické v Praze, 2009. s. 9-11, 14-16. ISBN 978-80-01-04439-1.
- [14] DAĐOUREK, K. *Povrchové kalení*. Technická univerzita v Liberci [online] 2007. [cit. 2023-10-10]. Dostupné z: <https://docplayer.cz/16282916-Povrchove-kaleni-teorie-tepelneho-zpracovani-katedra-materialu-strojni-fakulty-technicka-univerzita-v-liberci-doc-ing-karel-dadourek-2007.html>
- [15] PTÁČEK, L. *Nauka o materiálu II*. 2. opr. a rozš. vyd. Brno: CERM, 2002. ISBN 80-7204-248-3.
- [16] KRAUS, V. *Tepelné zpracování a slinování*. 3. vyd. Plzeň: Západočeská univerzita, 2013. s. 64-67. ISBN 978-80-261-0260-1.

- [17] RAJAN, T.V.; SHARMA, C.P. *Heat treatment Principles and Techniques*. 2. vydání. Nové Dillí: PHI Learning Private Limited, 2011. s. 130. ISBN 978-87-203-4095-4.
- [18] NAKHIMOV, D.M.; BRON, D.I. *Deformation of steel during quenching*. Online. *Met Sci Heat Treat*. 1966, s. 540–545. Dostupné z: <https://doi.org/10.1007/BF00673498>. [cit. 2023-11-19].
- [19] TOTTEN, G. E. *Steel heat treatment – Metallurgy and technologies*. 2. vydání. Oregon: Taylor & Francis Group, 2006. ISBN 0-8493-8452-4.
- [20] *ASM Handbook, Volume 4A: Steel Heat Treating Fundamentals and Processes*. ASM International, 2013. s. 721-737. ISBN 978-1-62708-011-8.
- [21] KARABELCHTCHIKOVA, O. *Fundamentals of Mass Transfer in Gas Carburizing*. Disertační práce. Worcester Polytechnic Institute, Worcester, USA, 2007.
- [22] OAKES, J. *Getting the Right Protective and Carburizing Atmosphere*. Online. 2017. Dostupné z: <https://www.heattreat.net/blogs/jim-oakes/2017/02/02/getting-the-right-protective-and-carburizing-atmosphere>. [cit. 2023-11-19].
- [23] JIRKA, T. *Srovnání způsobů cementace používaných v praxi*. Diplomová práce. Plzeň: Západočeská univerzita v Plzni, 2015.
- [24] TIMSINA, R.; THAPA, R. *Methanol Synthesis from Syngas: a Process Simulation*. Online. *Scandinavian Simulation Society*. 2022, s. 444-449. Dostupné z: <https://doi.org/10.3384/ecp21185444>. [cit. 2023-11-19].
- [25] *Heat treatment of metals*. Online. Suranaree university of technology. 2011. Dostupné z: http://personal.sut.ac.th/heattreatment/context/metal_11.html. [cit. 2023-11-19].
- [26] MARCH, L. *Carbon Diffusion and Carburizing Parameter Selection*. Online. Thermalprocessing. 2016. Dostupné z: <https://thermalprocessing.com/metal-urgency-carbon-diffusion-and-carburizing-parameter-selection/>. [cit. 2023-11-19].
- [27] ČSN 41 9552. *Ocel 19 552 Cr-Mo-Si-V*. Praha: Úřad pro normalizaci a měření, 1971. s. 5.
- [28] *1.2343, 1.2344, X37CrMoV5-1, X40CrMoV5-1 - tool steel*. Online. Virgamet. Dostupné z: <https://virgamet.com/x37crmov51-x40crmov51-aisi-h13-h11-uns-t20811-t20813-tool-steel>. [cit. 2023-11-19].
- [29] *W. NR. 1.2343 ESU*. Online. Jkz. Dostupné z: <https://www.jkz.cz/prodej-oceli/detail/w-nr-12343-esu>. [cit. 2023-11-19].
- [30] *W 1.2343 - AISI H11*. Online. 2022. Dostupné z: <https://industeel.arcelormittal.com/fichier/ds-tools-2343-h11/>. [cit. 2023-11-19].
- [31] SAYYAD, Q. *Heat Treatment and Mechanical Testing of AISI H11 Steel*. Online. *Key Engineering Materials*. 2015, s. 434-439, 656-657. Dostupné z: <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/KEM.656-657.434>. [cit. 2023-11-19].
- [32] *AISI Type H11 Hot Work Tool Steel, air or oil quenched from 995-1025°C*. Online. Matweb. Dostupné z: <https://www.matweb.com/search/datasheet.aspx?matguid=2285b7f0dd2f440abc57dea68458bb22&ckck&ckck=1>. [cit. 2023-11-19].
- [33] *Tool Steel H11*. Online. Techsteel. Dostupné z: <https://www.techsteel.net/alloy/tool-steel/h11>. [cit. 2023-11-19].

- [34] *AISI H11 Tool Steel / DIN1.2343 / SKD6*. Online. Round-bars. Dostupné z: <https://www.round-bars.com/products/aisi-h11-hot-work-tool-steel/>. [cit. 2023-11-19].
- [35] *UDDEHOLM VIDAR SUPERIOR*. Online. Ramada. 2013. Dostupné z: https://www.ramada.pt/ficheiros_upload/pb_uddeholm_vidar_superior_english160604131214.pdf. [cit. 2023-11-19].
- [36] PASANG, T.; CHEN, Z. *The Effect of Heat Treatment Atmosphere on Hardening of Surface Region of H13 Tool Steel*. Online. *Journal of Materials Science and Chemical Engineering*. 2013, roč. 1, č. 6, s. 20-29. Dostupné z: <https://doi.org/10.4236/msce.2013.16004>. [cit. 2023-11-19].
- [37] DIVAGAR, S.; SUDHAHAR, M. *Enhancement of tool wear resistance in AISI H-13 steel by liquid carburizing*. Online. *Innovative Food Science & Emerging Technologies*. 2020, s. 156-160. Dostupné z: https://www.researchgate.net/profile/Ttmkannan-Mahadevan/publication/341251709_Enhancement_of_tool_wear_resistance_in_AISI_H-13_steel_by_liquid_carburizing/links/5eb57b5ba6fdcc1f1dcaccc6/Enhancement-of-tool-wear-resistance-in-AISI-H-13-steel-by-liquid-carburizing.pdf. [cit. 2023-11-19].
- [38] SOUCHARD, J.P.; JACQUOT, P.; BUVRON, M. *Plasma overcarburizing of chromium steels for hot working and wear applications*. Online. *Materials Science and Engineering*. 1991, s. 454-460. Dostupné z: [https://doi.org/10.1016/0921-5093\(91\)90462-V](https://doi.org/10.1016/0921-5093(91)90462-V). [cit. 2023-11-25].
- [39] HRADIL, D.; NOVÝ, Z. *Inovativní nástrojářské technologie. Zvýšení odolnosti proti opotřebení funkčních ploch nástrojových ocelí aplikací chemicko-tepelného zpracování a specifikování potenciálu kombinace chemicko-tepelného zpracování s laserovým kalením*. Dobřany, 2022.