

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 vypracovala samostatně, s použitím odborné literatury a pramenů, uvedených v seznamu, který je součástí této diplomové práce.

V Plzni dne:

.....
podpis autora

ANOTAČNÍ LIST DIPLOMOVÉ PRÁCE

AUTOR	Příjmení Bc. Dostálová	Jméno Martina		
STUDIJNÍ OBOR	Materiálové inženýrství a strojírenská metalurgie			
VEDOUCÍ PRÁCE	Příjmení (včetně titulů) Doc. Dr. Ing. Kříž	Jméno Antonín		
PRACOVISŤE	ZČU - FST - KMM			
DRUH PRÁCE	DIPLOMOVÁ	BAKALÁŘSKÁ	Nehodící se škrtněte	
NÁZEV PRÁCE	Optimalizace provozu linky určené pro chemicko-tepelné zpracování na ZČU v Plzni			

FAKULTA	strojní	KATEDRA	KMM	ROK ODEVZD.	2014
----------------	---------	----------------	-----	--------------------	------

POČET STRAN (A4 a ekvivalentů A4)

CELKEM	66	TEXTOVÁ ČÁST	79	GRAFICKÁ ČÁST	13
---------------	----	---------------------	----	----------------------	----

STRUČNÝ POPIS (MAX 10 ŘÁDEK) ZAMĚŘENÍ, TÉMA, CÍL POZNATKY A PŘÍNOSY	Diplomová práce se zabývá realizací a optimalizací provozu linky pro chemicko-tepelné zpracování na ZČU v Plzni. Cílem bylo vytvoření několika procesů cementace a nitridace a jejich uskutečnění. Výstupem práce je analýza z metalografického hlediska, hloubky vrstvy, povrchové tvrdosti a chemického složení.
KLÍČOVÁ SLOVA ZPRAVIDLA JEDNOSLOVNÉ POJMY, KTERÉ VYSTIHUJÍ PODSTATU PRÁCE	chemicko-tepelné zpracování, nitridace, cementace, optimalizace, hloubka vrstvy, povrchová tvrdost, rozložení vsázky, Floe proces

SUMMARY OF DIPLOMA SHEET

AUTHOR	Surname Bc. Dostálová	Name Martina	
FIELD OF STUDY	Materials Engineering and Engineering Metallurgy		
SUPERVISOR	Surname (Inclusive of Degrees) Doc. Dr. Ing. Kříž	Name Antonín	
INSTITUTION	ZČU - FST - KMM		
TYPE OF WORK	DIPLOMA	BACHELOR	Delete when not applicable
TITLE OF THE WORK	Optimalization of chemical heat treatment workstation implemented at UWB in Pilsen		

FACULTY	Mechanical Engineering	DEPARTMENT	Material Science and Technology	SUBMITTED IN	2014
----------------	------------------------	-------------------	---------------------------------	---------------------	------

NUMBER OF PAGES (A4 and eq. A4)

TOTALLY	66	TEXT PART	79	GRAPHICAL PART	13
----------------	----	------------------	----	-----------------------	----

BRIEF DESCRIPTION TOPIC, GOAL, RESULTS AND CONTRIBUTIONS	This thesis deals with realization and optimalization of chemical heat treatment workstation at UWB in Pilsen. The aim was a design of processes of carburizing and nitriding and their realization. The output is the analysis of metallography, depth of layer, surface hardness and chemical composition.
KEY WORDS	chemical heat treatment, nitriding, carburizing, optimalization, depth of layer, surface hardness, distribution of load, Floe process

Poděkování:

Tímto bych chtěla poděkovat konzultantovi práce Ing. Jiřímu Hájkovi, Ph.D. a vedoucímu práce Doc. Dr. Ing. Antonínu Křížovi za odborné vedení, ochotu a trpělivost při řešení dané problematiky. Poděkování patří také Ing. Bohumilu Dostálovi za odbornou konzultaci, Zdence Dostálové za jazykovou korekturu, Petru Chmelířovi za zajištění technického zázemí při přípravě vzorků a také Tomáši Valentovi za vstřícný přístup v době řešení této práce.

Obsah

Obsah	1
Přehled použitých zkratk	2
Úvod	3
1 Praktické aspekty CHTZ	4
1.1 Plynová cementace [1][2][3]	4
1.2 Řízené atmosféry [6]	6
1.3 Kalící média [2] [7]	7
1.4 Nitridace v plynu [1] [9]	11
2 Nové směry v procesech CHTZ	13
2.1 Floe proces [9][10]	13
2.2 Proces ZeroFlow [11]	14
2.3 Zpracování s předoxidací a post oxidací [12]	16
2.4 Nitridace před vakuovou cementací PreNitLPC [13]	17
2.5 Zhodnocení teoretické části	18
3 Experimentální program	18
3.1 Popis experimentálního programu	19
3.1.1 Mikrostruktura vrstvy a vliv rozložení	19
3.1.2 Stanovení hloubky vrstvy	20
3.1.3 Povrchová tvrdost	20
3.1.4 Chemická analýza	20
3.2 Popis experimentálního zařízení	20
3.2.1 Návrh rozmístění pracoviště	23
3.2.2 Zacházení s plyny	24
3.2.3 Ekonomické hodnocení	25
3.2.4 Realizace procesu cementace	26
3.2.5 Realizace procesu nitridace	27
3.3 Experimentální materiál	27
3.4 Implementace procesů cementace a nitridace	34
3.4.1 Cementace I se dvěma stádii Cp	34
3.4.2 Cementace II – s online difuzním propočtem uhlíku	38
3.4.3 Cementace III s opakovaným cyklem	42
3.4.1 Cementace IV s jedním stádiem	46
3.4.2 Nitridace I	50
3.4.3 Nitridace II	53
3.4.4 Nitridace III	56
4 Diskuze výsledků	58
5 Závěr	64
Použitá literatura	66
Obrazová příloha	67

Přehled použitých zkratk

A_3 - teplota austenitizace [K]

A_1 – eutektoidní teplota [K]

HV – tvrdost dle Vickerse

HRC – tvrdost dle Rockwella

C_p – uhlíkový potenciál

K_N – nitridační číslo

a_N – aktivita dusíku

v – rychlost [m/s]

a – stupeň disociace

p – tlak

M_s – martenzit start – teplota počátku martenzitické přeměny [K]

H – intenzita kalícího média

CHD – hloubka cementované vrstvy

GD-OES – optická emisní spektroskopie s doutnavým výbojem

D – difuzní koeficient [cm^2/s]

Úvod

Navrhování součástí, které mají mít vhodné výsledné vlastnosti, není pouze prací konstruktéra, ale i technologa. Nezáleží pouze na vhodném konstrukčním řešení, ale vždy je třeba dobře promyslet jaké požadované finální vlastnosti, ať již mechanické, fyzikální či chemické, se od výrobku očekávají. Na základě těchto informací pak je třeba vybrat nejvhodnější tepelné zpracování součásti. Okamžikem stanovení technologie však práce nekončí. Následuje výběr vhodných parametrů procesu, velikosti vsázky, volba kalíciho média a řada dalších faktorů

Procesy povrchového chemicko-tepelného zpracování, při kterých dochází k nasycování povrchu součásti atomy intersticiálních či substitučních prvků, patří mezi světově velmi rozšířené a existuje nepřeborné množství druhů použitelných zařízení a způsobů provedení. Plynová cementace a nitridace jsou nejčastěji používanými, technologicky zvládnutými a moderními způsoby, k jejichž dalšímu vývoji stále dochází. Hledají se nová řešení s cílem snížení nákladů, vyšší reprodukovatelnosti výsledků a kratší doby zpracování.

Výsledné vlastnosti cementovaného a nitridovaného povrchu jsou vysoká tvrdost povrchu a zvýšená odolnost proti opotřebení se současným zachováním houževnatého jádra, zvýšení odolnosti proti korozi apod.

Cílem práce bylo „oživit“ a optimalizovat linku chemicko-tepelného zpracování na ZČU v Plzni a ověřit schopnost dosažení vhodných výsledných vlastností zpracovávaných součástí. Pořízení takového zařízení je dlouhodobý proces, proto začala realizace toho úkolu ještě před samotnou implementací procesů. Ze začátku se řešily požadavky z hlediska bezpečnosti a umístění zařízení. Dále následoval návrh programů pro procesy a zprovoznění linky. Na závěr došlo k realizaci procesů a mohla se provést analýza.

Jednotlivé procesy byly hodnoceny z praktického hlediska, především dosažených vrstev, mikrostruktury a chemického složení. Ohled byl brán i na problematiku rozložení vsázky. Na závěr bylo provedeno ekonomické zhodnocení.

1 Praktické aspekty CHTZ

1.1 Plynová cementace [1][2][3]

Cementace je proces povrchového chemicko-tepelného zpracování, při kterém dochází k nasycování povrchu nízkouhlikové oceli uhlíkem při teplotách nad A_3 s následným kalením a popouštěním za účelem dosažení vhodné struktury vsázky. K dosažení zvýšené koncentrace je nutné vsázku ohřát do oblasti, kdy je ve struktuře přítomný austenit, ve kterém se uhlík rychle a v dostatečném rozsahu rozpouští.

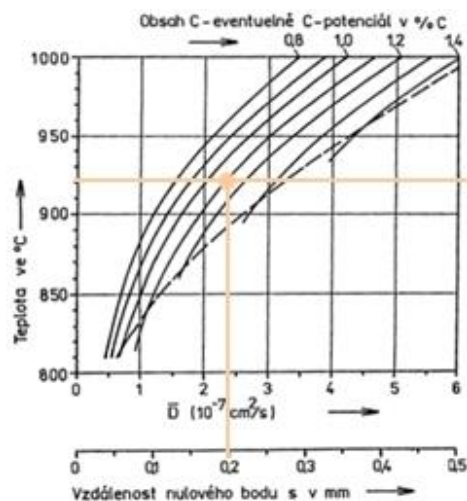
Zpracováním dochází ke vzniku povrchového koncentračního gradientu uhlíku, jehož důsledkem je tvrdá povrchová vrstva odolná proti opotřebení se zvýšenou únavovou pevností. Nejpříznivější koncentrace uhlíku na povrchu je 0,85%C. Povrch nesmí být přesycen, tj. neměl by přesáhnout hodnotu 1% koncentrace uhlíku, jelikož by došlo ke vzniku karbidů rozložených po hranicích zrn a tím snížení houževnatosti vrstvy.

Proces se řídí pomocí třech základních parametrů – teplota, čas a složení atmosféry. Mezi další faktory ovlivňující proces patří cirkulace atmosféry či legující prvky oceli.

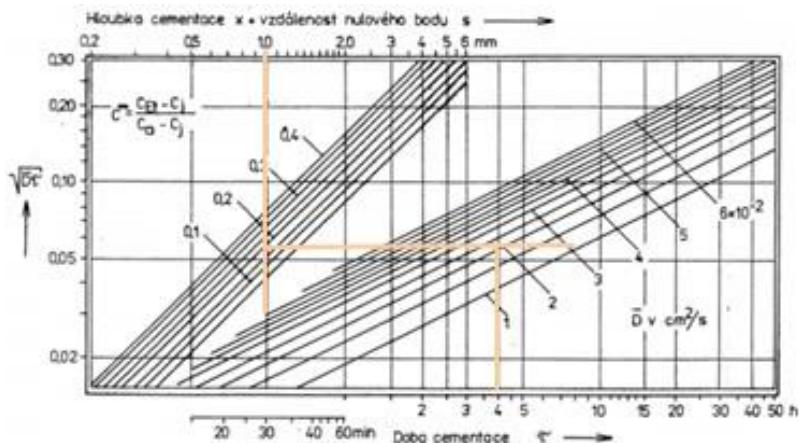
Běžně používaná teplota cementace je 920°C a dovoluje dostatečně rychlý proces nauhličování bez nadměrného opotřebovávání pecního zařízení. Někdy se teplota zvyšuje i na 955°C za účelem krácení doby cementace a dosažení větších hloubek.

V praxi dochází z důvodu zvýšení rychlosti procesu a tím krácení doby cementace na dvě stádia – sytící, ve kterém se využívá maximální možný nauhličující potenciál (do 1,2%C) a difuzní, v průběhu kterého dochází k difúzi uhlíku do jádra. Při druhém stádiu dochází ke snížení potenciálu na požadovanou koncentraci 0,8%C. V některých případech u požadavků hloubky vrstvy několik mm se využívá opakování tohoto cyklu za účelem dosažení příznivějšího rozložení uhlíku a velkých hloubek procesu.

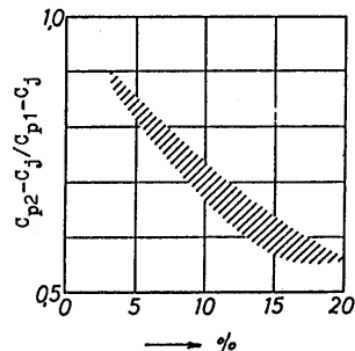
Dobu cementace lze stanovit pomocí Wagnerovy metody z monogramů, pokud známe požadovaný uhlíkový potenciál a cementační teplotu. V prvním kroku je třeba stanovit difuzní koeficient D , který lze odečíst z grafu (Obr. 1.1-1) jako funkční teploty a uhlíkového potenciálu, například tedy pro teplotu 920°C a hodnoty potenciálu 1,15% C je difuzní koeficient $2,3 \cdot 10^{-7} \text{ cm}^2/\text{s}$ a vzdálenost nulového bodu v 0,2 mm. V dalším kroku se určí délka celková doba cementace pomocí nomogramu (Obr. 1.1-2) na základě zvoleného potenciálu, difuzního koeficientu a požadované hloubky (např. 0,8 mm). V tomto případě je doba cementace 4 hodiny, která se obvykle musí ještě rozdělit na dvě stádia. Grafická závislost (Obr. 1.1-3) udává procentuální zastoupení doby difuzního stádia, pokud znám obsah uhlíku v jádře a uhlíkový potenciál v průběhu sytícího a difuzního stádia.



Obr. 1.1-1 Určení difuzního koeficientu [3]



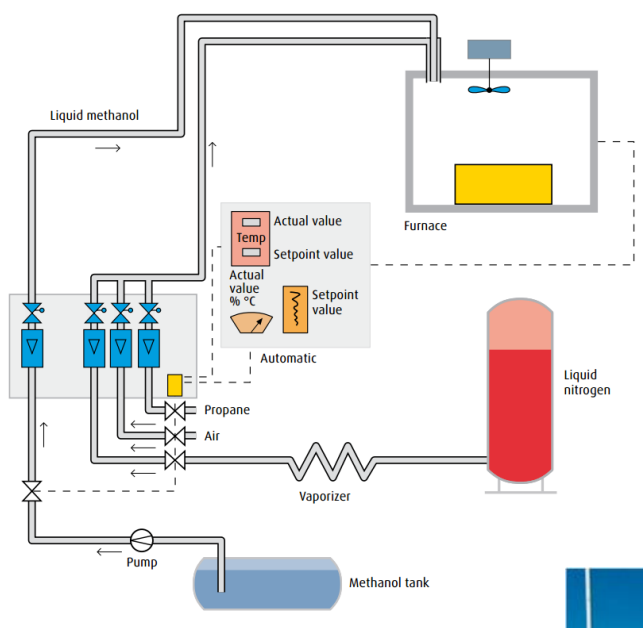
Obr. 1.1-2 Nomogram pro určení doby cementace [3]



Obr. 1.1-3 Časový úsek difúzní etapy v % etapy sytící [3]

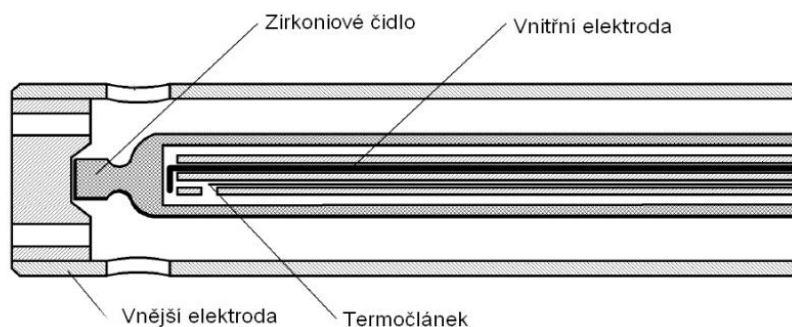
Aby k nauhličení vůbec došlo, musí mít atmosféra vyšší obsah uhlíku než je koncentrace na povrchu vsázky. Jinak řečeno, parciální tlak uhlíku je mírou nauhličující či oduhličující schopnosti prostředí a k nauhličování dojde, pokud je parciální tlak uhlíku v atmosféře $p_c (g)$ větší než parciální tlak uhlíku rozpuštěného v austenitu $p_{c(\gamma)}$. Uhlíkový potenciál tedy vyjadřuje rovnovážný stav uhlíku na povrchu výrobku.

Na Obr. 1.1-4 je zobrazen způsob distribuce procesních plynů do pece. Při zpracování v peci s ochrannou atmosférou je aktivní atmosféra s požadovaným uhlíkovým potenciálem v retortě již před vložením vsázky. K nauhličování dochází obvykle v endoatmosféře s přidavkem obohacujícího plynu. Endoatmosféry se skládají ze vzduchu a uhlovodíků, které získávají se z propanu, butanu či zemního plynu (natural gas). Pro zvýšení uhlíkového potenciálu se do atmosféry přidávají uhlovodíky, např. metanol. Procesní plyny uložené v tlakových lahvích prochází potrubní soustavou pod tlakem. V rozvaděči procesním médií je vidět průtok jednotlivých plynů a je možno jej regulovat. Do pece vstupují plyny současně. V peci je atmosféra distribuovaná pomocí ventilátoru. Řízení složení atmosféry probíhá automaticky, kdy je průtok řízen uhlíkovým potenciálem pomocí kyslíkové sondy.



Obr. 1.1-4 Distribuce dusíku a metanolu do pece [4]

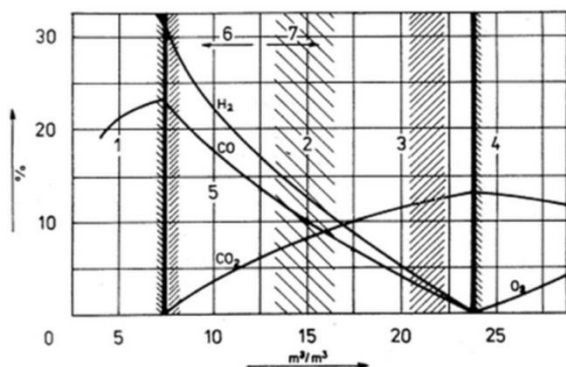
Kyslíková sonda (Obr. 1.1-1) se skládá se ze ZrO₂ kyslíkového senzoru, termočlánu, ochranné trubky a hlavice. Zirkoniové čidlo pokryté platinou je v kontaktu se dvěma elektrodami. Jedna tvoří vnitřní svod, druhá elektroda svod vnější. Je to v podstatě ochranná trubka ze žáruvzdorné slitiny, která je odolná proti korozi a oxidaci při vysoké teplotě a má vysokou mechanickou pevnost. Oxid zirkoničitý ZrO₂ je pevný elektrolyt, který při teplotách nad 700°C vede kyslíkové ionty. Iontová vodivost způsobí napětí mezi vnitřním a vnějším povrchem čidla. Velikost napětí závisí na teplotě zirkoniového čidla a na poměru parciálních tlaků kyslíku na referenční a měřící straně pevného elektrolytu.



Obr. 1.1-1 Konstrukce kyslíkové sondy [5]

1.2 Řízené atmosféry [6]

Atmosféry se dnes v tepelném zpracování používají stále ve větším rozsahu a to nejen z důvodu značného zvýšení kvality, ale také například racionalizace výroby. Pomocí řízených atmosfér můžeme výměnu složek mezi povrchem materiálu a plynným prostředím buď regulovat, nebo jí zabránit. Pro výměnu složek se uvažují pouze ty složky oceli, které při teplotách tepelného zpracování přecházejí do plynného stavu.

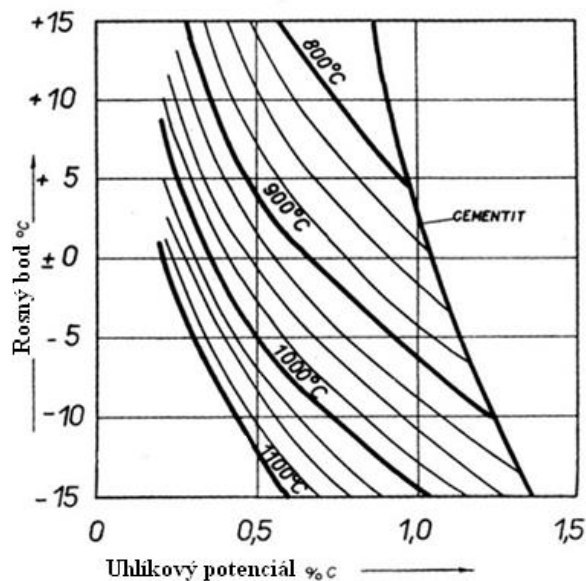


Obr. 1.2-2 Spalovací diagram čistého propanu [6]

Pro výrobu řízených atmosfér přichází v úvahu uhlovodíky nebo plyny uhlovodíky obsahující. Nejběžněji se pro získání štěpného plynu používají čpavek, koksárenský plyn, zemní plyn, propan či generátorový plyn. Při výběru výchozí látky je však nutné brát v úvahu i ostatní faktory, například že při jejich výrobě nevznikají rušivé produkty (saze) a nežádoucí sloučeniny (např. síra) nebo u generátorového plynu kvůli převažujícímu poměru uhlíku vznik nepříznivých poměrů.

Základním pochodem při výrobě řízených atmosfér je reakce uhlovodíkových látek se vzduchem při teplotě nad 1000°C, při které vzniká plynná směs o složení, jež je možné odečíst ze spalovacích diagramů. Diagramy výchozích plynů vypadají podobně jako uvedený diagram čistého propanu (Obr. 1.2-2). Na ose x je vyneseno poměr vzduch/propan a na ose y je zaznamenáno složení v procentech. Praktický pracovní rozsah je vymezen dvěma vertikálními čarami, vlevo dochází k vylučování sazí (1), vpravo naopak k vylučování volného kyslíku (4). Mezi těmito liniemi je uprostřed pásmo atmosfér pro lesklé žhání (2), těsně u hranice tvorby sazí je velmi úzké pásmo pro nauhličování (5) a u hranice volného kyslíku pásmo inertního plynu (3). V tomto pásmu je křivka pro CO₂ znázorněna čárkovaně, protože musí být tato složka dodatečně odstraněna. Mezi pásmy pro nauhličující plyn a lesklým žháním je přechod z endotermických atmosfér (6) na exotermické atmosféry (7). V případě endotermických atmosfér je nutné reakční komoru zahřívat zvnější.

Nauhličující plyny se nastavují podle diagramů rosného bodu (Obr. 1.2-3). V grafu je zaznamenána závislost rosného bodu, uhlíkového potenciálu na teplotě prostředí. Poměr plyn/vzduch je zcela ohraničen a nesmí se měnit obsah H_2 a CO , což vyplývá z úzkého rozpětí nauhličujících atmosfér ve spalovacím diagramu uvedeném výše. U inertní atmosféry nedochází k výměně prvků mezi povrchem a prostředím v důsledku rovnováhy, ale z důvodu nepřítomnosti reakčních partnerů. Proto není nutno použít rovnovážné diagramy a zacházení s nimi je poměrně jednoduché. Mají malý obsah hořlavých látek a nejsou výbušné, a proto se používají všude tam, kde procesy tepelného zpracování probíhají po dlouhou dobu v teplotách pod hranicí zápalnosti (500-700°C).



Obr. 1.2-3 - Vztah mezi uhlíkovým potenciálem, rosným bodem a teplotou pecní atmosféry obsahující 31% H_2 a 23% CO [6]

1.3 Kalící média [2] [7]

Kalící média jsou v tepelném zpracování aplikována za účelem dosažení určitých vlastností, a to především vysoké a rovnoměrné tvrdosti bez lokálních výkyvů do požadované hloubky či v celém průřezu součásti a ochlazení součásti bez vzniku kalících trhlin s minimálními nebo nejlépe žádnými deformacemi. [8]

Tyto faktory lze výrazně ovlivnit vhodným výběrem ochlazovacího prostředí. Základním požadavkem všech kalících médií je obecně odvod tepla nejen z povrchové vrstvy, ale i z určité části či celého průřezu kalené součásti a to rychlostí větší než tzv. kritická rychlost ochlazování. Pokud je tato podmínka splněna, nedojde k perlitické transformaci a struktura kalené součásti bude převážně martenzitická či bainitická. V dnešní době mají však na vývoj kalících médií přímý vliv i ostatní požadavky:

- Vhodná kinetika v průběhu ochlazování v rozmezí celé škály teplot obzvláště pak pod teplotou M_s , aby nedošlo ke vzniku neakceptovatelných deformací
- Stálost v průběhu celé životnosti média a to zejména odolnost proti rozkladu v důsledku tepelného působení či oxidace
- Nereaktivnost s povrchem kalené součásti ani s povrchem kalící nádrže či atmosférou
- Splnění požadavků z hlediska standardů zabývajících se toxicitou, hořlavostí a ochranou životního prostředí
- Snadnost odstranění zbytků kalícího média z povrchu součásti (mytím, odpařováním, atp.) a to především v případě, že je tepelné zpracování finální operací a povrch výrobku mechanicky dokončován
- Nízké náklady

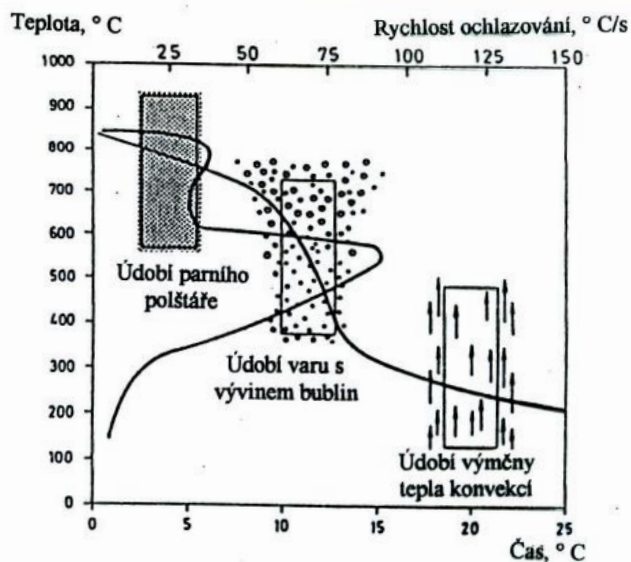
Ochlazovací prostředí se mohou charakterizovat různými koeficienty. Pro kvantitativní rozlišení se využívá zejména Grossmanovy hodnoty H (Tab.1-1), koeficientu přestupu tepla a doby potřebné pro ochlazení z 800°C na 500°C, avšak nejvíce informací o vlastnosti ochlazovacího média udává chladicí křivka.

Pohyb		Ochlazovací prostředí			
prostředí	výrobku	vzduch	Olej	voda	vodní roztok
ne	ne	0,02	0,3	1,0	2,2
ne	pomalý	-	0,4 až 0,6	1,5 až 3,0	-
ne	rychlý	-	0,6 až 0,8	3,0 až 6,0	7,5
rychlý	ne	0,08	1,0 až 1,7	6,0 až 12,0	-

Tab. 1-1 Intenzita ochlazování pro různá prostředí [1]

Kalících médií existuje nespočetné množství a lze je klasifikovat několika způsoby. Nejjednodušším rozdělením je na ochlazovací prostředí, u kterých nedochází ke změně skupenství, tj. vzduch, kovové a solné lázně. Druhou skupinou tvoří média, u kterých se skupenství v průběhu ochlazování mění, tedy voda a její roztoky, oleje a polymery. Tento proces se vyznačuje třemi fázemi (Obr. 1.3-1):

- **Fáze parního povlaku** – Fáze začíná ihned po ponoření kalené součásti do lázně vlivem velké změny teplot mezi součástí a kalícím médiem. Na povrchu součásti vzniká parní polštář, který brání přestupu tepla do výrobku, funguje jako izolátor s nízkým součinitelem přestupu tepla, a proto je rychlost ochlazování malá, tzv. Leidenfrostův jev. Délka toho údobí závisí především na chemickém složení kalícího média. Parní povlak je pak závislý zejména na typu ochlazovacího prostředí a na geometrii součásti.
- **Fáze varu a výměny bublin**- Parní polštář se stává nestabilním a je porušen. Var zapříčiní vznik bublin a rozklad kalícího média. Následně se chladnější kalící médium průběžně dostává do přímého kontaktu se součástí, přestup tepla je velmi rychlý a dochází k vypařování kalícího prostředku přímo na povrchu součásti. Ochlazování dosahuje maximálních rychlostí. Snížením teploty pak ustává var.
- **Fáze výměny tepla konvekcí** je posledním stádiem, kdy teplota součásti klesá pod bod varu kalícího média a teplo je přenášeno konvekcí. V tomto údobí je ochlazovací rychlost pomalá, dá se však zvýšit například mícháním média.



Obr. 1.3-1 Fáze ochlazování [5]

Voda jako kalící médium i v současnosti stále nachází uplatnění nejčastěji v podobě neupravované vody z řádu při kalení uhlíkových, nízkolegovaných nebo nízkolegovaných

oceli s nízkou prokalitelností. Využívá se pro výroby jednoduchých tvarů, které nejsou náchylné na vznik trhlin, pokud teplotní podmínky a cirkulace vody umožňují splnit zadané požadavky daného zpracování.

Mezi nejcharakterističtější vlastnosti vody jako ochlazovacího prostředí patří výjimečně vysoká kalící schopnost (koeficient přestupu tepla) způsobená vysokou hodnotou měrného skupenského tepla vypařování a měrné tepelné kapacity. Na druhou stranu má několika zásadních nevýhod. Její tepelná vodivost je ve srovnání s kovy poměrně malá. Nepříznivým faktorem je také mnohem nižší teplota varu, než je tomu například u kalících olejů. Nejvýznamnější z nich je, že ochlazovací schopnost v závislosti na teplotě nekoresponduje s kinetikou fázových přeměn. Nejvyšších hodnot koeficientu přestupu tepla se dosahuje při relativně nízkých teplotách, tj. přibližně v oblasti teplot martenzitické přeměny většiny ocelí, což ústí velkým strukturálním pnutím a distorzemi vedoucími s praskání. Další nevýhodou je parní povlak, který se vytváří při teplotách nad bodem varu, je nestabilní a zůstává i při poklesu teploty lázně v otvorech, kavitách či rozích kalené součásti. Ochlazování tak není rovnoměrné po celém povrchu a může vést k napěťovým pnutím, distorzím či měkkým místům.

Emulze voda –olej

Emulze připravované smícháním olejového sufraktantu a vody byly vyvinuty před mnoha lety původně jako mezistupeň mezi kalíciemi médii - vodou a olejem. V průběhu let se však díky studiím tepelně-kinetických vlastností ukázalo, že má toto médium velmi omezené možnosti použití.

S růstem teploty emulzní lázně, klesá ochlazovací rychlost a především se zhoršuje stejnoměrnost ochlazování, a to podstatně víc než u vodní lázně. Při ponoření součásti do emulzní kalící lázně je parní polštář nestabilní, což vede ke vzniku měkkých míst, distorzí a praskání. Z výše uvedených důvodů se emulze nehodí pro kalení ponorem a jsou použitelné pouze ve speciálních případech, například pro ochlazování výrobků náchylných na popouštění křehkost po popouštění za vysokých teplot.

Mezi další nevýhody patří i to, že olej používaný při přípravě emulze se snadno degraduje za vyšších teplot a v průběhu kalení se pak lokálně usazuje na povrchu součásti, což vede k nestejnémému zakalení součásti. Nejen z toho důvodu se emulze nahrazují vodnými roztoky polymerů.

Vodné roztoky polymerů

Ačkoliv se tradičně používají jako ochlazovací prostředí voda a olej, vyznačují se tyto dva prostředky tak odlišnými vlastnostmi, že nespĺňují moderní požadavky pro tepelné zpracování ve všech případech. Polymerní kalící prostředí jsou nejuniverzálnější a nejstálejšími ochlazovacími prostředkami mezi kalíciemi médii na vodní bázi. Z těchto důvodů byl zaznamenán velký růst použití v uplynulých desetiletích. Hlavní výhodou polymerů jako kalících médií je možnost přizpůsobovat ochlazovací schopnost v širokém rozmezí.

První polymerní kalící média na bázi polyvinyl alkoholu byla použita v USA a ve Francii v padesátých letech minulého století. V dalších letech bylo vyvinuto několik dalších typů kalících médií obsahující vysokomolekulární polymery, které se daly klasifikovat do pěti základních skupin – PVA, PVA+GLY, PAG, PVP a ACR. V dnešní době se téměř nepoužívají roztoky PVA. Nejběžněji se lze setkat s polymery PAG, PVP (v Evropě méně než v USA) a ACR.

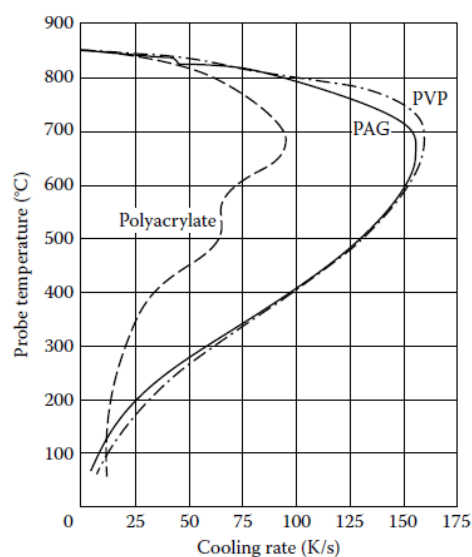
V grafu (Obr. 1.3-2) je zakreslena ochlazovací schopnost pomocí závislosti rychlosti ochlazování v závislosti na teplotě kaleného zkušební vzorku. V celém rozsahu teplot má nejmenší ochlazovací schopnost ACR polymerní roztok, což je výhodné při teplotách okolo 300°C, avšak při vysokých teplotách v oblasti maximální rychlosti to značně omezuje jeho použití. PVP a PAG se chovají velmi podobně a jejich rychlost je podstatně vyšší než je tomu v případě polyakrylátu.

PVA (polyvinyl alkohol) a PVA GLY (polyvinyl alkohol + polyalkylen glykol známý také pod komerčním označením Aquaplast a Aquaquench byly prvními používanými polymerními prostředky, disponují však řadou nevýhod. Hlavní nevýhodou použití tohoto ochlazovacího prostředí je, že i při malé koncentraci polymeru ve vodě (mezi 2-4%) je rychlost ochlazování z 800°C na 300°C menší než u vody a v oblasti martenzitické přeměny (tj. okolo 300°C) významně rychlejší než u olejů. Mezi další nevýhody PVA médií patří obtížně stanovitelná a hlídatelná koncentrace. Při kalení dochází k tepelnému rozkladu za vzniku kyseliny octové, která se musí neutralizovat, protože způsobuje korozi a nekontrolovaně ovlivňuje rychlost ochlazování. V neposlední řadě se vytváří „gumový“ film na povrchu součásti i na povrchu nádrže, který je těžko odstranitelný, navíc se nalepením polymeru na kalené díly zvyšuje výnosnost lázně. Proto se v některých zemích PVA přestaly úplně používat. Dnes je tento typ nahrazován polyalkylenglykoly (PAG). [8]

Polymery na bázi polyalkylenglykolů (GLY), zvané PAG se od ostatních vodných roztoků polymerů liší inverzní rozpustností ve vodě, tzn., že se při překročení teploty nad 63°C-85°C stává nerozpustitelným ve vodě. Přesná limitní hodnota závisí na složení polymeru. Pokud se ponoří horká součást do PAG lázně, polymer se oddělí od roztoku, pokryje povrch a vytvoří film ovlivňující přestup tepla. Když teplota klesne pod separační teplotu, polymer se znovu rozpustí. Díky tomuto se PAG v porovnání s vodou vyznačuje stejnoměrnějším přestupem tepla a zároveň přispívá ke snížení distorzí a vzniku kalících trhlin. Další výhodou je, že polymer degraduje pomalu, díky čemuž se vlastnosti celého kalícího systému mění pozvolna, dají se monitorovat a řídit pravidelnou údržbou zařízení.[8]

PAG kalící média zaujímají na trhu čím dál tím významnější postavení, kdy v některých případech nahrazují střední a rychlé oleje pro široké spektrum geometrií součástí a druhů ocelí. Lze je použít téměř ve všech operacích tepelného zpracování, od jednorázového kalení, přes průběžné až ke kalícím lisům. S ohledem na relativně vysokou cenu se však nejčastěji používají pro ochlazování po indukčním ohřevu, kdy je používáno malé množství polymeru. Zástupcem této skupiny je prostředek zvaný Serviscol 98. Média se dají použít i pro objemové kalení, na což se používá například polymer Polyquench 500. Hodí se také pro kalení hliníku a jsou s hliníkem tak kompatibilní, že se používají například pro tepelné zpracování v kosmickém průmyslu[8]

Vodné roztoky polymerů PVP (Polyvinylpyrrolidon) patří mezi prostředky nahrazující kalení v oleji a při koncentraci 15-20% jsou plně zaměnitelné za olejové kalící prostředky. Oproti PAG polymerům mají výhodu v tom, že při vysokých teplotách je jejich ochlazovací



Obr. 1.3-2 Ochlazovací charakteristiky třech běžně používaných polymerů [7]

rychlost vyšší, zatímco v rozsahu nižších teplot ochlazují pomaleji než PAG. Hodí se pro zušlechťování legovaných ocelí, při vhodné úpravě technologie kalení je možné použít i pro zušlechťování vysokolegovaných ocelí s vysokou náchylností k praskání. Lze velmi dobře použít i pro vytahování z lázně za tepla, protože zplodiny nejsou závadné a nezapáchají. Tím se zvyšuje rozsah jeho použitelnosti. Jsou známy aplikace i pro velké součásti a v lázních o velkém objemu (přes 100m³).

