## ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI FAKULTA STROJNÍ

Studijní program:N2301Studijní obor:3911T016

N2301 Strojní inženýrství 3911T016 Materiálové inženýrství a strojírenská metalurgie

# DIPLOMOVÁ PRÁCE

Srovnání způsobů cementace používaných v praxi

Autor:Bc. Tomáš JIRKAVedoucí práce:Doc. Dr. Ing. Antonín KŘÍŽ

Akademický rok 2014/2015

### Prohlášení o autorství

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

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

V Plzni dne: .....

podpis autora

## ANOTAČNÍ LIST DIPLOMOVÉ PRÁCE

AUTOR	Příjmení Jirka	a Jméno Tomáš			
STUDIJNÍ OBOR	3911T016 "Material	ové inženýrs	rství a strojírenská metalurgie"		
VEDOUCÍ PRÁCE	Příjmení (včetně titulů) Jméno Doc. Dr. Ing. Kříž Antonín			Jméno Antonín	
PRACOVIŠTĚ	ZČU - FST - KMM				
DRUH PRÁCE	DIPLOMOVÁ	BAKALÁŘSKÁ		Nehodící se škrtněte	
NÁZEV PRÁCE	Srovnání způsobů cementace používaných v prax		ch v praxi		

### POČET STRAN (A4 a ekvivalentů A4)

CELKEM	76		TEXTOVÁ ČÁST	56		GRAFICKÁ ČÁST	20
--------	----	--	--------------	----	--	------------------	----

STRUČNÝ POPIS	Diplomová práce se zabývá srovnáním tří typů cementace (cementace v práškovém granulátu, v plynu a vakuová cementace) na základě rozborů mikrostruktury, deformací, zbytkového napětí a otěruvzdornosti.
KLÍČOVÁ SLOVA	cementace, vakuová cementace, cementace v plynu, uhlíkový potenciál, aktivita uhlíku, deformace, zbytkové napětí, otěruvzdornost, zbytkový austenit, martenzit, bainit, tvrdost

## SUMMARY OF DIPLOMA (BACHELOR) SHEET

AUTHOR	Surname Jirka		Name Tomáš		
FIELD OF STUDY	3911T016 "Materials	Engineerin	ing and Engineering Metallurgy"		
SUPERVISOR	Surname (Inclusive of Degrees)NameDoc. Dr. Ing. KřížAntonín			Name ntonín	
NSTITUTION	ZČU - FST - KMM				
TYPE OF WORK	DIPLOMA	BACHELOR		Delete when not applicable	
TITLE OF THE WORK	Comparison of carburizing types used in praxis			n praxis	

FACULTYMechanical EngineeringDEPARTMENT	KMM	SUBMITTED IN	2015
--	-----	-----------------	------

### NUMBER OF PAGES (A4 and eq. A4)

TOTALLY 76	TEXT PART	56	GRAPHICAL PART	20
------------	-----------	----	-------------------	----

BRIEF DESCRIPTION	This diploma thesis dissert of comparison of three types of carburizing (pack carburizing, gas carburizing and low pressure carburizing) on basis of microstructure analyzis, distortion, residual stress and abrasion rezistence.
KEY WORDS	carburizing, low pressure carburizing, gas carburizing, carbon potential, carbon aktivity, distortion, ressidual stress, abrasion rezistence, retained austenit, martenzit, bainit, hardness

### Poděkování

Na tomto místě bych rád poděkoval konzultantovi mé diplomové práce Ing. Jiřímu Hájkovi Ph.D. za odborné vedení mé diplomové práce a za čas, který mi věnoval.

Dále bych rád poděkoval vedoucímu mé diplomové práce Doc. Dr. Ing. Antonínu Křížovi za cenné rady ohledně formálního zpracování práce.

Mé další poděkování patří Ing. Milanu Vnoučkovi Ph.D. za měření tvrdosti a chemického složení, Ing. Davidu Kovaříkovi Ph.D. za analýzu zbytkového napětí a Ing. Janu Hrbáčkovi za poskytnutí dat k vakuové cementaci.

Tato práce byla vypracována v rámci studentského grantu Analýza povrchů konstrukčních celků a nástrojů metodou integrity povrchu a dopady na užitné vlastnosti r. č. SGS-2015-016.

## Obsah

Pì	fehled	použ	titých zkratek a symbolů	1			
1	Úvod2						
2	Ob	Obecný úvod do chemicko-tepelného zpracování3					
3	Zpi	ůsoby	y cementace	4			
	3.1	Cen	nentace v práškovém granulátu	4			
	3.2	Cen	nentace v kapalném prostředí	5			
	3.2	.1	Nízkoteplotní kyanidové lázně	6			
	3.2	.2	Vysokoteplotní kyanidové lázně	6			
	3.2	.3	Bezkyanidové lázně	7			
	3.3	Cen	nentace v plynném prostředí	8			
	3.3	.1	Cementace v endoatmosféře	8			
	3.3	.2	Cementace ve směsi dusíku a methanolu	9			
	3.3	.3	Cementace v atmosféře tvořené 50 % CO a 50 % H <sub>2</sub>	. 10			
	3.3	.4	Cementace typu MONOCARB	. 10			
	3.4	Vak	cuová cementace	. 11			
	3.5	Cen	nentace v plazmě	. 14			
4	Teo	oretic	cký rozbor pochodů při cementaci	. 15			
	4.1	Přes	stup uhlíku z prostředí do oceli	. 15			
	4.1	.1	Koeficient přestupu uhlíku β	. 16			
	4.1	.2	První Fickův zákon	. 17			
	4.1	.3	Druhý Fickův zákon	. 17			
	4.1	.4	Difuzní koeficient uhlíku D	. 17			
	4.1	.5	Uhlíkový potenciál atmosféry	. 20			
	4.2	Тер	elné zpracování po nauhličení	. 20			
	4.2	.1	Způsoby kalení po cementaci	. 21			
	4.2	.2	Popuštění po kalení	. 21			
	4.3	Def	ormace a zbytková napětí po cementaci	. 22			
	4.3	.1	Vznik tepelných a strukturních napětí	. 22			
	4.3	.2	Vliv výchozího stavu struktury	. 24			
	4.3	.3	Vliv parametrů kalení	. 24			
	4.3	.4	Ostatní vlivy	. 26			
5	Pop	ois ex	xperimentálního materiálu	. 27			
	5.1	Oce	el ČSN 12 020	. 27			

K	ated	ra n	nater	Talu a strojirenske metalurgie Bc. 1 of	mas Jirka
	5.2	, ,	Oce	el ČSN 14 220	
	5.3		Oce	el ČSN 16 420	
6	]	Exp	erim	nentální program	
	6.1		Ana	alýza vstupního materiálu	
	6	5.1.	1	Ocel C15 (ČSN 12 020)	
	6	5.1.2	2	Ocel 16MnCr5 (ČSN 14 220)	
	6	5.1.	3	Ocel 15NiCr13 (16420)	
	6.2 v p	lyn	Cen u, ce	nentace v různých prostředích: cementace v práškovém granulátu, ce ementace v tzv. ve "vakuu"	ementace
	6	5.2.	1	Cementace v práškovém granulátu	
	(	5.2.2	2	Cementace v plynu	
	(	5.2.	3	Cementace ve vakuu	
	6.3		Stat	tistické vyhodnocení deformace vzorků	
	6	5.3.	1	Úprava vzorků	
	(	5.3.2	2	Metodika měření	
	6	5.3.	3	Výsledky měření	
	6.4		Kon	ntrola mikrostruktury, průběh obsahu uhlíku, vyhodnocení tloušťky vrstvy	y 46
	6.4.1		1	Cementace v práškovém granulátu	
	6	6.4.2		Cementace v plynu	
	(	6.4.3		Vakuová cementace	
	6.5		Ana	alýza zbytkového napětí ve vrstvě	
	6.6	)	Zko	ouška otěruvzdornosti metodou "Pin On Disk"	61
7	]	Disł	cuze	e výsledků	
	7.1		Vstı	upní materiál	
	7.2	,	Stru	ıktura, obsah uhlíku, tvrdost a tloušťka vrstvy	
		7.2.	1	Cementace v práškovém granulátu	
	-	7.2.2	2	Cementace v plynu	
	-	7.2.	3	Cementace ve vakuu	
	7.3		Def	ormace a zbytkové napětí	
	-	7.3.	1	Deformace	
	-	7.3.2	2	Zbytková napětí	
	7.4		Otě	ruvzdornost	
8		Záv	ěr		
9	]	Pou	žitá	literatura	
1(	) 5	Sezi	nam	obrázků	

Západočeská univerzita v Plzni. Fakulta strojní.	Diplomová práce, akad. rok 2014/15
Katedra materiálu a strojírenské metalurgie	Bc. Tomáš Jirka
11 Seznam tabulek	

## Přehled použitých zkratek a symbolů

A3	teplota austenitizace [K]
Aı	eutektoidní teplota [K]
HV	tvrdost dle Vickerse
GD-OES	optická emisní spektroskopie s doutnavým výbojem
β	koeficient přestupu uhlíku [ms <sup>-1</sup> ]
D	difuzní koeficient [cm <sup>2</sup> /s]
$a_c^g$	aktivita uhlíku v atmosféře
$a_c^s$	aktivita uhlíku v povrchu
M <sub>NEPOPUŠŤENÝ</sub>	nepuštěný martenzit
M <sub>popušťený</sub>	popuštěný martenzit
В	bainit
Р	pertlit
F	F
Α	A
$C_P$	uhlíkový potenciál
$\Delta z$	změna vzdálenosti díry od kraje vzorku
Δd	změna průměru díry ve vzorku
ΔD	změna vnějšího průměru vzorku
σι	zbytkové napětí ve směru broušení
στ	zbytkové napětí kolmo na směr broušení
CHD	tloušťka cementované vrstvy (Case Hardening Depth)

## 1 Úvod

Cementace je důležité chemicko-tepelné zpracování, které se používá ke zvýšení tvrdosti, otěruvzdornosti a odolnosti vůči únavě ocelí. Z mnoha technologií, jejichž účelem je zlepšení vlastností povrchu, je cementace stále jedna z nejpopulárnějších. Je tomu tak proto, že k ní dochází při vysokých teplotách, což umožňuje dosáhnout vrstvy kýžených vlastností v relativně krátkém čase, a je tak technologií produktivní a mnohdy ekonomicky výhodnou.

Kromě svých nesporných výhod s sebou ale cementace nese i řadu obtížností, které je třeba zvládnout. Největší z nich jsou patrně tvarové a rozměrové změny součástí neboli deformace. Proto, aby cementace zůstala technologií produktivní a ekonomicky výhodnou, je naprosto zásadní, aby byly deformace s ní spojené minimalizovány. Zdrojem deformací po cementaci jsou především nehomogenity všeho druhu, ať již jde o nehomogenitu struktury výchozího materiálu, nehomogenní teplotní pole při ohřevu či ochlazování, či konstrukční tvary součásti, které jsou určeny účelem použití.