Polymerní kalící médium na bázi polyakrylátu sodného (ACR) se od ostatních druhů výrazně odlišuje podstatně vyšší viskozitou než mají ostatní kalící prostředky na vodní bázi a při koncentraci vyšší než 10% je hodnota viskozity dokonce vyšší než u minerálních olejů, díky čemuž má velmi stabilní údobí parního povlaku. Při koncentraci vyšší než 20% se toto stádium vyskytuje v celém rozmezí teplot při kalení.

Minerální kalící oleje

Vývoj minerálních olejů byl v minulosti reakcí na tepelné zpracování slitinových ocelí náchylných na distorze a praskání ve vodě. Proto bylo hledáno médium, které má ochlazování mnohem méně intenzivní. Jedná se o směsi mnoha organických sloučenin, jejichž kalící schopnost je dána:

- Podílem jednotlivých frakcí zastoupených v oleji
- Použitými aditivami k vylepšení vlastností olejů

Dle podílu frakcí v oleji s ohledem na hlavní skupinu uhlovodíků se dělí na parafinické (destilační teplota 300 až 350 °C), naftenické (350 až 400°C) a aromatické (400 až 450°C).

Nevýhodou olejů je, že velmi malá kontaminace vodou může mít nežádoucí následky jako měkká místa, zvýšené distorze a praskání. Zvyšuje také riziko vznícení oleje. Teplota oleje intenzitu příliš neovlivní, větší vliv má viskozita kalící lázně. Se snižující viskozitou se zvyšuje ochlazovací rychlost. Vlastnosti kalící lázně lze také ovlivnit způsobem a rychlostí víření. Životnost olejů není obecně omezená, záleží však na způsobu údržby kalící lázně, na probíhajících procesech v kalící lázni a s tím související kontaminace. V praxi se běžně oleje nemění, ale doplňují z důvodu výnosů.

Podle pracovní teploty se oleje dělí na studené a teplé. Podle kalící schopnosti přichází v úvahu rozdělení na studené pomalé, studené rychlé a teplé.

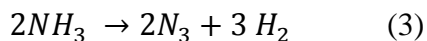
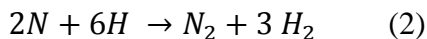
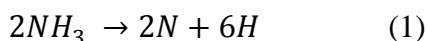
Pomalé oleje obvykle obsahují frakce parafinických a naftenických uhlovodíků a obsahují aditiva pro zvýšení odolnosti proti stárnutí. Po kalení zanechává na součástech původní barvu. Intenzita ochlazování je určena viskozitou, při čemž oleje s nízkou viskozitou ochlazují rychleji než s vysokou viskozitou. Rychlé studené oleje obsahují frakce s nízkou viskozitou a aditiva pro zvýšení smáčivosti. Po kalení zanechávají tmavý povrch. Intenzita kalení se v případě velmi nízké viskozity přibližuje vodě. Mají však relativně nízkou teplotu vzplanutí. Teplé oleje se používají do teploty až 200°C.

1.4 Nitridace v plynu [1] [9]

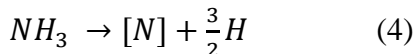
Nitridace je proces povrchového chemicko-tepelného zpracování, při kterém dochází k nasycování povrchu kovových materiálů, zejména ocelí, dusíkem při teplotách nižších než teplota transformace na austenit, tj. pod A₁.

K nitridování povrchu se využívá atmosféry tvořené buď technicky čistým čpavkem nebo směsí čpavku a dusíku při teplotách 500°C – 565°C. Na této teplotě dochází na povrchu vsázky k disociaci čpavku na atomární dusík (Obr. 1.3-1) dle uvedené reakce (1). Atomy dusíku spolu bezprostředně reagují za vzniku molekul dusíku (2), stejně tak volné atomy

vodíku tvoří molekuly a odchází zpět do atmosféry. Pouze dusík v atomárním stavu je schopný absorpce do povrchu oceli. Celý proces lze popsat rovnicí (3).



V souladu se zákony difúze je stupeň dusíku v povrchu řízen teplotou, koncentrací dusíku, jež může být absorbována a difundována dále do materiálu směrem k jádru. Aktivita dusíku je řízena stupněm disociace a průtokem plynu. Rovnici štěpení čpavku na atomární dusík lze také zapsat následujícím způsobem (4). V porovnání s plynovou cementací, nitridační atmosféra není rovnovážná, protože je příliš vysoký průtok čpavku a není docíleno podmínek pro rovnovážný režim.



Stupeň disociace se měří pomocí množství čpavku odcházející z pece. Čím vyšší je průtok amoniaku, tím větší procento čpavku odchází z pece, tím nižší je stupeň disociace. Na povrchu je pak vyšší obsah dusíku.

V rovnici (5) je aktivita dusíku považována za konstantní (a_N) a je přímo úměrná stupni disociace (a) a průtoku (v). Dále je aktivita funkcí počtu disociovaných molekul čpavku v povrchu oceli za jednotku času.

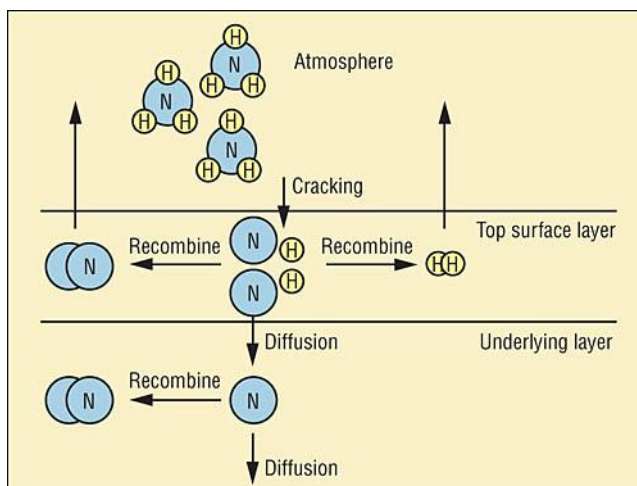
$$a_N \sim a \cdot v \quad (5)$$

Za konstantního tlaku a teploty, je stupeň disociace nižší, čím vyšší je průtok, ale vyšší je aktivita dusíku. Odvozením z rovnice (4) lze pak vyjádřit nitridační potenciál (6). Snížením nitridačního potenciálu lze do určité míry kontrolovat hloubku sloučeninové vrstvy.

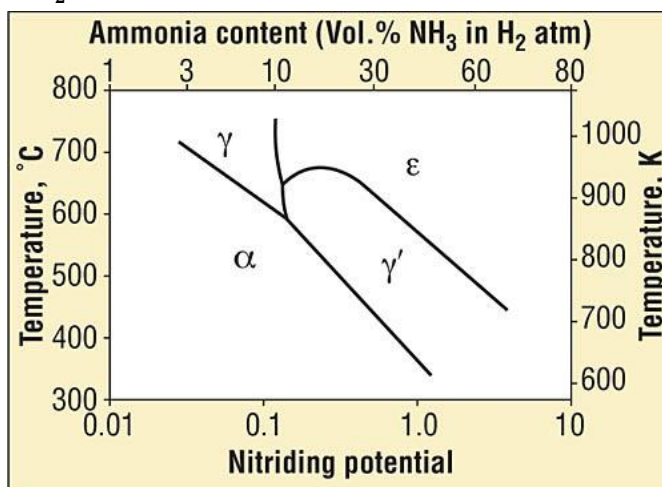
$$K_N = \frac{p_{NH_3}}{p_{H_2}^{3/2}} \quad (6)$$

Nitridační potenciál souvisí s nitridačním parametrem. Při konstantní teplotě je dusíková aktivita, a tím i obsah dusíku na povrchu vrstvy určen nitridačním potenciálem. Lehrerův diagram (Obr. 1.4-2) udává závislost mezi nitridačním potenciálem a fázemi vytvořenými ve sloučeninové vrstvě.

Je důležité udržet v peci adekvátní obsah dusíku, aby vůbec došlo k vytvoření vrstvy podle daných specifikací. Následkem nedostatku



Obr. 1.4-1 Sycení povrchu dusíkem - reakce [9]



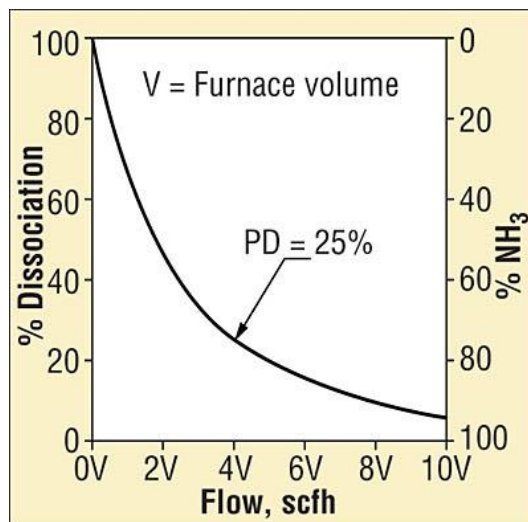
Obr. 1.4-2 Lehrerův diagram [9]

dusíku dostupného v atmosféře je nízká tvrdost vrstvy bez požadovaných vlastností nitridované vrstvy. Naopak přebytečný obsah uhlíku způsobí velmi křehkou sloučeninovou vrstvu o velké tloušťce.

Jedním z klíčů úspěchu správné nitridace je řízení obsahu čpavku připadajícího na plochu vzorku, jež bude disociován na atomární dusík, který bude následně adsorbován do povrchu. Je třeba brát v úvahu, že k nitridaci dochází díky disociaci čpavku na povrchu vsázky, ne díky přítomnosti molekulárního dusíku a disociovaného amoniaku.

Vzhledem k tomu, že uvedené rovnice disociace (1,2) probíhají nekonečně dlouho, jde o velmi pomalou reakci. Proto byla na základě experimentů stanovena přibližná závislost mezi průtokem čpavku a procentem disociace (Obr. 1.4-3). Pokud se hovoří o 30% disociaci, je myšleno 70%

koncentrace čpavku a 30% disociovaného čpavku. Důležitým faktorem je také cirkulace atmosféry uvnitř retorty, aby byl možný neustálý přístup dusíku k povrchu vsázky.



Obr. 1.4-3 Závislost disociace na průtoku čpavku [9]

2 Nové směry v procesech CHTZ

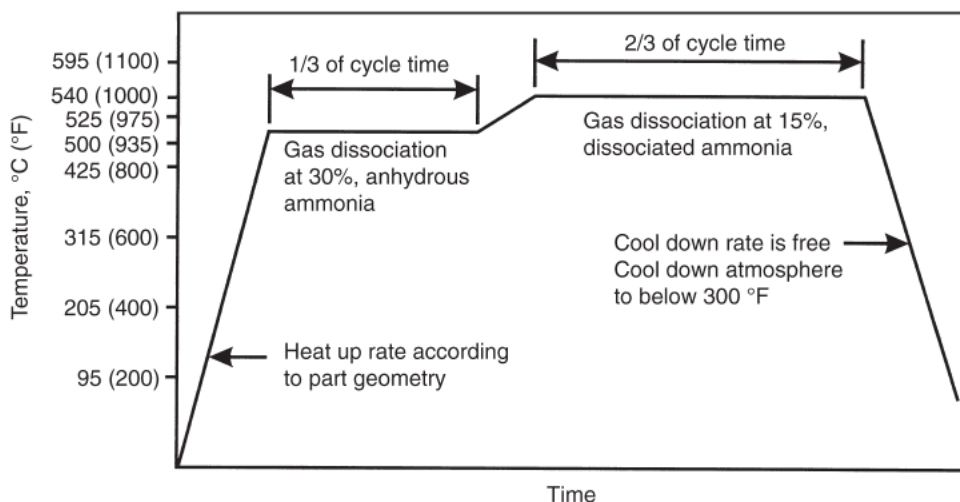
2.1 Floe proces [9][10]

Floe proces patří mezi první metody eliminace sloučeninové/bílé vrstvy a byla vyvinuta na Massachusetts Institute of Technology Carlem Floem, podle něhož nese jméno. Dnes je však častěji nazývána dvoufázovou nitridací (U.S.Patent No. 2,437,249). Účelem těchto dvou stádií procesu nitridace je snížit tloušťku bílé vrstvy na povrchu oceli vlivem snížení hodnoty nitridačního potenciálu za současného zvýšení teploty.

První fáze procesu zajišťuje rychlou tvorbu bílé vrstvy, z důvodu vyššího potenciálu, je v podstatě stejná jako u klasické jednofázové nitridace. Zatímco v průběhu druhého stádia dochází zastavení tvorby bílé vrstvy a díky snazší difuzi dusíku vlivem vyšší teploty dochází k prostupu dusíku hlouběji do materiálu, avšak bez toho, aby došlo k přílišnému snížení obsahu dusíku na povrchu, čímž by poklesla jeho tvrdost. Výsledkem tohoto procesu je pak nitridovaná vrstva s lehkým poklesem tvrdosti oproti klasické nitridaci s větší hloubkou vrstvy. Jedná se o relativně jednoduchý proces prováděný v plynových pecích (Obr. 2.1-1). Nitriduje se nejdříve při použití čpavku s disociací přibližně 30% při 495°C a to po dobu jedné třetiny celkového cyklu. Poté následuje zvýšení teploty až na 550°-570°C s disociačním poměrem 55-85%.

Class	Nitriding potential ranges, K_N	
	1 st Stage	2 nd Stage
0	4 – 15	0.2 – 0.8
1	4 – 15	0.4 – 2.6
2	4 – 15	1.2 – 5.5

Tab. 2-1 - Hodnoty nitridačního potenciálu [9]



Obr. 2.1-1 - Průběh procesu Floe [10]

Tato vysoká hodnota disociovaného amoniaku je v druhém stádiu požadovaná, jinak by mohlo dojít k nestálostem v řízení procesu. Zároveň je běžně používán pro ředění atmosféry, díky čemuž je možné měnit procento amoniaku na jednotkovou plochu, které jsou molekuly čpavku vystaveny. V některých případech se také využívá samotný dusík, bývá tím však ovlivněno řízení tloušťky sloučeninové vrstvy a může se objevit porezita. Mezi dalšími ovlivňujícími faktory pro dosažení vysokého stupně disociace patří způsob vsázkování, rozložení dílů v peci a použití ventilátoru, jež jsou velmi důležitými pro dosažení vysokého stupně disociace. Nitridační potenciál se mění v závislosti na složení plynu, jež je přiváděn do pece a používané hodnoty je možné pro obě dvě stádia vidět v Tab. 2-1. Délka procesu se mění v rozsahu přibližně od 5 do 150 hodin, kdy druhé stádium zabírá přibližně dvojnásobek až pětinašobek času prvního stádia. Typické délky cyklů při 525 °C v prvním stádiu a 565 °C při druhé fázi a k tomu odpovídající dosažené hloubky vrstvy jsou uvedeny v Tab.2-2 Tab. 2-2, avšak záleží na druhu zpracovávaného materiálu a jiných faktorech. Zavedením dvou fází nitridace do procesu se velmi často dosahuje výsledků v rozměrové toleranci, což v důsledku znamená, že nemusí být zahrnuta finální operace broušení.

Table 7. Typical cycle times for two-stage (Floe process) nitriding – first stage at 975°F (525°C) / second stage at 1050°F (565°C)

Case Depth, inches (mm)	1 st Stage		2 nd Stage	
	Time, hours	% Dissociation	Time, hours	% Dissociation
0.005-0.010 (0.127-0.254)	5	15-25%	0	-
0.008-0.012 (0.203-0.305)	5	15-25%	5	83-86%
0.011-0.015 (0.279-0.381)	5	15-25%	20	83-86%
0.013-0.018 (0.330-0.457)	6	15-25%	26	83-86%
0.017-0.022 (0.432-0.559)	8	15-25%	42	83-86%

Tab. 2-2 - Hloubka nitridované vrstvy v závislosti na délce stádií [9]

2.2 Proces ZeroFlow [11]

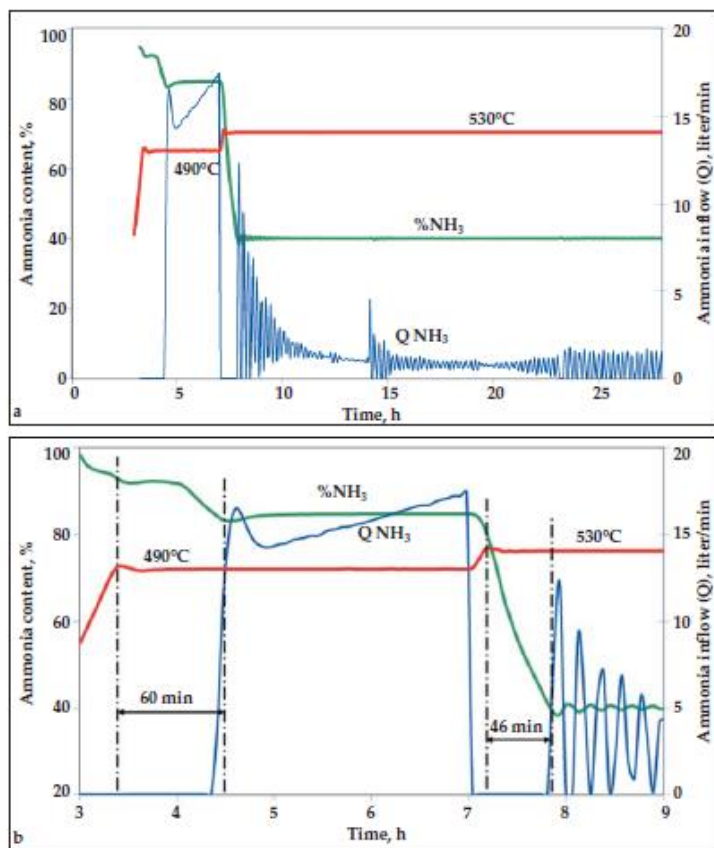
Ačkoliv má nitridace jen velmi omezenou kontrolu nad růstem nitridované vrstvy, je celosvětově obvykle používaným procesem chemicko-tepelného zpracování. Na povrchu dochází k vytvoření tvrdé vrstvy složené z $\epsilon + \gamma' + \alpha$ fází dle binárního diagramu Fe-N. V průmyslových aplikacích se sloučeninová vrstva složená z fází $\epsilon + \gamma'$ odstraňuje broušením,

což zvyšuje celkové náklady procesu. Navíc je třeba do nákladů zahrnout vysokou spotřebu amoniaku (NH_3).

Při řízené nitridaci v plynu se používá atmosféra dvoukomponentní. Skládá se z čpavku a disociovaného čpavku ($\text{NH}_3 + \text{disociovaný NH}_3$) nebo z čpavku a molekulárního dusíku ($\text{NH}_3 + \text{N}_2$). Vhodným výběrem složení atmosféry a nastavení průtoku retortou je možné na povrchu vytvořit vrstvu požadovaného složení s požadovanou tloušťkou společně s omezeným množstvím obsahu dusíku na povrchu, tj. bez sloučeninové vrstvy. Tyto procesy umožňují úplnou eliminaci finálního broušení, a tím i snížení nákladů na výrobu nitridované součásti. Na druhou stranu použití dvousložkové atmosféry zahrnuje značnou spotřebu plynů. Existují zde i další nevýhody. Vzhledem k nerovnovázným charakteristikám při nitridování v atmosféře z čpavku a molekulárního dusíku je řízení kinetiky růstu nitridované vrstvy méně přesné než v případě atmosféry z čpavku a disociovaného čpavku. Naopak ale při použití atmosféry z čpavku a disociovaného čpavku se do nákladů navíc musí zahrnout zařízení pro disociaci čpavku.

FlowZero proces předpokládá provádění procesu řízené nitridace za použití pouze jednosložkové atmosféry - NH_3 , což je podstatně jednodušší než je tomu v případě složek dvou. Regulace chemického složení atmosféry v peci, a tudíž regulace nitridačního potenciálu K_N , se provádí změnou průtoku čpavku, který je přiváděn do pece. To, čím se vlastně tento způsob odlišuje od konvenční nitridace, je, že se v určitých časových intervalech průtok čpavku redukuje na nulu, čímž se ovlivňuje složení plynu v retortě, a tím i K_N . Množství přivedeného plynu je řízeno pomocí plynového analyzátoru (např. infračerveného), který otvírá a zavírá sací ventil čpavku pravidelně v určité frekvenci, aby se udrželo požadované chemické složení a K_N v retortě.

Tento postup je založen na experimentech a teoretickém výzkumu termodynamiky a kinetiky plynové nitridace a byly prováděny v laboratorních pecích s křemíkovými trubicemi a také v průmyslových pecích s ocelovou retortou a ventilátorem. V peci byl přístup NH_3 dovnitř pece pravidelně zastaven, avšak ventilátor se nechal v chodu. Ukázalo se, že rychlost růstu vrstvy záleží jen na kompozici atmosféry a K_N v retortě, nesouvisí ani s typem přiváděné atmosféry do pece ani se samotným typem pece. Dále se ukázalo, že zamezení přívodu plynu do retorty neovlivňuje rychlost růstu nitridované vrstvy.



Obr. 2.2-1 - Nitridace ZeroFlow a změna parametrů teploty, průtoku čpavku a obsahu čpavku; dole - detail křivek mezi 3-9 hodinou procesu [11]

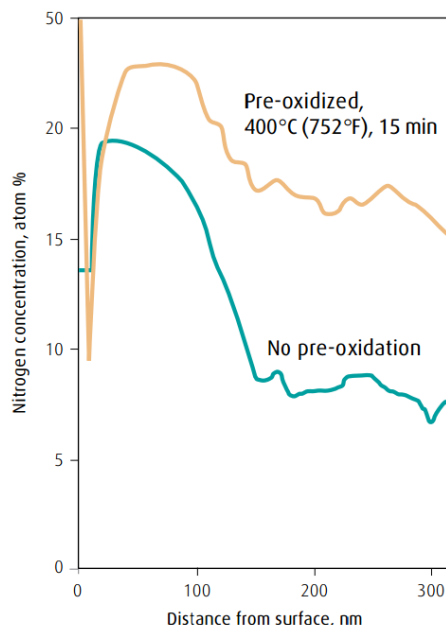
Pro zprovoznění FlowZero procesu stačí pouze k průmyslové peci pořídit plynový analyzátor a sací ventil pro zabránění přívodu plynu do retorty. Nitridace byla prováděna dvoufázově – tzv. Floe proces, běžně používaný v průmyslových aplikacích. Na Obr. 2.1-1 je zaznamenána změna teploty, průtoku čpavku a jeho obsah v průběhu dvoufázové nitridace při uvedených podmínkách. Přívod plynu byl pravidelně redukován na začátku obou fází, čímž byl způsoben relativně rychlé pokles obsahu čpavku vzhledem k daným hodnotám. Dosažení fixního složení plynu trvalo přibližně 1 hodinu v prvním stádiu a 46 minut ve druhém stádiu (Obr. 2.2-1 dole). V porovnání s jinými procesy, v závislosti na povrchové ploše vsázky, obsah čpavku dosahuje stanovené fixní hodnoty přibližně za 20-50minut. Tento rychlý pokles čpavku je žádoucí jev z hlediska regulace kinetiky růstu nitridované vrstvy. V době vyrovnání chemického složení není možné regulovat růst nitridů až do doby, kdy se hodnota v peci vyrovná naprogramované teplotě dle fáze procesu. Za tímto bodem se složení plynu reguluje přívodem plynu do pece. Pokles K_N a tedy obsahu čpavku je závislý na velikosti povrchu a na katalických vlastnostech stěn pece a vsázky, avšak nemá vliv na růst nitridované vrstvy.

2.3 Zpracování s předoxidací a post oxidací [12]

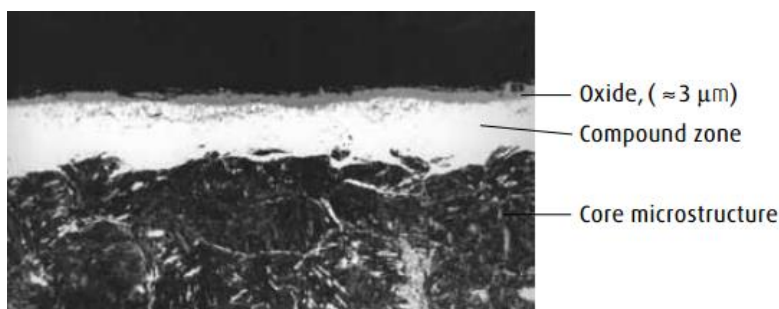
Pro dosažení lepšího průběhu dusíku ve vrstvě je vhodné předehřát vsázku před vlastním procesem nitridace na vzduchu (bez ochranné atmosféry) s prodlevou v teplotním intervalu 350 – 450°C po dobu 30-60 minut. Hlavním důvodem je oxidace povrchu, která pomáhá urychlit růst sloučeninové vrstvy a další růst nitridační vrstvy do jádra materiálu. Na Obr. 2.3-1 jsou zachyceny koncentrační profily dusíku při provedení předoxidace a bez provedení předoxidace. Podstatně vyšší koncentrace dusíku hlouběji v povrchu lze dosáhnout při předzpracování vsázky než u standardního procesu. Dále dochází k snížení procesního času v nitridační peci. Navíc je tímto způsobem zajištěna určitá čistota povrchu, protože zbytky nečistot zoxidují a vypaří se, což v důsledku zlepšuje nitridační schopnost na povrchu vzorku.

Jedním z vysvětlení pozitivního efektu tohoto zpracování je, že tvorba oxidů na povrchu vsázky usnadňuje absorpci dusíku a také růst sloučeninové vrstvy. Dalším pak, že reverzní proces k nitridaci, tj. desorpce dusíku z povrchu, je povrchovou oxidickou vrstvou zpomalována.

Výrazné zlepšení odolnosti proti korozi je možno dosáhnout, pokud je proces nitridace následován krátkou oxidací v rozmezí teplot 450°C – 550°C. Cílem je vytvoření souvislé vrstvy oxidů Fe_3O_4 s tloušťkou přibližně 1 μ m na povrchu sloučeninové vrstvy (Obr. 2.3-2). Oxid Fe_2O_3 by se



Obr. 2.3-1 Koncentrační profil dusíku pro zpracování s předoxidací (žlutě) a bez (modře) [12]



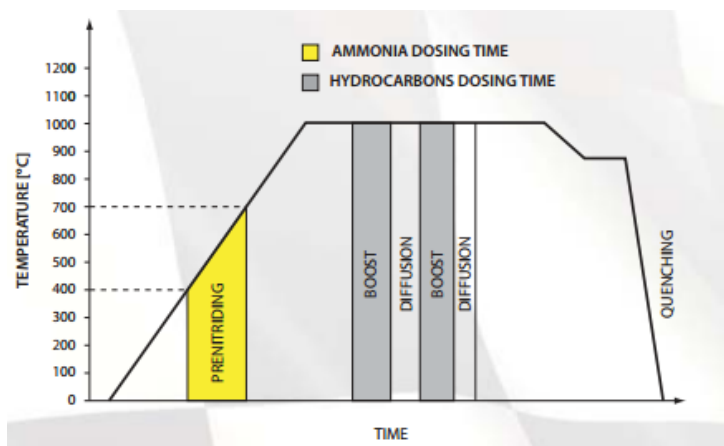
Obr. 2.3-2 Sloučeninová vrstva v oxidické vrstvě na povrchu [12]

neměl vytvářet a to jednak z důvodu estetického, jednak z důvodu odolnosti proti korozi.

Pokud je takovýto proces proveden správně, je povrch pokryt černou barvou s vysokou odolností proti korozi. Prvně byl proces plynové postoxidace vyzkoušen Lukášem v Anglii pod název Nitrotec.

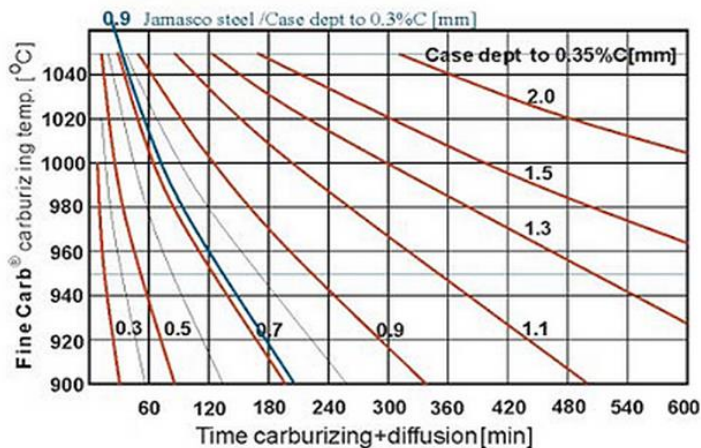
2.4 Nitridace před vakuovou cementací PreNitLPC [13]

Karbonitridace je jedním z běžně používaných postupů chemicko-tepelného zpracování, který výrazně zlepšuje mechanické vlastnosti povrchové vrstvy. Tento postup se již používá od šedesátých let minulého století a kromě povrchové tvrdosti dochází v důsledcích dobrých kluzných vlastností vzniklých nitridů ke zvýšení odolnosti proti opotřebení. Nejefektivnějším způsobem je karbonitridace v kyanidových lázních, která se však v důsledku vysoké toxicity nahrazuje karbonitridací v plynu. Ta však není dostatečně efektivní, aby zcela nahradila kyanidové lázně. Nejen z těchto důvodů došlo k výraznému rozvoji vakuového chemického tepelného zpracování. Jedním z výsledků tohoto je tzv. PreNitLPC, tj. přednitridace před vakuovou cementací. Tento proces umožňuje aplikaci procesu cementace směrem k vyšším teplotám a především k širšímu spektru použití ocelí. Jedná se o standardní proces vakuové cementace s tím rozdílem, že v průběhu ohřívání vsázky se povrch začíná nasycovat dusíkem a to přibližně na teplotě 400°C. Při dosažení teploty cementace se již dusíkem nesytí, nastává klasický průběh procesu cementace. Díky přítomnosti intersticiálního dusíku je pak možné zachovat jemnozrnnou strukturu i při vysokých teplotách nad 1000°C, při kterých již zrna za běžných okolností hrubne, se současným zachováním mechanických vlastností. Tato technologie umožňuje snižování nákladů díky snížení času vlastního procesu a zároveň dochází ke snižování spotřeby procesních plynů (C_2H_2 , C_2H_4 , H_2 , NH_3), které se mohou měřit v litrech a nikoliv jako je tomu u konvenčních technologií v metrech krychlových. Mezi přední výhody tohoto zpracování patří již zmíněné zachování jemné struktury při vysokých teplotách, vyšší rychlost růstu vrstvy, snížení času cementace (Obr. 2.4-2), s čímž souvisí snížení celkových nákladů. Na Obr. 2.4-1 lze vidět celkový čas sytícího a difuzního stádia



Obr. 2.4-1 Diagram procesu vakuové cementace s přednitridací [13]

Na Obr. 2.4-2 je závislost doby cementace na teplotě a tloušťce vrstvy. Ta však není dostatečně efektivní, aby zcela nahradila kyanidové lázně. Nejen z těchto důvodů došlo k výraznému rozvoji vakuového chemického tepelného zpracování.



Obr. 2.4-2 - Závislost doby cementace na teplotě a tloušťce vrstvy [13]

Na Obr. 2.4-1 lze vidět celkový čas sytícího a difuzního stádia

cementace při využití této technologie pro ocel 16MnCr5 v závislosti na teplotě a tloušťce vrstvy. V neposlední řadě se tento proces vyznačuje menším obsahem zbytkového austenitu.

2.5 Zhodnocení teoretické části

V průběhu teoretické části došlo ke shrnutí základních poznatků z procesů plynové cementace a nitridace. Bylo vysvětleno řízení atmosfér, došlo ke shrnutí druhů kalících médií a vysvětlení volby parametrů procesů cementace, tj. stanovení doby cementace, pokud máme základní požadavek na hloubku vrstvy. Druhá část se pak věnovala novým způsobům procesů cementace a nitridace v současné době, například použitím předzpracování či aplikací procesu nitridace se dvěma stádii.

Na teorii bude navázáno v experimentálním programu a to především z hlediska výběru procesů a jejich parametrů. Z nových směrů vývoje procesů bude vyzkoušen Floe proces, který se dá provést v nitridační peci pořízené na ZČU. Zajímavým experimentem by bylo vyzkoušet možnost aplikace cementace s přednitridací v plynové peci. Zde však nastává problém přesunu vsázky mezi nitridační a cementační pecí v průběhu procesu, kdy by mohlo dojít ke znehodnocení povrchu.

3 Experimentální program

Hlavním cílem výzkumného programu diplomové práce byla technologická implementace procesů cementace a nitridace na nově pořízené lince pro chemicko- tepelné zpracování od firmy LAC na ZČU v Plzni.

Experimentální program byl rozdělen do dvou částí. V první části se práce zabývá samotným zařízením především z hlediska umístění v místnosti, technologických parametrů, ekonomického hodnocení procesů a všech úkonů spojených s prováděním procesů chemicko- tepelného zpracování.

V druhé části bylo hlavním cílem navrhnout a provést kontrolu variací procesních parametrů 4 procesy cementace pro cementační pec CHTZ15/95 a 3 procesy nitridace pro nitridační pec CHTZ15/65.

Následně byl připraven experimentální materiál, jehož základní rozbor je blíže popsán v kapitole 3.3. Vzorky byly nařezány z tyčí kruhového průřezu a jejich povrch byl zbroušen na metalografické brusce. Vzorky byly označeny trojčíslím XXX v případě výchozího materiálu a dvojčíslím XX pro jednotlivé procesy. První číslice označuje materiál, následuje pořadové číslo. Pro ocel C15 bylo zvoleno číslo 1, pro ocel 16MnCr5 číslo 2, číslo 3 pro 15NiCr13, č.4 pro 34CrAlNi7, č.5 pro materiál 31MoCrV9 a číslo 6 pro materiál C45.

Před založením do pece byly vsázky odmaštěny v ultrazvukové čističce v přípravku Synthasol po dobu 20 minut na teplotě 50°C. Odmaštění se provádí z důvodu odstranění nečistot, které by mohly ovlivnit výsledky následujících procesů. Mezi nečistoty pak nepatří pouze mastnota, ale i například mechanické částice prachu. Po oschnutí vzorků byl povrch ořízen acetonem a vsázka založena do retorty nebo košíku.

Po dokončení procesů a vychladnutí vsázky cementační pece byly vzorky znovu odmaštěny a zbaveny zbytků kalícího média stejným způsobem jako při přípravě vsázky. Vsázka z nitridační pece byla očištěna lihem v ultrazvukové čističce po dobu 5 minut.

Hodnocení vybraných procesů bylo provedeno z hlediska metalografie, povrchové tvrdosti, průběhu mikrotvrdosti ve vrstvě a analýzy chemického složení GD-OES.

Metalograficky byla u materiálu hodnocena mikrostruktura, rovnoměrnost vrstvy a schopnost vytvoření rovnoměrné vrstvy u složitých profilů.

V Tab. 3-1 je uveden přehled experimentálního programu. U každého procesu je uveden jeho krátký popis, provedená analýza a číselné označení vzorků použitých v jednotlivých procesech. Některé vzorky byly využity pro více analýz, proto jsou v přehledu uvedeny vícekrát.

Proces		Hodnocení mikrostruktury	Vliv umístění vsázky	Rovnoměrnost	HV 0,1	GD-OES	HV / HRC
CI	Cementace se dvěma Cp	11 21 31	-	01 02 03	11 21 31	13 23 33	12 22 32
CII	Cementace s difuzním propočetem uhlíku	24 25 26 27	24 25 26 27	Ozubené kolo 2 4 6	25	-	24 25 26 27
CIII	Proces s opakovaným cyklem	15 29 35	-	-	15 29 35	14 28 34	16 210 36
CIV	Proces s 1 Cp	17 214 37	-	-	17 214 37	18 213 38	19 215 39
NI	Proces s jedním Kn	41 51 61	-	-	41 51 61	-	43 53 63
NI	Proces s jedním Kn a větším průtokem čpavku	44 54 68	64 65 66 67	06	44 54 68	-	44 54 68
NI	Proces se dvěma Kn	46 56	-	-	46 56 610	-	47 57 610

Tab. 3-1 Přehled experimentálního programu

3.1 Popis experimentálního programu

3.1.1 Mikrostruktura vrstvy a vliv rozložení

Metalograficky hodnocené byly vzorky jednotlivých zástupců ocelí u všech implementovaných procesů cementace i nitridace pomocí světelného mikroskopu ZEISS OBSERVE Z1M na ZČU v Plzni a Silesian University of Technology in Gliwice. Nitridovaná vrstva byla pozorována na řádkovacím mikroskopu.

Jeden proces nitridace i cementace byl analyzován z hlediska schopnosti vytvořit vrstvu vzhledem k různému umístění v peci. V tomto případě se vyhodnocovala vrstva vizuálně, a to na naleptaném vzorku pod zvětšením 25x.

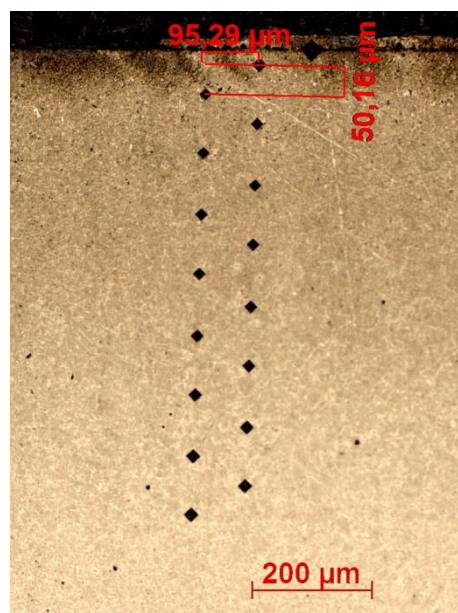


Obr. 3.1-1 Schéma rozříznutí vzorku s otvorem

Dalším faktorem byla schopnost nacementovat složité profily a hluboké díry reprezentovaná vzorky o délce 50 mm s dírou v podélné ose válce. Takto připravený vzorek byl po zpracování rozříznut na tři části A, B, C (Obr. 3.1-1) a následně se metalograficky hodnotila přítomnost a rovnoměrnost cementované vrstvy na vnitřní ploše obvodu uprostřed v hloubce 25 mm od povrchu při zvětšení 25x. V případě nitridované vrstvy se hodnotila tloušťka bílé vrstvy u oceli C45.

3.1.2 Stanovení hloubky vrstvy

Hloubka cementace byla stanovena dle postupu uvedeného v normě ČSN EN ISO 2639 z gradientu tvrdosti na příčném výbrusu. Pro stanovení mikrotvrdosti se používá malé zatížení od HV 0,1 (0,98N) do HV 1 (9,8N). V tomto případě bylo zvoleno zatížení HV 0,1. Jednotlivé vtisky byly provedeny ve dvou rovnoběžných přímkách kolmých k povrchu (Obr. 3.1-2). Pro každý pás se stanovila vzdálenost od povrchu, ve kterém je tvrdost rovna 550 HV, a výsledná hloubka cementace se vyjádřila jako průměr těchto dvou hodnot. Hloubka nitridační vrstvy byla určena dle normy DIN 50 190-4. Dle této normy je limitní tvrdost vrstvy definovaná jako tvrdost jádra + 50 HV. Pro zjištění limitní hodnoty byly provedeny tři vtisky v jádře vzorku, ze kterých se tvrdost jádra vypočítala aritmetickým průměrem. Vtisky pro vyhodnocení hloubky vrstvy byly provedeny ve dvou kolmých pásech k povrchu a výsledná hodnota byla stanovena aritmetickým průměrem výsledných hodnot v obou pásech kolmých k povrchu. Měření bylo provedeno na automatickém mikrotvrdoměru FM-ARS 9000 na Silesian University of Technology v Gliwici.



Obr. 3.1-2 Měření mikrotvrdosti (vzorek 17)

3.1.3 Povrchová tvrdost

Povrchová tvrdost byla hodnocena měřením tvrdosti dle Vickerse při zatížení 30 kg (HV30) a standardních podmínek okolí. Na povrchu byly provedeny 3 vtisky, z nichž výsledná hodnota byla určena aritmetickým průměrem. Toto měření tvrdosti bylo provedeno při analýze výchozí struktury experimentálního materiálu a nitridovaných vzorků.

Po cementaci a kalení byla tvrdost na vzorcích vyhodnocena dle Rockwella metodou HRC, která využívá jako intendor diamantový kužel. Zkouška probíhá při zatížení 1500 N.

3.1.4 Chemická analýza

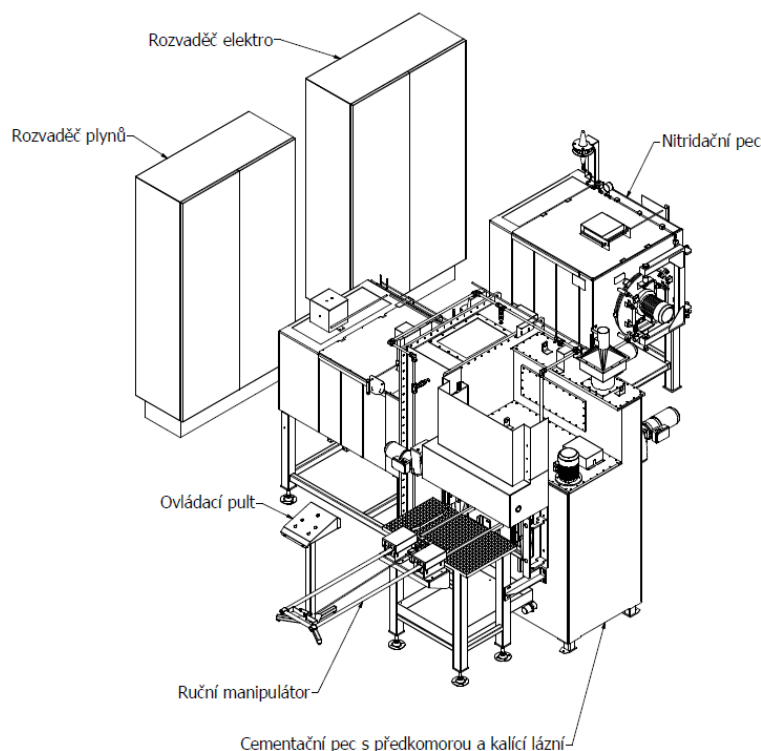
Pro stanovení koncentračních profilů sytících prvků (C, N) ve vrstvě byla využita chemická analýza metodou optické emisní spektroskopie GD-OES. Měření provedl Ing. Vnouček, PhD. na ZČU v Plzni. Pro stanovení koncentračního profilu bylo nutné provést měření vždy po odbroušení vrstvy o 0,1 mm. U cementovaných vzorků bylo provedeno 7 měření, tzn. do hloubky 0,6 mm. Nitridované vzorky byly měřeny do celkové hloubky 0,3 mm.

3.2 Popis experimentálního zařízení

Linka pro chemicko-tepelné zpracování od firmy LAC s.r.o. slouží k tepelnému a chemicko-tepelnému zpracování kovových výrobků, u kterých lze dosáhnout kvalitního

povrchu díky zpracování pod ochrannou atmosférou, jež zamezuje vzniku okují. Pracoviště lze použít při procesech tepelného zpracování, tj. pro kalení, žhání, cementaci, nitrocementaci a nitridaci, popouštění a skládá se z následujících zařízení (Obr. 3.2-1):

- Cementační pec s předkomorou a kalící lázní
- Nitridační pec
- Rozvaděč procesních médií
- Řídicí systém



Obr. 3.2-1 Linka pro chemicko-tepelné zpracování

Cementační pec s předkomorou a kalící lázní CHTZ15/95

Konstrukčně se toto zařízení skládá z vlastní cementační pece, předkomory, kalící lázně a rámu z konstrukční oceli. Základní parametry zařízení jsou uvedeny v Tab. 3-2 Technické parametry cementační pece. Dveře pece i předkomory se otevírají elektricky směrem nahoru. Dveřmi předkomory se zakládá vsázka, se kterou se manipuluje pomocí ručního manipulátoru z čelní strany. Pojezd vsázkového roštu je elektrický. Pracovní plyny jsou přiváděny přes zadní stěnu do ocelové žárovzdorné retorty, ve které cirkuluje nuceně atmosféra a která se kontroluje na přetlak, aby nedošlo ke vniku vnější atmosféry do pecní komory. Do utěsněné předkomory je zaveden přívod ochranného plynu (dusíku). Topné spirály na keramických trubkách jsou na bočních stěnách a ve dně pece. Izolace je realizována pomocí keramického vlákna a lehčených izolačních cihel.



Obr. 3.2-2 Cementační pec na ZČU v Plzni

System chlazení je nepřímý s využitím externího suchého chladiče. Kalicí lázeň je jednoplášťová těsná nádoba bez chlazení, proto dochází po zanoření maximální hmotnosti vsázky o maximální teplotě pece k navýšení teploty olejové lázně o cca 10°C. Parametry kalicí lázně jsou uvedeny v tabulce Tab. 3-3. Lázeň byla naplněna „rychlým“ olejem Durixol W72, který byl zvolen z důvodu velké účinnosti, nízké viskozity zaručující opratelnost vsázky a malý výnos oleje z nádrže. Vyznačuje se velkou odolností proti vypařování a dlouhou životností. Bod vzplanutí je 200°C, teplota varu nad 300°C, hustota 0,864 g/cm³ a kinematičká viskozita 21 mm²/s při 40°C. Celé zařízení se reguluje řídicím systémem PROTHERM500, který vyhodnocuje signály z kyslíkové sondy.

Max. teplota [C°]	Max. hmotnost vsázky [kg]	Vnější rozměry [mm]	Vnitřní objem retorty [l]	Vnitřní rozměry retorty [mm]	Topný příkon [kW]	Napětí
950	15	1600 x2400x1800	cca 30	300 x 150 x 400	13	3/PEN 400/230V AC 50Hz

Tab. 3-2 Technické parametry cementační pece

Topný příkon lázně [kW]	Objem lázně [l]	Kalicí médium	Max. teplota kalicího média [C°]
3	550	olej	100

Tab. 3-3 Technické parametry kalicí lázně

Nitridační pec CHTZ15/65

Nitridační pec (Obr. 3.2-3) s rámem z konstrukční oceli má ocelovou žáruvzdornou retortu, v níž dochází k nucené cirkulaci atmosféry a jež je hlídána na přetlak z důvodu zabránění vniku okolní atmosféry do pece. Technické parametry jsou uvedeny v Tab. 3-4 Technické parametry nitridační pece. Dveře do pece se otvírají ručně do boku na C závěsu. Topné spirály na keramických trubkách jsou umístěny na bocích a ve dně pece. Izolace je řešena pomocí keramického vlákna a lehčených izolačních cihel. Přívod plynů je realizován přes zadní stěnu. System chlazení je nepřímý. K pecní lince byl pořízen suchý chladič GSHSD085, který v těchto klimatických podmínkách splňuje požadavky na chlazení pece a hladinu hluku. Pec je řízena řídicím systémem, který vyhodnocuje signály z vodíkové sondy.



Obr. 3.2-3 Nitridační pec na ZČU v Plzni

Max. teplota [C°]	Max. hmotnost vsázky [kg]	Vnější rozměry [mm]	Vnitřní objem retorty [l]	Vnitřní rozměry retorty [mm]	Topný příkon [kW]	Napětí
650	15	1600 x2400x1800	cca 30	300 x 150 x 400	13	3/PEN 400/230V AC 50Hz

Tab. 3-4 Technické parametry nitridační pece

Rozvaděč procesních médií

Rozvaděč slouží k dodávce procesních médií do pece na chemicko-tepelné zpracování kovů. Rozvaděč je tvořen skříní, v níž je umístěn systém potrubí, ventilů a průtokoměrů. Samotné nádoby na plyn jsou umístěny mimo tento rozvaděč. Používanými plyny jsou methanol, dusík, propan a čpavek.

Methanol vytváří atmosféru v cementační peci potřebnou pro cementaci. Vkapává přímo do pece, kde se následně štěpí na H_2 a CO při teplotě nad $750\text{ }^\circ\text{C}$. Dusík slouží primárně jako bezpečnostní plyn při poklesu teploty, dále pak jako hnací plyn pro čerpání methanolu do pece. Propan slouží jako obohacující plyn v cementační peci, pokud je v atmosféře potřeba zvýšit uhlíkový potenciál. Čpavek je zdrojem dusíku potřebného pro nitridaci. Vzduch je přiváděn do kyslíkové sondy jako referenční a proplachový plyn, dále pak slouží pro snížení C_p .

Řídicí systém PROTHERM500

Řídicí systém zabezpečuje tři základní funkce:

- Řízení teploty
- Řízení plynné atmosféry
- Řízení a koordinace pohybů

System PROTHERM500 vyhodnocuje signály z kyslíkové a vodíkové sondy a dle těchto údajů řídí složení pecní atmosféry. Sleduje jednotlivé vsázky a příslušné procesy ve všech zařízeních. Umožňuje řídit cílové hodnoty (např. hloubka vrstvy) pomocí online difuzního propočtu a hlídat procesní parametry pomocí alarmových limitů. System je vybaven programovatelným logickým automatem PLC SIMATIC S7-1200, jež řídí teplotu olejové lázně, zabezpečuje synchronizaci pohybu dveří cementační pece a pohybu roštů olejové lázně, zobrazuje poruchové stavy zařízení a umožňuje prostřednictvím dotykového panelu provádět ve speciálním režimu testy jednotlivých zařízení. Je umístěn v samostatně stojícím rozvaděči, jehož spojení s jednotlivými zařízeními je realizováno pomocí kabeláže umístěné v kovových žlábech připevněných na kovové konstrukci v okolí linky.

3.2.1 Návrh rozmístění pracoviště

Cílem návrhu rozmístění zařízení na pracoviště nebylo pouze umístění samotné linky pro chemicko-tepelné zpracování, ale vytvoření odborného pracoviště tepelného zpracování na ZČU v Plzni. Při obdržení výkresové dokumentace linky bylo nutné zvážit umístění jednotlivých prvků v místnosti UU006, a to jak nových zařízení, tak již používaných. Před doručení linky byl vyhotoven návrh umístění veškerého vybavení (O – v příloze). Do návrhu byla vzata v úvahu tato zařízení:

- Nitridační pec
- Cementační pec s předkomorou a kalící lázní
- Rozvaděč plynů
- Řídicí systém (elektro rozvaděč)
- Kalící pec
- Kruhová kalící pec
- Tvrdoměr Rockwell
- Stůl s pecí – Jominyho zkouška
- Pracovní stůl s PC

V průběhu návrhu bylo opomenuto umístění tlakových nádob na plyny, navíc se při montáži linky muselo dodržet několik požadavků. Všechny prvky pracoviště chemicko-tepelného zpracování musely být z funkčních a bezpečnostních důvodů ustanoveny na rovnou a pevnou podlahu s rovinností $\pm 10\text{mm/m}$. Podlaha musí mít nosnost 400 kg/m^2 . Ve vzdálenosti 1,5 m od zařízení a nad ním nesmí být umístěny žádné hořlavé hmoty nebo by musely být vhodně izolovány. Z tohoto důvodu finální layout mírně liší (O - v příloze).

Doprostřed místnosti byla umístěna cementační pec s dostatečným prostorem pro vysunutí manipulátoru. Vlevo od dveří jsou skladovány procesní plyny. Nalevo je také umístěna nitridační pec. Vpravo od dveří byl umístěn stůl pro Jominyho zkoušku, z důvodu potřeby dosahu k vodnímu přívodu. Elektro rozvaděč s řídicím systémem je umístěn mezi pecemi v blízkosti rozvaděče procesních médií z důvodu dosahu kabelového vedení. Umístění je přehledné, logické a v místnosti není problém s pohybem osob ani s pohybem tlakových lahví.

3.2.2 Zacházení s plyny

Součástí pracoviště jsou mimo jiné procesní plyny v tlakových nádobách. Pokyny pro zacházení a práci s tlakovými lahvemi se stlačenými plyny zahrnuje soubor technických norem, z nichž z hlediska použití při provozu linky na chemicko-tepelné zpracování jsou nejvýznamnější následující:

- ČSN 01 8003 Zásady pro bezpečnou práci v chemických laboratořích
- ČSN EN 7089-3 Lahve na přepravu plynů - Označování lahví - Část 3: Barevné značení
- ČSN 07 8304 Tlakové nádoby na plyny – Provozní pravidla

Norma ČSN EN 7089-3 se zabývá platným označováním tlakových lahví. Norma ČSN 01 8003 uvádí pro práci s technickými plyny a plynnými palivy následující:

V laboratoři mohou být umístěny jen láhve s technickými plyny, které pro provoz nezbytné. Trvale nepotřebné nebo prázdné lahve se musí odstranit. Proti pádu musí být láhve zajištěny v jejich horní polovině třmenem nebo řetízkem nebo musí být umístěny ve stabilních nebo pojízdných stojanech. Dveře do místnosti, v nichž jsou láhve se stlačenými a jinými plyny, musí být označeny tabulkou s názvem příslušného plynu.

(...)

Při práci s technickými plyny je zakázáno:

- používat lahve, u nichž prošla lhůta periodické zkoušky nebo poškozené lahve;
- používat nevhodné nebo poškozené redukční ventily;
- při otvírání a zavírání ventilů používat hrubé násilí nebo nevhodné nástroje včetně trubkových nástavců;
- používat láhve k jiným účelům nebo na jiné plyny než pro které jsou určeny;
- lahve a ventily opravovat nebo měnit jejich označení;

(...)

- volné vypouštění plynů v uzavřených prostorech, kromě případů, kdy je to součástí pracovního postupu.

Mezi další pokyny, které je nutné dodržet, patří zajištění větratelnosti místnosti, příprava vhodných ochranných, hasících a asanačních prostředků, překontrolování funkce ventilů a těsnění tlakových lahví.

Norma ČSN 07 8304 se provozu linky dotýká především v odstavci 7 – Zacházení s nádobami a určuje vzdálenost nádob od topných těles a sálavých ploch. Ta musí být taková, aby teplota povrchu nepřekročila u plynů 50°C. Od zdrojů otevřeného ohně musí být umístěna nejméně 3 m.



Obr. 3.2-4 Skladování plynů v místnosti UU006

Před použitím musí být láhev zkontrolována a v případě detekování vady musí být vrácena do plnárny s uvedením závady. Plně nepoužívané či prázdné obaly musí mít nasazený snímatelný klobouček, pokud jsou jím opatřeny. V jedné provozní místnosti

může být až 12 lahví plynu. Pokud je v jednom požárním úseku více místností, kde se skladují plyny, může být počet lahví maximálně 24. V místnosti UU006 je v souladu s normou skladováno současně 8 lahví, což je maximální povolená kapacita (Obr. 3.2-4).

3.2.3 Ekonomické hodnocení

Ekonomické hodnocení provozu linky chemicko-tepelného zpracování bylo provedeno pro roční provoz, kdy nedojde k žádné odstávce či dlouhodobé poruše. Neuvažuje se pronájem místa, režijní náklady za světlo, vodu, apod. Hodnocení se provádí na běžném procesu cementace a nitridace. Za rok se předpokládá realizace 30 procesů cementace a 20 procesů nitridace.

První část hodnocení se zabývá kalkulací nákladů na procesní plyny. V Tab. 3-5 jsou uvedeny jednotlivé plyny, které se používají v jednotlivých procesech, množství v tlakové nádobě, náklady na jednotlivé plyny a celkové náklady za rok u jednotlivých procesů. Náklady vynaložené pouze na samotné plyny činí celkem **60 050 Kč**, z nichž nitridace zabírá pouhých **2700 Kč** a cementace **57 350 Kč**.

Proces	Druh plynu	Množství v 1 lahvi [l]	Spotřeba plynu za 1 proces [l]	Cena za 1 proces [Kč]	Spotřeba a plynu za rok [l]	Cena plynu za rok [Kč]	Náklady na plyny za rok [Kč]
Nitridace	Amoniak 2,8 bezvodý	80	10	130 Kč	200	2.600 Kč	2.688 Kč
	Dusík 4,0 technický	50	10	88 Kč	200	88 Kč	
Cementace	Dusík 4,0 technický	50	200	1760	6000	52.800 Kč	57.348 Kč
	Propan technický	80	9,7	151,6	291	4.548 Kč	

Tab. 3-5 Výpočet ročních nákladů na procesy nitridace a cementace

Dále se musí vzít v úvahu roční pronájem lahví. Na pracovišti tepelného zpracování je stálý počet lahví 8 – 1 lahev amoniaku, 5 lahví dusíku a 2 lahve propanu, to činí celkem **7200 Kč** za pronájem za rok.

Nejvíce se spotřebuje dusíku. S ohledem na roční plánování procesů je předpokládána spotřeba 124 ks lahví dusíku za rok, tzn., že bude potřeba 25 závozu ročně, celkem **7 000 Kč**.

Další položkou jsou poplatky, jež činí cca **24 800 Kč** (mýtné, EKO a ADR, neplatí se u propanu). Celkové režijní náklady činí **42 600 Kč**.

Celkové náklady na procesní plyny byly vyčísleny na **107 000 Kč** a jednotlivé položky jsou uvedeny v Tab. 3-6.

Náklady na plyny	Náklady na pronájem (8 lahví)	Náklady na dopravu	Poplatky	Celkové náklady na plyny
60 050 Kč	7 200 Kč	7 000 Kč	24 800 Kč	107 000 Kč

Tab. 3-6 Souhrn nákladů na procesní plyny

Pro zjednodušení výpočtu je uvažován 100% výkon topení pecí v průběhu ohřevu na požadovanou teplotu a 15% výkon v průběhu samotného procesu nauhličování či nitridace. Cirkulace je uvažována pouze v průběhu procesu, kdy ventilátor pracuje na 100%. Ohřev kalící lázně před každým procesem zabere 12 hodin při 80% výkonu, jelikož se velká lázeň ohřívá velmi dlouho. Při procesu už poté pouze udržuje teplotu (15% výkon). V úvahu nebylo vzato v potaz více návazných procesů.

V Tab. 3-7 je uvedena spotřeba elektrické energie na jednotlivé úkony procesů. Cena jednoho procesu nitridace činí 316 Kč, u cementace je více než dvojnásobná, tj. 795 Kč. Celková spotřeba energie za nitridační procesy za rok je 1374 kWh, což činí **6350 Kč**. Náklady na cementační procesy činí **23 850 Kč** za celkem 5184kWh. Celkové náklady na elektrickou energii tvoří **30 200 Kč při aktuální ceně 4,60 za 1 kWh**.

Proces	Druhy spotřeby	Příkon [kW]	Výkon [%]	Počet kWh - 1 proces	Cena za 1 proces [Kč]	Počet kWh za rok	Celková cena za procesy ročně [Kč] (zaokrouhleno)
Nitridace	Příkon topení	13 kW	ohřev- 100%	13	59,8 Kč	260	1 196 Kč
			výdrž - 15%	46,8	215,3 Kč	936	4 306 Kč
	Příkon motoru ventilátoru	0,37 kW	100%	8,9	41,0 Kč	178	819 Kč
					316,1 Kč	1374	6 321 Kč
Cementace	Příkon topení pece	13 kW	ohřev- 100%	26	119,6 Kč	780	3 588 Kč
			výdrž - 15%	7,8	35,9 Kč	234	1 076 Kč
	Příkon motoru ventilátoru	0,37 kW	100%	1,5	6,9 Kč	45	207 Kč
	Příkon kalící lázně	13 kW	počet hodin - 80%	124,8	574,0 Kč	3744	17 220 Kč
			počet hodin - 15%	12,7	58,4 Kč	381	1 753 Kč
					794,8 Kč	5184	23 844 Kč

Tab. 3-7 Náklady na elektrickou energii za rok

Z uvedených hodnot vyplývá, že roční náklady na provedení běžného procesu nitridace jsou přibližně 4x nižší, tj. **26 100 Kč**, zatímco cementace přijde na **106 800 Kč**. Celkový roční provoz linky chemicko-tepelného zpracování stojí **132 900 Kč**. Cena zpracování 1kg vsázky u nitridace vychází na 87 Kč, u cementace je to 237 Kč.

3.2.4 Realizace procesu cementace

Řízení procesu chemicko-tepelného zpracování pomocí regulátoru PROTHERM 500 a PLC SIMATIC S7-1200 je možno rozdělit do tří základních stádií:

- Zapínací sekvence – řízená především PLC, provádí se před zahájením procesu

- Samotný proces - řízený naprogramovaným postupem v regulátoru PROTHERM
- Vypínací sekvence – řízená přes PLC, provádí se při vypnutí pece, pokud následuje několik procesů za sebou, provede se až po posledním procesu

Před spuštěním procesu cementace je nutné nahřát olej v lázni na teplotu 80°C, protože její ohřev trvá podstatně déle než celý proces, a nahřát pec nad 750°C. Procesy proběhly při implicitně nastavených průtocích plynů:

- | | |
|-------------------------------|--------------|
| • Dusík procesní | 60 NI/h |
| • Metanol | 0,132 l/h |
| • Propan | 2, 6 l/h |
| • Dusík - Proplach komora | 25NI/min |
| • Dusík - Proplach předkomora | 400 NI/min |
| • Referenční vzduch | 5–10 l/h |
| • Proplachový vzduch | 50 - 100 l/h |

V průběhu procesu se odděleně regulují tři základní prostory: předkomora cementační pece (**VK**), komora cementační pece (**GK**) a kalící lázeň (**AK**). Klasický proces cementace se sytícím a difuzním stádiem se skládá z 12 základních kroků, které jsou popsány v příloze (O-III). Po skončení programu následuje příprava na další proces či vypínací sekvence.

3.2.5 Realizace procesu nitridace

Stejně jako u procesu cementace, je nitridace řízená pomocí regulátoru PROTHERM 500 a PLC SIMATIC S7-1200. Vsázka se zakládá přímo do retorty studené pece. Poté je třeba pec zavřít a pevně utáhnout.

Proces se také skládá ze tří stádií:

- Zapínací sekvence
- Samotný proces - řízený naprogramovaným postupem v regulátoru PROTHERM
- Vypínací sekvence

Výchozí nastavení procesních plynů:

- | | |
|-----------------------|----------------------|
| • Dusík procesní | 20 NI/h |
| • Dusík proplach | 1 Nm ³ /h |
| • Čpavek malý průtok | 0,1m ³ /h |
| • Čpavek velký průtok | 0,2m ³ /h |

Základní program se skládá z 5 kroků, které jsou popsány v příloze (O- IV). Po skončení procesu se pec nechá vychladnout pod 100°C, poté pec otevřít, vsázku vyndat a zahájit vypínací sekvenci.

3.3 Experimentální materiál

Za experimentální materiál byly pro tuto práci zvoleny následující a nejčastěji používané oceli pro procesy cementace a nitridace:

- Oceli k cementování dle ČSN EN 10084 – C15, 16MnCr5, 16NiCr13
- Oceli k nitridování dle ČSN EN 10085 – 34CrAlNi7, 31CrMoV9

Kvůli názornosti a snazšímu vyhodnocení účinnosti nitridace a také rozložení atmosféry v retortě byla přidána do vsázky také ocel C45, která tvoří výraznou sloučeninovou vrstvu. Běžně se používá pro zušlechťování či povrchové kalení, nitriduje se pouze v případech, kdy jsou požadavky na zvýšení odolnosti proti korozi, event. ke zlepšení třecích vlastností.

C15

Ocel C15 patří mezi nelegované ušlechtilé oceli, je vhodná k cementování. Používá se na méně namáhané cementované strojí díly menších rozměrů se střední pevností v jádře (méně namáhaná ozubená kola, vačkové hřídele, řetězová kola, vodítka, apod.).

Materiál byl dodán jako kruhová tyč o průměru 25 mm (délka 6m) v tavně 112567-1. Dle materiálového certifikátu dosahuje materiál v dodaném stavu následujících hodnot: $R_m = 463\text{MPa}$, $A = 34\%$ a tvrdost 154 HB. V normě tyto hodnoty stanovené nejsou.

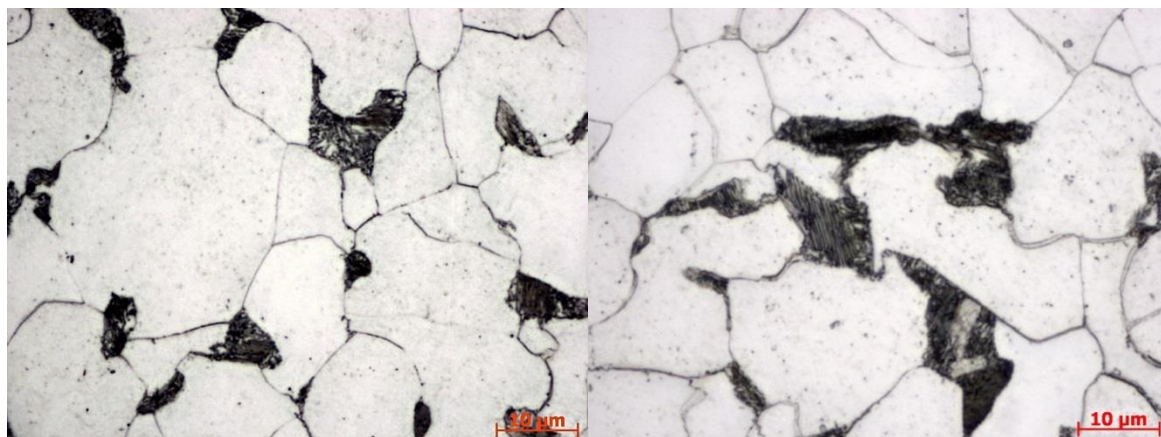
Vzorky toho materiálu byly označeny trojčíslím 1xx v případě výchozího materiálu a dvojčíslím 1x pro jednotlivé procesy. První číslice označuje materiál, následuje pořadové číslo.

Před samotným procesem tepelného zpracování byly odebrány 4 vzorky o označení 111,112,113 a 114. Na vzorku 111 byla vyhodnocena tvrdost pomocí tří vtisků. Hodnota je $140\text{ HV} \pm 3$. Na vzorku 112 bylo stanoveno chemické složení metodou chemické analýzy GD-OES, porovnáno s materiálových certifikátem a povoleným rozmezím udaným normou. Z Tab. 3-8 vyplývá, že chemické složení odpovídá normě.

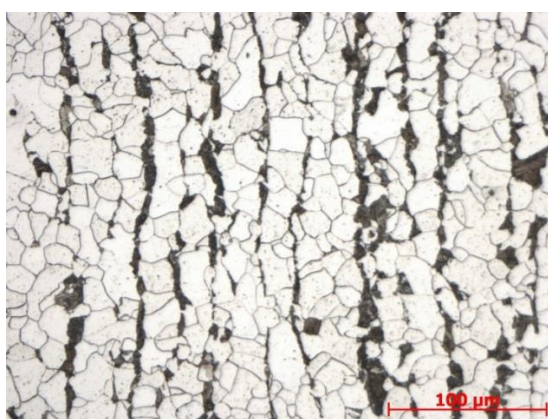
	C %	Si %	Mn %	P %	S %	Cr %	Ni %	Mo %
GD-OES Vzorek 112	0,148	0,177	0,539	0,007	0,003	0,056	0,016	0,013
Dle mat.certifikátu tavnba 112567-1	0,14	0,19	0,54	0,011	0,006	0,08	0,06	0,018
Dle normy ČSN EN 10084	0,12 - 0,18	max. 0,40	0,3 - 0,6	max. 0,035	max. 0,035	-	-	-

Tab. 3-8 Chemické složení oceli C15

Metalografický výbrus byl proveden na vzorcích 113 v příčném řezu a 114 v podélném řezu. Materiál se vyznačuje feriticko-perlitickou strukturou (Obr. 3.3-1). Po hranicích některých feritických zrn je možno pozorovat vyloučené útvary cementitu (viz obrázek vpravo). Při menším zvětšení (Obr. 3.3-2) je v podélném směru výrazné vyřádkování perlitu.



Obr. 3.3-1 Výchozí struktura oceli C15: příčný řez vlevo, podélný řez vpravo (vzorek 113 a 114, zvětšení 1000x, leptáno 3% Nital)



Obr. 3.3-2 Výchozí materiál oceli C15 v podélném řezu (vzorek 114, zvětšení 200x, leptáno 3% Nital)

16MnCr5

Ocel 16MnCr5 patří mezi nízkolegované legované ušlechtilé mangan-chromové oceli vhodné k cementování. Používá se nejčastěji na středně namáhané díly strojů a motorových vozidel. Je svařitelná a vhodně tepelně zpracovaná také dobře tvářitelná za studena.

Materiál byl dodán jako kruhová tyč o průměru 20 mm (délka 5-6m) s číslem tavby B9573 ve stavu +FP, tj. ve stavu zpracovaném na feriticko-perlitickou strukturu. Norma udává rozmezí tvrdosti 140-187 HBW, uvedená tavba má dle atestu tvrdost 163 HBW. Velikost zrna dle stupnice ASTM E112 je 8.

Vzorky toho materiálu byly označeny trojčíslicím 2xx v případě výchozího materiálu a dvojčíslicím 2x či trojčíslicím 2xx. s tečkou pro jednotlivé procesy. První číslice označuje materiál, následuje pořadové číslo.

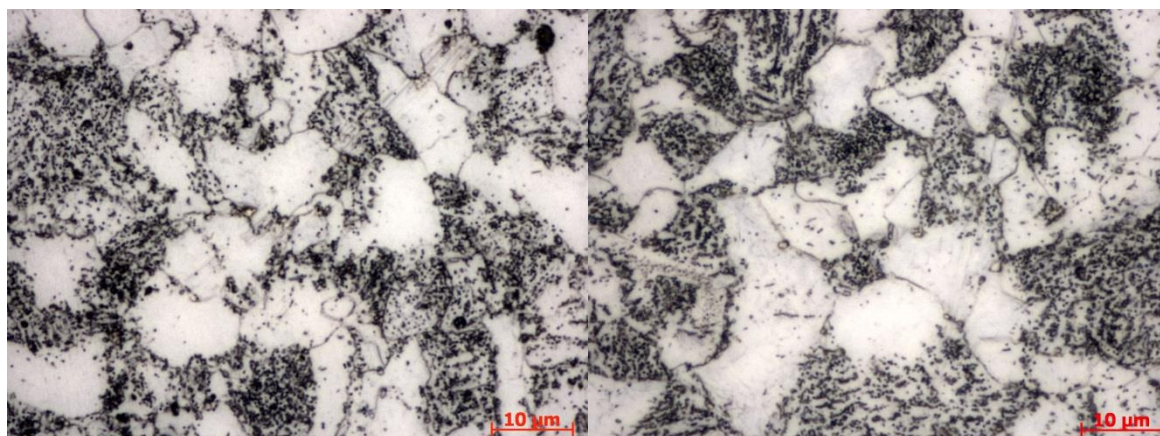
Z polotovarů se připravily před tepelným zpracováním 4 vzorky o označení 211, 212, 213 a 214 pro analýzu výchozího materiálu. Na vzorku 211 byla vyhodnocena tvrdost, jejíž hodnota je $174 HV \pm 1$. Na vzorku 212 se ověřilo chemické složení metodou chemické analýzy GD-OES a porovnáno s normou a dodaným atestem dodavatele. Z Tab. 3-9 je zřejmé, že chemické složení odpovídá normě.

	C %	Si %	Mn %	P %	S %	Cr %	Ni %	Cu %	Mo %	V %	Ti %	W %
Vzorek 212	0,18	0,28	1,30	0,021	0,03	1,1	0,12	0,19	0,01	0,004	0	0,006

Dle mat. certifikátu tavba B9573	0,19	0,28	1,26	0,022	0,04	0,9	0,16	0,17	-	0,01	0	0,01
Dle normy ČSN EN 10084	0,14 - 0,19	max. 0,40	1,00 - 1,30	max. 0,035	0,04	0,8 - 1,10	-	-	-	-	-	-

Tab. 3-9 Chemické složení oceli 16MnCr5

Metalografické hodnocení bylo provedeno na vzorcích 213 v příčném řezu a 214 v podélném řezu. Výchozí struktura. Je feriticko-perlitická (Obr. 3.3-3).



Obr. 3.3-3 Výchozí struktura oceli 16MnCr5: příčný řez vlevo, podélný řez vpravo (vzorek 213 a 214, zvětšení 1000x, leptáno 3% Nital)

15NiCr13

Ocel 15NiCr13 je ocelí středně legovanou ušlechtilou nikel-chromovou ocelí k cementování, jež se používá na velmi namáhané cementované strojní součásti s vyšší pevností a vysokou houževnatostí v jádře. Zároveň se hodí pro dynamické namáhání a má vysokou mez únavy při střídáném způsobu namáhání

Materiál byl dodán jako kruhová tyč o průměru 20 mm (délka 5-6m) s číslem tavby 332984 ve stavu +TH, tj. zpracováno na rozmezí tvrdosti, jež je v intervalu 179-229 HBW dáno normou. Dle materiálového atestu dosahuje tvrdost dodaného materiálu 190 HBW.

Experimentální materiál této oceli byl označen trojčíslím 3xx pro analýzu výchozího materiálu, vzorky určené pro tepelné zpracování byly očíslovány 3x.

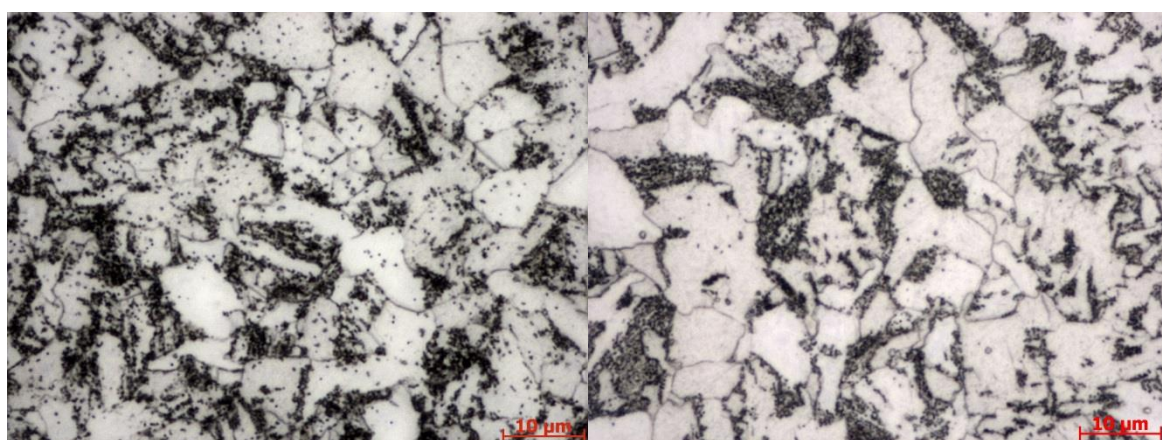
Z materiálu v dodaném stavu byly analyzovány 4 vzorky bez následného tepelného zpracování označení 311, 312, 313 a 314. Na vzorku 311 byla vyhodnocena tvrdost o hodnotě 204 ± 8 HV. Na vzorku 312 bylo vyhodnoceno chemické složení metodou chemické analýzy GD-OES a porovnáno s normou a dodaným atestem dodavatele. Z Tab. 3-10 je zřejmé, že chemické složení odpovídá normě.

	C %	Si %	Mn %	P %	S %	Cr %	Ni %	Cu %	Al %
Vzorek 312	0,152	0,3	0,592	0,0081	0,0291	0,773	3,13	0,0798	0,0348

Dle mat. certifikátu tavba 332984	0,145	0,31	0,59	0,008	0,03	0,7	3,07	-	-
Dle normy ČSN EN 10084	0,14 - 0,20	max. 0,4	0,40 - 0,70	max. 0,035	max. 0,035	0,60 - 0,90	3,00 - 3,5	-	-

Tab. 3-10 Chemické složení ocel 15NiCr13

Metalografické hodnocení bylo provedeno na vzorcích 313 v příčném řezu a 314 v podélném řezu. Na Obr. 3.3-4 je zachycena feriticko-perlitická struktura základního materiálu.