Teoretická část této práce má za úkol zmapovat způsoby cementace, které se využívají v praxi a dále teoreticky popsat procesy, ke kterým při cementaci dochází.

Experimentální část této práce si klade za cíl porovnat tři typy cementace na základě deformací, zbytkových napětí, mikrostruktury a tvrdosti, což jsou nejdůležitější parametry, podle kterých se hodnotí kvalita výsledné vrstvy.

Za tímto účelem byly vybrány tři typy cementace. První z nich je cementace v práškovém granulátu. Tento typ je dnes opomíjen s ohledem na svou nízkou produktivitu v jiných typech výroby než kusových. Silnou stránkou tohoto typu je především nízká cena. Druhým typem je cementace v plynu. Jedná se dnes o nejrozšířenější typ cementace, který představuje kompromis mezi produktivitou a cenou. Třetím typem je cementace tzv. ve vakuu. Jedná se velmi produktivní a ekologickou technologii, která s sebou nese vyšší provozní náklady. Pro své vyšší náklady se uplatňuje především ve výrobách hromadných až sériových.

Jako experimentální materiál byly vybrány tři typy ocelí, které jsou k cementaci typicky používány. Jedná se o nelegovanou ocel ČSN 12 020, nízkolegovanou ČSN14 220 a středně legovanou ČSN 16 420.

### 2 Obecný úvod do chemicko-tepelného zpracování

Chemicko-tepelným zpracováním se rozumí technologie difuzního sycení povrchu součásti určitým prvkem za zvýšené teploty za účelem dosažení rozdílného chemického složení a tím i rozdílných mechanických a fyzikálních vlastností povrchu a jádra. Cílem chemicko-tepelného zpracování je nejčastěji zvýšit tvrdost, otěruvzdornost, nebo odolnost vůči únavě. Těchto vlastností je dosaženo buď bezprostředně po nasycení povrchu a ochlazení, nebo po nasycení povrchu následuje tepelné zpracování - nejčastěji kalení a popouštění.

Mezi chemicko-tepelná zpracování patří procesy sycení povrchu oceli prvky, které se železem tvoří:

- 1. **intersticiální** tuhé roztoky: cementace, nitridace, nitrocementace, karbonitridace a boridování.
- 2. substituční tuhé roztoky: chromování, zinkování a hliníkování apod.

Nejčastěji je v praxi využívána cementace, nitridace, a jejich kombinace. Zdrojem prvku, kterým má být sycena povrchová vrstva základního materiálu, může být pevná látka, kapalina nebo plyn [1, 2].

Samotný proces chemicko-tepelného zpracování lze rozdělit na tří základní děje, které jsou vzájemně podmíněné.

- 1. **Disociace** je rozpad molekul látky, která obklopuje zpracovávaný materiálu. Disociace probíhá za zvýšené teploty a při kontaktu s povrchem. Takto vznikají tzv. aktivní atomy, kterými je obohacován povrch materiálu [1, 2].
- 2. Ve fázi **adsorbce** přijímá povrch materiálu aktivní atomy. Při adsorbci se uplatňují buď van der Waalsovy síly mezi molekulami prostředí a povrchem, nebo chemisorbce. Při chemisorbci jsou aktivní atomy přitahovány k povrchu meziatomovými silami [2].
- 3. Nejdůležitější fází chemicko-tepelného zpracování je **difuze**. Difuze je pohyb atomů krystalickou mříží materiálu ve směru koncentračního gradientu. Rychlost difuze závisí především na teplotě [2].

#### 3 **Způsoby cementace**

Cementace je difuzní sycení povrchu oceli uhlíkem, po kterém následuje kalení a popouštění při nízké teplotě. K cementaci se obvykle používají oceli s obsahem uhlíku 0,1 % až 0,25 % [2]. Povrchová vrstva oceli po cementaci může mít poduetektoidní i nadeutektoidní složení, obvykle je obsah uhlíku v povrchové vrstvě 0,7 až 0,9 % [4]. Nauhličování povrchu probíhá v oblasti austenitu nad teplotou Ac3. Po zakalení a popuštění dosahuje vrstva vysokou tvrdost a otěruvzdornost při zachování houževnatého jádra. Během kalení dochází při martenzitické přeměně ke značným objemovým deformacím. Protože martenzit není díky rozdílu v chemickém složení povrchu a jádra zastoupen v celém průřezu stejně, zůstávají po cementaci v povrchu zbytková napětí tlakového charakteru. Díky tomu má povrch zvýšenou odolnost vůči únavovému namáhání [4]. Nauhličujícím prostředí je buď pevná látka, kapalina anebo plyn. Prostředí, ve kterém nauhličování povrchu probíhá, je hlavním kritériem při jejím dělení.

### 3.1 Cementace v práškovém granulátu

Cementace v pevném prostředí (také cementace v prášku event. v sypkém prostředí) je nejstarší metodou cementace. Povrch součástí, které mají být cementovány, musí být zbaven mastnoty, nečistot a musí být suchý. Poté se součást vloží do schránky s cementační hmotou. Tou je nejčastěji dřevěné uhlí o velikosti zrna 3,5 až 10 mm [2] s přísadou koksu [1]. Dřevěné uhlí uvolňuje uhlík snáze než koks, ale koks má příznivější tepelnou vodivost. Do cementační hmoty se přidávají jako aktivátory uhličitany např. uhličitan barnatý (BaCO<sub>3</sub>), uhličitan vápenatý (NaCO<sub>3</sub>), uhličitan draselný (K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>) nebo uhličitan sodný (Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>). Schránka, ve které probíhá cementace, je obvykle vyrobena z nízkouhlíkové oceli, z oceli povrchově hliníkované nebo z nikl-chromové žáruvzdorné oceli [5].

Proces nauhličování začíná ohřevem schránky na cementační teplotu. Cementační teplota je obvykle 880 až 920 °C, vždy je však volena tak, aby byla vyšší než teplota Ac3. Některé prameny uvádějí používání cementačních teplot až 1040 °C [5]. Nižší teploty nauhličování se volí u velmi drobných součástí, kde by došlo k nauhličení příliš tlusté vrstvy vzhledem k průřezu součásti. Za cementační teploty dochází k reakci kyslíku obsaženého v atmosféře s uhlíkem z cementační směsi, kterou atmosféra obklopuje. Dochází tak ke vzniku oxidu uhelnatého podle rovnice:

$$O_2 + 2C \rightarrow 2CO$$
 Rov. 3.1-1

Oxid uhelnatý se dále rozkládá na povrchu cementovaného tělesa na oxid uhličitý a uhlík podle rovnice:

$$2CO \rightarrow C + CO_2 \qquad Rov. 3.1-2$$

Uhlík je adsorbován povrchem a vznikající oxid uhličitý reaguje s dřevěným uhlím za vzniku oxidu uhelnatého.

$$CO_2 + C \rightarrow 2CO$$
 Rov. 3.1-3

Zároveň se vlivem cementační teploty rozkládá aktivátor uhličitan barnatý na oxid barnatý a oxid uhličitý podle rovnice:

#### $BaCO_2 \leftrightarrow BaO + CO_2$

Rov. 3.1-4

Takto vzniklý oxid uhličitý reaguje s dřevěným uhelnatý, který se podílí uhlím na oxid na nauhličování dle rovnice (Rov. 3.1-2). Bez oxidu uhličitého vzniklého rozkladem aktivátoru by došlo ke značnému zpomalení nauhličování kvůli úbytku kyslíku, jehož množství je v atmosféře uzavřené uvnitř cementačního boxu limitované. Reakce (Rov. 3.1-4) může probíhat jak zleva doprava, tak obráceným směrem, což znamená, že buď zvyšuje obsah oxidu uhličitého v atmosféře uvnitř cementační schránky, nebo ho naopak snižuje. Funkcí aktivátoru je tedy udržovat v atmosféře stálý poměr CO2:CO. Při přebytku oxidu uhelnatého na úkor oxidu uhličitého probíhá nauhličení, při obráceném poměru oduhličení [2].

Tloušťka nauhličené vrstvy závisí obecně u všech druhů cementace na uhlíkovém potenciálu prostředí, cementační teplotě, na čase cementace a na chemickém složení oceli. Hloubku nauhličené vrstvy u cementace v pevném prostředí není možné řídit snižováním nebo zvyšováním uhlíkového



*Obr. 3.1-1 Rychlost nauhličení v tuhém prostředí při různých teplotách [2]* 

potenciálu, protože schránka s cementační směsí a cementovanou součástí je uzavřeným systémem, do kterého není možné v průběhu cementace vstupovat. Tloušťka vrstvy po cementaci v pevném prostředí bývá nerovnoměrná. Běžně je tolerovaná úchylka tloušťky vrstvy  $\pm 0.25$  mm až  $\pm 0.8$  mm (pro velké tloušťky vrstvy). Obecně platí, že menší nerovnoměrnosti se dá dosáhnout při nižších cementačních teplotách [5]. Hloubka cementované vrstvy se řídí především vlastní úpravou doby cementace. Ta se upravuje v průběhu cementace na základě vyhodnocení kontrolních vzorků, které jsou do schránky vloženy spolu s cementovanou součástí [1,2].

#### 3.2 Cementace v kapalném prostředí

Nauhličování při cementaci v kapalném prostředí (cementace v solných lázních) probíhá v roztavených solích při teplotě nad  $A_{c1}$ . Po nauhličení často následuje kalení přímo z teploty solné lázně. Kvalita cementované vrstvy je srovnatelná s cementací v plynu, ale díky vysokému koeficientu přestupu tepla je celý proces nauhličování rychlejší [5]. Cementace v lázních se obvykle používá při teplotách od 815 do 900 °C. Povrch lázně je obvykle pokryt grafitem nebo drceným uhlím, čímž se snižují ztráty tepla sáláním a zamezuje se procesu nadměrného rozkladu kyanidů.

Cementační lázeň se skládá z chloridu sodného (NaCl), draselného (KCl), barnatého (BaCl), případně uhličitanu draselného (K2CO3). Cementační lázně a potažmo i cementace v kapalném prostředí se dělí podle nositele aktivního uhlíku. Požívají-li se jako nositelé aktivního uhlíku kyanidy (kyanid sodný NaCN nebo kyanid draselný – KCN) mluvíme o tzv. lázních kyanidových. Nositelem aktivního uhlíku může být také uhličitan sodný Na2CO3 a SiC. Potom se jedná o lázně bezkyanidové [1]. Kyanidové lázně jsou rozdělovány na nízkoteplotní a vysokoteplotní [6].