Obr. 3.3-4 Výchozí struktura oceli 15NiCr13: příčný řez vlevo, podélný řez vpravo (vzorek 213 a 214, zvětšení 1000x, leptáno 3% Nital)

34CrAlNi7

Ocel 34CrAlNi7 je středně legovaná ušlechtilá chrom-hliník-niklová ocel vhodná k nitrídování. Vyznačuje se vyšší pevností a houževnatostí ve stavu po zušlechtní. Vysoká prokalitelnost dovoluje ocel použít i na rozměrnější strojní díly. Nitrídovaná vrstva dosahuje tvrdosti 950 až 1000 HV1, je vysoce odolná proti opotřebení a korozi v méně agresivních prostředích. Nitrídací se též docílí zvýšení meze únavy povrchové vrstvy při střídavém namáhání. Ocel je též vhodná k výrobě forem s nitrídovaným povrchem pro lisování plastických hmot.

Materiál byl dodán jako kruhová válcovaná tyč o průměru 30 mm s číslem tavby 306937 ve stavu +QT, tj. zušlechtném stavu. Materiál byl kalen z teploty 800°C do oleje a následně popouštěn při 650°C s chladnutím na vzduchu a žihán na odstranění pnutí 6 hodin při 600°C na vzduchu. Materiálový atest dále uvádí mechanické hodnoty $R_{p0,2} = 790-812\text{MPa}$, hodnotu meze pevnosti $R_m = 925-945\text{MPa}$, prodloužení $A = 18\%$ a nárazovou práci $KV=122-130\text{J}$. Požadavky dle normy jsou následující: $R_e = \text{min.}680\text{MPa}$, hodnotu meze pevnosti $R_m = 900 - 1100\text{MPa}$, tažnost $A = \text{min.}10\%$ a nárazovou práci $KV=\text{min.}30\text{J}$ při pokojové teplotě. Z uvedeného vyplývá, že materiál splňuje kritéria dle normy ČSN EN 10085.

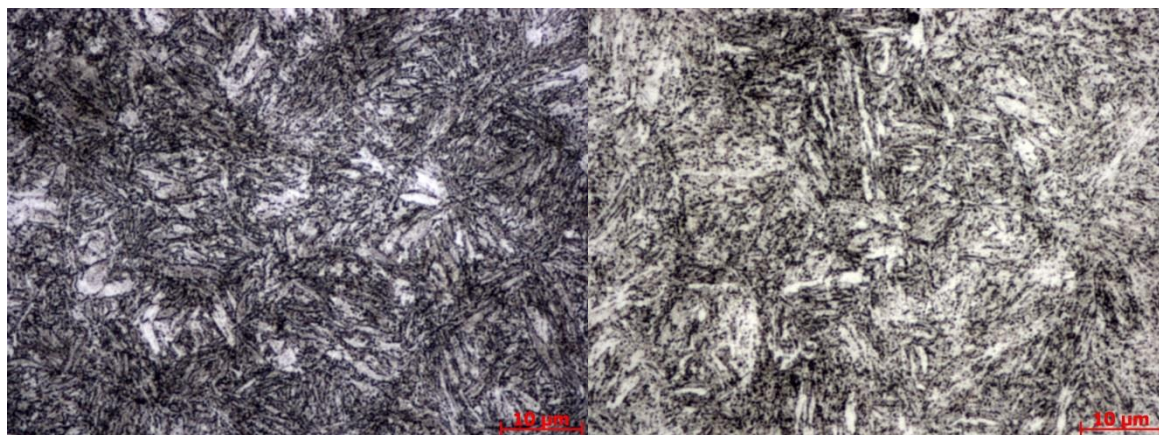
Vzorky toho materiálu byly označeny trojčíslím 4xx v případě výchozího materiálu a dvojčíslím 4x pro jednotlivé procesy.

Výchozí stav materiálu byl hodnocen na 4 vzorcích o označení 411, 412, 413 a 414. Na vzorku 411 byla vyhodnocena tvrdost o hodnotě 306 ± 8 HV. Na vzorku 412 se hodnotilo chemické složení metodou chemické analýzy GD-OES a porovnávalo s normou a dodaným atestem dodavatele. Z Tab. 3-11 je zřejmé, že chemické složení odpovídá normě.

	C %	Si %	Mn %	P %	S %	Cr %	Ni %	Mo %	Al %	W %	Co %
Vzorek 412	0,405	0,232	0,581	0,0136	0,0039	1,85	0,987	0,176	0,972	0,0215	0,0309
Dle mat. certifikátu tavba 306937	0,348	0,23	0,6	0,01	0,002	1,52	0,91	0,21	0,985	-	-
Dle normy ČSN EN 10085	0,3-0,37	max. 0,4	0,4-0,7	max. 0,025	max. 0,035	1,50-1,8	0,8-1,2	0,12-0,28	0,8-1,2	-	-

Tab. 3-11 Chemické složení 34CrAlNi7

Vzorky 413 a 414 byly hodnoceny metalograficky v příčném a podélném směru. Struktura by po zušlechtní je sorbitická (Obr. 3.3-5).



Obr. 3.3-5 Výchozí stav oceli 34CrAlNi7: příčný řez vlevo, podélný řez vpravo (vzorek 413 a 414, zvětšení 1000x, leptáno 3% Nital)

31CrMoV9

Ocel 31CrMoV9 je středně legovaná ušlechtilá chrom-molybden-vanadová ocel vhodná k nitridování. Vyznačuje se vyšší pevností při dostatečné houževnatosti ve stavu po zušlechtní. Vysoká prokalitelnost dovoluje ocel použít i na rozměrnější strojní díly. Nitridovaná vrstva dosahuje tvrdosti cca 800 HV1, je odolná proti opotřebení a korozi v méně agresivních prostředích. Nitridací se též docílí zvýšení meze únavy povrchové vrstvy při střídavém namáhání. Ocel lze použít i jako ocel k zušlechťování bez následné nitridace.

Materiál byl dodán jako kruhová válcovaná tyč o průměru 35 mm s číslem tavby T31566 ve stavu +QT, tj. zušlechtném stavu. Postup zušlechťování není v atestu uveden. Materiálový atest dále uvádí mechanické hodnoty $R_e = 1162-1170$ MPa, hodnotu meze pevnosti $R_m = 1289-1293$ MPa, tažnost $A = 15,4-15,6\%$ a nárazovou práci $KV=28-30$ J při pokojové teplotě. Požadavky dle normy při daném průměru 35mm jsou následující: $R_e =$

min.900MPa , hodnotu meze pevnosti $R_m = 1100-1300$ MPa, prodloužení $A = \text{min.}9\%$ a nárazovou práci $KV = \text{min.}25$ J. Z uvedeného vyplývá, že materiál splňuje kritéria dle normy ČSN EN 10085.

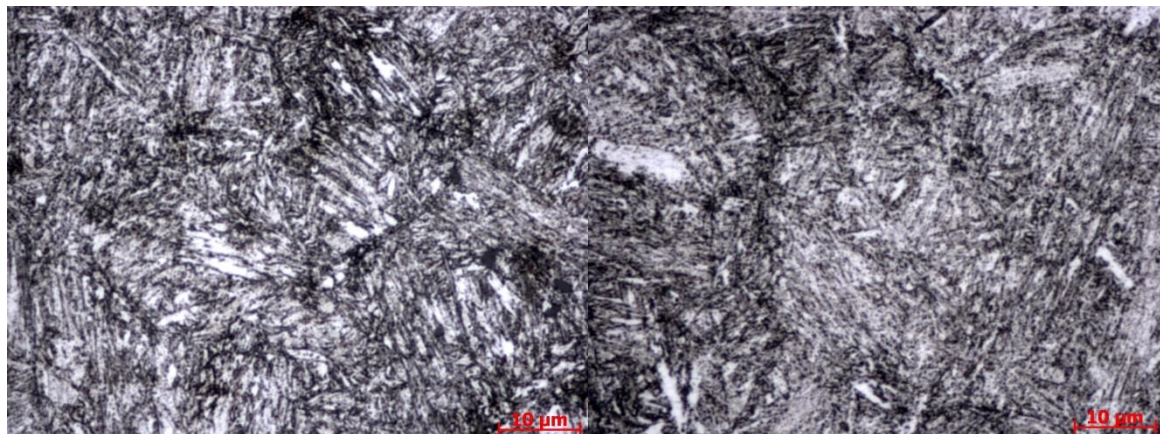
Vzorky toho materiálu dostaly označení 5xx v případě výchozího materiálu a dvojčíslí 5x pro jednotlivé procesy. První číslice označuje materiál, následuje pořadové číslo.

Výchozí struktura byla hodnocena na 4 vzorcích o označení 511, 512, 513 a 514. Na vzorku 511 byla vyhodnocena tvrdost o hodnotě 412 ± 10 HV. Na vzorku 512 došlo k ověření chemického složení metodou chemické analýzy GD-OES a bylo porovnáno s normou a dodaným atestem dodavatele. Z Tab. 3-12 je zřejmé, že chemické složení odpovídá normě.

	C %	Si %	Mn %	P %	S %	Cr %	Cu %	Mo %	V %	Al %
Vzorek 512	0,327	0,23	0,622	0,0122	0,0184	2,79	0,0269	0,202	0,127	0,0225
Dle mat. certifikátu tavba T31566	0,32	0,23	0,61	0,016	0,023	2,62	-	0,219	0,127	-
Dle normy ČSN EN 10085	0,27 - 0,34	max. 0,40	0,36 - 0,74	max. 0,030	max. 0,040	2,2 - 2,80	-	0,12 - 0,28	0,08 - 0,22	-

Tab. 3-12 Chemické složení oceli 31CrMoV9

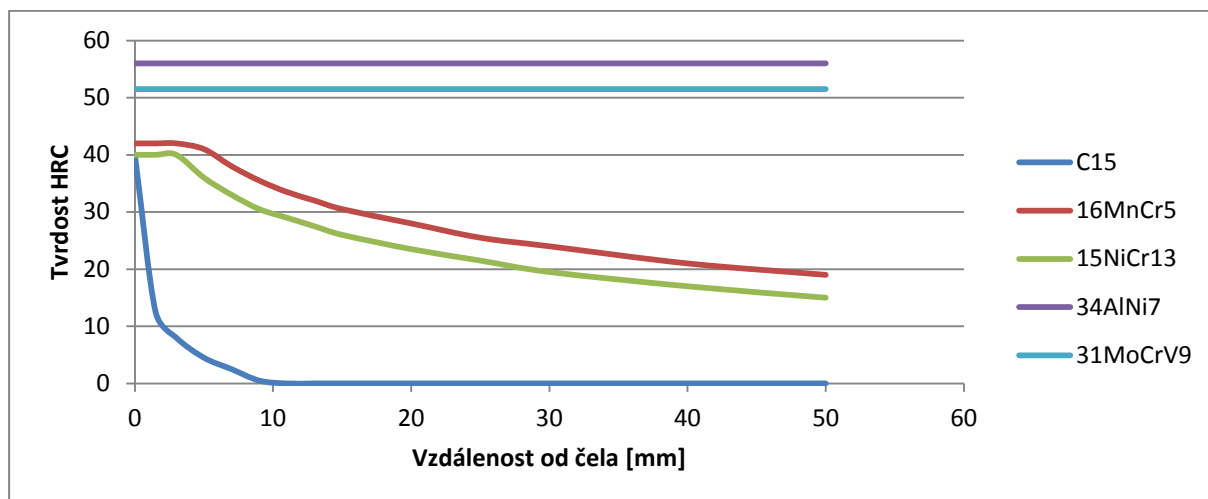
Výchozí struktura byla hodnocena v příčném a podélném směru na vzorcích 513 a 514. Na Obr. 3.3-6 je zachycena sorbitická struktura odpovídající předepsanému stavu, kdy vyloučení karbidů sleduje původní martenzitické útvary.



Obr. 3.3-6 Výchozí stav oceli 31CrMoV9: příčný řez vlevo, podélný řez vpravo (vzorek 513 a 514, zvětšení 1000x, leptáno 3% Nital)

Jominyho zkouška prokalitelnosti

Hodnoty přesného chemického složení jednotlivých materiálů byly zadány do programu SteCal 3.0 za účelem zjištění prokalitelnosti. Obr. 3.3-7 zobrazuje vypočtené pásy prokalitelnosti. Z uvedeného vyplývá, že nejmenší prokalitelnost má ocel C15. Ocel 16MnCr dosahuje většího prokalení než 15NiCr13. Oceli 34CrAlNi77 a 31CrMoV9 jsou prokaleny v celém pásu prokalitelnosti. Na prokalitelnosti má značný vliv chemické složení, tj. obsah uhlíku a legur, homogenita austenitu a velikost austenitického zrna.



Obr. 3.3-7 Vypočtené hodnoty Jominyho zkoušky čelní prokalitelnosti (SteCal 3.0)

3.4 Implementace procesů cementace a nitridace

3.4.1 Cementace I se dvěma stádii Cp

Cílem prvního procesu cementace bylo vyzkoušet standardní proces nauhličování se dvěma stádii – sytícím a difuzním – s následným kalením do oleje. Primárním požadavkem bylo vytvoření vrstvy o hloubce 0,8 mm.

V průběhu sytícího stádia se využilo vysokého nauhličujícího potenciálu $C_p = 1,15$ při délce etapy 195 minut, zatímco v průběhu difuzního stádia se potenciál záměrně snížil na hodnotu $C_p = 0,7$ po dobu 50 minut. Difuzní stádium se aplikuje z důvodu snížení povrchové koncentrace uhlíku na hodnotu cca 0,8%C a také z důvodu správného rozložení uhlíku ve vrstvě. Zvolená teplota procesu byla $t = 920^\circ\text{C}$.

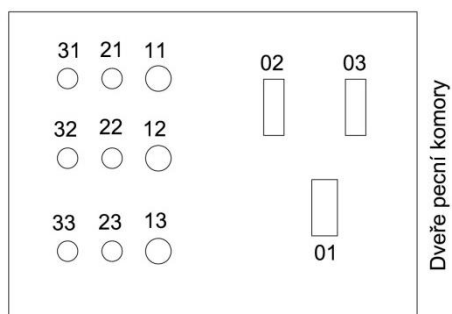
Proces byl naprogramován v regulátoru pecní linky pod číslem 33 s názvem CEMENTACE 2CP s parametry uvedenými v Tab. 3-13.

Stádium	C_p	Doba etapy [min]	Cementační teplota [$^\circ\text{C}$]
Sytící stádium	1,15	195	920 $^\circ\text{C}$
Difuzní stádium	0,7	50	
Předpokládaná hloubka vrstvy [mm]			0,8

Tab. 3-13 Parametry procesu cementace I

Pro zpracování byla připravena vsázka o celkové hmotnosti 0,7 kg, do košíku byla rozmístěna dle obrázku Obr. 3.4-1 vzhledem ke dveřím pece a byly v ní obsaženy následující vzorky:

- **Ocel C15:**
 - 3 ks válečků ($d = 25$ mm, $h = 15$ mm), označení 11, 12, 13
 - 1 ks vzorek s dírou ($d_{\text{díry}} = 8$ mm, $h = 50$ mm), označení 01
- **Ocel 16MnCr5:**

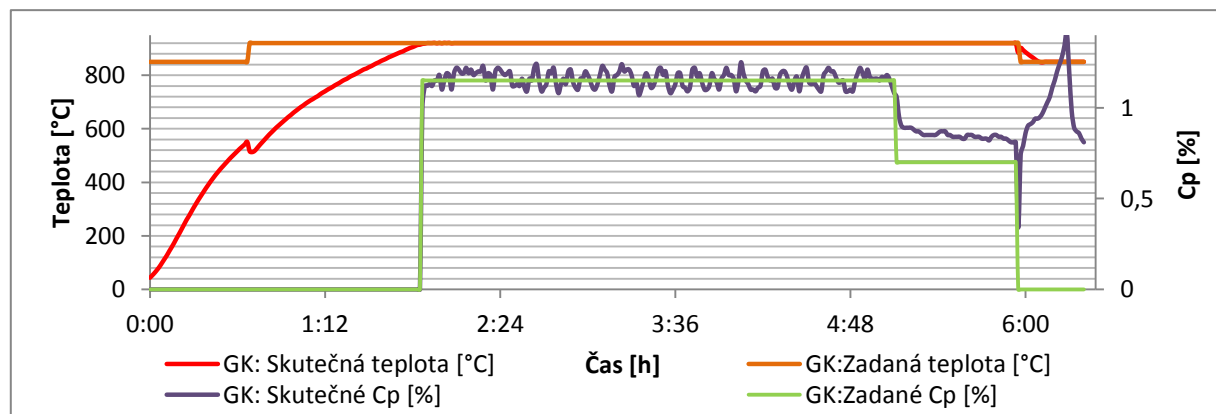


Obr. 3.4-1 Rozložení vsázky – cementace I

- 3 ks válečků (d= 20 mm, h = 15mm), označení 21, 22, 23
- 1 ks vzorek s dírou (d_{díry}= 8 mm, h=50 mm), označení 02
- **Ocel 15NiCr13:**
 - 3 ks válečků (d= 20 mm, h = 15mm), označení 31, 32, 33
 - 1 ks vzorek s dírou (d_{díry}= 8 mm, h=50 mm), označení 03

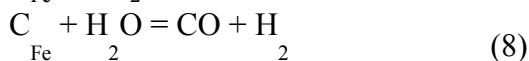
Kontrola procesu proběhla z hlediska metalografie, průběhu mikrotvrlosti ve vrstvě, povrchové tvrdosti, došlo k vyhodnocení koncentračního profilu uhlíku ve vrstvě a na závěr se zhodnotila schopnost vytvoření vrstvy v hlubokých otvorech.

Průběh procesu byl zaznamenán řídicím systémem do grafu (Obr.3.4-2), kde je zachycen průběh teploty v čase procesu se stupnicí na hlavní svislé ose, zatímco stupnice na vedlejší svislé ose zachycuje uhlíkový potenciál Cp. Zkratka GK v legendě je označení pecní komory. Teplota pece nabíhala plynule, uhlíkový potenciál se v průběhu sytícího stádia pohybuje v intervalu mezi 1,12 - 1,22. V průběhu difuzního stádia potenciál nedosáhl požadované hodnoty 0,7, ale kolísal kolem hodnoty Cp=0,85. Tento jev by mohl být způsoben jednak zanešeným košíkem či nedostatečně odmaštěným povrchem vsázky, jednak malou hmotností (povrchem) vsázky.

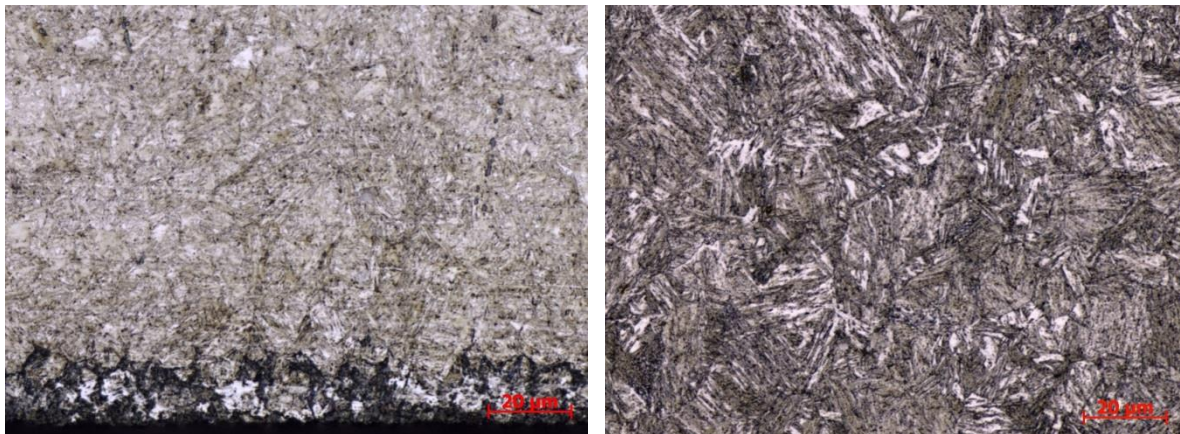


Obr. 3.4-2 Průběh procesu cementace I se dvěma stádii Cp.

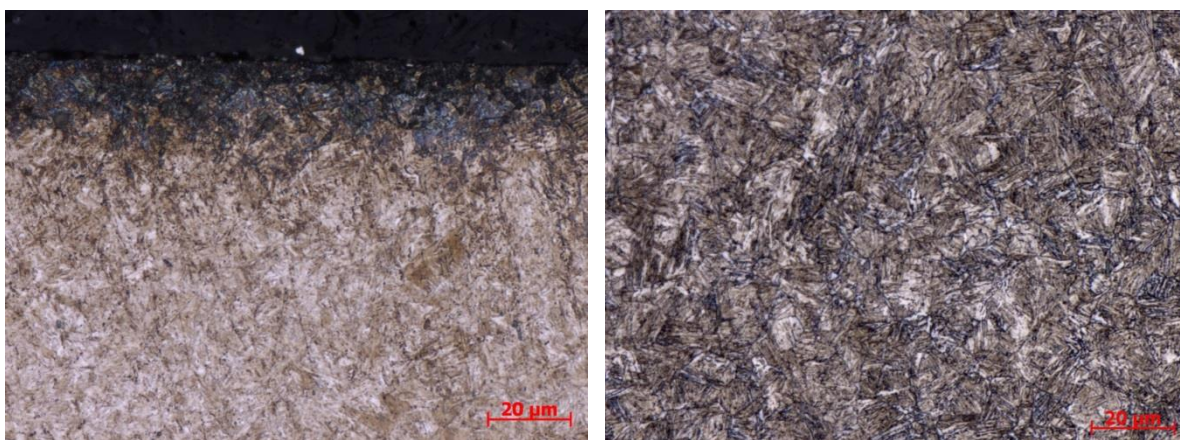
Mikrostruktura ocelí 15MnCr5 a 16NiCr13 (viz Obr. 3.4-3 a Obr. 3.4-4) se ve vrstvě vyznačuje relativně jemnou martenzitickou strukturou. Těsně na povrchu došlo u obou vzorků ocelí k oduhličení, které dosahuje hloubky přibližně 10 μ m. Oduhličení může být způsobeno buď reakcí atmosféry s uhlíkem na povrchu vzorků (rovnice 7,8,9), anebo difuzí uhlíku dál do jádra v průběhu difuzního stádia cementace.



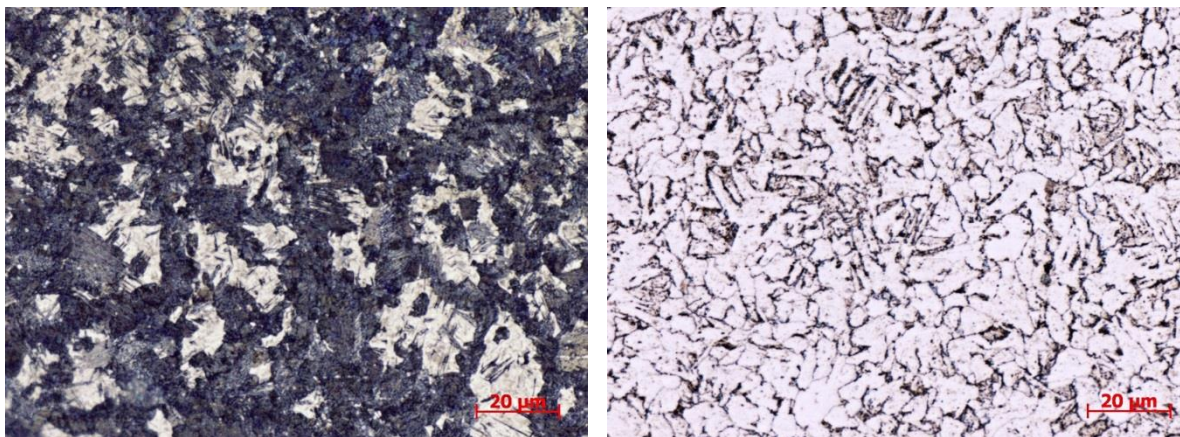
Struktura v jádře je bainitická. Ocel C15 (Obr. 3.4-5) vykazuje ve vrstvě troostitické síťoví na hranicích původního austenitického zrna. V jádře je struktura feriticko-perlitická. Z důvodu nízké prokalitelnosti tohoto typu oceli nedošlo k prokalení jádra vzorku.



Obr. 3.4-3 Ocel 16MnCr5: cementovaná vrstva vlevo, materiál v jádře vpravo (vzorek 21, zvětšeno 500x leptáno 3% Nital)



Obr. 3.4-4 Ocel 15NiCr13: cementovaná vrstva vlevo, materiál v jádře vpravo (vzorek 31, zvětšeno 500x leptáno 3% Nital)



Obr. 3.4-5 Ocel C15: cementovaná vrstva vlevo, materiál v jádře vpravo (vzorek 31, zvětšeno 500x leptáno 3% Nital)

Z hlediska hodnocení rovnoměrnosti, je možné říci, že je vrstva souvislá po celém povrchu bez výraznějších výkyvů tloušťky či absence vrstvy, a to včetně rohů vzorku (O-V v příloze).

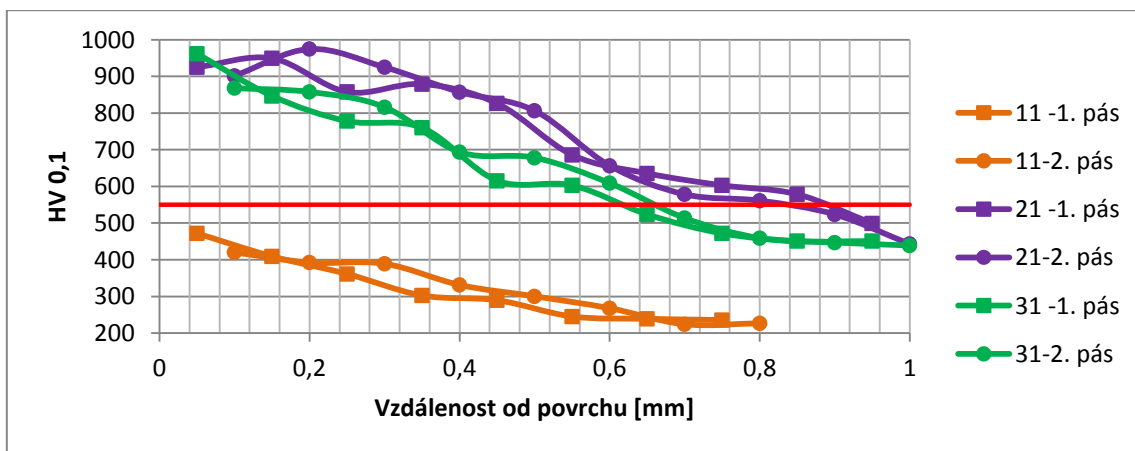
Dále byla hodnocena schopnost vytvoření vrstvy u hlubokých děr reprezentovaných vzorky o délce 50 mm s dírou v podélné ose válce. Na O-VI a O-VII a O-VIII v příloze je zachycená cementovaná vrstva ocelí 16MnCr5, 15NiCr13 a C15 na vnitřním povrchu ve

vzdálenosti 25 mm od kraje vzorku. Vrstvy jsou rovnoměrné a mají stejnou tloušťku jako na vnějším povrchu (není zachyceno na snímku).

Měřením mikrotvrdosti byly stanoveny dosažené hloubky cementovaných vrstev (Tab. 3-14). Ocel C15 hodnot limitní tvrdosti 550 HV nedosahuje, ocel 16MnCr5 má hloubku vrstvy 0,86 mm, což splňuje primární požadavek, a ocel 15NiCr13 dosahuje hloubky vrstvy 0,64 mm, což je nižší hodnota než předpokládaná hloubka. To je způsobeno přítomností legujícího prvku niklu, který vykazuje nižší kinetiku přestupu z plynu do povrchu, čímž snížena rychlost nauhličování. Naopak přísada chromu zvyšuje prokalitelnost, a tím ovlivňuje výslednou tvrdost materiálu i pevnost jádra. Na Obr. 3.4-6 jsou zaznamenány průběhy tvrdostního profilu pásů kolmých k povrchu u všech vzorků. Ocel 16MnCr5 se vyznačuje mírným oduhlíčením povrchu. Ocel 15NiCr13 dosahuje maximální tvrdosti 962 HV_{0,1} a zaznamenaný průběh tvrdosti neukazuje žádné oduhlíčení na povrchu. Tvrdostní profil oceli C15 charakterizován nízkou tvrdostí s maximální hodnotou 472 HV_{0,1}.

C15				16MnCr5				15NiCr13			
11 -1. pás		11-2. pás		21 -1. pás		21-2. pás		31 -1. pás		31-2. pás	
x [mm]	HV 0,1	x [mm]	HV 0,1	x [mm]	HV 0,1	x [mm]	HV 0,1	x [mm]	HV 0,1	x [mm]	HV 0,1
0,05	472	0,1	420	0,05	925	0,1	902	0,05	962	0,1	868
0,15	409	0,2	392	0,15	949	0,2	974	0,15	847	0,2	857
0,25	361	0,3	389	0,25	857	0,3	925	0,25	778	0,3	816
0,35	303	0,4	331	0,35	879	0,4	857	0,35	760	0,4	694
0,45	290	0,5	300	0,45	826	0,5	806	0,45	616	0,5	678
0,55	245	0,6	268	0,55	686	0,6	656	0,55	603	0,6	609
0,65	239	0,7	224	0,65	636	0,7	578	0,65	524	0,7	514
0,75	236	0,8	227	0,75	603	0,8	561	0,75	472	0,8	459
0,85	-	0,9	-	0,85	578	0,9	524	0,85	451	0,9	447
0,95	-	1	-	0,95	499	1	443	0,95	451	1	439
CHD 550 HV 0,1				CHD 550 HV 0,1				CHD 550 HV 0,1			
-				0,89				0,62			
CHD = 0 mm				CHD = 0,86 mm				CHD = 0,64 mm			

Tab. 3-14 Hodnoty HV_{0,1} v jednotlivých pásech tvrdosti

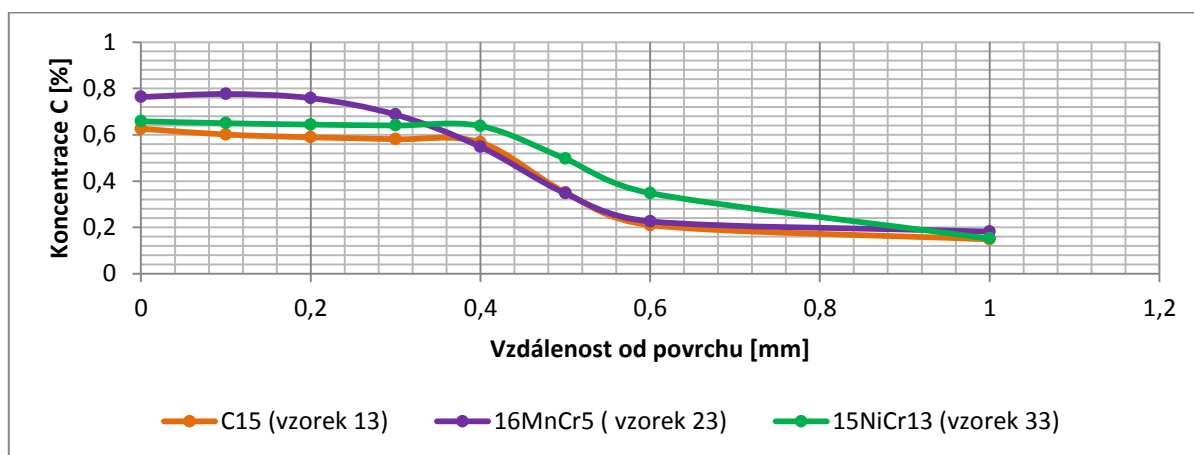


Obr. 3.4-6 Průběh mikrotvrdosti - vzorek 11 (C15), 21 (16MnCr5), 31 (15NiCr13)

Pomocí chemické analýza metodou GD-OES byly vyhodnoceny průběhy uhlíku ve vrstvě uvedené v Tab. 3-15. Na povrchu došlo k nauhličení všech tří zástupců ocelí a to 0,626%C u oceli C15 a 0,658%C u materiálu 15NiCr13. Nejvyšší koncentrace uhlíku na povrchu 0,763% dosahuje ocel 16MnCr5, avšak ve vzdálenosti 0,1 mm od povrchu je koncentrace vyšší o 0,01%C. Dosažení vyšší koncentrace uhlíku na povrchu oceli 16MnCr5 je způsobeno legurami chromu a niklu, které zvyšují rychlost přestupu uhlíku z atmosféry do povrchu. Koncentrační profily (Obr. 3.4-7) mají velmi mírný průběh do hodnoty 0,4 mm od povrchu, následuje strmější průběh až k hodnotám obsahu uhlíku v jádře.

Vzdálenost od povrchu [mm]	0	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	Jádno
C15 (vz.13)	0,626	0,601	0,589	0,581	0,567	0,351	0,21	0,148
16MnCr5 (vz.23)	0,763	0,776	0,758	0,687	0,548	0,347	0,226	0,182
15NiCr13 (vz.33)	0,658	0,65	0,644	0,64	0,638	0,497	0,348	0,152

Tab. 3-15 Hodnoty koncentrace uhlíku ve vrstvě [%C]- cementace I



Obr. 3.4-7 Koncentrační profily ocelí C15, MnCr5, 15NiCr13

Povrchová tvrdost oceli C15 dosáhla 39 HRC, oceli 16MnCr5 má hodnotu 59 HRC a u oceli 15NiCr13 odpovídá hodnotě 61 HRC.

3.4.2 Cementace II – s online difuzním propočtem uhlíku

Cílem druhého procesu cementace bylo odzkoušení automatického řízení cementace pomocí online difuzního propočtu uhlíku. Druhým cílem byla analýza vlivu umístění vsázky v peci a rovnoměrnosti vrstvy. Základním požadavkem bylo dosažení stejné hloubky vrstvy, jako v případě procesu I.

Při programování procesu s online difuzním propočtem uhlíku je nutné zadat větší množství vstupných dat (Obr. 3.4-8). Nejdůležitějším parametrem je chemické složení zpracovávané vsázky. V tomto případě bylo zadáno složení naměřené chemickou analýzou výchozího stavu. Dále bylo nutné zadat intenzitu kalícího média, která se pro rychlé kalící oleje udává cca od 0,35. Následujícími údaji jsou reprezentativní průměr vzorků, limitní

C	0.180	Mn	1.300	Si	0.280	Cr	1.100	Ni	0.120
Mo	0.010	V	0.004	Al	0.000	Cu	0.190	P	0.021
Quenching Intensity		0.50							
Rep. Part Diameter		20.0 mm							
Effective Case Hardness		550 HV							
Grain Size [ASTM]		8							
Final Temperature		20 °C							
Tempering Temp.		0 °C							
OK									

Obr. 3.4-8 Vstupní data pro online difuzní propočet

tvrdost HV ve vrstvě (standardně 550 HV dle normy). Velikost zrna je uvedena v materiálovém certifikátu. Poslední hodnotou je konečná teplota po zpracování – nejčastěji teplota okolí 20°C. Tuto hodnotu potřebuje regulátor pro výpočet zbytkového austenitu.

Ze zadaných hodnot se automaticky propočítají hodnoty potřebné pro řízení procesu (Obr. 3.4-9) – obsah uhlíku v jádře, legovací faktor a hranice sazení. Pro podchycení všech údajů se musí zadat poslední vstupní údaj - požadovaná hloubka cementace 0,8 mm.

No	34	Nam	CEMENTACE AUTO	Version	21.03.2014 09:33:23
	..	Typ	Carburising		
DIFF	mit	Analysis			
Core Carbon	0.18	%C	Case Depth	0.80	mm
Alloy Factor	1.12		Case Depth at	0.28	%C
Carbide Limit	86	%Ac			

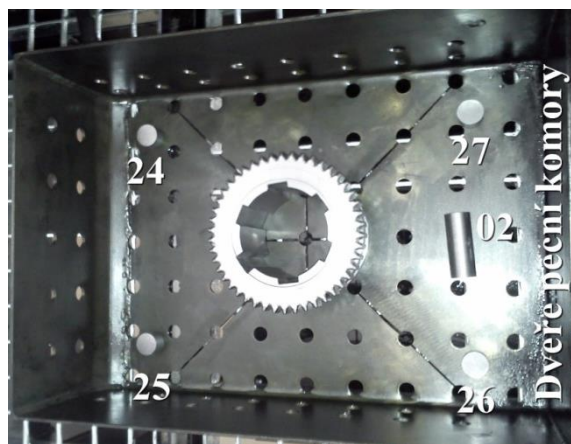
Obr. 3.4-9 Automaticky vypočítané hodnoty online difuzního propočtu

Proces je rovněž rozdělen na dvě etapy. Sytící stádium je automaticky řízeno pomocí uhlíkového potenciálu, jehož hodnota je udaná procentuálně vzhledem k hranici sazení (max. 90%). Krok končí při dosažení 70% hloubky vrstvy. Difuzní stádium je řízeno požadovaným obsahem uhlíku na povrchu, tj. zadaných 0,8 %C. Celý proces probíhá při teplotě 920°C.

Vstupní údaje a parametry byly naprogramovány v regulátoru pecní linky PROTHERM 500 pod číslem programu 34 a názvem CEMENTACE AUTO 0,8.