#### 3.2.1 Nízkoteplotní kyanidové lázně

Pracovní teplota nízkoteplotních kyanidových lázní se pohybuje mezi 845 až 900 °C. Tato oblast může být však někdy k uplatnění některých speciálních vlastností a na rozsah teplot 790 až 925 °C. Nízkoteplotní kyanidové lázně jsou využívány k dosažení tenkých cementačních vrstev. Nízkoteplotní kyanidové lázně jsou obvykle pokrývány grafitem. Je-li grafitová vrstva na hladině lázně příliš tenká, může dojít k vyššímu obsahu dusíku v cementované vrstvě. Hloubka nauhličované vrstvy dosažená těmito lázněmi je 0,13 až 0,25 mm a obsahuje určitý obsah dusíku [5]. Typický obsah složek v těchto lázních je uveden v Tab. 3.2-1. V nízkoteplotních kyanidových lázních probíhají především tyto reakce [5]:

$$2NaCN \leftrightarrow Na_2CN_2 + C$$
 Rov. 3.2-1

$$2NaCN + CO_2 \leftrightarrow NaNCO + CO$$
 Rov. 3.2-2

$$2CO \rightarrow CO_2 + C \qquad Rov. 3.2-3$$

Nauhličování povrchu je zajištěno uhlíkem, který je produktem rozkladu oxidu uhelnatého nebo kyanidu draselného.

#### 3.2.2 Vysokoteplotní kyanidové lázně

Tyto lázně mají pracovní teplotu mezi 900 a 955 °C. Při nižších teplotách klesá nauhličující schopnost lázně a při teplotách vyšších než 955 °C dochází k zrychlené degradaci lázně. Vysokoteplotními kyanidovými lázněmi se běžně dosahuje cementačních vrstev 0,5 až 3 mm tlustých. Teoreticky v nich je ale možné docílit i tlustších vrstev. V cementované vrstvě v těchto lázních převládá nauhličení, přesto vrstva obsahuje určité malý obsah dusíku, který se podílí na zvýšení tvrdosti povrchu. Vysokoteplotní kyanidové lázně obsahují menší obsah kyanidů než lázně nízkoteplotní [5]. Typický obsah složek v těchto lázních je v Tab. 3.2-1.

Ve vysokoteplotních kyanidových lázních je zásadní tato nauhličující reakce [5]:

$$Ba(CN)_2 + Fe \rightarrow BaCN_2 + C$$
 Rov. 3.2-4

V praxi se často používá kombinace vysokoteplotní a nízkoteplotní kyanidové lázně a to tak, že se součást nejprve nechá cementovat ve vysokoteplotní lázni a poté v nízkoteplotní. Následně dojde ke kalení přímo z teploty nízkoteplotní lázně, což má několik výhod. Dochází tak efektivněji k maximálnímu požadovanému nauhličení a kalení z nižší teploty vyvolává nižší zbytkové napětí v součásti a snižuje obsah zbytkového austenitu [5].

	Zastoupení složky v lázni [%]				
Složka	Nízkoteplotní kyanidové lázně 845 – 900 °C	Vysokoteplotní kyanidové lázně 900 - 955 °C			
NaCN	10 - 23	6 - 16			
BaCl <sub>2</sub>	-	30 - 55			
Soli dalších alkalických kovů	0 - 10	0 - 10			
KCl	0 - 25	0 - 20			
NaCl	30 max.	30 max.			
Katalyzátory (MnO <sub>2</sub> , NaF, B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> atd.)	0 - 5	0 - 2			
NaCN	1 max.	0.5 max.			

Tab. 3.2-1 Obvyklý obsah jednotlivých složek v kyanidových lázních [5]

#### 3.2.3 Bezkyanidové lázně

Jako zdroj aktivního uhlíku může v bezkyanidových lázních sloužit uhličitan vápenatý Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> a karbid křemíku SiC [1]. Některé prameny [5, 7] uvádí jako zdroj uhlíku jemný grafitový prach, který je rozmisťován v lázni mechanickým vířením (např. pomocí vrtulí), případně probubláváním lázně oxidem uhelnatým [7]. Teploty, při kterých se používají bezkyanidové lázně, jsou vyšší než pracovní teploty kyanidových lázní. Pohybují se od 900

do 955 °C. Teploty pod 870 °C nejsou doporučovány, může docházet dokonce k oduhličování. Při teplotách nad 955 °C dochází k rychlejšímu nauhličování může docházet k napěňování lázně [5].

Do teploty 870 °C je nauhličující schopnost bezkyanidových lázní velmi malá. Do této teploty může docházet dokonce k oduhličení. Při teplotách vyšších než 955 °C dochází k napěňování lázně. Nevýhodou bezkyanidových lázní oproti kyaniodvým je užší oblast pracovních teplot. Oproti kyanidovým mají ale tu výhodu, že nejsou toxické.

Cementování v solných lázních je vhodné pro drobné a středně velké součásti, zvláště pokud není vyžadována silná cementační vrstva [1]. Nauhličená vrstva je velmi rovnoměrná. Povrch cementovaných vrstev musí být dokonale čistý. Ochrana proti nauhličení je u cementace v solných lázních velmi problematická a často málo



*Obr. 3.2-1 Hloubka nauhličené vrstvy v závislosti na době cementace, nízkouhlíková ocel, teplota cem. 955 °C, cem. v bezkyanidové lázni [5]* 

účinná. Nevýhoda cementování v solných roztocích jsou prudce toxické kyanidy. Z tohoto důvodu je třeba dodržovat přísné bezpečnostní limity při práci se solemi [5].

### **3.3** Cementace v plynném prostředí

Cementace v plynu je nejrozšířenější metodou cementace [3]. Cementace v plynu probíhá v teplotách od 850 °C výše [5]. Jedná se o technologicky výhodný a produktivní způsob cementování. Atmosféra, ve které probíhá cementace, je vyráběna v pecním prostoru nebo v endogenerátorech [1]. Bezgenerátorové atmosféry dnes již prakticky vytlačily atmosféry generátorové, k jejichž výrobě je nutné dodatečné příslušenství – generátor. Jako zdroj k výrobě cementační atmosféry slouží buď kapalné (metanol, isopropanol) nebo plynné (methan, propan) uhlovodíky. Účinnost procesu nauhličování je obecně zvyšována vyššími teplotami cementace. Při tom dochází k strmému gradientu obsahu uhlíku na povrchu součásti. Aby nedošlo k překročení meze rozpustnosti uhlíku v austenitu a tím k vyloučení nadeutektických karbidů po hranicích zrn, bývá někdy za fázi sytící zařazena fáze difuzní. Během difuzní fáze se gradient obsahu uhlíku směrem od povrchu do jádra součásti zrovnoměrní na úkor obsahu uhlíku na povrchu [2].

#### 3.3.1 Cementace v endoatmosféře

Cementace v endoatmosféře je základním typem cementace v plynu. Cementační atmosféra tzv. endoatmosféra je směsí plynů CO, CO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>O, CH<sub>4</sub>, N<sub>2</sub> a O<sub>2</sub>. Endoatmosféra vzniká v endogenerátorech mísením methanu, propanu nebo jejich směsi (zemní plyn) se vzduchem. Aby se reakce urychlila, prochází směs plynů přes katalyzátor na bázi NiAl. Poté je endoatmosféra zchlazena, aby se stabilizovalo chemické složení [8]. Po té je endoatmosféra vháněna do cementační pece s mírným přetlakem oproti atmosférickému plynu, aby se zamezilo vniknutí vzduchu do pece [1, 3]. Přibližné chemické složení endoatmosféry je uvedeno v tab. 3.3-1.

Tab. 3.3-1	Obvyklé	složení	endoatmosféry	[3]
------------	---------	---------	---------------	-----

Složka	$N_2$	$H_2$	CO	$CO_2$	$CH_4$	$H_2O$	$O_2$
Zastoupení složky v endoatmosféře [%]	40	40	20	0,3	0,5	0,8	stopové mn.

V endoatmosféře může zároveň probíhat až 180 různých reakcí. Nejdůležitější nauhličovací rekce jsou tyto [8]:

$$2CO \rightarrow C + CO_2 \qquad \qquad Rov. \ 3.3-1$$

$$CH_4 \rightarrow C + 2H_2$$
 Rov. 3.3-2

$$CO + H_2 \leftrightarrow C + H_2O$$
 Rov. 3.3-3

Cementování pouze v endoatmosféře je jen málo efektivní a vyžaduje relativně velké průtoky plynu. Z tohoto důvodu se endoatmosfřa obohacuje dalšími uhlovodíky [8]. Endoatmosféra pak plní funkci nosného plynu, jehož uhlíkový potenciál je zvyšován přidáváním methanu nebo propanu. Tento způsob cementace v plynu se někdy nazývá cementace v generátorové atmosféře [1]. Produkty Rov. 3.3-1 a Rov. 3.3-2 – CO<sub>2</sub> a H<sub>2</sub>O snižují uhlíkový potenciál a tím nauhličující schopnost endoatmosféry. Přivedené uhlovodíky s těmito produkty reagují a snižují tak jejich obsah v peci. Produktem reakce uhlovodíků s CO<sub>2</sub> a H<sub>2</sub>O je CO, který uhlíkový potenciál zvyšuje (viz Rov. 3.3-4 a Rov. 3.3-5) [8].

 $CH_4 + CO_2 \leftrightarrow 2CO + 2H_2$ Rov. 3.3-4

$$CH_4 + H_2 O \leftrightarrow CO + 3H_2$$
 Rov. 3.3-5

O tom, jak bude povrch nauhličen, rozhoduje teplota, složení oceli, pohyb atmosféry v peci a uhlíkový potenciál atmosféry. Uhlíkový potenciál C<sub>p</sub> je definován jako obsah uhlíku v austenitu, který je v termodynamické rovnováze s nauhličující schopností atmosféry [1].

Efektivita cementace je kontrolována poměrem CO/CO2 a H2/H2O tedy mezi reaktanty a produkty rovnice vodního plynu (Rov. 3.3-6) [8].

$$CO + H_2O \leftrightarrow CO_2 + H_2$$
 Rov. 3.3-6

#### Cementace ve směsi dusíku a methanolu 3.3.2

Hlavní výhoda cementace v těchto atmosférách spočívá v tom, že k výrobě cementačního plynu není potřeba složitého a nákladného endogenrátoru. Jedná se o metodu in situ. Cementační atmosféra je připravena přímo v peci. Princip přípravy je takový, že se do pece přivede směs dusíku a methanolu, kde se vytvoří atmosféra složená z CO, CO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>O, H<sub>2</sub> a N<sub>2</sub> [9], což popisuje rovnice 2.3-7 [5]:

$$CH_3OH + 1,89N_2 \rightarrow CO + 2H_2 + 1,89N_2 + CH_4 + 2,39(Vzduch: O_2 + N_2)$$
  
$$\rightarrow CO + 2H_2 + 1,89N_2$$
  
Rov. 3.3-7

Poměr dusíku k methanolu je obvykle volen tak, aby aby poměr dusíku ke kyslíku byl stejný jako ve vzduchu. Ke zplynování methanolu je zapotřebí relativně velké množství tepla a rovněž rozklad methanolu na CO a H<sub>2</sub> je reakce silně endotermická. To je důvod, proč se tento typ cementace provádí při vyšších teplotách. K dokonalému rozložení methanolu dle Rov. 3.3-8 dochází jen při teplotách nad 700 až 800 °C. Dojde-li k rozkladu methanolu při nižších teplotách je výsledný plyn tvořen ještě dalšími složkami (viz Obr. 3.3-1). Z jednoho litru methanolu vznikne ca 1,7 m<sup>3</sup> plynu [18].

$$CO + H_2O \leftrightarrow CO_2 + H_2$$
 Rov. 3.3-8

Jiného složení je možné docílit změnou poměru mezi dusíkem a methanolem. Výhodou oproti edoatmosféře je, že lze regulovat průtoky obou plynů a tak může být nastaveno ideální složení atmosféry. Velkého průtoku plynů se používá na začátku cyklu nebo po otevření dveří, když je pec kontaminována vzduchem. Čím vyšší je v této fázi procesu cementace průtok plynů, tím rychleji bude v peci nastaveno správné složení atmosféry. Velkého průtoku se také používá u vsázky s velkým měrným povrchem a také na začátku cementace, kdy nauhličování povrchu probíhá rychleji. Malých průtoků plynů se používá, když je pec prázdná nebo na konci cementačního cyklu, případně při malém měrném povrchu vsázky. V současnosti se používají pece vybaveny ventily, umožňujícími jak manuální, tak automatické plynulé ovládání průtoku plynů [18].



*Obr. 3.3-1 Výsledné složení plynu vzniklého rozkladem methanolu (40 % dusíku, 60 % methanolu ) [18]* 

#### 3.3.3 Cementace v atmosféře tvořené 50 % CO a 50 % H<sub>2</sub>

Nejrychlejší přestup uhlíku je zajištěn, jestliže je atmosféra tvořená 50 % CO a 50 % H<sub>2</sub>. Takovou atmosféru je možné vyrobit oxidací uhlovodíku, po které vzniknou produkty CO a H<sub>2</sub> v poměru 1:1. Takovou reakcí je např. oxidace methanu oxidem uhličitým [18]:

$$CH_4 + CO_2 \rightarrow 2CO + 2H_2 \qquad \qquad Rov. \ 3.3-9$$

Tato reakce je silně endotermická a výroba takovéto atmosféry je energeticky náročnější a tedy i dražší než výroba endoatmosféry a atmosféry z dusíku a methanolu. Její použití je odůvodnitelné pouze tehdy, pokud přinese výraznou úsporu z hlediska produktivity nebo kvality. Úspora se u této technologie cementace projevuje zejména při cementaci vrstev menších tlouštěk u menších součástí nebo tenkých plechů. Další výhodou atmosféry, která obsahuje hlavně CO, H<sub>2</sub> a pouze stopové množství dalších složek jako CO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>O a CH<sub>4</sub>, je efektivnější přenos tepla [18].

#### 3.3.4 Cementace typu MONOCARB

Jde o cementaci v plynotěsných šachtových elektrických pecích, do kterých je za pomoci čerpadel vháněna kapalina (např. směs terpentinu, acetonu a ethylalkoholu nebo směs petroleje a ethylalkoholu) [1], [2]. Vznikající cementační atmosféra je cirkulována v pecním prostoru. Odpadní plyny odcházejí trubkou ve víku pece a jsou spalovány [2]. Složení atmosféry se je patrné z tabulky 3.3-2.

Tab. 3.3-2 Složení cementační atmosféry v pecí typu MONOCARB [1]

Složka	CO <sub>2</sub>	СО	$H_2$	$CH_4$	$N_2$
Zastoupení složky v atmosféře [%]	0,1	25 až 30	60 až 65	2 až 5	6

### 3.4 Vakuová cementace

Vakuová cementace (také LPC – low pressure carburizing) je nerovnovážný proces nauhličení při velmi nízkém tlaku za působení parciálního tlaku plynných uhlovodíků, ve kterém se střídají časové úseky svcení a úseky difuzní. Oproti cementaci v plynu má cementace ve vakuu výhodu v přesnější kontrole nad procesem nauhličení, v přesně řiditelné tloušť ce vrstvy ve faktu, že ve vakuových pecích v podstatě nedochází k mezikrystalické oxidaci. Také časy potřebné k dosažení stejně tlusté nacementované vrstvy jsou kratší [5]. Vakuová cementace se obvykle provádí při tlacích obvykle 1.3 až 27 mbar a při teplotách 830 až 980 °C [10], podle některých zdrojů až 1040 °C [5]. Zdrojem uhlíku jsou plynné uhlovodíky, nejčastěji acetylen  $(C_2H_2)$ , propan  $(C_3H_8)$ , methan  $(CH_4)$ , ethylen  $(C_2H_4)$  nebo cyklohexan  $(C_6H_{12})$ . Cementační atmosféry, které se používají při vakuové cementaci, jsou uvedeny v tabulce Tab. 3.4-1 [10].

Tab. 3.4-1Cementační atmosfe	éry používané	é při vakuové cementa	ci [10]
------------------------------	---------------	-----------------------	---------

Primární plyn	Složení atmosféry		
	Acetylen + Dusík		
Acetylen	Acetylen + Vodík		
	Acetylen + Ethylen + Vodík		
	100% Cyklohexan		
Cyklohexan	Cyklohexan + Acetylen		
	100% Methan		
Methan	Methan + Propan		
2	100% Propan		
Propan	Propan + Vodík + Dusík		

Proces vakuové cementace začíná evakuací vnitřního prostotu vakuové pece a ohřevem pece a vsázky na pracovní teplotu. Poté je do prostoru pece přiveden plyn a začíná fáze nauhličení [5]. K nauhličení dochází tzv. pyrolýzou uhlovodíků. Tu popisují následující rovnice [10]:

$$C_2H_2 \rightarrow 2C + H_2$$
 Rov. 3.4-1

$$C_3H_8 \rightarrow C + 2CH_4$$
 Rov. 3.4-2

$$C_3H_8 \rightarrow C_2H_4 + CH_4 \rightarrow C + 2CH_4$$
 Rov. 3.4-3

$$C_3H_8 \rightarrow C_2H_2 + H_2 + CH_4 \rightarrow C + 2CH_4 \qquad Rov. 3.4-4$$

$$C_2H_4 \rightarrow C + CH_4$$
 Rov. 3.4-5

Při vakuové cementaci probíhá proces adsorbce uhlíku velmi rychle a na povrchu velmi je brzy dosaženo meze rozpustnosti uhlíku v austenitu. Záhy je zastaven proces nauhličování vyčerpáním části plynu z pece a nastává fáze difuzní, při které dochází k difuzi uhlíku směrem od povrchu k jádru. Tato fáze probíhá při stejné teplotě, jako fáze sytící. Gradient uhlíku v průřezu se tak získá méně ostrý průběh na úkor obsahu uhlíku přímo u povrchu, který poklesne. Tyto dvě fáze se zpravidla několikrát opakují k dosažení dostatečně tlusté nauhličené vrstvy (viz Obr. 3.4-1). Délka sytící fáze je omezena,



Obr. 3.4-1 Změny obsahu uhlíku v povrchové vrstvě v závislosti na čase při střídání sytících a difuzních fází [11]

dobou, která je zapotřebí ke vzniku karbidů. Sytící fáze musí být tak dlouhá, aby opět došlo k poklesu obsahu uhlíku v povrchu na přijatelnou mez (většinou méně než 1 minuta). Po cementační následuje fáze difuze, kdy je dosaženo kýženého gradientu uhlíku ve vrstvě [19].

Dalším krokem vakuové cementace je kalení a popouštění. Kalícím prostředí je buď olej, nebo plyn. Olejová vana a přívod plynu pro kalení bývají zpravidla přímou součástí vakuové cementační pece. Protože je obvykle vakuová cementace prováděna při vyšší teplotě než cementace v plynech, je nutné před kalením teplotu snížit [5].

Vakuová cementace je na rozdíl od cementace v plynu, která je řízena úpravou uhlíkového potenciálu, řízena parametry: teplota, průtok a tlak plynu a doba cementace. Jde o řešení následujících tří rovnic [10]:

$$D = k.\sqrt{t} \qquad Rov. \ 3.4-6$$

$$c = r.t \qquad Rov. 3.4-7$$

$$t = c + d \qquad Rov. 3.4-8$$

, kde D je efektivní tloušťka cementované vrstvy, k cementační konstanta, t je celkový čas v hodinách, c je čas sycení v hodinách, r je poměr času sycení a času difuze a d je čas difuze. Těchto rovnic je využíváno k simulaci cementace v simulačních programech [10].



*Obr. 3.4-2 Schéma průběhu teploty v čase v návaznosti na změny tlaku při vakuové cementaci [10]* 

Hlavní výhodou vakuové cementace je zkrácení výrobních časů, čistota a ekologičnost provozu, vysoká tvrdost i ve větších tloušťkách, vysoká rovnoměrnost vrstvy, možnost cementovat i malé otvory, redukce rozměrových změn po kalení v plynu [12]. Dalšími výhodami je možnost cementovat povrch děr a také fakt že nemůže dojít k oxidaci povrchu [19]. Mezi nevýhody lze zařadit vyšší náklady spojené s provozem vývěv.

Vakuová cementace našla uplatnění hlavně v automobilovém průmyslu díky čistotě pracovního prostředí a čistotě součástí po cementaci. Díky kalení pomocí plynu se součásti po cementaci nemusí prát, aby byly odstraněny nečistoty, které na povrchu ulpívají po kalení v oleji. Součásti kalené plynem ve vakuových pecích trpí menší deformací než po kalení v oleji [19].

Vakuové cementační pece jsou konstruovány jako jednokomorové, dvoukomorové nebo vícekomorové (modulární). Jednokomorové pece byly ve velké míře nahrazeny pecemi dvoukomorovými. Zatímco v jednokomorové peci probíhá ohřev, cementace i kalení v jednom prostoru, dvoukomorové pece oddělují komorami prostor pro ohřev a cementaci a prostor pro kalení. To je výhodné, protože vyhřátý prostor nemusí být před kalením ohlazen. Zároveň je celá pec méně tepelně zatěžována. Kalící komora může být navržena s ohledem na požadavek co nejvyšší produktivitu kalení a kalící plyn je také méně kontaminován, což je důležité, dochází-li k jeho recyklaci. Dvoukomorové vakuové cementační pece jsou velmi univerzální a jsou proto využívány např. zakázkovými kalírnami. Modulárních vakuových pecí se s výhodou používá v podnicích se sériovou výrobou, kde by univerzální dvoukomorové pece byly příliš drahé. Modulární pece se skládají z několika cementačních

komor (obvykle 6 až 8), které využívají jednu komoru kalící. Tak je zajištěno, že kalící komora je stejně časově vytížená jako ostatní komory. Takové pece jsou schopné produkovat nacementovanou a zakalenou vsázku každých 20 až 30 minut [19].