Do košíku byla připravena vsázka o hmotnosti 2,2 kg a skládala se z následujících vzorků materiálu 16MnCr5:

- 4 ks válečků ($d=20$ mm, $h=15$ mm), označení 24, 25, 26, 27
- 1 ks vzorek s dírou ($d_{díry}=8$ mm, $h=50$ mm), označení 02
- 1 ozubené kolo



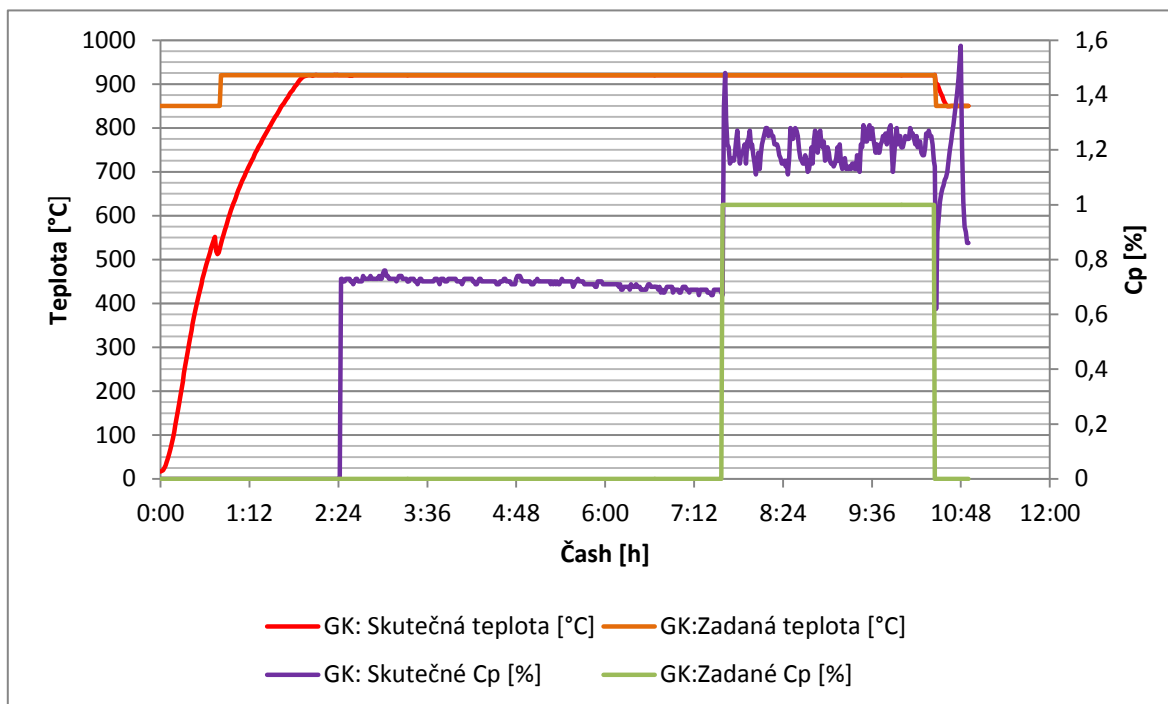
Obr. 3.4-10 Rozložení vsázky - cementace II

Vzorky byly rozmístěny do pece dle schématu vzhledem ke dveřím pece (Obr. 3.4-10). Čtyři válečky umístěny do každého rohu a ozubené kolo bylo uloženo ozubením nahoru doprostřed košíku, kde se předpokládá nejpříznivější proudění atmosféry.

Proces byl hodnocen z hlediska metalografického, dosažené hloubky cementační vrstvy, povrchové tvrdosti, vlivu umístění vsázky v retortě a schopnosti vytvoření vrstvy na profilu ozubení.

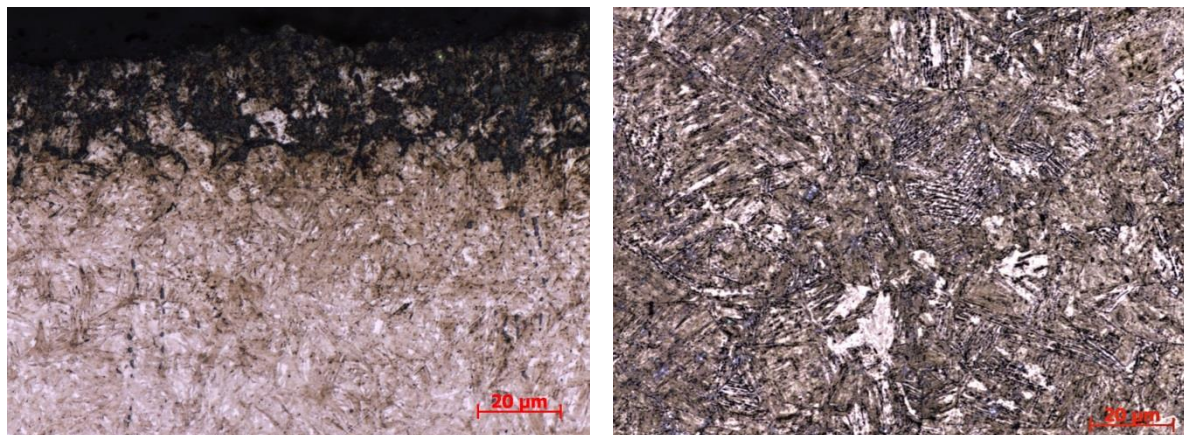
Průběh procesu s online propočtem difúze má průběh zaznamenaný v grafu (Obr. 3.4-11). Z důvodu nesprávného nastavení programu, lze v první části sytícího stádia vidět minimální uhlíkový potenciál, tj. 0,7 %. V okamžiku nastavení správné hodnoty v regulátoru dosáhl potenciál hodnoty 1,2 %. Graf také zobrazuje krátkou prodlevu před zahájením vlastního nauhličování, jedná se o 30 minut sloužících k dostatečnému prohřátí ozubeného kola, které bylo součástí vsázky. Celý průběh nauhličování zobrazuje pouze sytící stádium,

protože k difuznímu stádiu ani po 10 hodinách procesu program nepostoupil. Proto byl proces manuálně ukončen.



Obr. 3.4-11 Průběh procesu cementace II s online difuzním propočtem

Mikrostruktura vzorků umístěných ve 4 rozích je stejná (Obr. 3.4-12) a je tvořena martenzitem. V jádře je zobrazena struktura bainitická. Na povrchu je výraznější oduhličení než v případě prvního procesu o hloubce cca 40 μ m.



Obr. 3.4-12 Ocel 16MnCr5: cementovaná vrstva vlevo, materiál v jádře vpravo (vzorek 24, zvětšeno 500x leptáno 3% Nital)

Hodnocení vlivu rozložení vsázky v peci retortě bylo provedeno metalograficky ve čtyřech místech na vzorcích 24-27 při zvětšení 25x (příklad na O-IX v příloze). Naměřené hodnoty jsou uvedeny v Tab. 3-16. Hloubka vrstvy se v závislosti na umístění v peci neliší o více než 0,1 mm. Průměrná hloubka je 0,55 \pm 0,1 mm.

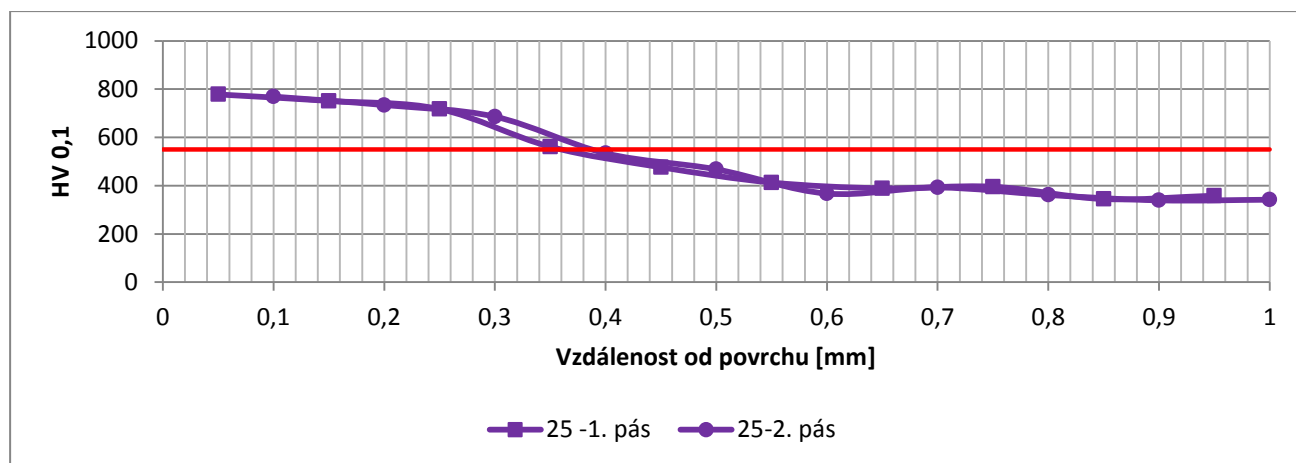
Vzorek	Horní plocha	Levá plocha	Dolní plocha	Pravá plocha
24	0,65	0,65	0,54	0,63
25	0,55	0,5	0,48	0,53
26	0,48	0,52	0,47	0,51
27	0,65	0,54	0,52	0,62

Tab. 3-16 Metalograficky hodnocená hloubka vrstvy u vzorků 24 – 27 (uvedeno v mm)

Měřením mikrotvrdosti byla stanovena hloubka 0,4 mm cementované vrstvy na vzorku 25. Hodnoty tvrdostí jsou uvedené v Tab. 3-17. Průběh tvrdosti je pozvolný (Obr. 3.4-13). Hodnoty tvrdosti v blízkosti u povrchu nevykazují žádný podstatný pokles, který by odpovídal výraznému oduhličení.

16MnCr5			
25 -1. pás		25-2. pás	
x [mm]	HV 0,1	x [mm]	HV 0,1
0,05	778	0,1	769
0,15	751	0,2	734
0,25	717	0,3	686
0,35	561	0,4	534
0,45	476	0,5	468
0,55	413	0,6	367
0,65	389	0,7	392
0,75	396	0,8	361
0,85	344	0,9	339
0,95	358	1	342
CHD 550 HV 0,1			
0,36		0,44	
CHD = 0,4 mm			

Tab. 3-17 Hodnoty HV 0,1 v jednotlivých pásech tvrdosti



Obr. 3.4-13 Průběh mikrotvrdosti – vzorek 25 (16MnCr5)

Povrchová tvrdost vzorků 24-27 činila 61-63 HRC.

Posledním hodnoceným faktorem u tohoto procesu byla schopnost rovnoměrného vytvoření vrstvy na složitých profilech povrchu. Často cementované strojní součásti se složitějším povrchovým profilem jsou ozubená kola, proto byl jeden vzorek přidán do vsázky. Na všech vzorcích se dospělo ke stejným výsledkům, tj. rovnoměrná vrstva i v patě zubu (Obr. 3.4-14).



Obr. 3.4-14 zub ozubeného kola ocel 16MnCr5 (zvětšení 10x, leptáno 5%Nital)

3.4.3 Cementace III s opakovaným cyklem

Cílem tohoto procesu byla aplikace cementace s opakovaným cyklem sytícího a difuzního stádia za účelem účinnější difúze uhlíku z povrchu do jádra a příznivějšího rozložení obsahu uhlíku ve vrstvě. Obvykle se tento režim aplikuje na procesy, kde je požadovaná velká hloubka cementace (až několik mm). V tomto případě především z důvodu relativně nízké požadované tloušťky vrstvy se cyklus opakuje pouze dvakrát. Proces nauhličování probíhá při teplotě 920°C a po stejnou dobu jako proces Cementace I, tj. 245 minut. Uhlíkový potenciál sytících stádií je $C_p = 1,15\%$, v průběhu difuzních stádií je snížen na $C_p = 0,7\%$.

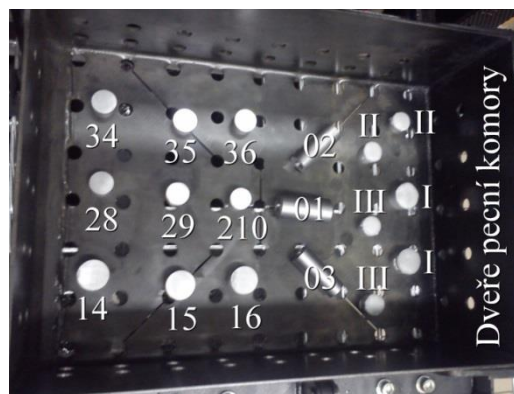
Proces byl naprogramován v regulátoru pecní linky pod číslem 35 s názvem CEMENTACE PILA s následujícími procesními parametry:

Stádium	C_p	Doba etapy [min]	Cementační teplota [°C]
Sytící stádium	1,15	90	920 °C
Difuzní stádium	0,7	45	
Sytící stádium	1,15	60	
Difuzní stádium	0,7	50	

Tab. 3-18 Parametry procesu cementace III

Pro tento proces byla připravena vsázka o celkové hmotnosti 0,9 kg, která byla připravena do košíku dle schématu uvedeném na Obr.3.4-15. **Chyba! Nenalezen zdroj odkazů.** a skládala se z následujících vzorků:

- **Ocel C15:**
 - 5 ks válečků ($d = 25 \text{ mm}$, $h = 15 \text{ mm}$), označení 14, 15, 16, I, I
 - 1 ks vzorek s dírou ($d_{\text{díry}} = 8 \text{ mm}$, $h = 50 \text{ mm}$), označení 01
- **Ocel 16MnCr5:**



Obr. 3.4-15 Rozložení vsázky - cementace III

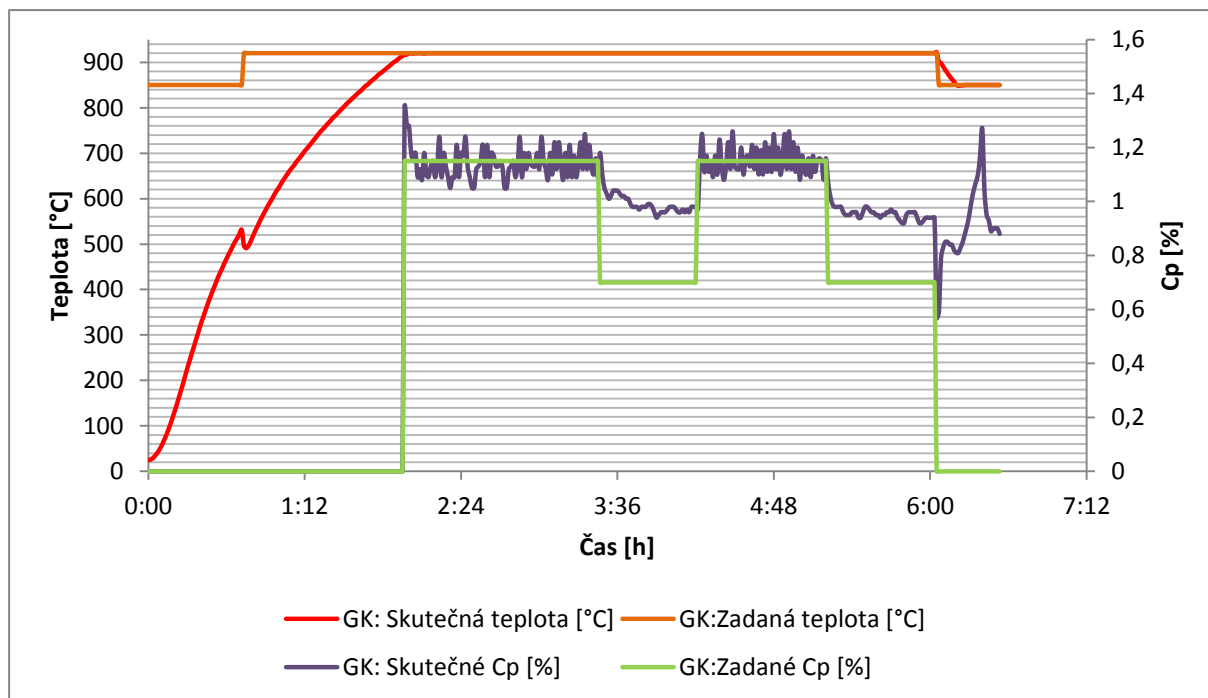
- 5 ks válečků ($d = 20 \text{ mm}$, $h = 15 \text{ mm}$), označení 28, 29, 210, II, II
- 1 ks vzorek s dírou ($d_{\text{díry}} = 8 \text{ mm}$, $h = 50 \text{ mm}$), označení 02

- **Ocel 15NiCr13:**

- 5 ks válečků ($d = 20 \text{ mm}$, $h = 15 \text{ mm}$), označení 34, 35, 36, III, III
- 1 ks vzorek s dírou ($d_{\text{díry}} = 8 \text{ mm}$, $h = 50 \text{ mm}$), označení 03

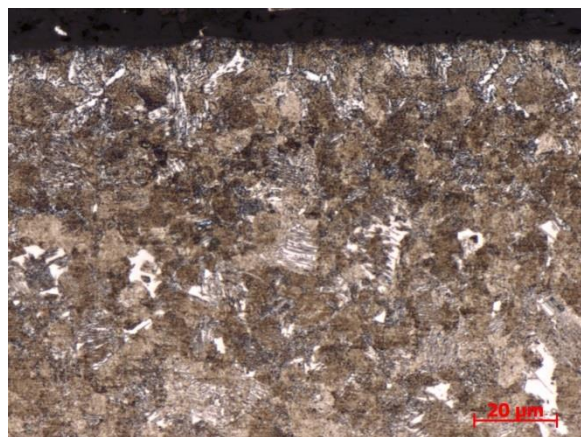
Následná analýza procesu obsahovala hodnocení mikrostruktury, měření průběhu tvrdosti ve vrstvě, vyhodnocení koncentračních profilů uhlíku a měření povrchové tvrdosti.

Průběh procesu byl zaznamenán do grafu (Obr. 3.4-16). První cyklus se skládá z 90 minutového sytícího stádia a 45 minutového difuzního stádia. Následuje druhý cyklus - hodinové sytící stádium a na závěr 50 minutové difuzní stádium. V průběhu sytících stádií hodnoty skutečného uhlíkového potenciálu kolísají s velkou frekvencí kolem hodnoty 1,15%. Zatímco v průběhu difuzních stádií nepoklesne až k požadované hodnotě 0,7%, ale pohybuje se v intervalu od 0,85% do 0,95%, což bude opět způsobeno nedostatečně velkou vsázkou (0,9 kg).

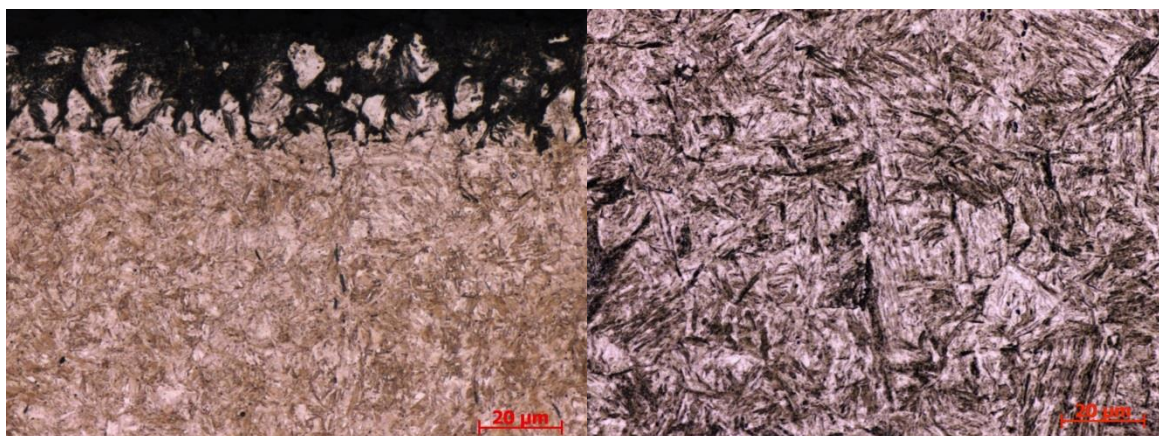


Obr. 3.4-16 Průběh procesu cementace III s opakovaným cyklem

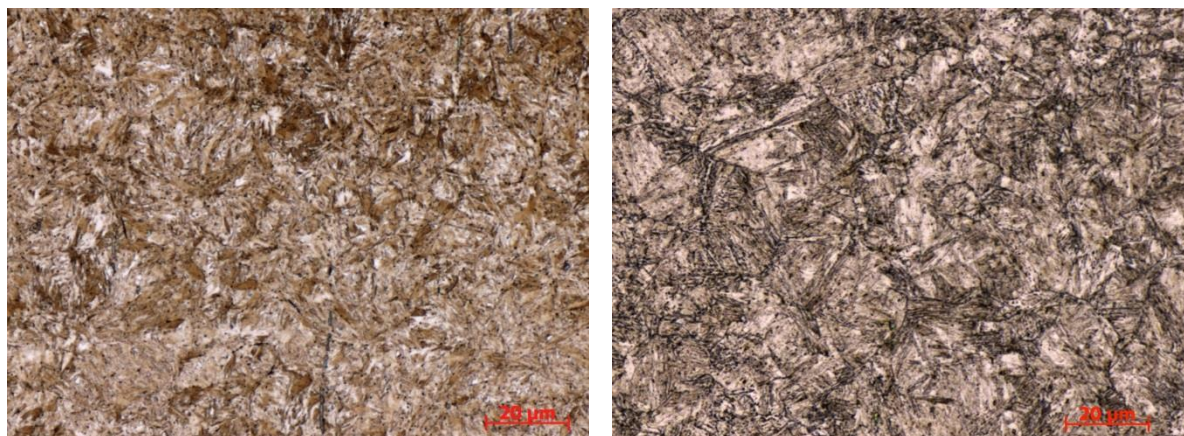
Mikrostruktura experimentálního materiálu C15 hodnocená na příčném výbrusu vzorku 15 (Obr. 3.4-17) je ve vrstvě tvořena převážně jemným perlitem, místy je možné pozorovat rovněž zrna feritu. Ocel 16MnCr5 je na povrchu oduhličena do hloubky cca 40 μm (Obr. 3.4-18). Vrstva je tvořena jemným martenzitem, stejně jako je tomu u oceli 15NiCr13 (Obr. 3.4-19). Jádro je u obou dvou vzorků tvořeno bainitem.



4 Obr. 3.4-17 Ocel C15: cementovaná vrstva (vzorek 15, zvětšeno 500x leptáno 3% Nital)



Obr. 3.4-18 Ocel 16MnCr5: cementovaná vrstva vlevo, materiál v jádře vpravo (vzorek 29, zvětšeno 500x leptáno 3% Nital)



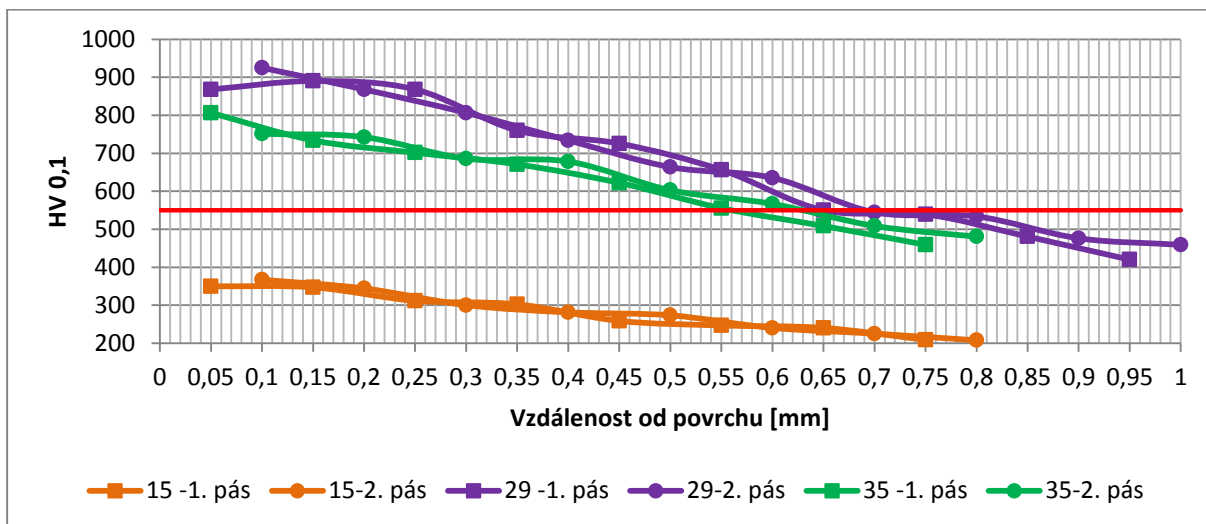
Obr. 3.4-19 Ocel 15NiCr13: cementovaná vrstva vlevo, materiál v jádře vpravo (vzorek 35, zvětšeno 500x leptáno 3% Nital)

Měřením mikrotvrdomosti byla stanovena hloubka cementovaných vrstev vzorků 15,29 a 35 (Tab. 3-19). Ocel C15 nedosahuje limitní tvrdosti ani na povrchu, maximální tvrdost 367 HV 0,1 byla změřena ve vzdálenosti 0,1 mm od povrchu, a proto je vrstva vyhodnocena jako CHD= 0 mm. Ocel 16MnCr5 má hloubku vrstvy 0,67 mm, což je hodnota nižší než v případě prvního procesu. Nejvyšší tvrdost byla změřena v 0,1 mm od povrchu a má hodnotu 925 HV 0,1. Ocel 15NiCr13 dosahuje limitní tvrdosti 550 HV 0,1 ve vzdálenosti 0,6 mm od povrchu. Výsledek je o pouhých 0,04 mm nižší než v případě prvního procesu. Sestrojené průběhy tvrdostí (Obr. 3.4-20) jsou velmi pozvolné, což vypovídá o příznivějším rozložení uhlíku ve vrstvě ve srovnání s procesem I.

C15				16MnCr5				15NiCr13			
15 -1. pás		15-2. pás		29 -1. pás		29-2. pás		35 -1. pás		35-2. pás	
x [mm]	HV 0,1	x [mm]	HV 0,1	x [mm]	HV 0,1	x [mm]	HV 0,1	x [mm]	HV 0,1	x [mm]	HV 0,1
0,05	350	0,1	367	0,05	868	0,1	925	0,05	806	0,1	751
0,15	347	0,2	344	0,15	890	0,2	868	0,15	734	0,2	742
0,25	312	0,3	300	0,25	868	0,3	806	0,25	701	0,3	686
0,35	303	0,4	281	0,35	760	0,4	734	0,35	671	0,4	678
0,45	259	0,5	274	0,45	726	0,5	664	0,45	622	0,5	603
0,55	247	0,6	240	0,55	656	0,6	635	0,55	556	0,6	567

0,65	240	0,7	225	0,65	550	0,7	545	0,65	509	0,7	509
0,75	209	0,8	208	0,75	539	0,8	534	0,75	459	0,8	481
0,85	-	0,9	-	0,85	481	0,9	476	0,85	-	0,9	-
0,95	-	1	-	0,95	420	1	459	0,95	-	1	-
CHD 550 HV 0,1				CHD 550 HV 0,1				CHD 550 HV 0,1			
-		-		0,65		0,69		0,56		0,63	
CHD = 0 mm				CHD = 0,67 mm				CHD = 0,6 mm			

Tab. 3-19 Hodnoty HV 0,1 v jednotlivých pásech tvrdosti

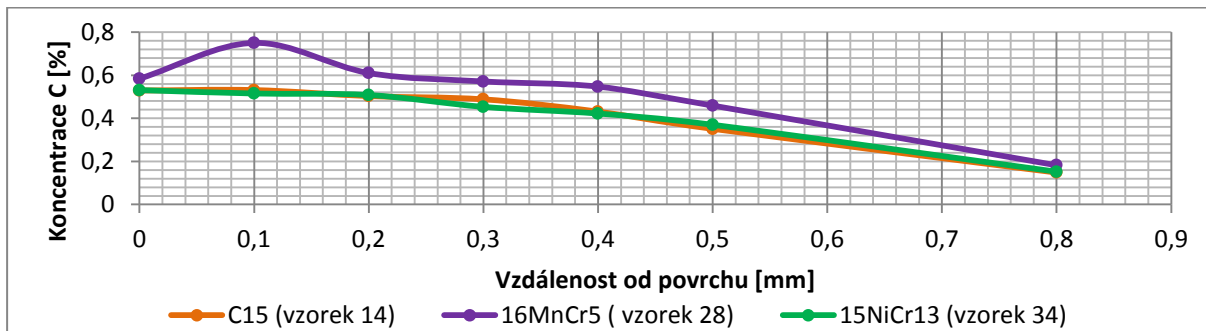


Obr. 3.4-20 Průběh mikrotvrdosti - vzorek 15 (C15), 29 (16MnCr5), 35 (15NiCr13)

Hodnoty koncentrace uhlíku ve vrstvě pomocí chemické analýzy až do hloubky 0,6 mm jsou uvedeny v Tab. 3-20. Koncentrace na povrchu vzorku 15 oceli C15 je 0,529%C, dále směrem k jádru velmi pozvolně klesá. Obsah uhlíku oceli 15NiCr13 je 0,531%C na povrchu a u oceli 16MnCr5 0,584%C. Koncentrační profily (Obr. 3.4-21) mají velmi pozvolný průběh v celé hloubce vrstvy.

Vzdálenost od povrchu[mm]	0	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	Jádru
C15 (vz. 14)	0,529	0,531	0,503	0,488	0,431	0,351	0,148
16MnCr5 (vz.28)	0,584	0,75	0,61	0,571	0,547	0,459	0,182
15NiCr13(vz.34)	0,531	0,515	0,508	0,453	0,422	0,37	0,152

Tab. 3-20 Hodnoty koncentrace uhlíku ve vrstvě [%C]- cementace III



Obr. 3.4-21 Koncentrační profily ocelí C15, MnCr5, 15NiCr13

Povrchová tvrdost u oceli 16MnCr5 měřená na vzorku 29 dosáhla hodnoty 64 HRC. Ocel 15NiCr13 má tvrdost 62,5 HRC a ocel C15 se vyznačuje velmi nízkou povrchovou tvrdostí o hodnotě 29 HRC.

3.4.1 Cementace IV s jedním stádiem

Cílem posledního procesu bylo provedení cementace pouze s jedním stádiem nauhličování a jeho porovnání s procesy předchozími při stejné teplotě a délce procesu, tj. 245 minut při 920°C. K nauhličování dochází s konstantním uhlíkovým potenciálem $C_p = 0,8 \%$.

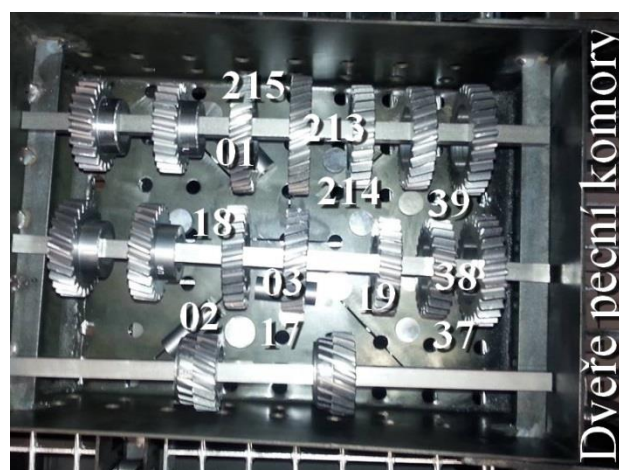
Uvedené parametry (Tab. 3-21) byly nastaveny v programu č.36 CEMENTACE 1CP v regulátoru pecního zařízení.

Stádium	C _p	Doba etapy [min]	Cementační teplota [°C]
Sytící stádium	0,8	245	920 °C

Tab. 3-21 Parametry procesu cementace IV

Vsázka o hmotnosti 11,7 kg byla připravena do košíku dle Obr. 3.4-22. Do košíku byly po stranách přivařeny dvě lišty, které umožňují zavěšení dílů na nosníku jako například malá ozubená kola. Ostatní vzorky byly umístěny rovnoměrně po dně košíku. Vsázka se skládala z následujících elementů:

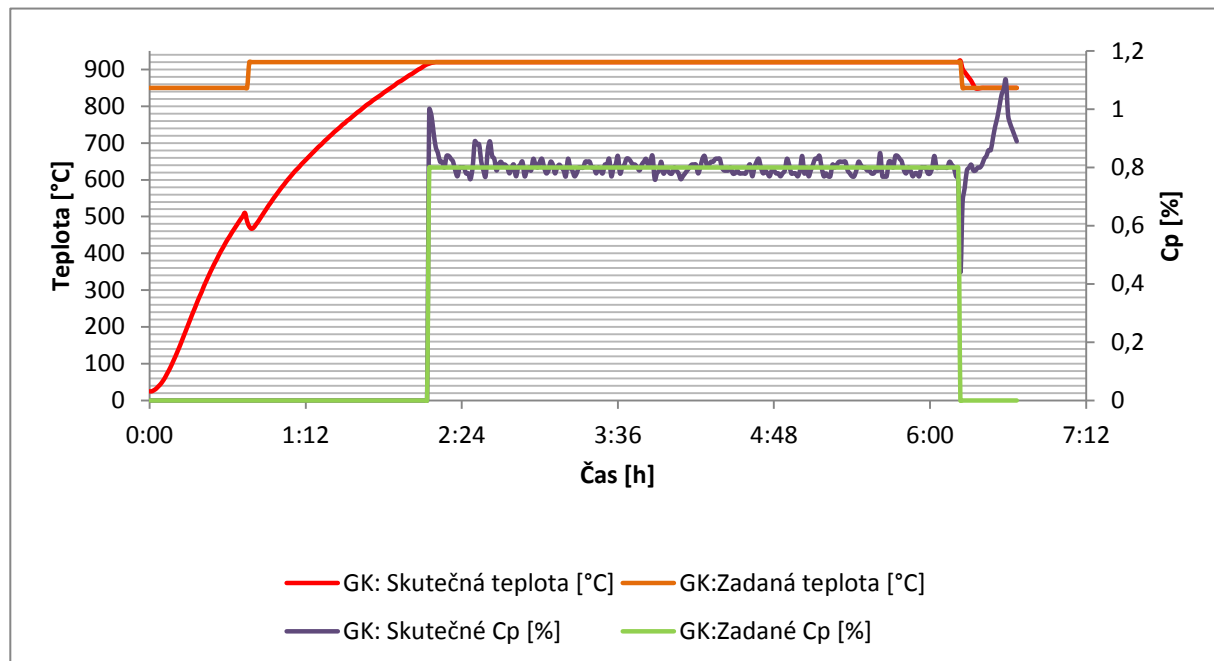
- **Ocel C15:**
 - 3 ks válečků (d= 25 mm, h = 15mm), označení 17,18,19
 - 1 ks vzorek s dírou ($d_{díry} = 8$ mm, h=50 mm), označení 01
- **Ocel 16MnCr5:**
 - 3 ks válečků (d= 20 mm, h = 15mm), označení 213,214, 215
 - 1 ks vzorek s dírou ($d_{díry} = 8$ mm, h=50 mm), označení 02
 - 16 ks ozubených kol
- **Ocel 15NiCr13:**
 - 3 ks válečků (d= 20 mm, h = 15mm), označení 37,38,39
 - 1 ks vzorek s dírou ($d_{díry} = 8$ mm, h=50 mm), označení 03



Obr. 3.4-22 Rozložení vsázky - proces cementace IV

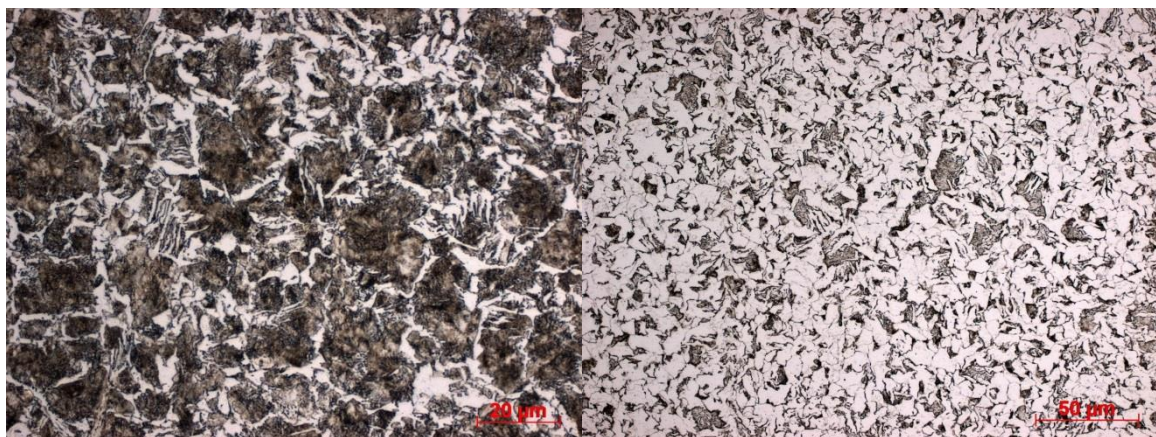
Proces byl hodnocen z hlediska metalografie, hloubky cementované vrstvy, koncentrace uhlíku ve vrstvě a povrchové tvrdosti.

Průběh procesu byl zaznamenáván do grafu (Obr. 3.4-23). Uhlíkový potenciál v průběhu nauhličujícího stádia kolísá kolem požadované hodnoty 0,8% v malém rozptylu hodnot od 0,78% do 0,84%. Tyto výkyvy jsou menší než u předchozích procesů z důvodu několikanásobně větší vsázky.