### 3.5 Cementace v plazmě

Cementace v plazmě je proces, který se provádí ve speciálních vakuových pecích za působení tlaku, který je menší než tlak atmosférický. Vakuová cementace může být prováděna v tlacích jen o málo nižších než je atmosférický tlak (např. 800 mbar), nebo v tlacích podstatně nižších (méně než 27 mbar). V porovnání s vakuovou cementací jsou pracovní tlaky cementace v plazmě ještě nižší (0,133 – 13,33 mbar). Zařízení pro cementaci v plazmě vyžaduje zdroj stejnosměrného proudu k vytvoření doutnavého výboje - plasmy. Komora cementační pece je zapojena jako anoda, vsázka jako katoda. Mezi těmito póly je vytvořen elektrický potenciál. Plazma vzniká v blízkosti povrchu vsázky, jakmile je do komory pece přiveden cementační plyn. Teploty, při kterých se používá cementace v plazmě, leží v rozmezí 850 až 1090 °C. V současnosti jsou používány dvě metody cementace v plazmě. Jedna využívá jako zdroj uhlíku methan, druhá propan (případně propan zředěný vodíkem) [10].

Jedná se vlastně o metodu vakuové cementace. která využívá doutnavého výboje k ionizaci nauhličující atmosféry, aby tak obešla proces zdlouhavé disociace. Do povrchu cementované součásti pronikají přímo ionty výbojem rozděleného uhlovodíku [5]. Cementovány jsou jen ty části povrchu, které přijdou do kontaktu s plazmou doutnavého výboje. Díky tomu lze zajistit, aby některé části povrchu zůstaly nenacementovány. Vsázka může bít ohřívána buď samotným doutnavým výbojem, nebo jako konvenční vakuové při Před cementaci. samotnou cementací je povrch vsázky doutnavým výbojem čištěn, aby zamezilo kontaminaci se nečistotami (např. oxidy), které by cementaci mohly tlumit. V této fázi se do pece často přivádí vodík, který čištění napomáhá [10].



Obr. 3.5-1: Srovnání teplot a příslušných hodnot maximální rozpustnosti uhlíku cementace v plynu, vakuové cementace a *cementace v plazmě [5]* 

Výhodou cementace v plazmě je vysoká produktivita (viz Obr. 3.5-1) a rovnoměrně nauhličená vrstva. Mezi nevýhody patří obtížná cementace povrchu úzkých děr, na rozdíl od konvenční vakuové cementace [10].

#### Teoretický rozbor pochodů při cementaci 4

Jako každé chemicko-tepelné zpracování závisí i průběh cementace na třech základních procesech, a to na disociaci, adsorbci a difuzi [2]. Hnací silou cementace je rozdíl aktivity uhlíku v nauhličujícím prostředí a aktivity uhlíku v oceli [8]. Principiálně lze proces nauhličení rozdělit na fáze [8, 18]:

- a) přestupu uhlíku z atmosféry k povrchu cementované součásti
- b) chemickou reakci na rozhraní atmosféra-povrch oceli
- c) distribuce uhlíku od povrchu směrem k jádru součásti

### 4.1 Přestup uhlíku z prostředí do oceli

Aktivní uhlík, který může být adsorbován povrchem oceli, může vznikat např. termickou disociací oxidu uhelnatého nebo methanu. Toto popisují následující rovnice [18]:

$$2CO \rightarrow C + CO_2$$
 Rov. 4.1-1

$$CH_4 \rightarrow C + 2H_2$$
 Rov. 4.1-2

$$CO + H_2 \leftrightarrow C + H_2O$$
 Rov. 4.1-3

Poslední uvedená reakce (Rov. 4.1-3) probíhá nejrychleji a určuje tedy limitní rychlost nauhličování všech atmosfér. Schematicky je tato reakce znázorněna na Obr. 4.1-1.



Obr. 4.1-1 Schematické znázornění procesu cementace [18]

Cementační atmosféra musí obsahovat dostatečné množství oxidu uhelnatého a vodíku, abv uspokojovala poptávku po uhlíku na povrhu oceli. Při určitém tlaku a teplotě bude existovat, takový poměr reaktantů a produktů Rov. 4.1-3, že atmosféra bude neutrální (tj. nebude docházet ani k nauhličování ani k oduhličení). Takový stav vyjadřuje rovnice rovnováhy [18]:

$$K = \frac{a_c \cdot p_{H_2O}}{p_{CO} \cdot p_{H_2}}$$
 Rov. 4.1-4

, kde  $p_{H_2O}$ ,  $p_{CO}$  a  $p_{H_2}$  jsou parciální tlaky jednotlivých složek a  $a_c$  je termodynamickou aktivitou uhlíku.

Parciální tlaky uhlíku v atmosféře a austenitu jsou velmi malé a obtížně měřitelné, a proto se ve výpočtech nahrazují termodynamickými aktivitami. Termodynamická aktivita je definována jako poměr parciálního tlaku uhlíku k parciálnímu tlaku uhlíku ve standartním stavu (viz Rov. 4.1-5). Jako standartní stav je volen grafit s aktivitou rovnou 1 [2].

$$a_c = \frac{p_c}{p_{c0}} \qquad \qquad Rov. \ 4.1-5$$

Hodnota rovnovážné konstanty je závislá na teplotě. Je-li známá hodnota rovnovážné konstanty K a složení cementační atmosféry, je možné vypočítat hodnotu termodynamické aktivity uhlíku v atmosféře  $a_c$  [18].

K nauhličení dochází, je-li hodnota aktivity uhlíku v atmosféře větší než aktivita uhlíku v oceli. Tok uhlíku z atmosféry do povrchu atmosféry vyjadřuje následující rovnice [18]:

$$J = \frac{dm}{dt} = k. (a_c^g - a_c^s) = \beta. (c_c^g - c_c^s)$$
 Rov. 4.1-6

, kde m je hmotnost, t čas, c koncentrace uhlíku na jednotku objemu, a aktivita uhlíku (g v atmosféře a s v oceli), *J* hmotnostní tok uhlíku v  $kg/cm^2$ . s a  $\beta$  koeficient přestupu uhlíku.

#### 4.1.1 Koeficient přestupu uhlíku β

Koeficient přestupu uhlíku v plynu určuje množství uhlíku, které je přijato povrchem v počátečních fázích cementace. Určuje také tloušťku vrstvy  $D/\beta$  (viz Obr. 4.1-4) na rozhraní atmosféry a nauhličovaného povrchu a tím i množství atomů uhlíku, které přijme povrch oceli. Hodnota koeficientu přestupu uhlíku je velmi citlivá na změnu složení cementační atmosféry např. na poměr CO/CO<sub>2</sub>, zejména pokud se se obsah jednoho nebo druhého plynu pohybuje v intervalu 0 - 30 %. Vliv teploty na hodnotu koeficientu přestupu uhlíku není dosud zcela objasněn. Závěry výzkumů na toto téma jsou často v rozporu. Zdá se ale, že hodnota koeficientu  $\beta$  se stává méně citlivou k teplotě, blíží-li se uhlíkový potenciál atmosféry hodnotě maximální rozpustnosti uhlíku v austenitu. Závislost koeficientu  $\beta$  na složení atmosféry ilustruje Obr. 4.1-2.



Obr. 4.1-2 Závislost koeficientu přestupu uhlíku  $\beta$  na uhlíkovém potenciálu  $C_P$  a složení atmosféry dle měření Rimmera při teplotě 913 °C (vlevo) a dle měření Stolara při teplotě 920 °C (vpravo) [8]

Západočeská univerzita v Plzni. Fakulta Strojní.Diplomová práce, akad. rok 2014/15Katedra materiálu a strojírenské metalurgieBc. Tomáš Jirka

Po té, co jsou aktivní atomy uhlíku přijaty povrchem oceli, stává se hnací silou cementace difuze. Difuzi v kovech, tedy i difuzi uhlíku v oceli popisují Fickovi zákony. Fickovy zákony obsahují dvě důležité veličiny. První z nich je koncentrace difundující látky c a druhou je čas t. Za hybnou sílu je považován gradient koncentrace [16].

#### 4.1.2 První Fickův zákon

První Fickův zákon vyjadřuje jak velké množství atomů a iontů a jakou rychlostí difunduje materiálem. Tento pohyb vyjadřuje tok *J* [16]:

$$J = -D.\frac{dc}{dx}$$
 Rov. 4.1-7

Znaménko mínus před difuzním koeficientem *D* znamená, že difuzní tok směřuje proti nárůstu koncentrace [16].

#### 4.1.3 Druhý Fickův zákon

Druhý Fickův zákon rozšiřuje první Fickův zákon v tom smyslu, že připouští změnu koncentrace nejen v závislosti na poloze ale i na čase [16]. Formulace druhého Fickova zákona je popsána rovnicí [16]:

$$\frac{\delta c}{\delta t} = \frac{\delta}{\delta x} \cdot \left( D \cdot \frac{\delta c}{\delta x} \right)$$
 Rov. 4.1-8

#### 4.1.4 Difuzní koeficient uhlíku D

Difuzní koeficient uhlíku v austenitu se mění v závislosti na obsahu uhlíku a teplotě cementace [8]. Hodnoty difuzního koeficientu při konstantní teplotě a při konstantním obsahu uhlíku jsou patrné z Obr. 4.1-3.



*Obr. 4.1-3 Hodnoty difuzního koeficientu při konstantní teplotě a měnící se koncentrace uhlíku (vlevo) a při konstantní koncentraci uhlíku a měnící se teplotě (vpravo) [8]* 

Ze zákona zachování hmoty vyplívá, že tok uhlíku z atmosféry k povrchu (Rov. 4.1-6) a difuzní tok z povrchu směrem k jádru součásti (Rov. 4.1-7) si musí být rovny. Položíme-li tyto rovnice tak, aby se rovnaly, získáme okrajovou podmínku k povrchu rovnice:

$$\beta. (c_c^g - c_c^s) = -D. \frac{dc}{dx} \qquad \qquad \text{Rov. 4.1-9}$$

Tato rovnice je graficky znázorněna na Obr. 4.1-4.



Obr. 4.1-4 Grafické znázornění přestupu uhlíku z atmosféry do povrchu oceli [8]



*Obr.* 4.1-5 *Hmotnostní tok uhlíku v závisloti na čase při teplotě* 930 °C v atmosféře složené z 20 % CO a 40 %  $H_2$  s uhlíkovým potenciálem 0,8

Na začátku sycení dosahuje gradient obsahu uhlíku v povrchu oceli nejvyšší hodnoty, jelikož uhlík stihl nadifundovat jen do velmi malé hloubky. To má za následek vysokou rychlost sycení povrchu. V této fázi je proto limitujícím faktorem rychlosti cementace tok uhlíku

z atmosféry k povrchu. V druhé fázi se rozdíl koncentrací uhlíku  $(c_c^g - c_c^s)$  zmenšuje, protože roste koncentrace uhlíku v povrchu oceli  $c_c^s$  a klesá tak hnací síla daná rozdílem koncentrací. Zároveň klesá i gradient obsahu uhlíku v povrchu oceli a tak se stává limitujícím faktorem rychlosti nauhličení difuze. Obě tyto omezení vedou k tomu, že s časem cementace hmotnostní tok uhlíku klesá (viz Obr. 4.1-5) [18].

Z uvedených skutečností plynou možnosti, jak zvýšit rychlost nauhličení povrchu. První z nich je zvýšit rozdíl ( $c_c^g - c_c^s$ ) resp. ( $a_c^g - a_c^s$ ). Aktivita uhlíku v austenitu je daná výběrem typu cementační oceli a při samotné cementaci ji již není možné ovlivnit, ale je možné zvýšit aktivitu uhlíku v atmosféře. Nejvyšší hodnota  $a_c^g = 1$  je limitní hodnotou, protože při ní dochází k vylučování sazí na povrchu. Dalším omezením je dodržet takový hmotnostní tok uhlíku, aby v povrchu nebyla překročena mez rozpustnosti uhlíku v austenitu a nedošlo tak ke vzniku karbidů. V praxi se často využívá tzv. dvoufázové cementace, kdy v první fázi dochází k maximální rychlosti sycení a k rychlému dosažení maximálního obsahu uhlíku v austenitu. V druhé fáze je uhlíkový potenciál snížen a difuzí uhlíku v austenitu dojde ke zmenšení gradientu dc/dx na úkor maximálního obsahu přímo u povrchu (viz Obr. 4.1-6) [18].



Obr. 4.1-6 Jednofázový a dvoufázový způsob cementace povrchu [18]

Druhým způsobem, jak zvýšit rychlost nauhličení povrchu je zvýšit koeficient přestupu uhlíku z atmosféry  $\beta$  nebo difuzní koeficient *D*. Zatímco koeficient  $\beta$  je závislý především na složení atmosféry (viz. Obr. 4.1-2), difuzní koeficient *D* roste exponenciálně s teplotou. Proto zvýšení teploty zkracuje dobu cementace. I zvyšování teploty má své hranice. Působením vysoké teploty hrubne austenitické zrno, což má za následek horší mechanické vlastnosti po cementaci.

#### 4.1.5 Uhlíkový potenciál atmosféry

V praxi se místo konceptu aktivity uhlíku v atmosféře používá koncept uhlíkového potenciálu  $C_P$  [18]. Uhlíkový potenciál vyjadřuje obsah uhlíku v austenitu, který je v rovnováze s atmosférou [2]. Vztah mezi uhlíkovým potenciálem a aktivitou uhlíku popisuje rovnice [18]:

$$a_C = \gamma^{\circ} \times \frac{x_C}{(1 - 2x_C)} \qquad Rov. 4.1-10$$

, kde  $x_c$  je molární zlomek vypočtený z  $C_P$  a  $\gamma^{\circ}$  je koeficient závislosti na teplotě. Vztah mezi aktivitou a uhlíkovým potenciálem zachycuje graf na Obr. 4.1-7.



Obr. 4.1-7 Vztah mezi aktivitou uhlíku a uhlíkovým potenciálem při různých teplotách [18]

#### 4.2 Tepelné zpracování po nauhličení

Aby bylo cementací dosaženo požadovaných vlastností povrchu (tvrdost, otěruvzdornost) je nutné nauhličenou součást zakalit a popustit pří nízké teplotě [2]. Proces cementace je typický dlouhými prodlevami za působení relativně vysokých teplot. Díky tomu může u ocelí dojít k hrubnutí zrna jak v povrchové vrstvě, tak v jádře cementované součásti. Proto tepelné zpracování po cementaci vyžaduje speciální přístup. Cílem tepelného zpracování je dosažení optimálních vlastností nauhličené vrstvy i jádra (tvrdost, houževnatost). Mimo to má za cíl potlačit hrubozrnnou strukturu, odstranit karbidické síťoví po hranicích zrn, které může vznikat při vysokém obsahu uhlíku [3]. Struktura jádra se po kalení cementačních uhlíkových ocelí (např. ocel 12020) ovlivní jen jako normalizačním žíháním, zjemní se původní feriticko-perlitická struktura. U legovaných ocelí (např. ocel 16420) je konečná struktura jádra tvořená nízko popuštěným nízkouhlíkovým martenzitem [20].

#### 4.2.1 Způsoby kalení po cementaci

V případech, kdy není struktura po nauhličení hrubozrnná, je možné kalit součást přímo z cementační teploty. Toto řešení je výhodné ekonomicky ale ve strukturu vrstvy tvoří hrubý martenzit a velký podíl zbytkového austenitu. Rovněž deformace cementované součásti jsou veliké. Výhodnější z hlediska výsledných deformací a mikrostruktury je tzv. kalení s přichlazením. To spočívá v pomalém ochlazení součásti z teploty cementace na teplotu kalení nad A<sub>c1</sub>, ze které je součást zakalena [20]. V případech kdy je mikrostruktura oceli po nauhličení hrubozrnná, je třeba volit tepelné dvoufázové tepelné zpracování. To spočívá v ohřevu a žíhání součásti nad teplotou Ac3 a pozvolným ochlazením. Po té je součást opětovně ohřáta a zakalena z teploty nad Ac1. Po opětovném ohřevu se dosáhne zjemnění austenitického zrna. To má také tu výhodu, že se rozpustí karbidické síťoví, pokud je v mikrostruktuře obsaženo [3]. Cementované součásti lze kalit tzv. na vrstvu nebo na jádro, protože jádro i vrstva mají díky rozdílnému obsahu uhlíku jinou optimální kalicí teplotu. Optimální teplota kalení vrstvy se pohybuje 30 až 50 °C na teplotou Ac1. Optimální teplota kalení jádra leží asi 30 až 50 °C nad A<sub>c3</sub>. Je-li součást kalena z teploty nad A<sub>c3</sub> (tj. na jádro) je jádro zakaleno, ale vrstva obsahuje hrubý martenzit a velký podíl zbytkového austenitu. Pokud je součást kalena z teploty nad A<sub>c1</sub>, je vrstva zakalena správně, ale jádro bude kaleno ze struktury feritickoaustenitické, což povede k horším mechanickým vlastnostem, zejména houževnatosti. Metoda kalení na jádro i na vrstvu vede kompromisu mezi optimálními vlastnostmi jádra a vrstvy [20]. Na Obr. 4.2-1 jsou schematicky znázorněny používané metody tepelného zpracování po cementaci.



Obr. 4.2-1 Schéma tepelných zpracování po cementaci: 1 - přímé kalení, 2 až 4 - kalení s opětovným ohřevem po pomalém ochlazení z cementační teploty (2 - na jádro, 3 - kompromis mezi zakalením jádra a vrstvy, 4 - na vrstvu), 5 - dvojité kalení (napřed na jádro, poté na vrstvu) [3]

Metody cementace, které využívají vakuovou pec (vakuová cementace, cementace v plazmě) mohou využívat metodu vysokotlakého kalení plynem. Jako kalící médium může být použito helium, dusík nebo argon. S tím souvisí i výše přetlaku plynu, standardně se aplikuje 5 - 15 barů, používané maximum je 25 barů. Samotná metoda tlakového kalení plynem má opět příznivé účinky na potlačení deformací při kalení. Povrch dílů je po zpracování čistý a nevyžaduje žádné další úpravy [17].

#### 4.2.2 Popuštění po kalení

Popouštění je závěrečnou operací tepelného zpracování cementovaných součástí. Teploty se volí v rozmezí 150 až 200°C a výdrž na teplotě 1 až 2 hodiny, přičemž se dosahuje povrchové

tvrdosti 60 až 62 HRC. Hlavním smyslem popouštění je snížit vnitřní zbytková napětí, která vznikla v materiálu při jeho kalení. Popouštění na vyšší teploty by se projevilo nežádoucím poklesem tvrdosti materiálu [20].

#### 4.3 Deformace a zbytková napětí po cementaci

Vznik napětí a deformací u cementované součásti jsou výsledkem řady procesů. Na jejich vznik má vliv mnoho faktorů, např. faktory spojené s působením tepla – parametry a typ ohřevu, poloha vsázky v peci, parametry a typ kalení, konstrukce cementační pece a dále faktory jako chemické složení oceli, prokalitelnost, tloušťka a pravidelnost nauhličené vrstvy, tvar cementované součásti a kvalita oceli [21].

Cementovaná ocel může být v jistém smyslu označena jako kompozitní materiál, který se skládá z tvrdé povrchové vrstvy a měkčího, ale houževnatého jádra. V povrchové vrstvě je po cementaci, zakalení a popuštění přítomné tlakové zbytkové napětí. Kombinace tvrdosti a tlakového napětí poskytuje cementované součásti odolnost vůči únavě a opotřebení. Typický průběh napětí, tvrdosti zachycuje Obr. 4.3-1 [18].



*Obr. 4.3-1 Typický průběh obsahu uhlíku, tvrdosti a zbytkového napětí ve vrstvě po cementaci, kalení a popuštění [18]* 

#### 4.3.1 Vznik tepelných a strukturních napětí

Zásadní roli při vzniku deformací a zbytkových napětí hraje kalení po nauhličení. Při kalení vzniká směs fází o jiném měrném objemu, než byl měrný objem austenitu. Navíc jednotlivé fáze vznikají v různých časových a teplotních úsecích. Může existovat i poměrně výrazný teplotní spád po průřezu kaleného předmětu. Různé fáze mají obvykle i rozdílnou teplotní roztažnost. V důsledku výše uvedených faktorů vznikají při kalení strukturní a tepelná napětí, která způsobují deformaci kalených předmětů a mohou vést, při překročení meze pevnosti materiálu, i ke vzniku trhlin. Velmi nebezpečná je přítomnost tahových pnutí v povrchových oblastech, naproti tomu přítomnost tlakových pnutí je obvykle příznivá, neboť zlepšuje

odolnost vůči únavovému poškození. Vnitřní pnutí lze rozdělit z hlediska velikosti objemu na makroskopická, mikroskopická a submikroskopická pnutí. Z hlediska existence fázových přeměn pak na tepelná a strukturní [20].

Pro deformace a zbytková napětí jsou zásadní makroskopická napětí (napětí prvního řádu). Svou roli mohou hrát i mikroskopická napětí (napětí druhého řádu).

Makroskopická napětí, označované také jako napětí 1. druhu, vznikají současným působením strukturních a tepelných napětí. Působí ve větších oblastech, nezřídka v celém objemu (případně mezi jádrem a vrstvou), a jejich orientace má vztah k rozměrům a tvaru kaleného předmětu. Makroskopická napětí mohou být dočasná, která působí jen krátkodobě, nebo trvalá, která působí i po ukončeném tepelném zpracování. Trvalá vnitřní napětí mohou být částečně vyrovnána plastickou deformací, která vede k trvalým tvarovým a rozměrovým změnám. Tím úroveň vnitřních napětí klesá [20].