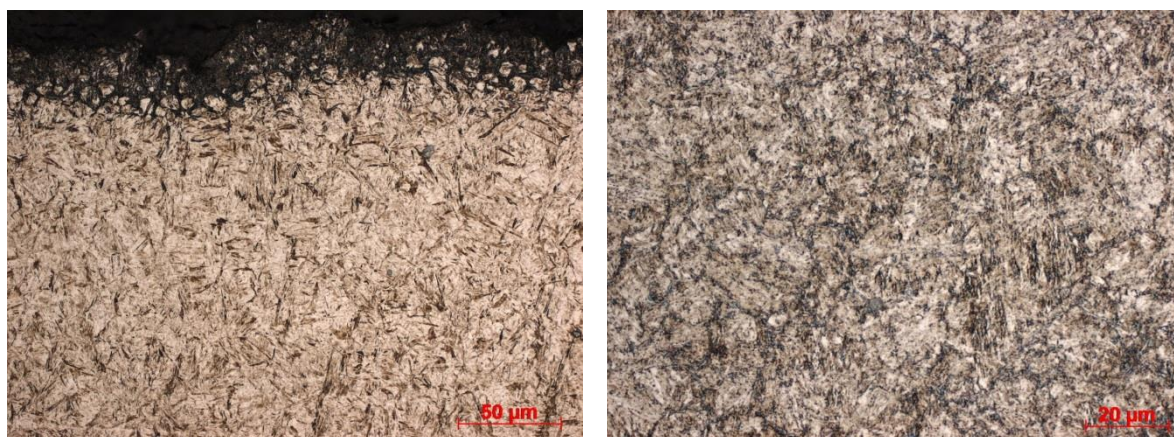


Obr. 3.4-23 Průběh procesu cementace IV s jedním stádiem nauhličování

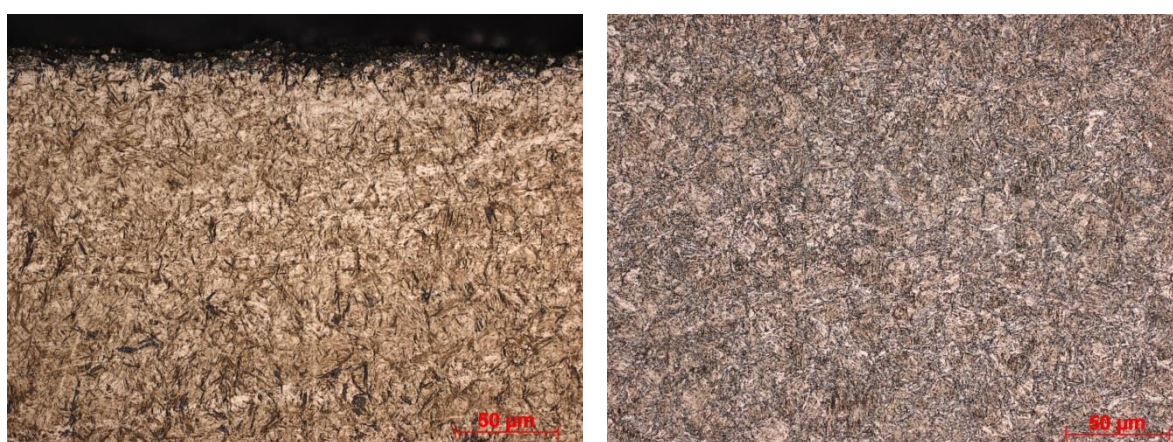
Hodnocení mikrostruktury bylo provedeno na příčných výbrusech vzorků 17, 214 a 37. Ocel C15 (Obr. 3.4-24) má feriticko-perlitickou strukturu v jádře, ve vrstvě se nachází velmi jemný perlit, případně troostit spolu s útvary feritu vykazující místy Widmanstattenovi morfologii. U oceli 16MnCr5 (Obr. 3.4-25) je stejně jako ve všech předchozích procesech ve vrstvě se nachází martenzitická struktura, která je hrubší než v předchozích případech. Ocel 15NiCr13 (Obr. 3.4-26) má hrubší martenzitickou strukturu na povrchu. V jádře obou vzorků se nachází struktura bainitická.



Obr. 3.4-24 Ocel 15: cementovaná vrstva vlevo (zvětšení 1000x), materiál v jádře vpravo (vzorek 17, zvětšeno 500x; oboji leptáno 5% Nital)



Obr. 3.4-25 Ocel 16MnCr5: cementovaná vrstva vlevo (zvětšeno 500x), materiál v jádře vpravo (vzorek 214, zvětšeno 1000x, obojí leptáno 5% Nital)



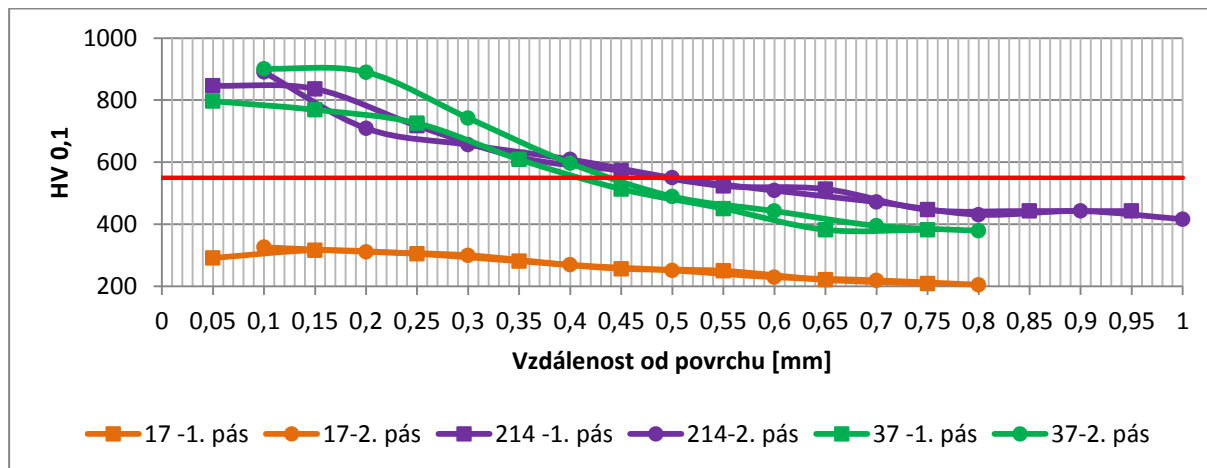
Obr. 3.4-26 3.4-27 Ocel 15NiCr13: cementovaná vrstva vlevo, materiál v jádře vpravo (vzorek 37, zvětšeno 500x, obojí leptáno 5% Nital)

Dále bylo provedeno stanovení hloubky cementačních vrstev. Tvrdosti měřených pásů pro stanovení hloubky cementace jsou uvedeny v Tab. 3-22. Vzhledem k nízkým tvrdostem dosaženým ve vrstvě oceli C15, byla hloubka vyhodnocena jako CHD = 0 mm. Ocel 16MnCr5 má hloubku vrstvy 0,5 mm, což je o 0,37 mm menší než v případě procesu se dvěma stádii. Hloubka vrstvy oceli 15NiCr13 dosahuje hloubky 0,43 mm. Na Obr. 3.4-28 jsou zobrazeny průběhy tvrdostí ve vrstvě. Nejvyšších tvrdostí ve vrstvě dosahuje ocel 15NiCr13, jejíž maximální tvrdost ve vzdálenosti 0,1 mm je 902 HV 0,1.

C15				16MnCr5				15NiCr13			
17 -1. pás		17-2. pás		214 -1. pás		214-2. pás		37 -1. pás		37-2. pás	
x [mm]	HV	x [mm]	HV	X	HV	X	HV	X	HV	X	HV
0,05	292	0,1	326	0,05	847	0,1	890	0,05	797	0,1	902
0,15	316	0,2	312	0,15	836	0,2	709	0,15	769	0,2	890
0,25	305	0,3	300	0,25	717	0,3	656	0,25	726	0,3	742
0,35	281	0,4	270	0,35	616	0,4	609	0,35	609	0,4	597
0,45	257	0,5	252	0,45	573	0,5	550	0,45	514	0,5	490
0,55	250	0,6	230	0,55	524	0,6	509	0,55	451	0,6	443
0,65	221	0,7	220	0,65	514	0,7	472	0,65	383	0,7	396
0,75	209	0,8	205	0,75	447	0,8	431	0,75	383	0,8	379
0,85	-	0,9	-	0,85	443	0,9	443	0,85	-	0,9	-

0,95 - 1 -	0,95 443 1 416	0,95 - 1 -
CHD 550 HV 0,1	CHD 550 HV 0,1	CHD 550 HV 0,1
- -	0,5 0,5	0,41 0,44
CHD = 0 mm	CHD = 0,5 mm	CHD = 0,43 mm

Tab. 3-22 Hodnoty HV 0,1 v jednotlivých pásech tvrdosti

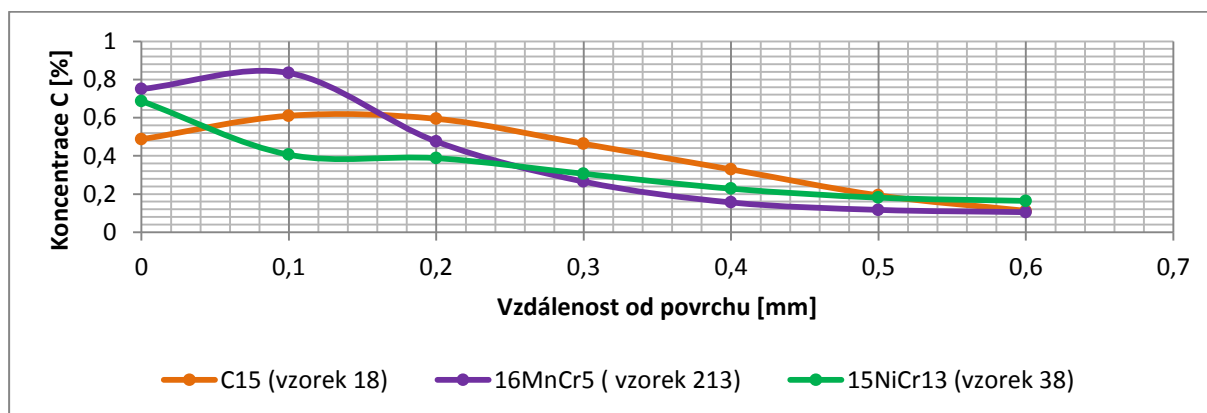


Obr. 3.4-28 Průběh mikrotvrdosti - vzorek 17 (C15), 214 (16MnCr5), 37 (15NiCr13)

Koncentrační profily uhlíku zkušebních vzorků 18, 213 a 38 jsou zaznamenány na Obr.3.4-29 a v Tab. 3-23. Ocel C15 vykazuje povrchovou koncentraci uhlíku 0,487% s nárůstem ve vzdálenosti 0,1 mm (0,61 %C). Ocel 16MnCr5 má nejvyšší povrchovou koncentraci, tj. 0,75%C. Ve vzdálenosti 0,1 mm od povrchu dosahuje až hodnoty 0,83%. Ocel 15NiCr13 je nauhličená na 0,687 %C uhlíku na povrchu a nevykazuje žádnou známku oduhlíčení. Všechny koncentrační profily jsou podstatně strmější než u předchozích procesů, což bude způsobeno absencí difuzního stádia.

Vzdálenost od povrchu[mm]	0	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6
C15 (vzorek 18)	0,487	0,61	0,594	0,463	0,329	0,193	0,112
16MnCr5 (vzorek 213)	0,75	0,834	0,475	0,265	0,156	0,117	0,105
15NiCr13 (vzorek 38)	0,687	0,406	0,388	0,306	0,228	0,181	0,164

Tab. 3-23 Hodnoty koncentrace uhlíku ve vrstvě [%C]- cementace IV



Obr. 3.4-29 Koncentrační profily ocelí C15, MnCr5, 15NiCr13

Povrchová tvrdost oceli C15 měřená dle Rockwella byla velmi nízká 27 HRC. Ocel 16MnCr5 vykazuje povrchovou tvrdost 63 HRC a ocel 15NiCr13 hodnotu 62 HRC.

3.4.2 Nitridace I

Cílem prvního implementovaného procesu bylo provedení klasické „single-stage“ nitridace. Při teplotě 525°C a délce procesu 24 hodin byla vsázka nitridována při $K_N = 10$, které odpovídá přibližně 24% disociaci čpavku. Předpokládaná hloubka vrstvy je 0,3 mm a přítomnost bílé vrstvy. Zmíněné parametry jsou uvedeny v Tab. 3-24. Složení složení vrstvy vzniklé na povrchu je možné stanovit pomocí Lehrerova diagramu (viz kap.1.4)

Stádium	K_N	Doba etapy [min]	Nitridační teplota [°C]
1	10	1440	525
Předpokládaná hloubka vrstvy [mm]			0,3 mm

Tab. 3-24 Parametry nitridace I

Proces byl nastaven v řídicím systému pod číslem programu č. 55 s názvem KN 10. Následně byla přímo do retorty připravena vsázka o hmotnosti 1,6 kg dle schématu (Obr. 3.2-1). Označeny jsou pouze vzorky hodnocené v této práci. Tři vzorky od každého zástupce materiálu byly položeny horizontálně na očištěné matice za účelem dosažení co nejmenší kontaktní plochy s vnitřkem retorty a co nejlepšimu přístupu nitridační atmosféry. Ostatní byly uloženy vertikálně. Vsázka se skládala se z následujících vzorků:

- **Ocel 34CrAlNi7 :**

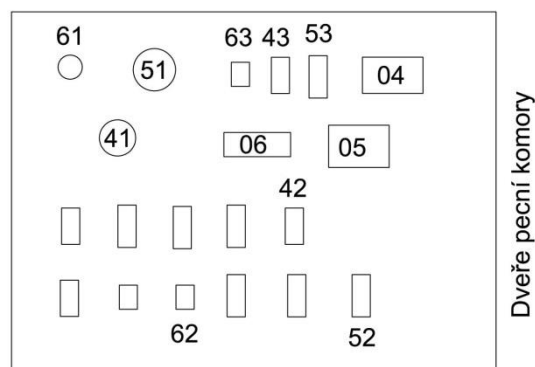
- 3 ks válečků ($d = 30$ mm, $h = 15$ mm), označení 41,42,43
- 1 ks vzorek s dírou ($d_{díry} = 10$ mm, $h = 50$ mm), označení 04

- **Ocel 31CrMoV9:**

- 3 ks válečků ($d = 35$ mm, $h = 15$ mm), označení 51,52,53
- 1 ks vzorek s dírou ($d_{díry} = 10$ mm, $h = 50$ mm), označení 05

- **Ocel C45:**

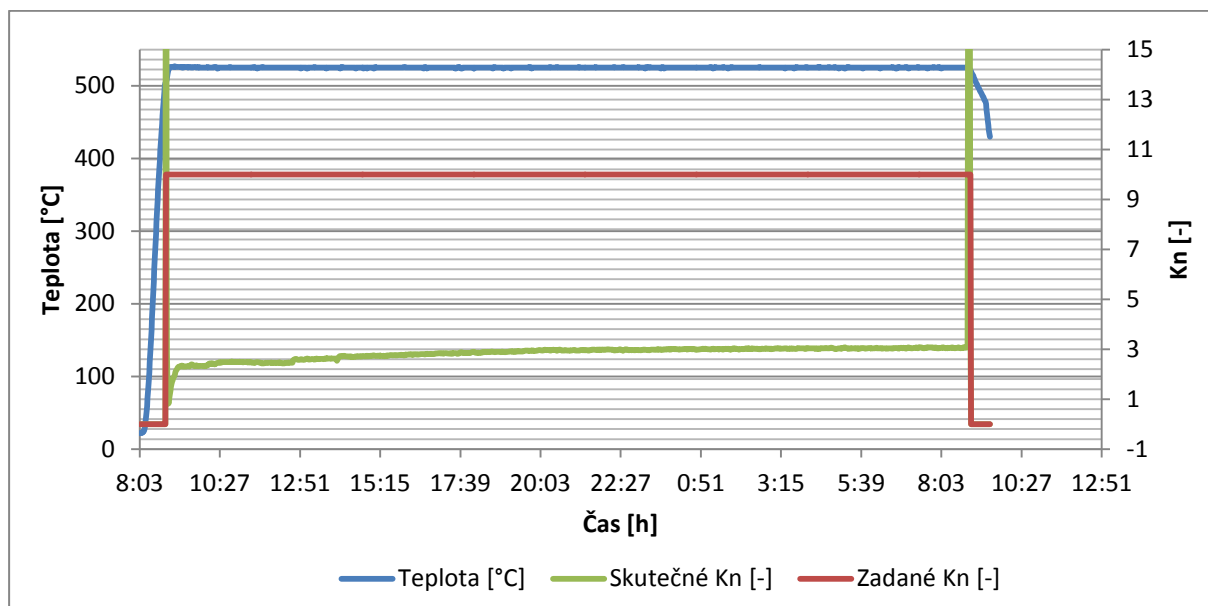
- 3 ks válečků ($d = 20$ mm, $h = 15$ mm), označení 61,62,63
- 1 ks vzorek s dírou ($d_{díry} = 10$ mm, $h = 50$ mm), označení 06



Obr. 3.4-30 Rozložení vsázky – nitridace I

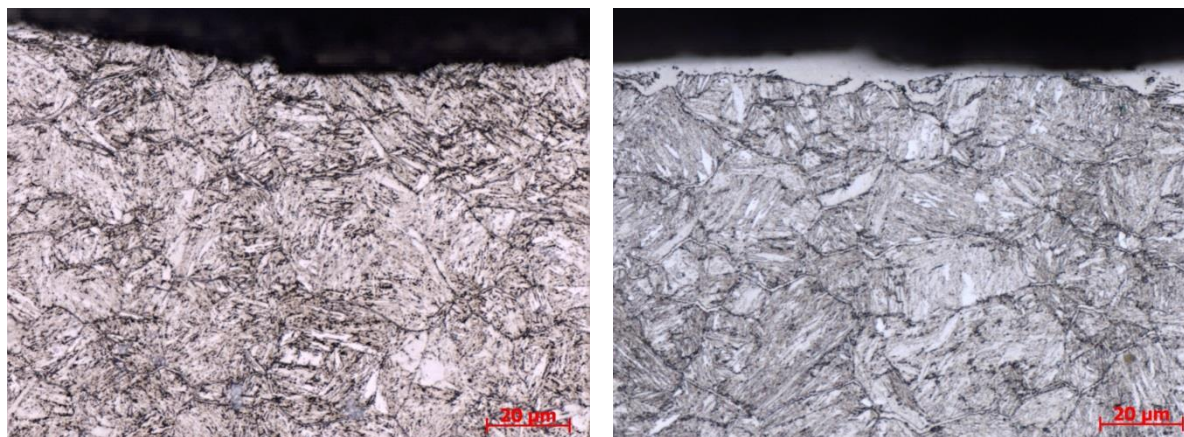
Analýza procesu byla provedena z hlediska metalografie, průběhu tvrdosti ve vrstvě a povrchové tvrdosti.

Průběh procesu byl zaznamenán řídicím systémem do grafu (Obr. 3.4-31). Z grafu lze vyčíst průběh teploty, jejíž stupnice je uvedena na hlavní svislé ose, zatímco stupnice s hodnotami K_N je na vedlejší svislé ose. V průběhu procesu nitridační číslo K_N pozvolně stoupalo od $K_N = 1$ až se ustálilo na hodnotě $K_N = 3$, ačkoliv požadovaná hodnota byla $K_N = 10$. Tento jev by byl pravděpodobně způsobem neúměrně velkým povrchem vsázky, včetně přípravků.

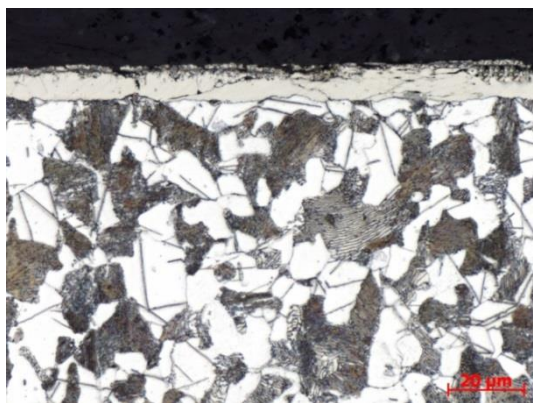


Obr. 3.4-31 Průběh procesu nitridace I

Metalografické hodnocení nitridované vrstvy bylo provedeno na vzorcích 41,51 a 61. Na Obr. 3.4-32 vlevo je zachycena nitridovaná vrstva oceli 34CrAlNi7. Nerovný povrch vzorku je způsoben přítomností tenké sloučeninové vrstvy, která je však velmi křehká, a tak došlo k jejímu vylámaní a odbroušení v průběhu metalografického výbrusu. V případě oceli 31CrMoV9 je sloučeninová vrstva přítomná, ale je pouze několik μm hluboká. Těsně pod povrchem nitridovaných vzorků lze vidět nitridy ve tvaru obálek, které jsou důsledkem difuze dusíku do materiálu. Struktura obou materiálů je sorbitická. Ocel C45 má na povrchu značnou rovnoměrnou sloučeninovou vrstvu o tloušťce cca $10\mu\text{m}$. Na jejím povrchu je zřetelná tenká vrstva oxidů, která dosahuje tloušťky cca $3\mu\text{m}$. Ve feriticko-perlitické struktuře je možné pozorovat nitridy železa (Obr. 3.4-33).



Obr. 3.4-32 Nitridovaná vrstva: vzorek 41 - ocel 34CrAlNi7 vlevo, vzorek 51 - ocel 31CrMoV9 vpravo (zvětšeno 500x, obojí leptáno 3% Nital)

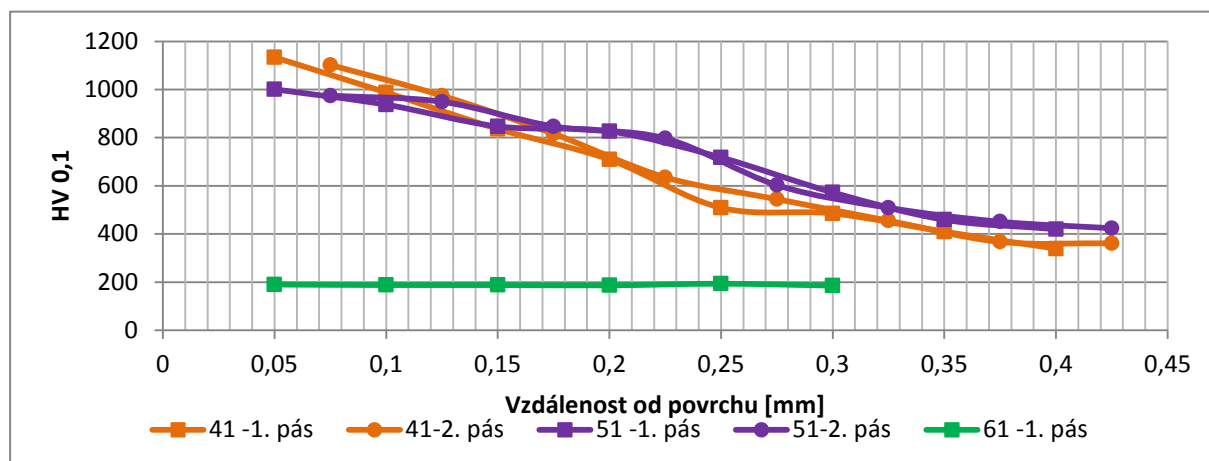


Obr. 3.4-33 Nitridovaná vrstva: vzorek 61 (zvětšeno 500x, obojí leptáno 3% Nital)

Dalším krokem analýzy bylo stanovení hloubky nitridační vrstvy. Nejdříve bylo provedeno 5 vtisků v jádře vzorku a aritmetickým průměrem byla vypočítána limitní tvrdost vrstvy. Tyto hodnoty a hodnoty zhotovených pásů tvrdosti jsou zaznamenány v Tab. 3-25. Pro ocel 34CrAlNi7 byla stanovena limitní tvrdost 422 HV 0,1, a tím stanovená hloubka vrstvy 0,35 mm. Ocel 31CrMoV9 má limitní tvrdost 506 HV0,1 a hloubku vrstvy 0,34mm. Ocel C45 sice vytvořila souvislou bílou vrstvu, avšak nedošlo k dostatečné difuzi a tím požadovanému zvýšení tvrdosti, a proto vyhodnocená vrstva je 0 mm. Na Obr. 3.4-34 jsou zachyceny průběhy tvrdostí všech tří vzorků. Nejvyšší tvrdosti dosahuje ocel 34CrAlNi7 z důvodu vysoké afinity hliníku k dusíku. Hliník tvoří velmi tvrdé nitridy v nitridované vrstvě.

34CrAlNi7				31CrMoV9				C45			
41 -1. pás		41-2. pás		51 -1. pás		51-2. pás		61 -1. pás		61-2. pás	
x [mm]	HV 0,1	x [mm]	HV 0,1	x [mm]	HV 0,1	x [mm]	HV 0,1	x [mm]	HV 0,1	x [mm]	HV 0,1
0,05	1134	0,075	1102	0,05	1001	0,075	975	0,05	190	0,075	183
0,1	988	0,125	975	0,1	937	0,125	949	0,1	188	0,125	183
0,15	836	0,175	816	0,15	847	0,175	847	0,15	188	0,175	185
0,2	709	0,225	635	0,2	826	0,225	797	0,2	187	0,225	178
0,25	509	0,275	545	0,25	717	0,275	603	0,25	193	0,275	198
0,3	485	0,325	455	0,3	573	0,325	509	0,3	186	0,325	195
0,35	409	0,375	367	0,35	459	0,375	451				
0,4	339	0,425	361	0,4	420	0,425	424				
Lim. tvrdost = 372 HV + 50 HV = 422 HV0,1				Lim. tvrdost = 456 HV + 50 HV = 506 HV0,1				Lim. tvrdost = 205 HV + 50 HV = 255 HV0,1			
0,348		0,349		0,334		0,336		-			
0,35 mm				0,34 mm				0,00 mm			

Tab. 3-25 Hodnoty HV 0,1 v jednotlivých pásech tvrdosti



Obr. 3.4-34 Průběh mikrotvrlosti - vzorek 41 (34CrAlNi7), 51 (31CrMoV9), 61 (C45)

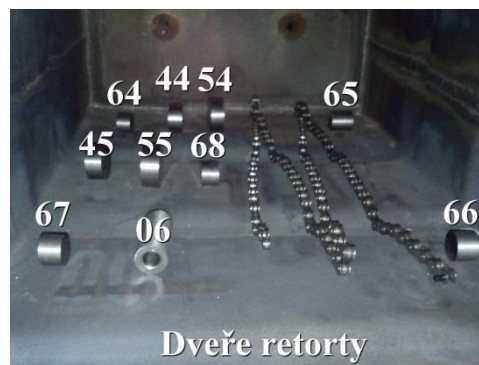
Povrchová tvrdost oceli 34CrAlNi7 je 937 ± 4 HV (68 HRC). Ocel 31MoCrV má tvrdost nižší 804 ± 4 HV (64 HRC). Ocel C45 dosahuje nízkých hodnot tvrdosti 294 ± 3 HV (29 HRC).

3.4.3 Nitridace II

Cílem druhého procesu nitridace bylo ověřit schopnost reprodukovatelnosti procesu. Nitridace byla provedena za stejných procesních podmínek jako v předchozím případě. Zvýšil se pouze průtok čpavku z hodnoty $0,2 \text{ m}^3/\text{h}$ na $0,26 \text{ m}^3/\text{h}$ za účelem získání vyššího nitridačního čísla blížíci se k zadané hodnotě $K_N = 10$. Procesní parametry, tj. teplota $525 \text{ }^\circ\text{C}$, $K_N = 10$ a doba nitridace 24 h se neměnily.

Druhým úkolem byla analýza vlivu rozložení vsázky v peci, a proto byly vzorky 64 – 67 umístěny do čtyř rohů retorty (Obr. 3.4-35). Vsázka o hmotnosti 0,9kg obsahovala následující vzorky:

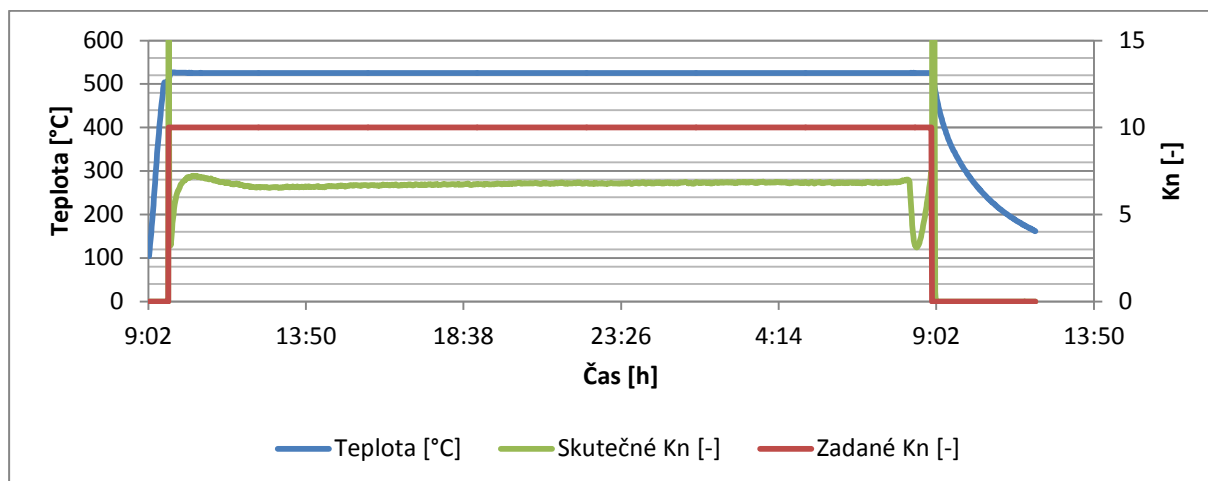
- **Ocel 34CrAlNi7 :**
 - 2 ks válečků (d= 30 mm, h = 15mm), označení 44,45
- **Ocel 31CrMoV9:**
 - 2 ks válečků (d= 35 mm, h = 15mm), označení 54,55
- **Ocel C45:**
 - 5 ks válečků (d= 20 mm, h = 15mm), označení 64, 65, 66, 67, 68
 - 1 ks vzorek s dírou ($d_{\text{díry}} = 10 \text{ mm}$, h=50 mm), označení 06



Obr. 3.4-35 Rozložení vsázky - proces nitridace II

Analýza procesu proběhla z hlediska metalografie, rovnoměrnosti vrstvy, vlivu umístění vsázky v retortě, schopnosti vytvoření vrstvy v hlubokých otvorech, průběhu mikrotvrlosti ve vrstvě a povrchové tvrdosti.

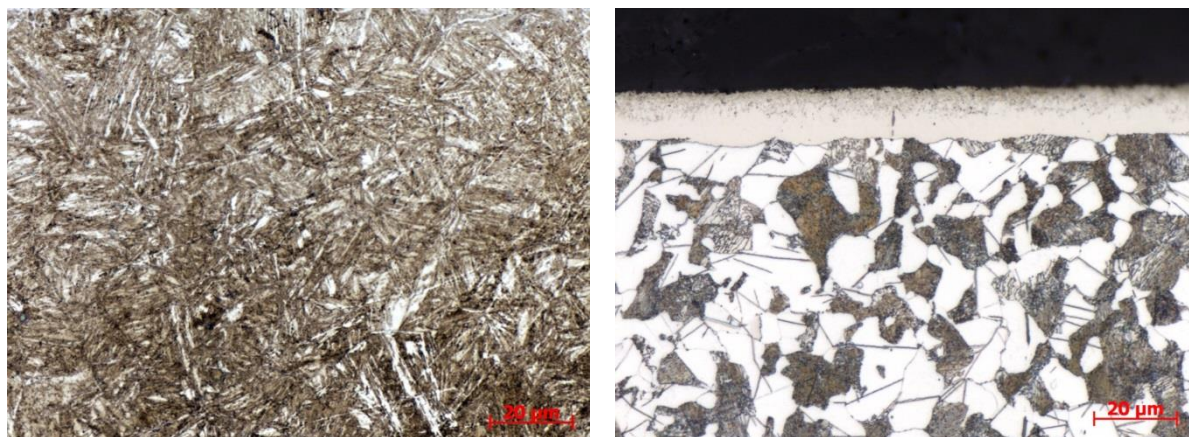
Záznam procesu nitridace je zobrazení na Obr. 3.4-36. Z průběhu skutečného nitridačního čísla je vidět nárůst oproti předchozímu procesu. Hodnoty K_N se pohybují v intervalu od $K_N = 6$ až $K_N = 7$, což přibližně odpovídá 30% disociaci.



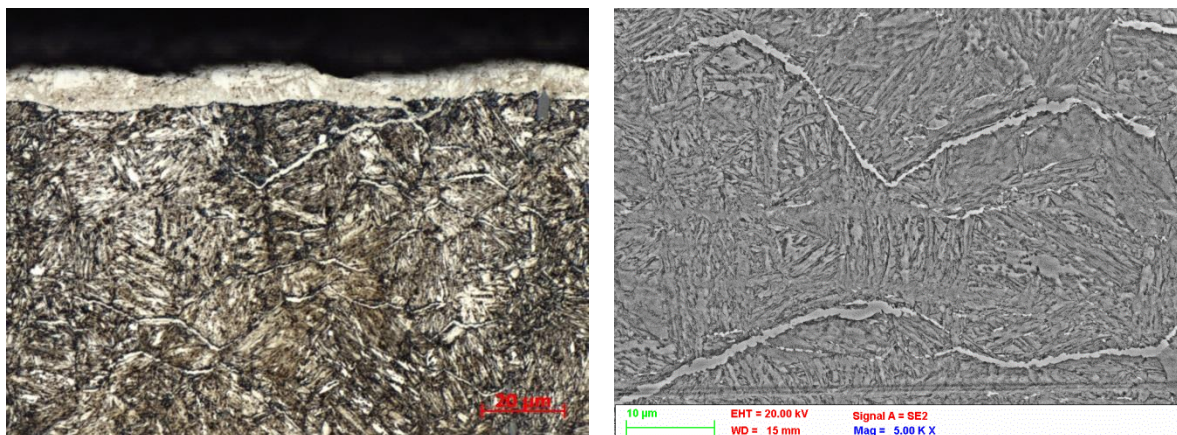
Obr. 3.4-36 Průběh procesu nitridace II

Zvýšením průtoku čpavku se zvyšuje Kn, a zároveň se snižuje disociace, což má za následek přesycení povrchu dusíkem a růst sloučeninové vrstvy. Tento jev je zřejmý ze snímků mikrostruktury vzorků tohoto procesu. Na Obr. 3.4-37 vpravo je snímek struktury oceli C45, u kterého došlo k 50 % nárůstu sloučeninové vrstvy oproti předchozímu procesu, její tloušťka je 15 μm a je tvořena fází ϵ a směsí fází $\epsilon + \gamma'$. Na povrchu není výrazná vrstva oxidů. Struktura je feriticko-perlitická.

Na Obr. 3.4-37 vlevo je zobrazena sorbitická struktura oceli 34CrAlNi7. Ocel vykazuje přítomnost sloučeninové vrstvy v určitých místech povrchu, avšak kvůli své vysoké křehkosti byla opět porušena přípravou vzorku, a proto není zobrazena na snímku mikrostruktury. I u oceli 31MoCrV9 došlo k nárůstu sloučeninové vrstvy (Obr. 3.4-38), která dosahuje tloušťky 10 μm . Výrazné jsou opět obálky legujících prvků ve vrstvě, jejichž tvar je možno pozorovat na Obr. 3.4-38 vpravo (snímek ze SEM). Obálky jsou tvořeny po hranici původních austenitických zrn.



Obr. 3.4-37 Nitridovaná vrstva: vzorek 44 - ocel 34CrAlNi7 vlevo, vzorek 68 - ocel C45 vpravo (zvětšeno 500x, obojí leptáno 3% Nital)



Obr. 3.4-38 Nitridovaná vrstva: vzorek 54 - ocel 34CrAlNi7: vlevo (OM, zvětšeno 500x, obojí leptáno 3% Nital), vpravo obálky legujících prvků (SEM, zvětšeno 5000x, leptáno 5%Nital)

Dalším krokem bylo vyhodnocení rovnoměrnosti vrstvy. Lze říci, že vrstva je souvislá po celém povrchu bez výraznějších výkyvů tloušťky či absence vrstvy a to včetně rohů vzorku (O-X v příloze). Analýza schopnosti vytvoření vrstvy u hlubokých děr reprezentovaná vzorkem o délce 50 mm s dírou v podélné ose válce (vzorek 06B) je zachycena na O-XI v příloze. Na snímku lze vidět souvislou a rovnoměrnou sloučeninovou vrstvu na vnitřním povrchu ve vzdálenosti 25 mm od kraje vzorku. V porovnání s vnějším povrchem vzorku (Obr. 3.4-37 vpravo) je vrstva poloviční, což je způsobeno nedostatečným průtokem aktivní atmosféry v otvoru.

Hodnocení vlivu rozložení vsázky v pecní retortě bylo provedeno metalograficky na horní ploše vzorků 64 - 67 při zvětšení 500x (příklad uveden na O-XII v příloze). Naměřené hodnoty jsou uvedeny v Tab. 3-26 Metalograficky hodnocená tloušťka sloučeninové vrstvy. Hloubka vrstvy se v závislosti na umístění v peci neliší o více než 1 µm.

Vzorek	64	65	66	67
Tloušťka sloučeninové vrstvy [µm]	11,2 ± 0,3	11,3 ± 0,1	10,73 ± 0,4	10,53 ± 0,4

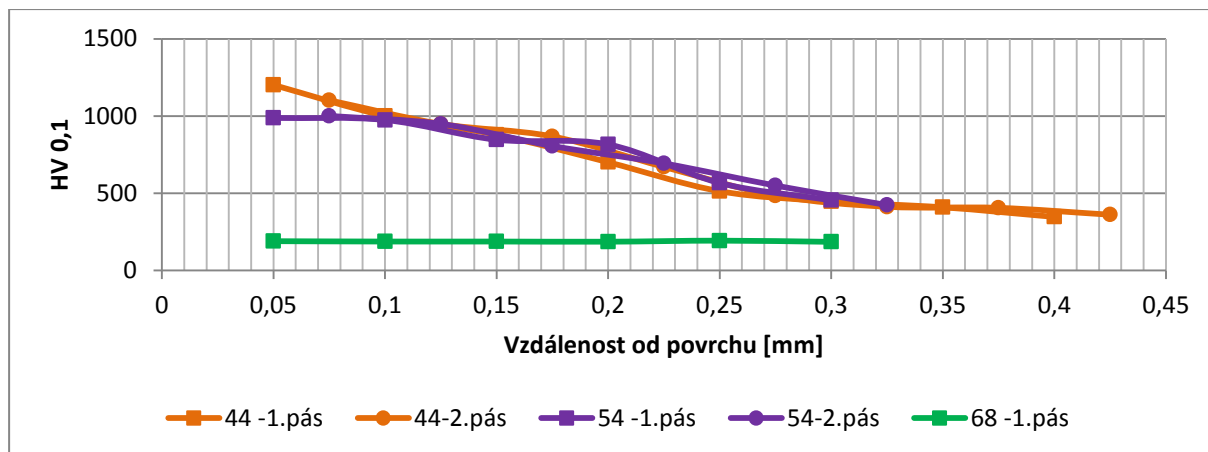
Tab. 3-26 Metalograficky hodnocená tloušťka sloučeninové vrstvy

Naměřené hloubky nitridované vrstvy jsou uvedeny v Tab. 3-27. Limitní tvrdost jádra oceli 34CrAlNi7 je 398 HV 0,1 a hloubka vrstvy 0,38 mm, u oceli 31CrMoV9 je to 474 HV 0,1 a hloubka vrstvy 0,3 mm. Ocel C45 nedosahuje žádného zvýšení tvrdosti v nitridované vrstvě. Průběhy tvrdostí jsou téměř identické s tvrdostními pásy z prvního procesu (Obr.3.4-39).