Mikroskopická napětí (napětí 2. druhu) se vyrovnávají v mikroobjemech na úrovni velikosti zrna. Jejich orientace nezávisí na geometrickém tvaru tělesa. Jedná se o napětí téměř výhradně strukturní. Např. v případě austeniticko-martenzitické struktury je martenzit vystaven tlakovým pnutím a austenit pak tahovým pnutím. Pnutí mohou vznikat také v důsledku odlišné mikrostruktury segregačních pásů apod. Pnutí 2. druhu mohou být příčinou vzniku mikrotrhlin v materiálu [20].



Obr. 4.3-2 Schematické znázornění vzniku a rozložení napětí v průřezu válcového tělesa [20]

Obr. 4.3-2 schematicky znázorňuje, jak vzniká zbytkové napětí ve válcovém tělese, které během ochlazování prodělává fázové změny struktury. Výsledná zbytková napětí vznikají superpozicí tepelných a strukturních napětí. V čase 0 až  $\tau_1$  dochází na povrchu, kde je ochlazování nejintenzivnější k martenzitické přeměně a tedy k nárůstu objemu. Středová část tvořená austenitem má menší měrný objem a proto rozpínání povrchové vrstvy brání. V druhé fázi v čase  $\tau_1$  až  $\tau_2$  dochází k martenzitické přeměně i v jádru válce. Objem jádra roste, ale povrchová vrstva tomuto růstu brání. Ve vrstvě je tak tahové a v jádře tlakové napětí. V čase  $\tau_2$  až  $\tau_3$  dochází k chladnutí a tedy smršťování jádra, čemuž brání povrchová vrstva. Ve vrstvě vzniká opět tlakové a v jádře tahové napětí [20].

Západočeská univerzita v Plzni. Fakulta Strojní. Diplomová práce, akad. rok 2014/15 Katedra materiálu a strojírenské metalurgie

Předchozí modelový příklad předpokládá, že celý objem bude nakonec prokalen, tedy že struktura celého průřezu válečku bude tvořena martenzitem. Ve skutečnosti je ale průřez součásti tvoří směs strukturních složek. O jejich rozložení rozhoduje velikost součásti, tloušťka nauhličené vrstvy a prokalitelnost dané oceli. Výsledné zbytkové napětí bude tedy o to větší, čím větší bude rozdíl měrných objemů vrstvy a jádra (v závislosti na tom, jaké strukturní složky budou obsahovat). Následující nerovnice řadí jednotlivé fázové složky oceli podle měrného objemu (zleva od největšího k nejmenšímu):

$$M_{NEPOPUŠTENÝ} > M_{POPUŠTENÝ} > B > P > F > A \qquad Rov. 4.3-1$$

#### Vliv výchozího stavu struktury 4.3.2

Velký vliv na pozdější deformace cementované součásti má homogenita struktury vstupního materiálu. Nehomogenita se u cementačních ocelí projevuje segregace perlitu a feritu. Oblasti feritu nedosáhnou během transformace hodnot tvrdosti ani napětí, jako oblasti perlitu. To může mít vliv na velikost výsledné deformace. Homogenizační žíhání je proces, jehož výsledkem je homogenní struktura a proto výsledné deformace snižuje. Teplota žíhání by měla být stejně vysoká nebo vyšší než teplota cementace. Jako doporučená výdrž na teplotě se uvádí minimálně 2 hodiny, nebo 1 hodina na každých 25 mm tloušťky průřezu. [21].

#### 4.3.3 Vliv parametrů kalení

Kalení je jedním z nejsignifikantnějších vlivů, které se projeví na výsledné deformaci a zbytkovém napětí. Zásadními parametry pro deformaci po kalení jsou [21]:

- rychlost ochlazování
- > mechanismus odvodu tepla (přívod média v závislosti na tvaru a rozměrů vsázky)
- vlastnosti kalicího média (ideální médium je takové, které zajistí rychlý odvod tepla v počátečních fázích kalení a pomalejší odvod tepla v konečné fázi kalení)
- teplota kalicího prostředí (má velký vliv na rychlost ochlazování)
- > stupeň viskozity (umožňuje rovnoměrné kalení všech části konstrukčně různorodé součásti)

#### Srovnání kalení v kapalině (ve vodě, v oleji) a kalení tlakem plynu

Kalení v médiu, které během kalení mění své skupenství, sestává ze tří základních fází. Nejdříve dochází k vývoje tzv. parního polštáře, po něm následuje fáze varu a nakonec fáze konvektivního přestupu tepla. Parní polštář vzniká při prvním kontaktu povrchu vsázky s kapalinou. Délka této fáze nesmí trvat příliš dlouho, protože odvod tepla není dostatečně intenzivní. O délce této fáze rozhodují především parametry kalicího média. Během fáze varu se kapalina dostává do přímého kontaktu s povrchem vsázky a tvoří se bubliny páry. Probíhá změna skupenství kapaliny. V této fázi je odvod tepla velmi intenzivní. Fáze konvektivní začne, když teplota povrchu vsázky poklesne pod teplotu varu kapaliny. V této fázi intenzita odvodu tepla opět poklesne. Jak je vidět z obrázku Obr. 4.3-3, střídání fází vede k nehomogennímu teplotnímu poli v průřezu kalené součásti, což se projeví na zvýšení deformací [19].



Obr. 4.3-3 Přestup tepla a rozložení teploty při kalení válcového předmětu v kapalině (voda a olej) [19]

Proces kalení v plynu se sestává pouze z jedné fáze, kdy je teplo z povrchu odváděno konvektivně. Intenzita kalení plynem se řídí rychlostí proudění, teplotou a tlakem plynu. Teplotní pole při kalení plynem je homogenní, jak je vidět z obrázku Obr. 4.3-4, a výsledné deformace budou ve srovnání s kalením v oleji nižší [19].



Obr. 4.3-4 Přestup tepla a rozložení teploty při kalení válcového předmětu v plynu [19]

#### 4.3.4 Ostatní vlivy

Z ostatních vlivů, které ovlivňují výsledné deformace lze uvést např. velikost vsázky a její rozložení v peci, dále typ cementace. Jedním z důležitých faktorů je, v jaké poloze je součást kalena a jak a čím, je upevněna (podepřena). Výsledné deformace také ovlivňuje samotný tvar a velikost cementované součásti. Velké rozdíly v průřezu, malé přechodové rádiusy a otvory zvýší výsledné deformace [21]. Velký vliv má i výběr materiálu. Čím je menší tepelná vodivost a větší tepelná roztažnost ocelí, tím jsou vnitřní napětí a deformace vyšší [20].

## 5 Popis experimentálního materiálu

V experimentální části byly použity tři typické oceli určené k cementování. Byla to uhlíková konstrukční ocel 12 020, nízkolegovaná mangan-chromová ocel 14 220 a středně legovaná nikl-chromová ocel 16 420.

### 5.1 Ocel ČSN 12 020

Ocel ČSN 12 020 je nízkouhlíková nelegovaná konstrukční ocel určená k cementování. Je obvykle používána pro méně namáhané strojní součásti (např. silničních vozidel) určené k cementování se střední pevností v jádře po kalení, např. méně namáhaná ozubená kola, vačkové hřídele, vložky, větší řetězová kola, pouzdra, vodítka atd. Ve stavu žíhaném se používá na háky jeřábů, výtahů apod. [13].

Tab. 5.1-1 Chemické složení oceli ČSN 12 020 v hm. % [13]

С	Mn	Si	Cr	Ni	Cu	Р	S
0,13-0,20	0,60-0,90	0,15-0,40	max. 0,25	max. 0,30	max. 0,30	max. 0,04	max. 0,04

Tab. 5.1-2 Ekvivalentní značení oceli ČSN 12 020 [13]

ISO 683/11-87	EN 10084-94	DIN 17210	ASTM A576
C15	C15	C15	Gr.1016

### 5.2 Ocel ČSN 14 220

Ocel ČSN 14 220 je nízkolegovaná ušlechtilá mangan-chromová ocel vhodná k cementování. Je vhodná k použití pro strojní součásti, které se zušlechťují (o specifickém rozměru do 35 mm) nebo pro součásti od kterých je po cementace požadována vysoká pevnost v jádře. Běžně se používá na výrobu hřídelí, ozubených kol, vačkových hřídelů, zdvihátek ventilů, pístních čepů, zubových spojek apod.

Tab. 5.2-1 Chemické složení oceli ČSN 14 220 v hm. % [14]

С	Mn	Si	Cr	Р	S
0,14-0,19	1,10-1,40	0,17-0,37	0,80-1,10	max. 0,035	max. 0,035

Tab. 5.2-2 Ekvivalentní značení oceli ČSN 14 220 [14]

ISO 683/11-70	EN 84-70	DIN 17210-86	ASTM A519-84
TYPE 5	16MnCr5	16MnCr5	No.511

### 5.3 Ocel ČSN 16 420

Ocel ČSN 16 420 je nikl-chromová ocel určená k cementování. Obvykle se používá na namáhané strojní součásti, určené k cementování s vyšší pevností a vysokou houževnatostí v jádře, jakou jsou např. hřídele, drážkované hřídele, ozubená kola apod. [15].

Tab. 5.3-1 Chemické složení oceli ČSN 16 420 v hm. % [15]

С	Mn	Si	Cr	Ni	Р	S
0,10-0,17	0,30-0,60	0,17-0,37	0,60-0,90	3,20-3,70	max. 0,035	max. 0,035

Tab. 5.3-2 Ekvivalentní značení oceli ČSN 16 420 [15]

ASTM A 506	Wr. No.	DIN 17210	ISO 638-11
E3310X	1.5752	14NiCr14	15NiCr13
## 6 Experimentální program

Cílem experimentálního programu bylo porovnat tři nejběžnější typy cementace (cementace v práškovém granulátu, cementace v plynu a cementace tzv. ve vakuu) na základě dosažené tloušťky vrstvy, mikrostruktury a průběhu uhlíku ve vrstvě. Dále bylo cílem porovnat jednotlivé typy cementací na základě deformací vzorků, zbytkového napětí v povrchové vrstvě a otěruvzdornosti. K porovnání posloužily tři oceli určené k cementování. Výsledky měření byly konfrontovány s poznatky uvedenými v první části této práce, která je věnována teoretickému rozboru procesu cementace a shrnutí typů cementace používaných v praxi.

### 6.1 Analýza vstupního materiálu

#### 6.1.1 Ocel C15 (ČSN 12 020)

Materiál byl dodán ve formě válcované kruhové tyče o průměru 25 mm. Z tyče bylo odebráno dělením na kotoučové pile 12 vzorků o délce cca 10 mm pro analýzu chemického složení GD-OES, zkoušku tvrdosti a zkoušky k odladění parametrů cementace. Tyto vzorky nebyly dále upravovány nebo systematicky značeny. Dále bylo odebráno 16 vzorků, které byly dále upraveny pro měření deformací (viz kapitola: Statistické vyhodnocení deformace vzorků). Tyto vzorky byly označeny C15-1 až C15-16.

Na jednom ze vzorků byla vyhodnocena tvrdost HV pomocí tří vtisků (zatížení 30 kg). Naměřená hodnota je  $130 \pm 2$  HV30.