34CrAlNi7				31MoCrV9				C45			
44 -1.pás		44 -2.pás		54 -1.pás		54 -2.pás		68 -1.pás		68 -2.pás	
x [mm]	HV 0,1	x [mm]	HV 0,1	x [mm]	HV 0,1	x [mm]	HV 0,1	x [mm]	HV 0,1	x [mm]	HV 0,1
0,05	1201	0,075	1102	0,05	988	0,075	1001	0,05	190	0,075	183
0,1	1001	0,125	949	0,1	975	0,125	949	0,1	188	0,125	183
0,15	879	0,175	868	0,15	847	0,175	806	0,15	188	0,175	185
0,2	701	0,225	671	0,2	816	0,225	694	0,2	187	0,225	178
0,25	514	0,275	485	0,25	567	0,275	550	0,25	193	0,275	198
0,3	447	0,325	413	0,3	455	0,325	424	0,3	186	0,325	195
0,35	409	0,375	406	0,35	-	0,375	-				
0,4	347	0,425	361	0,4	-	0,375	-				

Lim. tvrdost = 348 HV + 50 HV = 398 HV 0,1		Lim. tvrdost = 424 HV + 50 HV = 474 HV 0,1		Lim. tvrdost = 205 HV + 50 HV = 305 HV 0,1	
0,368	0,396	0,295	0,308	-	-
0,38 mm		0,3 mm		0,0 mm	

Tab. 3-27 Hodnoty HV 0,1 v jednotlivých pásech tvrdosti



Obr. 3.4-39 Průběh mikrotvrdosti - vzorek 41 (34CrAlNi7), 51 (31CrMoV9), 61 (C45)

Povrchová tvrdost oceli 34CrAlNi7 dosáhla hodnoty 937 ± 3 HV (68 HRC), oceli 31CrMoV9 819 ± 5 HV (64,5 HRC) a ocel C45 má velmi nízkou tvrdost – pouze 266 ± 10 HV (25 HRC).

3.4.4 Nitridace III

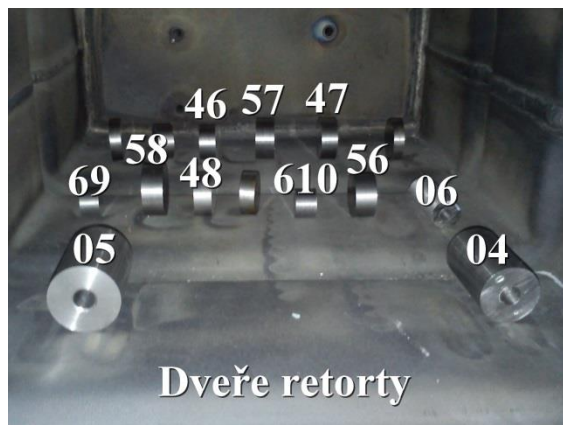
Účelem posledního procesu bylo zavedení procesu dvoustupňové nitridace, který se aplikuje z důvodu eliminace bílé vrstvy a zkrácení doby nitridace. Proces byl rozdělen do dvou stádií (Tab. 3-28). Sytící stádium je dlouhé 300 minut při 20% disociaci čpavku a teplotě 525°C , v druhém stádiu pak dochází k navýšení teploty procesu na 565°C při 85% disociaci čpavku. Tyto hodnoty by měli dle Lehrerova diagramu (Obr. 1.4-2) zabránit tvorbě bílé vrstvy. Celkový čas samotné nitridace je 24 hodin.

Stádium	Kn	Doba etapy [min]	Cementační teplota [$^\circ\text{C}$]
1	13	300	525
2	0,3	1140	565

Tab. 3-28 Parametry procesu Nitridace III

Proces byl naprogramován v regulátoru pod číslem 56 s názvem 2 KN. Následovala příprava vsázky o hmotnosti 2,4 kg, která byla do pece rozmístěna dle schématu na Obr. 3.4-40 a obsahovala následující vzorky:

- **Ocel 34CrAlNi7 :**
 - 3 ks válečků ($d = 30$ mm, $h = 15$ mm), označení 46,47,48
 - 1 ks vzorek s dírou ($d_{\text{díry}} = 10$ mm, $h = 50$ mm), označení 04
- **Ocel 31CrMoV9:**

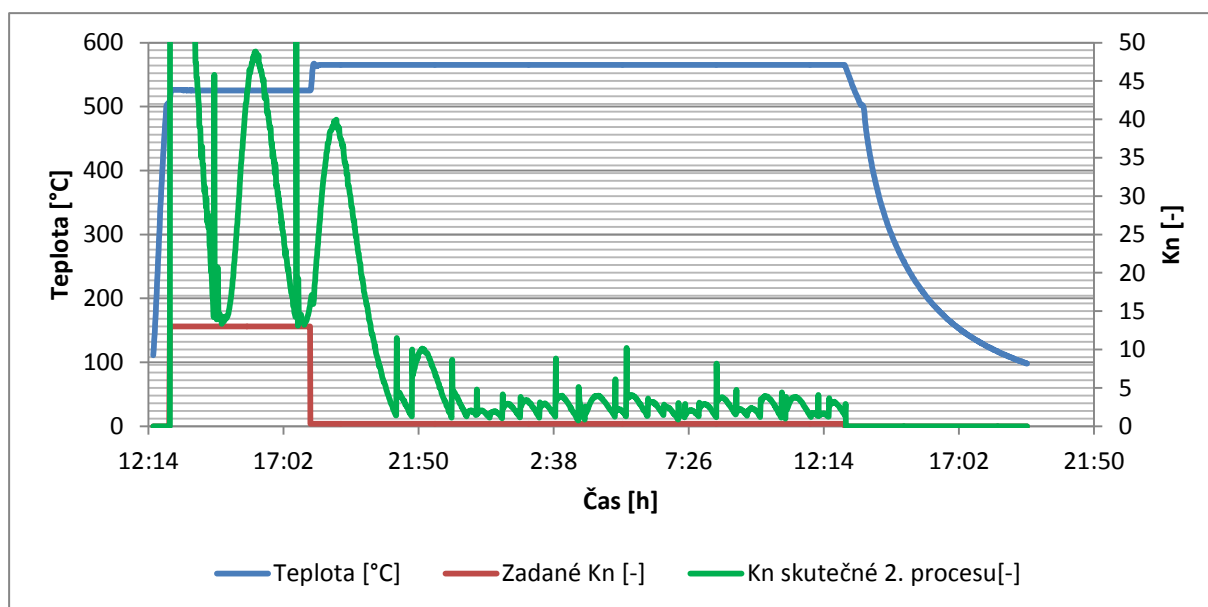


Obr. 3.4-40 Rozložení vsázky – proces nitridace III

- 2 ks válečků ($d = 35 \text{ mm}$, $h = 15 \text{ mm}$), označení 56,57,58
- 1 ks vzorek s dírou ($d_{\text{díry}} = 10 \text{ mm}$, $h = 50 \text{ mm}$), označení 05
- **Ocel C45:**
 - 2 ks válečků ($d = 20 \text{ mm}$, $h = 15 \text{ mm}$), označení 69, 610
 - 1 ks vzorek s dírou ($d_{\text{díry}} = 10 \text{ mm}$, $h = 50 \text{ mm}$), označení 06

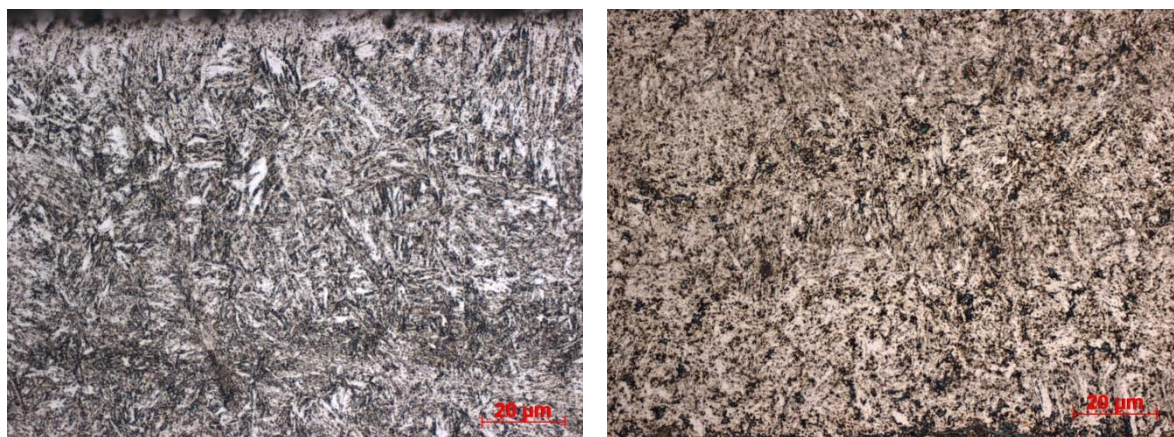
Hodnocení procesu bylo provedeno z hlediska mikrostruktury, průběhu tvrdosti ve vrstvě a povrchové tvrdosti.

Průběh procesu nitridace se dvěma K_n je zobrazen v grafu (Obr. 3.4-41). V době sytícího stádia se dosáhlo průměrné hodnoty $K_n = 30$ a v průběhu druhého stádia maximálně $K_n = 6$. Lze říct, že velikost povrchu vsázky je stěžejním faktorem ovlivňujícím průběh procesu. Pokud je vsázka malá, je povrch pro disociaci čpavku malý, a nitridace neproběhne správně. Doporučená hmotnost vsázky je alespoň 5kg, nejlépe 10 kg.



Obr. 3.4-41 Průběh procesu nitridace III

Mikrostruktura ocelí 34CrAlNi a 31MoCrV je sorbitická bez přítomnosti bílé vrstvy (Obr. 3.2-1). Plně odpovídá výchozí struktuře materiálů.

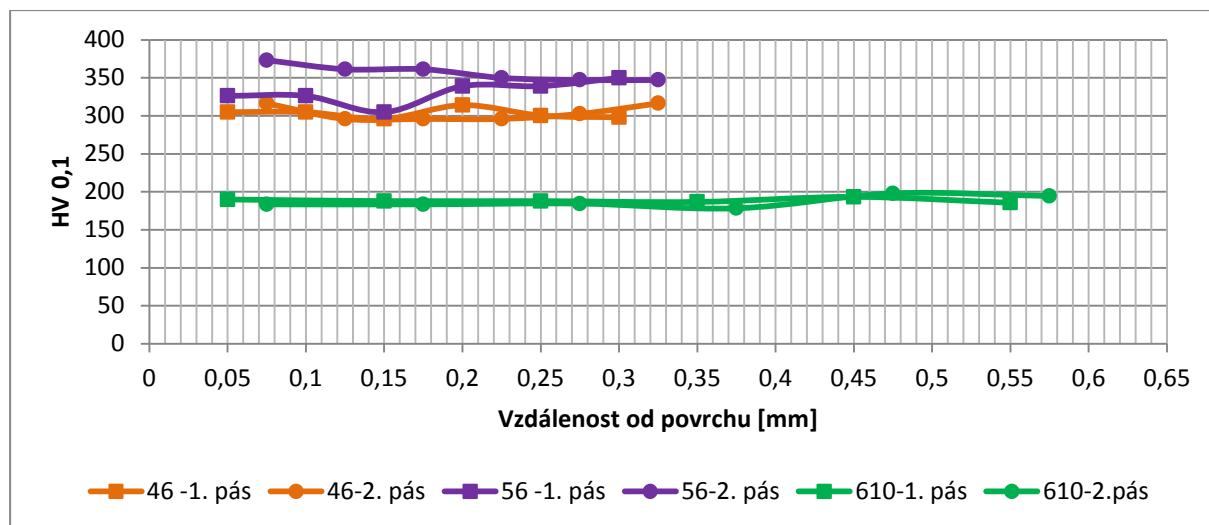


Obr. 3.4-42 Nitridovaná vrstva: vzorek 46 – ocel 34CrAlNi7; vzorek 56 - ocel 31CrMoV vpravo (zvětšeno 1000x, obojí leptáno 5% Nital)

Hodnocení průběhu tvrdosti ve vrstvě je uvedeno v Tab. 3-29 a na Obr. 3.4-43. Z uvedeného vyplývá, že proces nitridace neproběhl správně. Tvrdost ve vrstvě ani u jednoho vzorku nepřekračuje limitní hodnotu. U oceli 34CrAlNi7 je maximální tvrdost 316 HV_{0,1}, u 31CrMoV9 373 HV_{0,1} a oceli C45 dosahuje 193 HV_{0,1}.

34CrAlNi7				31CrMoV9				C45			
46 -1. pás		46-2. pás		56 -1. pás		56-2. pás		610-1. pás		610-2.pás	
x [mm]	HV 0,1	x [mm]	HV 0,1	x [mm]	HV 0,1	x [mm]	HV 0,1	x [mm]	HV 0,1	x [mm]	HV 0,1
0,05	305	0,075	316	0,05	326	0,075	373	0,05	190	0,075	183
0,1	305	0,125	296	0,1	326	0,125	361	0,15	188	0,175	183
0,15	296	0,175	296	0,15	305	0,175	361	0,25	188	0,275	185
0,2	314	0,225	296	0,2	339	0,225	350	0,35	187	0,375	178
0,25	300	0,275	303	0,25	339	0,275	347	0,45	193	0,475	198
0,3	298	0,325	316	0,3	350	0,325	347	0,55	186	0,575	195
Lim. tvrdost = 330 HV + 50 HV = 380 HV				Lim. tvrdost = 424 HV + 50 HV = 474 HV				Lim. tvrdost = 205 HV + 50 HV = 305 HV			
-				-				-			
0,0 mm				0,0 mm				0,0 mm			

Tab. 3-29 Hodnoty HV 0,1 v jednotlivých páslech tvrdosti



Obr. 3.4-43 Průběh mikrotvrdosti - vzorek 46 (34CrAlNi7), 56 (31CrMoV9), 610 (C45)

Povrchová tvrdost materiálu 34CrAlNi7 dosáhla pouhých 302±8 HV(30 HRC), vzorek materiálu 31CrMoV9 má tvrdost 353±6 HV(36 HRC) a ocel C15 266± 5 HV (25 HRC).

Po provedení analýzy procesu lze říct, že nitridaci pomocí 2 Kn zatím není možné aplikovat.

4 Diskuze výsledků

Cementace I – proces se 2 stádii

Proces obvyklé cementace se dvěma stádii nauhličování s následným kalením proběhl bez problémů. Ačkoliv uhlíkový potenciál dosahoval okamžitých hodnot i přes 1,2% v sycícím stádiu a naopak v difuzním stádiu nepoklesl až na požadovanou hodnotu 0,7%, nýbrž kolísal okolo hodnoty 0,85%, průběh Cp byl správný s ohledem na výsledné hodnoty

mikrostruktury a průběhu tvrdostí. Hodnota C_p je vyhodnocována programem nezávisle na typu cementační oceli. Problematika mírně vyšších hodnot C_p byly dány především menším obsahem vsázky.

U oceli C15 došlo k nauhličení, avšak z důvodu nízké prokalitelnosti se nepodařilo získat zákalnou strukturu ani v jádře ani na povrchu. Dle normy pro stanovení hloubky cementace je proto vyhodnocená vrstva $CHD = 0$ mm, ačkoliv chemická analýza prokázala dostatečné nauhličení povrchu až na hodnotu 0,626 % (Tab. 3-15). Nízká tvrdost ve vrstvě je způsobena nízkou prokalitelností materiálu C15, kdy na povrchu vzorků dochází k perlitické transformaci ještě před vstupem do olejové lázně. Ze stejného důvodu je nízká i povrchová tvrdost (39 HRC).

Oceli 16MnCr5 a 15NiCr13 mají jemnou martenzitickou strukturou na povrchu a bainitickou strukturou v jádře, tj. obvyklé struktury po cementaci a kalení. Tloušťka vrstev odpovídá předpokládané hodnotě 0,8 mm v případě 16MnCr5, u 15NiCr13 je nižší – $CHD = 0,67$ mm. To je způsobeno přítomností legujícího prvku niklu, který vykazuje nižší kinetiku přestupu z plynu do povrchu, čímž je snížena rychlost nauhličování tohoto druhu oceli. Naopak přísada chromu zvyšuje kinetu přestupu uhlíku do povrchu. Průběh tvrdosti v cementační vrstvě je relativně pozvolný. Správně nauhličená vrstva by měla obsahovat 0,85 %C uhlíku, čemuž se blíží ocel 16MnCr5 s hodnotou 0,76%C. Ocel 15NiCr13 má povrchovou koncentraci nižší o 0,1 %C.

Z O-VI až O-VIII v příloze vyplývá, že při cementování částí s hlubokými otvory dojde k vytvoření rovnoměrné vrstvy po celé vnitřní ploše otvoru. Rovnoměrná vrstva kopírující povrch je vytvářena i v případě ostrých hran (příloha O-V).

Takto nastavený proces je tedy vhodný pro ocel 16MnCr5 za účelem získání 0,8 mm hloubky a u oceli 15NiCr13 pro $CHD = 0,6$ mm. Pro ocel C15 by bylo vhodné zopakovat proces kalení po cementaci či zpracovávat ocel v jiné vsázce, pro kterou by se zvolilo razantnější kalicí prostředí, např. voda. Koncentrační profily i průběh tvrdosti ve vrstvě by měly mít pozvolný průběh, což je jedním z faktorů pro získání lepších výsledných mechanických vlastností. Povrchová tvrdost po kalení je optimální z hlediska kontaktní únavové pevnosti – 59 HRC (16MnCr5) a 61 HRC (15NiCr13), což jsou obvyklé hodnoty dosahované po procesu plynové cementace a kalení.

Cementace II – Online difuzní propočet

Cílem druhého procesu bylo vyzkoušet automatické řízení cementace pomocí online difuzního propočtu dusíku. Vzhledem k zaznamenanému průběhu procesu (Obr. 3.4-11) nedošlo ani po 10 hodinách k dostatečnému nacementování vsázky, aby bylo dosaženo požadované hloubky vrstvy 0,8 mm, a proto byl proces manuálně ukončen. Problémem by mohla být jednak nedostatečná hmotnost vsázky, ale stejně tak i softwarová chyba v programu. Pro určení kořenové příčiny by bylo vhodné proces několikrát opakovat s různým nastavením procesních parametrů

Výsledná hloubka vrstvy materiálu 16MnCr5 dosáhla pouze 0,4 mm (dle měření průběhu tvrdosti ve vrstvě). Průběh tvrdosti je velmi pozvolný a nezaznamenává oduhličení povrchu. Povrchová tvrdost vzorků se pohybuje v běžném rozsahu 61-63 HRC, příznivá z hlediska kontaktní pevnosti.

Dalším kritériem hodnocení byl vliv umístění vsázky v pecní komoře. Čtyři vzorky oceli 16MnCr5 číselně označené 24-27 byly umístěny do čtyř rohů. Výsledná struktura

odpovídá jemné martenzitické struktury ve vrstvě a bainitické v jádře u všech čtyř vzorků. Na povrchu se vyskytuje oduhličení o hloubce 40 μ m. Vliv umístění vsázky v peci byl hodnocen metalograficky u čtyř vzorků, z nichž každý byl umístěn v jednom z rohů retorty. Průměrná hodnota hloubky vrstvy vychází 0,55 \pm 0,1 mm. Lze říct, že vzorky ve všech místech peci dosáhly téměř stejných výsledků.

Mezi běžně cementované strojí součásti patří ozubená kola, u kterých je důležité, aby došlo k vytvoření rovnoměrné vrstvy po celé ploše a profilu zubu. Na Obr. 3.4-14 jsou zobrazeny dva zuby ozubeného kola a jasně z něj vyplývá, že je proces schopný splnit požadavky na rovnoměrnost vrstvy složitějších profilů.

Na rozdíl od prvního procesu je ze záznamu průběhu cementace (Obr. 3.4-11) vidět, že pec je schopná dosáhnout minimální hodnoty $C_p = 0,7\%$ (při téměř trojnásobné hmotnosti vsázky než u předchozího procesu).

Cementace III – proces s opakovaným cyklem

Třetím implementovaným procesem je cementace s opakovaným cyklem sytícího a difuzního stádia. Cílem tohoto procesu byla aplikace cementace s opakovaným cyklem sytícího a difuzního stádia za účelem účinnější difúze uhlíku z povrchu do jádra a příznivějšího rozložení obsahu uhlíku ve vrstvě. Zatímco v průběhu sytícího stádia dosahují hodnoty uhlíkového potenciálu hodnot kolem $C_p = 1,15$, v průběhu obou difuzních stádií potenciál neklesl k zadané hodnotě 0,7 (Obr. 3.4-16). Tento jev je způsoben malou vsázkou (0,9 kg) a s tím také související krátkou dobou difuzních stádií, kdy potenciál nestačí klesnout k požadované hodnotě, nebo velikostí retorty

Vzhledem k relativně vysokým potenciálům byla očekávána vyšší povrchová koncentrace uhlíku a případný vznik nežádoucího síťoví karbidu, avšak dle vyhodnocené mikrostruktury k nežádoucímu ovlivnění struktury nedošlo (Obr. 3.4-18 a Obr. 3.4-19). Struktura odpovídá obvyklým výsledkům - jemnější martenzit ve vrstvě, bainitická struktura v jádře (u ocelí 16MnCr5 a 15NiCr13). Ocel C15 opět nebyla zakalena (Obr. 3.4-17) a vyznačuje se nízkou tvrdostí na povrchu i ve vrstvě stejně jako v prvním procesu.

Oproti prvnímu procesu je při stejné délce procesu výsledná koncentrace uhlíku na povrchu nižší u všech tří zástupců jednotlivých druhů ocelí, a to 0,53% C pro C15 a 15NiCr13 a vyšší u oceli 16MnCr5, jež má povrchový obsah uhlíku 0,58%. Nižší hloubku vrstvy o 0,2 mm vykazuje ocel 16MnCr5 oproti prvnímu procesu ($CHD = 0,67$ mm), zatímco ocel 15NiCr13 dosahuje téměř stejné hloubky, tj. 0,6mm. Oproti prvnímu procesu mají koncentrační i tvrdostní profily podstatně pozvolnější a hladší průběh vrstvy. Povrchová tvrdost ocelí 16MnCr5 a 15NiCr13 dosahuje přibližně stejných hodnot jako v případě prvního procesu a dosahuje běžných hodnot získaných v praxi po plynové cementaci (61-63 HRC).

Tento proces se využívá především u větších vsázek (např. velká ozubená kola) s podstatně většími hloubkami cementační vrstvy, tj. přes 2 mm. Ačkoliv se dosáhlo menších hloubek vrstvy u zpracovaných vzorků i menších povrchových koncentrací, výhodou je velmi pozvolný průběh tvrdosti a příznivé rozložení uhlíku ve vrstvě, jež bude mít za následek příznivý průběh napětí v materiálu a lepší mechanické vlastnosti.

Cementace IV – proces s jedním stádiem

Posledním implementovaným procesem byla cementace s jedním stádiem. Cílem bylo především srovnání dosažené hloubky, průběhu koncentrace uhlíku ve vrstvě a povrchového

nauhličení při stejné délce procesu jako u předchozích. Ze záznamu průběhu procesu lze vidět, že rozptyl hodnot kolem požadovaného potenciálu je menší (0,77 – 0,83 %). Důvodem je podstatně vyšší hmotnost vsázky (cca 12 kg), a proto lze potvrdit předchozí domněnky o vlivu malé vsázky na jednotlivé procesy.

Mikrostruktura oceli C15 má podstatně vyšší přítomnost feritu ve vrstvě (Obr. 3.4-24) společně s velmi jemnou perlitickou strukturou. V jádře je rozpoznatelná feriticko-perlitická struktura z důvodu neprokalení vzorku. Ocel 16MnCr5 má hrubší martenzitické jehlice ve vrstvě než je tomu u předchozích procesů, stejně tak je tomu u oceli 15NiCr13. Jádro obou vzorků je bainitické. Povrchová tvrdost 16MnCr5 a 15NiCr13 je opět v obvyklém rozmezí 61-63 HRC.

Dle platné normy byly vyhodnoceny průběhy tvrdostí ve vrstvě. Ocel C15 opět dosahuje nízkých hodnot tvrdostí za současného nauhličení na hodnotu 0,49%C. Ocel C15 má také nízkou povrchovou tvrdost 27 HRC. Ocel 16MnCr5 je stejně jako v předchozích. Na povrchu dosahuje koncentrace 0,75%C a celková hloubka vrstvy je 0,5 mm. Hloubka cementované vrstvy u vzorku oceli 15NiCr13 je 0,43 mm a obsah uhlíku na povrchu 0,69%C. Ve vzdálenosti 0,1 mm dochází k velkému poklesu koncentrace uhlíku o 0,2%C. Koncentrační profily jsou podstatně strmější než u předchozích procesů. To je následkem absence difuzního stádia – vyšší koncentrace na povrchu a nedostatečná doba pro difúzi uhlíku od povrchu do jádra. Strmý koncentrační profil bude negativně ovlivňovat vnitřní napětí.

Nitridace I - s jedním stádiem

Cílem prvního procesu nitridace bylo zavedení klasické nitridace s jedním K_N . Proces byl proveden při teplotě 525°C a $K_N = 10$ po dobu 24 hodin. Hodnoty nitridačního v průběhu procesu dosahovaly maximálně $K_N = 3$. Vsázka měla hmotnost 1,6 kg, což může být jedním z faktorů nedosažení požadovaného K_N .

Z metalografického hlediska je struktura nitridačních ocelí 34CrAlNi7 a 31CrMoV9 sorbitická (Obr. 3.2-1). Na povrchu se vyskytuje sloučeninová vrstva, která je velmi křehká a která se u oceli 34CrAlNi7 porušila při přípravě metalografického výbrusu. U oceli 31CrMoV9 je přítomna o tloušťce cca 3 μ m. V difuzní vrstvě jsou patrné nitridy legujících prvků které mají tvar obálek jež jsou vyloučeny po hranicích austenitického zrna. Poslední hodnoceným materiálem je ocel C45, jejíž struktura má na povrchu souvislou sloučeninovou vrstvu o hloubce cca 10 μ m. Na jejím povrchu je znatelná tenká vrstva oxidů (Obr. 3.4-33).

Při srovnání struktury nitridačních ocelí s příměsí hliníku (34CrAlNi7) a oceli 31CrMoV9 lze říct, že oceli legované hliníkem dosahují podstatně větších tvrdostí vrstev. Hliník tvoří s dusíkem velmi tvrdé nitridy. Zvyšuje také odolnost proti opotřebení.

Měřením mikrotvrdosti byly stanoveny hloubky vrstev u jednotlivých vzorků a jsou uvedeny v Tab. 3-25. Požadovaná tloušťka vrstvy byla dosažena v případě obou nitridačních ocelí. Nejvyšších hodnot tvrdosti dosahuje ocel 34CrAlNi7 ve vzdálenosti 0,05 mm od povrchu, a to 1134 HV0,1. U oceli C45 nedošlo ke zvýšení tvrdosti ve vrstvě, a proto je hloubka vrstvy 0 mm.

Nejvyšší hodnoty povrchové tvrdosti dosahuje z důvodu přítomnosti hliníku ocel 34CrAlNi7, tj. 937 \pm 4 HV30 (68 HRC). Ocel 31CrMoV9 má tvrdost nižší 804 \pm 4 HV 30 (64 HRC). Tvrdosti, která je stejná jako v případě výchozí struktury, dosahuje ocel C45, tj. 294 \pm 3

HV 30 (29HRC). Ocel C45 se nitriduje především za účelem zvýšení tribologických vlastností či zvýšení odolnosti proti korozi.

Nitridace II - s jedním stádiem

Druhý proces nitridace měl za úkol ověřit schopnost reprodukovatelnosti výsledků, byl proto proveden se stejnými parametry jako proces I. Jedinou změnou bylo zvýšení průtoku čpavku z hodnoty $0,2 \text{ m}^3/\text{h}$ na $0,26 \text{ m}^3/\text{h}$ za účelem získání vyššího nitridačního čísla blížíící se k zadané hodnotě $K_N=10$. Druhým úkolem bylo analyzovat vliv rozložení vsázky v peci a schopnosti vytvoření rovnoměrné vrstvy v hlubokých otvorech.

Oproti předchozímu procesu se nitridační číslo pohybovalo mezi $K_N=6$ a $K_N=7$, což odpovídá cca 30% disociaci. Řízením průtoku čpavku lze tedy regulovat nitridační atmosféru. Zvýšením průtoku se snižuje disociace, a zároveň se zvýší K_N . Důsledkem toho je pak přesycení povrchu dusíkem a růstu sloučeninové vrstvy, což je zřejmé ze snímku mikrostruktury.

Mikrostruktura obou ocelí (Obr. 3.4-37 a Obr. 3.4-38) je sorbitická. Na povrchu oceli 34CrAlNi7 sice vznikla sloučeninová vrstva, ale opět došlo k jejímu narušení při přípravě vzorku. U Ocel 31CrMoV9 došlo k výraznému nárůstu sloučeninové vrstvy. Výraznější jsou také obálky legujících prvků, jejichž tvar je možné pozorovat na snímku Obr. 3.4-33. Jsou tvořeny po hranicích původních austenitických zrn. U vzorku oceli C45 dosáhla bílá vrstva nárůstu na 150% původní hloubky. Vrstva je rovnoměrná a není porušená. V difuzní oblasti je možné pozorovat typickou morfologii nitridů železa.

Dalším kritériem hodnocení byl vliv umístění vsázky v retortě. Čtyři vzorky označené 64-67 oceli C45 byly umístěny do čtyř rohů. Následně byla metalograficky hodnocena tloušťka vzniklé sloučeninové vrstvy. Výsledné hodnoty se pohybují v toleranci $11 \pm 0,1 \mu\text{m}$. Lze říct, že schopnost vzniku vrstvy je všech místech pece stejná.

Při nitridování částí s hlubokými otvory dojde k vytvoření rovnoměrné vrstvy po celé vnitřní ploše otvoru. Rovnoměrná vrstva kopírující povrch je vytvářena i v případě ostrých hran.

Hodnocení hloubek vrstev nitridačních ocelí se podobá prvnímu procesu, rozdíl je v setinách mm. Vrstva oceli 34CrAlNi7 dosahuje hloubky 0,38 mm, zatímco ocel 31CrMoV9 má hloubku vrstvy nižší, tj. 0,3 mm. Z tohoto je možné usoudit, že regulace průtoku ovlivňuje povrchovou koncentraci dusíku, avšak nemá zásadní vliv na hloubku vrstvy. Ocel C45 má opět nulovou hloubku nitridační vrstvy, protože nedošlo k žádnému nárůstu tvrdosti ve vrstvě.

Povrchová tvrdost nitridačních ocelí je téměř identická jako v případě prvního procesu – ocel 34CrAlNi 937 \pm 3 HV 30 (68 HRC), ocel 31CrMoV9 819 \pm 5 HV 30 (64,5 HRC) a ocel C45 má velmi nízkou tvrdost – pouze 266 \pm 10 HV 30 (25 HRC).

Nitridace III - se dvěma stádii

Cílem posledního procesu nitridace bylo zavedení dvoustupňového procesu nitridace, která se podobně jako cementace, rozdělí na dvě stádia s různými K_N . Procesní parametry jsou uvedeny v Tab. 3-28. V průběhu procesu byly průměrné $K_N=30$ (sytící etapa) a $K_N=6$ při difuzní etapě. Lze říct, že velikost povrchu vsázky je stěžejním faktorem ovlivňujícím průběh procesu. Pokud je vsázka malá, je povrch pro disociaci čpavku malý, a nitridace neproběhne v požadovaných parametrech.

Struktura nitridačních ocelí se vyznačuje absencí bílé vrstvy. Je sorbitická, odpovídá výchozí struktuře materiálu (Obr. 3.4-42 Nitridovaná vrstva: vzorek 46 – ocel 34CrAlNi7; vzorek 56 - ocel 31CrMoV vpravo (zvětšeno 1000x, obojí leptáno 5% Nital) Obr. 3.4-42).

Z hodnot naměřené tvrdosti ve vrstvě vyplývá, že proces nitridace neproběhl správně. Žádný z materiálu nemá tvrdost vyšší než je limitní hodnota, a proto jsou vyhodnoceny jako nulové. Z průběhu pásů tvrdosti je není vidět žádný strmý průběh tvrdosti, hodnoty jsou konstantní.

Rovněž hodnoty povrchové tvrdosti odpovídají hodnotám výchozího materiálu, tj. 34CrAlNi7 dosáhla pouhých 302 ± 8 HV 30 (30 HRC), 31CrMoV9 353 ± 6 HV30 (36 HRC) a ocel C15 266 ± 5 HV 30 (25 HRC). Tyto hodnoty potvrzují, že nedošlo k dostatečnému vytvoření nitridované vrstvy.

5 Závěr

Proces realizace linky chemicko-tepelného zpracování na ZČU se skládal ze dvou základních částí. V první řadě se zabýval zajištěním zařízení z hlediska prostoru a bezpečnosti. Byl proveden návrh několika procesů zpracování, které se nemusí kupovat od výrobce a lze je na ZČU využívat. V druhé části došlo k provedení procesů a jejich analýzy. Hodnocení jednotlivých procesů bylo provedeno klasickými metodami, jako jsou metalografické hodnocení, stanovení hloubky vrstvy v souladu s platnými normami, chemická analýza a s tím související sestavení koncentračních profilů a povrchové tvrdosti. Byl hodnocen i vliv umístění vsázky v peci.

Provedené procesy cementace, zejména proces I jsou vhodné pro všechny tři typy ocelí. Při zpracování oceli C15 je vhodné znovu provést kalení z důvodu nízké prokalitelnosti zmiňované oceli. Jak již bylo řečeno, u větších součástí z tohoto materiálu je vhodné zvolit jiný typ kalícího média s vyšší intenzitou ochlazování, například vodu.

Z výsledků analýzy rozložení vsázky v peci a jejího vlivu na výslednou hloubku vrstvy a strukturu, lze říci, že se ve všech místech pece vytváří stejná rovnoměrná vrstva. Procesy jsou schopné vytvořit rovnoměrnou vrstvu také na vnitřní ploše hlubokých otvorů a složitějším povrchu strojních součástí.

Procesy s cyklickým opakováním sytícího a difuzního stádia nemají velký efekt u malých vsázek z hlediska dosažené hloubky vrstvy, avšak zajišťují velmi pozvolný průběh tvrdosti i koncentračního profilu ve vrstvě, což je výhodné z hlediska snížení vnitřního pnutí. Tento proces bude zřejmě vhodnější aplikovat u větších a hmotnějších vsázek s většími požadovanými hloubkami cementační vrstvy. Zatímco procesy pouze s jedním stádiem nauhličování, zejména bez difuzní části, vedou k strmějšímu a nepříznivějšímu profilu cementované vrstvy.

Důležité je uvést, že po cementaci s následným kalením by v praxi u všech provedených procesů mělo následovat finální popouštění na 150°-220°C po dobu 1-2 hodiny především pro dosažení tvarové stability a uvolnění vnitřního napětí, ovšem toto nebylo náplní diplomové práce.

Implementované procesy nitridace s jedním stádiem sycení dusíkem jsou stabilní a vyzkoušené pro získání hloubky vrstvy cca 0,3mm. Dochází k tvorbě sloučeninové vrstvy, kterou je možné do určité míry řídit regulací průtoku čpavku. V praxi je tato vrstva většinou nežádoucí. Proto se velmi často odbrušuje, jelikož díky své křehkosti nesnáší dynamické namáhání a odlupuje se. V určitých případech je však žádoucí, zejména u součástí, kde je požadována vysoká otěruvzdornost a které nejsou dynamicky namáhané, například u válců, pístnic, plunžrů apod.

Při srovnání struktury nitridačních ocelí obsahující hliník (34CrAlNi7) a bezhliníkové (31CrMoV9) lze říci, že oceli s příměsí hliníku dosahují větších tvrdostí vrstev. Hliník tvoří s dusíkem velmi tvrdé nitridy.

Při rozdělení procesu na dvě stádia by mělo dojít k eliminaci sloučeninové vrstvy, avšak v případě implementovaného procesu toto nelze potvrdit, protože vůbec nedošlo ke tvorbě vrstvy. To dokazují jednak průběhy tvrdostí ve vrstvě, jednak povrchová tvrdost. Doporučením by bylo naplnit retortu maximálním objemem vsázky, tj. 15 kg a proces znovu odzkoušet.

Jedním z důležitých faktorů pro správný průběh nitridačního procesu je připravit dostatečně velkou vsázku (více než 5 kg, ideálně 10 kg), jejíž povrch umožní rozklad čpavku

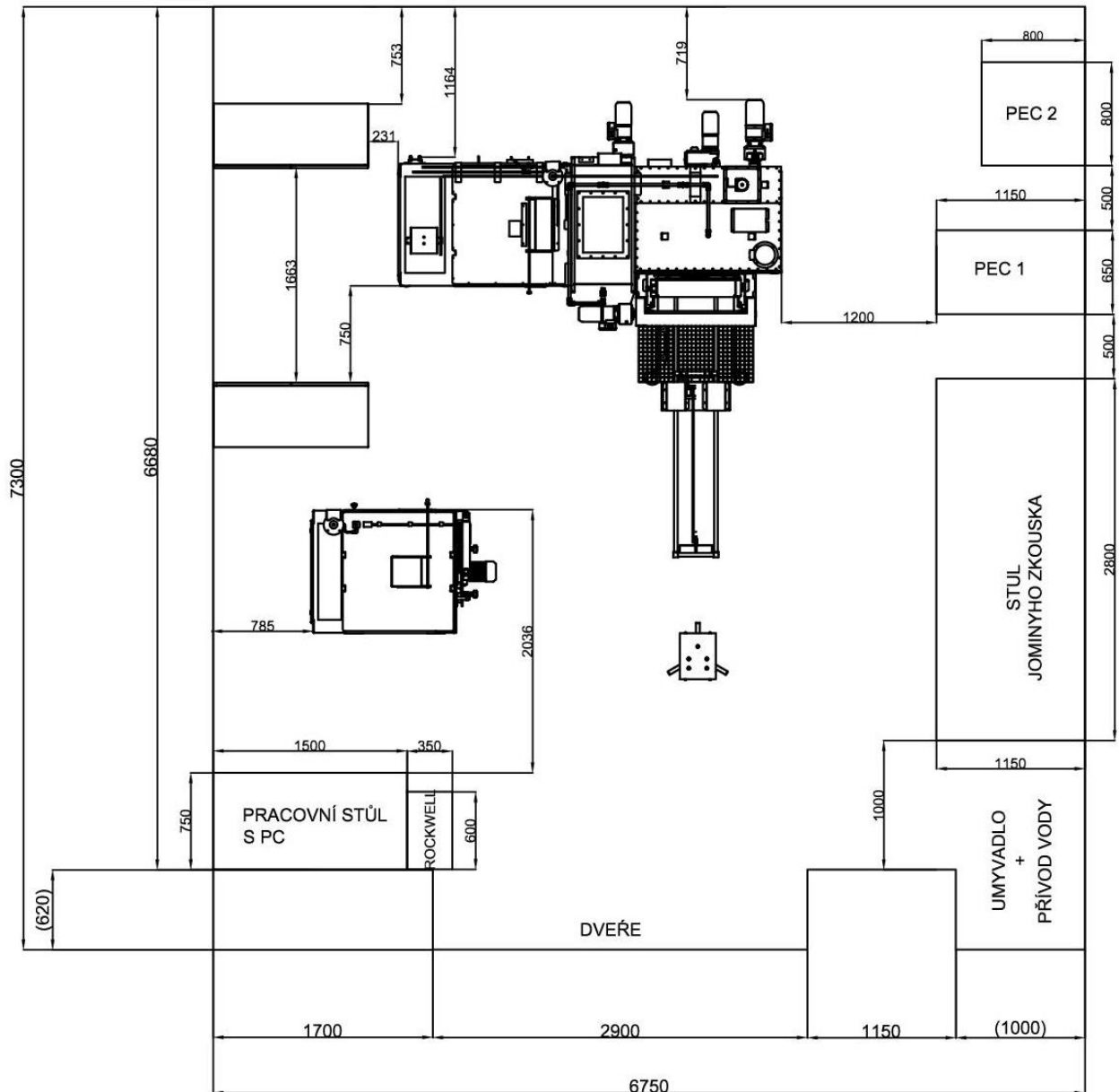
a jeho atomárního dusíku do materiálu. Tento faktor může velmi zásadně ovlivnit finální výsledky celého procesu.

Závěrem lze říci, že linka pro chemicko-tepelné zpracování na ZČU je plně schopna provozu s předpokládanými výsledky. Mezi doporučení patří zopakovat proces nitridace s 2 stádii. Dále je nezbytné navrhnout přípravek do nitridační pece, aby bylo možno zakládat větší vsázku.

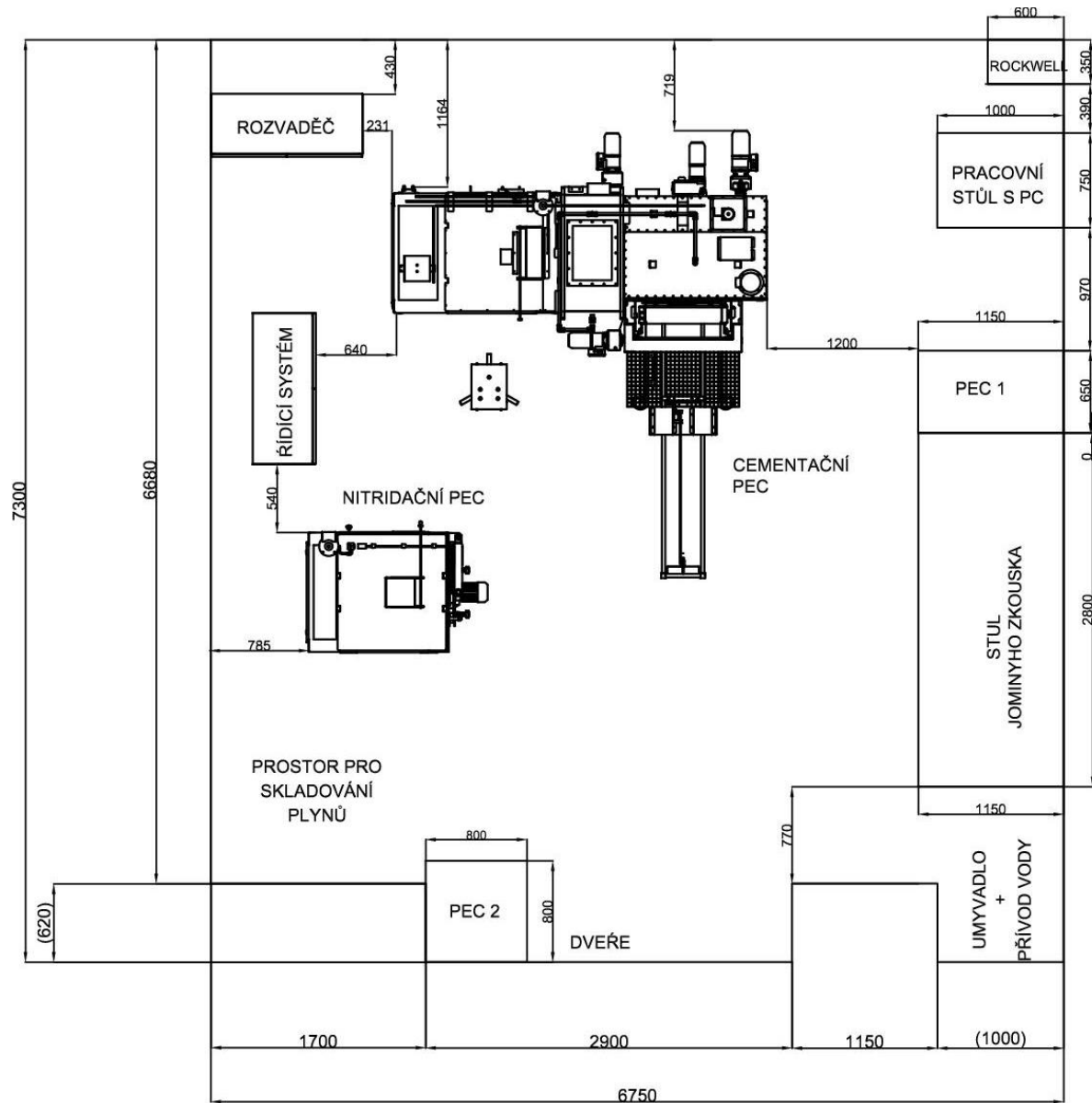
Použitá literatura

- [1] KRAUS, Václav. *Tepelné zpracování a slinování*. Plzeň: ZČU Plzeň, 2000.
- [2] ASM INTERNATIONAL. *ASM Handbook: Heat Treating: Volume 4*. USA: ASM International, 1998. ISBN 0-87170-379-3.
- [3] KRAUS, Václav. Tepelné zpracování a slinování: Cvičení. [online]. Plzeň, 2008 [cit. 2014-05-23]. Dostupné z: <http://tzs.kmm.zcu.cz/TZScvcelk.pdf>
- [4] Furnaces Atmospheres No.1: Gas Carburizing and Carbonitriding. In: *Linde Gas TecPoint* [online]. [cit. 2014-05-23]. Dostupné z: [http://heattreatment.linde.com/international/web/lg/ht/like35lght.nsf/repositorybyalias/wp_cbrzg_10/\\$file/10.pdf](http://heattreatment.linde.com/international/web/lg/ht/like35lght.nsf/repositorybyalias/wp_cbrzg_10/$file/10.pdf)
- [5] *Ecosond* [online]. s [cit. 2011-03-15]. Dostupné z WWW: <http://www.ecosond.cz/>.
- [6] Využití řízených atmosfér. *ZEZ Praha* [online]. 2001 [cit. 2013-12-11]. Dostupné z: http://www.zez.cz/umele_atmosfery-2.htm
- [7] LIŠČIC, Božidar. *Quenching theory and technology*. 2. vyd. USA: Taylor and Francis, 2010. ISBN 978-0-8493-9279-5.
- [8] Understanding Quenchants and Their Effects. *Industrial Heating* [online]. 2006 [cit. 2013-12-11]. Dostupné z: <http://www.industrialheating.com/articles/print/86778-understanding-quenchants-and-their-effects>
- [9] Principles of Gas Nitriding (Part 2). *Industrial Heating* [online]. 2011 [cit. 2013-12-10]. Dostupné z: <http://www.industrialheating.com/articles/89973-principles-of-gas-nitriding-part-2>
- [10] *Practical NITRIDING and Ferritic Nitrocarburizing*. USA: ASM International, 2003. ISBN 0-87170-791-8.
- [11] MALDZINSKI, Leszek. CONTROLLED NITRIDING USING A ZEROFLOW PROCESS: HEAT TREATING PROGRESS. *SECO/WARWICK Heat Processing Equipment* [online]. 2007 [cit. 2013-12-15]. Dostupné z: <http://www.secowarwick.com/assets/Documents/Articles/CONTROLLED-NITRIDING-USING-A-ZEROFLOW-PROCESS-VAC.pdf>
- [12] HOLM, Torsten. Furnace Atmospheres No. 3: Gas Nitriding and Nitrocarburizing. [online]. s. 46 [cit. 2014-05-22]. Dostupné z: [http://heattreatment.linde.com/international/web/lg/ht/like35lght.nsf/repositorybyalias/wp_ntrdg_3/\\$file/3.pdf](http://heattreatment.linde.com/international/web/lg/ht/like35lght.nsf/repositorybyalias/wp_ntrdg_3/$file/3.pdf)
- [13] PreNitLPC technology High-Speed Vacuum Carburizing. *SECO/WARWICK* [online]. 2013 [cit. 2013-12-12]. Dostupné z: <http://www.secowarwick.com/assets/Documents/Brochures/PreNitLPC-EN.pdf>

Obrazová příloha



O – I Návrh rozmístění pracoviště tepelného zpracování na ZČU v Plzni



O - II Skutečné rozmístění pracoviště tepelného zpracování

O - I Průběh procesu cementace se 2 stádii

Press to select treatment 21.03.2014 10:19:35

No **33** .. Nam **CEMENTACE 2CP** Version 18.03.2014 09:08:55
 Typ **Carburising**

DIFF **ohne** Analysis

No	Chamber	Name/Method	Set Point 1	Step Time	Runtime
1	UK	CEKANI NA USAZKU			
2	UK	PROPLACH PREDKOMORY		25	
3	UK	USAZKA DO PECE			
4	GK	USAZKA V PECI-GK	Zadan 900		
5	GK	OHREV/PROPLACH	Zadan 920		
6	GK	CP SYTICI	Zadan 920	195	
7	GK	CP DIFUZIONI	Zadan 920	50	
8	GK	USAZKA Z PECE	Zadan 920		
9	AK	USAZKA/KALENI	Rych. 80		
10	AK	KALENI UYDRZ	Rych. 80	20	
11	AK	ODKAPAVANI	Rych. 80	5	
12	AK	USAZKA Z PREDKOMORY	Rych. 80		

Save Delete Cancel

Select treatment 0 0.03

Hlavní obrazovka procesu

Press to select treatment 21.03.2014

Step **1** Chamber **UK** Method **--** Name **CEKANI NA US**

Alarm **0** min

Variable	Unit	Ctrl.	Variable	Tol+	Tol-	T1	T2	Step Ends at
Presun		Off						
Predk. proplachnuta								Off
Usadzka v predkomore								On
Usadzka v peci								Off

1. Krok Předkomora (VK) čeká na vsázku - Cílem tohoto kroku je zavezení vsázky pomocí ručního manipulátoru do předkomory. Po zasunutí vsázky se musí manipulátor vytáhnout do koncové pozice.

Press to select treatment 21.03.2014

Step **2** Chamber **UK** Method **--** Name **PROPLACH PRE**

Step End **25** min

Variable	Unit	Ctrl.	Variable	Tol+	Tol-	T1	T2	Step Ends at
Presun		Off						
Predk. proplachnuta								On
Usadzka v predkomore								On
Usadzka v peci								Off

2. Krok Proplach předkomory (VK) - V tomto kroku dojde k proplachu předkomory. Minimální délka kroku je 20 min, tj. minimální bezpečný čas pro propláchnutí po založení vsázky.

Press to select treatment 21.03.2014

Step 3 Chamber UK Method -- Name USAZKA DO PE

Alarm 2 min

Variable	Unit	Ctrl.	Variable	Tol+	Tol-	T1	T2	Step Ends at
Presun			On					
Predk. proplachnuta								---
Usadzka v predkomore								---
Usázka v peci								On

3. Zavezení vsázky do pece (VK) - Tímto krokem je dán signál předkomoře, aby se vsázka přesunula z předkomory do pece

Press to select treatment 21.03.2014

Step 4 Chamber GK Method -- Name USAZKA V PEC

Alarm 2 min

Variable	Unit	Ctrl.	Variable	Tol+	Tol-	T1	T2	Step Ends at
Zadana tep	°C	=	900	0	0	0	0	
CP-potenci	%	=	0.00	0.00	0.00	0	0	
Proplach sondy			Off					
N2_proplach			Off					
N2_proces			On					
Presun			Off					
Methanol			Off					
Predkomora prolach			Off					
Usazka v peci								On
Usazka v kal.lazni								---

4. Přesun vsázky do pece (GK) - Tímto krokem je dán signál pecní komoře, že dojde k přesunu vsázky z předkomory. Od této chvíle se nastavují parametry pro pecní komoru, kde se dají stanovit dvě proměnné – Teplota pece [°C] a uhlíkový potenciál Cp [%].

Press to select treatment 21.03.2014

Step 5 Chamber GK Method -- Name OHREV/PROPLA

Alarm 0 min

Variable	Unit	Ctrl.	Variable	Tol+	Tol-	T1	T2	Step Ends at
Zadana tep	°C	=	920	0	0	0	0	>= 915
CP-potenci	%	=	0.00	0.00	0.00	0	0	
Proplach sondy			On					
N2_proplach			Off					
N2_proces			On					
Presun			Off					
Methanol			Off					
Predkomora prolach			Off					
Usazka v peci								---
Usazka v kal.lazni								---

5. Náhrev vsázky na teplotu (GK) - V aktuálním kroku dochází k ohřevu vsázky na teplotu zpracování a zároveň k proplachu sondy.

Press to select treatment 21.03.2014 1

Step **6** Chamber **GK** Method **--** Name **CP SVTICI**

Step End **195** min

Variable	Unit	Ctrl.	Variable	Tol+	Tol-	T1	T2	Step	Ends at
Zadana tep	°C	=	920	0	0	0	0		
CP-potenci	%	=	1.15	0.00	0.00	0	0		
Proplach sondy			Off						
N2_proplach			Off						
N2_proces			On						
Presun			Off						
Methanol			On						
Predkomora prolach			Off						
Usazka v peci									On
Usazka v kal.lazni									---

6. Sytící stádium (GK) - V tomto kroku dochází k nauhličování s $C_p = 1,15$ při konstantní teplotě 920°C . Do pece vstupuje metanol a procesní N_2 . Proplach sondy je ukončen. Krok je omezen časově – délkou stádia, tj. 195 min.

Press to select treatment 21.03.2014

Step **7** Chamber **GK** Method **--** Name **CP DIFUZIONI**

Step End **50** min

Variable	Unit	Ctrl.	Variable	Tol+	Tol-	T1	T2	Step	Ends at
Zadana tep	°C	=	920	0	0	0	0		
CP-potenci	%	=	0.70	0.00	0.00	0	0		
Proplach sondy			Off						
N2_proplach			Off						
N2_proces			On						
Presun			Off						
Methanol			On						
Predkomora prolach			Off						
Usazka v peci									On
Usazka v kal.lazni									---

7. Difuzní stádium (GK) - Krok 7 se shoduje s krokem 6, liší se pouze v délce, po které krok končí a uhlíkovým potenciálem, který odpovídá hodnotě v průběhu difuzního stádia cementace, tj. 0,7. Krok končí po 50 minutách.

Press to select treatment 21.03.2014

Step **8** Chamber **GK** Method **--** Name **USAZKA Z PEC**

Alarm **2** min

Variable	Unit	Ctrl.	Variable	Tol+	Tol-	T1	T2	Step	Ends at
Zadana tep	°C	=	920	0	0	0	0		
CP-potenci	%	=	0.00	0.00	0.00	0	0		
Proplach sondy			Off						
N2_proplach			Off						
N2_proces			On						
Presun			On						
Methanol			Off						
Predkomora prolach			Off						
Usazka v peci									---
Usazka v kal.lazni									On

8. Vyvezení vsázky z pece (GK) - Posledním krokem pecní komory je vyvezení vsázky z pece do kalící lázně.

Press to select treatment 21.03.2014

Step 9 Chamber AK Method -- Name USAZKA/KALEN

Alarm 2 min

Variable	Unit	Ctrl.	Variable	Tol+	Tol-	T1	T2	Step Ends at
Rych.mich.		=	80	0	0	0	0	
Konec odkapani			Off					
Konec kaleni			Off					
Cirk. oleje dolu			Off					
Usazka v kal.lazni								On
Usadzka vylozena								Off

9. Zavezení vsázky do kalící lázeň (AK) - Tímto krokem začíná sekvence ovládání kalící lázně. Jedinou proměnnou je rychlost míchání. Všechny podmínky a akce jsou vypnuté, až na přítomnost vsázky v kalící lázni, která musí být splněna.

Press to select treatment 21.03.2014

Step 10 Chamber AK Method -- Name KALENI UYDRZ

Step End 20 min

Variable	Unit	Ctrl.	Variable	Tol+	Tol-	T1	T2	Step Ends at
Rych.mich.		=	80	0	0	0	0	
Konec odkapani			Off					
Konec kaleni			Off					
Cirk. oleje dolu			On					
Usazka v kal.lazni								On
Usadzka vylozena								Off

10. Výdrž v kalící lázni (AK) - Dochází ke kalení, je zapnuta cirkulace oleje. Podmínkou je přítomnost vsázky v kalící lázni (z předchozího kroku).

Press to select treatment 21.03.2014

Step 11 Chamber AK Method -- Name ODKAPAVANI

Step End 5 min

Variable	Unit	Ctrl.	Variable	Tol+	Tol-	T1	T2	Step Ends at
Rych.mich.		=	80	0	0	0	0	
Konec odkapani			Off					
Konec kaleni			On					
Cirk. oleje dolu			Off					
Usazka v kal.lazni								---
Usadzka vylozena								Off

11. Odkapávání nad kalící lázní (AK) - Dochází k odkapávání vsázky nad kalící lázní. Aby k tomuto kroku došlo, musí být ukončeno kalení.

Press to select treatment 21.03.2014

Step 12 Chamber AK Method -- Name USAZKA Z PRE

Alarm 0 min

Variable	Unit	Ctrl.	Variable	Tol+	Tol-	T1	T2	Step Ends at
Rych.mich.		=	80	0	0	0	0	
Konec odkapani			On					
Konec kaleni			Off					
Cirk. oleje dolu			Off					
Usazka v kal.lazni								Off
Usadzka vylozena								On

12. Vyvezení vsázky z kalící lázně ven (AK) - Dochází k vyvezení vsázky z předkomory, pokud je tato podmínka splněna končí krok.

O-IV Průběh procesu cementace se 2 stádii

Nitrieranlage : Treatment 21.03.2014 10:18:08

No 55 Nam KN10 Version 12.03.2014 09:48:29
 Typ Nitriding
 DIFF ohne Analysis

No	Chamber	Name/Method	Set Point 1	Step Time	Runtime
1	Nitriera	CEKANI NA USAZKU	Zádan 0		
2	Nitriera	N2 PROPLACH	Zádan 510		
3	Nitriera	KN1	Zádan 525	1440	
4	Nitriera	PROPLACH/CHLAZENI	Zádan 20		
5	Nitriera	UYJMUTI USAZKY	Zádan 20	1	

Save Delete Cancel

Press to select step to modify 0 0.01

Hlavní obrazovka programu

Nitrieranlage : Treatment 21.03.2014 1

Step 1 Chamber Nitrieranlage Method -- Name CEKANI NA US
 Alarm 0 min

Variable	Unit	Ctrl.	Variable	Tol+	Tol-	T1	T2	Step Ends at
Zádaná tep	°C	---	0	0	0	0	0	
KN		---	0.00	0.00	0.00	0	0	
N2_proplach			Off					
KN_Regulováno			Off					
NH3_velky			Off					
NH3_maly			Off					
N2_proces			Off					
Konec programu			Off					
Usázka v peci								On
Lze otevřít								---
Pec propláchnuta								---

1. Založení vsázky - Pec čeká na pokyn, že byla vsázka umístěna do retorty nitridační pece a že došlo k uzavření dveří a dotažení upínek.

Nitrieranlage : Treatment 21.03.2014 1

Step 2 Chamber Nitrieranlage Method -- Name N2 PROPLACH

Alarm 0 min

Variable	Unit	Ctrl.	Variable	Tol+	Tol-	T1	T2	Step Ends at
Zádaná tep	°C	=	510	0	0	0	0	>= 505
KN		---	0.00	0.00	0.00	0	0	
N2_proplach		0n						
KN_Regulováno		0ff						
NH3_velky		0ff						
NH3_maly		0ff						
N2_proces		0ff						
Konec_progamu		0ff						
Usázka v peci				0n				
Lze otevřít				---				
Pec propláchnuta				0n				

2. Proplach -Dojde k proplachu pece dusíkem.

Nitrieranlage : Treatment 21.03.2014 1

Step 3 Chamber Nitrieranlage Method -- Name KN1

Step End 1440 min

Variable	Unit	Ctrl.	Variable	Tol+	Tol-	T1	T2	Step Ends at
Zádaná tep	°C	=	525	0	0	0	0	
KN		=	10.00	0.00	0.00	0	0	
N2_proplach		0ff						
KN_Regulováno		0n						
NH3_velky		0ff						
NH3_maly		0ff						
N2_proces		0n						
Konec_progamu		0ff						
Usázka v peci				0n				
Lze otevřít				---				
Pec propláchnuta				---				

3. Nitridační atmosféra - V tomto kroku dojde k vytvoření nitridační atmosféry, nastavuje se hodnota nitridačního čísla K_N , teplota nitridace. Je zapnut procesní dusík. Ostatní plyny jsou vypnuty. Řídicí systém provádí regulaci K_N automaticky. Krok končí po uplynutí doby nitridace, v tomto případě po 24 hodinách.

Nitrieranlage : Treatment 21.03.2014 1

Step 4 Chamber Nitrieranlage Method -- Name PROPLACH/CHL

Alarm 0 min

Variable	Unit	Ctrl.	Variable	Tol+	Tol-	T1	T2	Step Ends at
Zádaná tep	°C	=	20	0	0	0	0	<= 100
KN		=	0.00	0.00	0.00	0	0	
N2_proplach		0n						
KN_Regulováno		0ff						
NH3_velky		0ff						
NH3_maly		0ff						
N2_proces		0ff						
Konec_progamu		0ff						
Usázka v peci				0n				
Lze otevřít				0n				
Pec propláchnuta				0n				

4. Proplach a chlazení - V tomto kroku dochází opět k proplachu pece o minimální délce 30 minut, po skončení proplachu dochází ke chladnutí pece. Krok

končí dosažením nastavené teploty, tj. 100°C, což je hodnota hlídána PLC. V tomto kroku je doporučeno otevřít manuální klapky na peci.

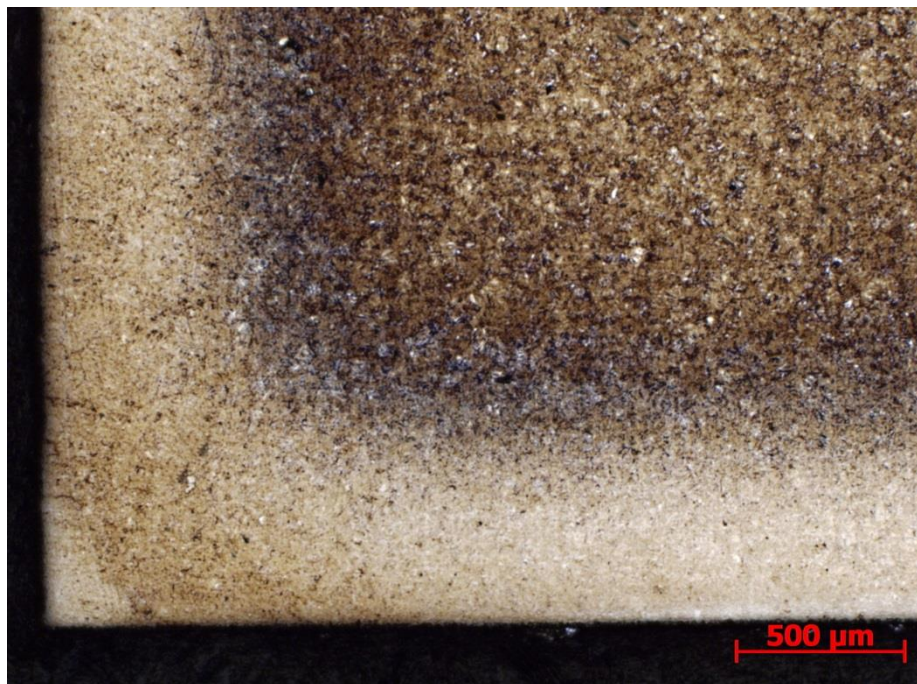
Nitrieranlage : Treatment 04.04.2014

Step Chamber **Nitrieranlage** Method Name

Alarm min

Variable	Unit	Ctrl.	Variable	Tol+	Tol-	T1	T2	Step Ends at
Zádaná tep	°C	=	20	0	0	0	0	<= 100
KN		=	0.00	0.00	0.00	0	0	
N2_proplach			Off					
KN_Regulováno			Off					
NH3_velky			Off					
NH3_maly			Off					
N2_proces			On					
Konec programu			Off					
Usázka v peci								On
Lze otevřít								On
Pec propláchnuta								On

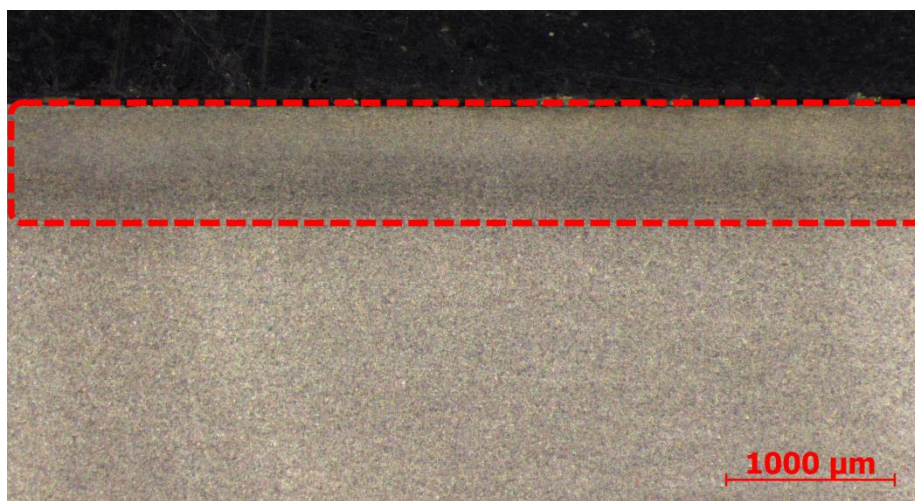
5. Vyjmutí vsázky z pece - Krok končí vyjmutím vsázka z pece.



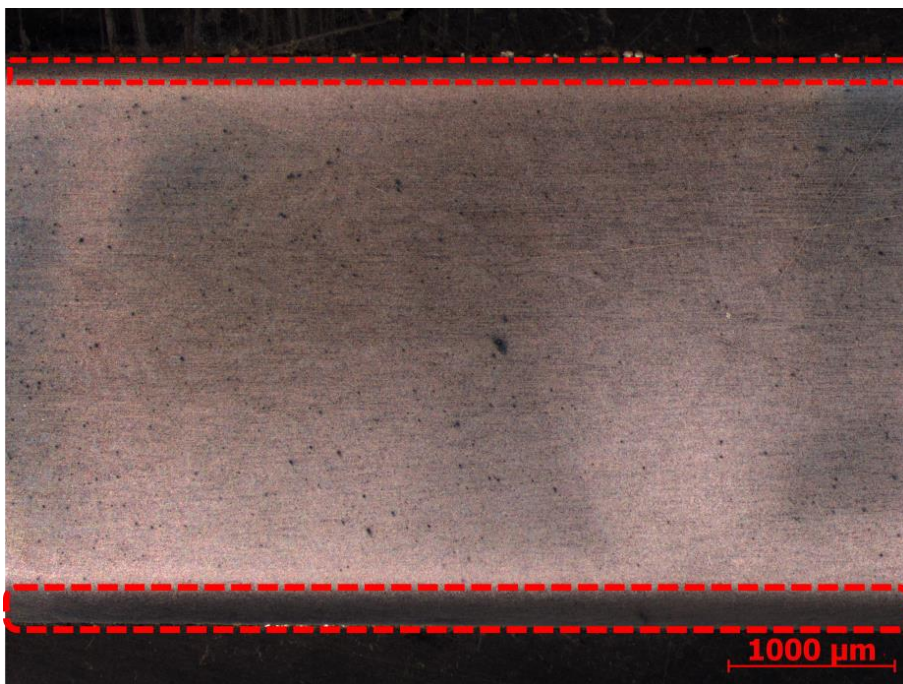
O- V Cementovaná vrstva - roh (vzorek 11, leptáno 3% Nital, zvětšeno 25x)



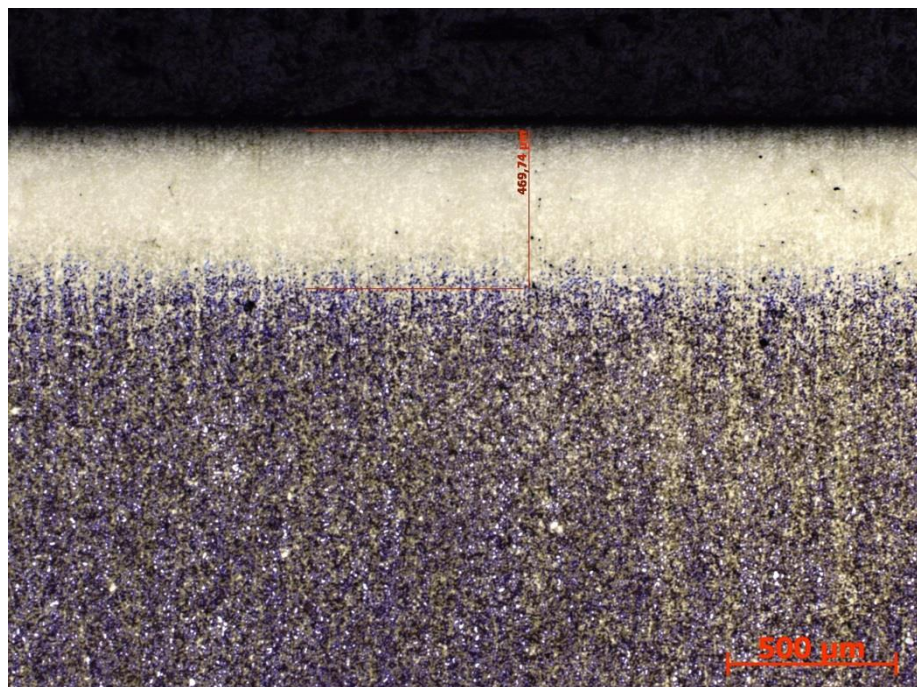
O- VI Rovnoměrná vrstva vnitřní plochy otvoru 25 mm od kraje (vzorek 02B, zvětšeno 25x, leptáno 3% Nital)



O- I Rovnoměrná vrstva vnitřní plochy otvoru 25 mm od kraje (vzorek 03B, zvětšeno 25x, leptáno 5% Nital)



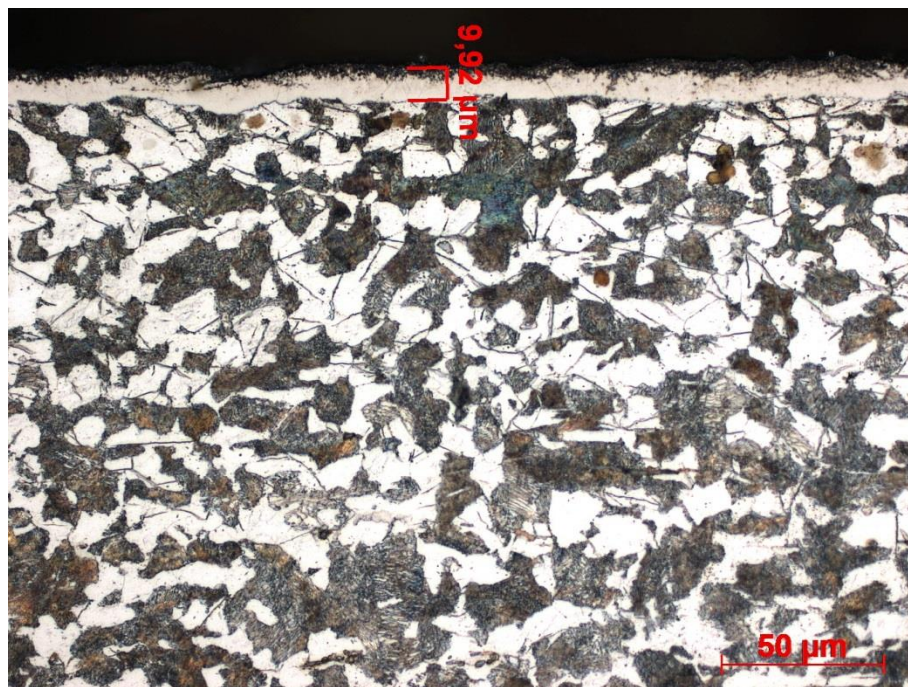
O- VIII Porovnání hloubky vrstvy u vnitřní a vnější plochy vzorku s otvorem 25 mm od kraje (vzorek 01B, zvětšeno 11x, leptáno 5% Nital)



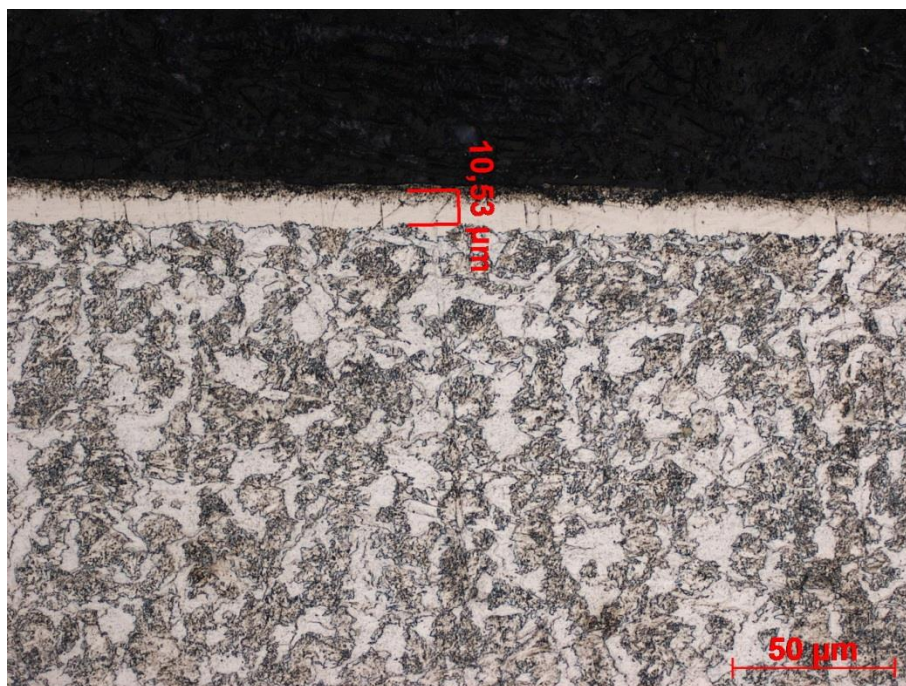
O – IX Metalografické hodnocení tloušťky vrstvy (vzorek 26, zvětšeno 25x, leptáno 3% Nital)



O-X Proces nitridace II – vzorek 51 ocel 31CrMoV9 - rovnoměrná nitridovaná vrstva (zvětšeno 25x leptáno 3% Nital)



O – XI - Rovnoměrná vrstva vnitřní plochy otvoru 25 mm od kraje (vzorek 06B, zvětšeno 25x, leptáno 3% Nital)



O – XII Proces nitridace II – vzorek 67 ocel C45 – nitridovaná vrstva metalografické hodnocení přítomnosti sloučeninové vrstvy (zvětšeno 500x, leptáno 3% Nital)