#### Analýza chemického složení

Pomocí metody GD-OES bylo stanoveno chemické složení. Výsledky jsou shrnuty v tabulce Tab. 6.1-1. Naměřené hodnoty jsou v souladu (kromě mírně zvýšeného obsahu fosforu a síry) s hodnotami, které udává norma ČSN EN 10084 a materiálový certifikát. Vyšší obsah fosforu a síry může způsobit odlupování cementované vrstvy.

	С	Si	Mn	Р	S	Cr	Мо	Ni	Cu
GD-OES	0,14	0,197	0,552	0,061	0,033	0,14	0,011	0,044	0,202
Dle normy ČSN EN 10084	0,12 až 0,18	max. 0,40	0,30 až 0,40	max. 0,035	max. 0,035	-	-	-	-

Tab. 6.1-1 Chemické složení oceli C15 (obsah prvků v hm. %)

#### Metalografická analýza

Z dvou vzorků oceli C15 byl zhotoven příčný a podélný výbrus (myšleno k ose tyče). Následně byla zdokumentována struktura (viz Obr. 6.1-1). Struktura je feriticko-perlitická. U podélného výbrusu je možné pozorovat řádkovitost vzniklou technologií výroby. Vzdálenost mezi jednotlivými řádky je cca 150 µm. Řádkovitost tohoto stupně nijak neovlivní výsledné vlastnosti.



*Obr.* 6.1-1 Ocel C15 v dodaném stavu - vlevo příčný řev, vpravo podélný řez (Nital 3%, 100x)

#### 6.1.2 Ocel 16MnCr5 (ČSN 14 220)

Materiál byl dodán ve formě válcované tyče o průměru 25 mm. Z tyče bylo odebráno dělením na kotoučové pile 12 vzorků o délce cca 10 mm pro analýzu chemického složení GD-OES, zkoušku tvrdosti a zkoušky k odladění parametrů cementace. Tyto vzorky nebyly dále upravovány nebo systematicky značeny. Dále bylo odebráno 16 vzorků, které byly dále upraveny pro měření deformací (viz kapitola Statistické vyhodnocení deformace vzorků). Tyto vzorky byly označeny C15-1 až C15-16.

Na jednom ze vzorků byla vyhodnocena tvrdost HV pomocí tří vtisků (zatížení 30 kg). Naměřená hodnota je  $166 \pm 3$  HV30.

#### Analýza chemického složení

Pomocí metody GD-OES bylo stanoveno chemické složení. Výsledky jsou shrnuty v tabulce 1.1-2. Naměřené hodnoty jsou v souladu s hodnotami, které udává norma ČSN EN 10084.

	С	Si	Mn	Р	S	Cr	Мо	Ni	Cu
GD-OES	0,21	0,33	1,51	0,027	0,04	1,11	0,009	0,263	0,198
Dle normy ČSN EN 10084	0,14 až 0,19	max. 0,40	1,00 až 1,30	max. 0,025	max. 0,035	0,80 až 1,10	-	-	-

Tab. 6.1-2 Chemické složení oceli 16MnCr5 (obsah prvků v hm. %)

#### Metalografická analýza

Ze dvou vzorků oceli 16MnCr5 byl zhotoven příčný a podélný výbrus (myšleno k ose tyče). Následně byla zdokumentována struktura (viz Obr. 6.1-2). Struktura je tvořena feritem a globulárním cementitem.



Obr. 6.1-2 Ocel 16MnCr5 v dodaném stavu - vlevo příčný řev, vpravo podélný řez (Nital 3%, 500x)

#### 6.1.3 Ocel 15NiCr13 (16420)

Materiál byl dodán ve formě válcované tyče o průměru 25 mm. Z tyče bylo odebráno dělením na kotoučové pile 12 vzorků o délce cca 10 mm pro analýzu chemického složení GD-OES, zkoušku tvrdosti a zkoušky k odladění parametrů cementace. Tyto vzorky nebyly dále upravovány nebo systematicky značeny. Dále bylo odebráno 16 vzorků, které byly dále upraveny pro měření deformací (viz kapitola Statistické vyhodnocení deformace vzorků). Tyto vzorky byly označeny 15NiCr13-1 až 15NiCr13-16.

Na jednom ze vzorků byla vyhodnocena tvrdost HV pomocí tří vtisků (zatížení 30 kg). Naměřená hodnota je  $207 \pm 9$  HV30.

#### Analýza chemického složení

Pomocí metody GD-OES bylo stanoveno chemické složení. Výsledky jsou shrnuty v Tab. 6.1-3. Naměřené hodnoty jsou v souladu s hodnotami, které udává norma ČSN EN 10084.

	С	Si	Mn	Р	S	Cr	Мо	Ni	Cu
GD-OES	0,16	0,34	0,67	0,009	0,032	0,97	0,007	3,33	0,09
Dle normy ČSN EN 10084	0,14 až 0,20	max. 0,40	0,40 až 0,70	max. 0,025	max. 0,035	0,60 až 0,90	_	3,00 až 3,50	-

Tab. 6.1-3 Chemické složení oceli 15NiCr13(obsah prvků v hm. %)

#### Metalografická analýza

Ze dvou vzorků oceli 16MnCr5 byl zhotoven příčný a podélný výbrus (myšleno k ose tyče). Následně byla zdokumentována struktura (viz Obr. 6.1-3). Struktura je feriticko-perlitická.



*Obr. 6.1-3 Ocel 15NiCr13 v dodaném stavu - vlevo příčný řev, vpravo podélný řez (Nital 3%, 500x)* 

# 6.2 Cementace v různých prostředích: cementace v práškovém granulátu, cementace v plynu, cementace v tzv. ve "vakuu"

#### 6.2.1 Cementace v práškovém granulátu

Vzorky byly cementovány v cementační schránce po dvou až šesti vzorcích. Při cementaci v práškovém granulátu bylo nejdříve nutné pro všechny tři oceli odladit dobu cementace. Teplota cementace byla u všech třech ocelí 920 °C. Cílem bylo dosáhnout u vzorků nauhličenou vrstvu o tloušťce 0,85 Tloušťka mm. vrstvy byla kontrolována vizuálně na metalografickém výbrusu a měřena pomocí programu grafické analýzy Lucia.

Celkem byly provedeny čtyři zkušební testy cementace pro určení optimálního času pro každou z ocelí:



*Obr. 6.2-1 Vizuální stanovení hloubky nauhličené vrstvy oceli 16MnCr5 při odlaďování času cementace v práškovém granulátu (50x, Nital 3%)* 

- 1. Cementace při teplotě 920 °C po dobu 8,5 hod (510 min). Cementováno bylo šest vzorků ocelí C15, 16MnCr5 a 15NiCr13 (po dvou od každé oceli).
- 2. Cementace při teplotě 920 °C po dobu 10,75 hod (645 min). Cementovány byly dva vzorky oceli C15.
- 3. Cementace při teplotě 920 °C po dobu 7 hod (420 min). Cementovány byly dva vzorky oceli 16MnCr5.
- 4. Cementace při teplotě 920 °C po dobu 6 hod (360 min). Cementovány byly dva vzorky oceli 16MnCr5.

#### Finální cementace oceli C15

Po první zkoušce nebyla nauhličená vrstva dostatečně tlustá, proto byl čas cementace zvýšen. Na základě výsledků zkoušek byla pro ocel C15 zvolena finální doba cementace 11,5 hod (690 min). Cementovány byly vzorky C15-3, C15-5, C15-6. Po cementaci následoval ohřev na kalicí teplotu 830 °C (výdrž 45 min) a ochlazení ve vodě.

#### Finální cementace oceli 16MnCr5

Po první, druhé i třetí zkoušce byla nauhličená vrstva příliš hluboká. Na základě zkoušek byla pro ocel 16MnCr5 zvolena finální doba cementace 5,25 hod (315 min). Cementovány byly vzorky 16MnCr5-7, 16MnCr5-8, 16MnCr5-9. Po cementaci následoval ohřev na kalicí teplotu 830 °C (výdrž 45 min) zakalení v oleji.

#### Finální cementace oceli 15NiCr13

Ocel 15NiCr13 měla vyhovující tloušťku nauhličené vrstvy po první zkoušce. Jako čas cementace byl tedy ponechán čas 8,5 hod (510 min). Cementovány byly vzorky 15NiCr13-5, 15NiCr13-6, 15NiCr13-7. Test bylo nutné opakovat z důvodu výpadku dodávky elektřiny do pece. Metalografický rozbor ukázal, že nedošlo k dostatečnému nauhličení a vzorky tak byly znehodnoceny. Cementace byla následně úspěšně provedena na vzorcích 15NiCr13-8, 15NiCr13-9, 15NiCr13-10.

#### 6.2.2 Cementace v plynu

#### Experimentální zařízení

Cementace v plynu byla provedena v cementační peci s předkomorou a kalící lázní CHTZ15/95. Toto zařízení se skládá z předkomory, komory pro cementaci, kalící lázně a rámu. Dveře oddělující cementační komoru od předkomory i vnější dveře předkomory jsou ovládány elektricky. Vsázka se do předkomory vkládá předními dveřmi pomocí manipulátoru, který je manipulovatelný ručně. Pracovní plyny jsou přiváděny přes zadní stěnu do ocelové žáruvzdorné retorty. Přívod dusíku je zaveden i do předkomory. Topné elementy jsou umístěny ve stěnách a ve dně pece. Pec je izolována keramickými vlákny a izolačními cihlami. Chlazení obstarává suchý externí chladič. Kalící lázeň je jednoplášťová nádoba vybavená cirkulací oleje. Kalicím médiem je olej Durixol W72.



Obr. 6.2-2 Vlevo – předkomora cementační pece s otevřenými dvěřmi, vpravo - rozmístění vzorků v koši

Západočeská univerzita v Plzni. Fakulta Strojní. Diplomová práce, akad. rok 2014/15 Katedra materiálu a strojírenské metalurgie

Nosnou cementační atmosféru tvoří propan a dusík. Dusík slouží také jako bezpečnostní plyn pro případy poklesu teploty nebo tlaku v peci. V peci je po celou dobu cementace udržován přetlak, aby se zamezilo vniknutí vzduchu dovnitř. Pro zvýšení C<sub>p</sub> je do pece přiváděn propan. Cementační proces v peci je řízen řídicím systémem PROTHERM500. Ten na základě údajů z kyslíkové a vodíkové sondy řídí C<sub>p</sub> v peci a dále teplotu a mechanický přesun vsázky v peci.

#### **Režim cementace**

Pro cementaci v plynu byl zvolen režim se dvěma stádii: sytícím a difuzním, které se liší hodnotou C<sub>p</sub>. Teplota cementace byla 920 °C. Doba cementace a časový poměr obou period byl stanoven výpočtem tzv. Wagnerovou metodou. Výpočet byl proveden pro ocel 16MnCr5.

Cementovány byly vzorky: C15-8, C15-9, C15-10, 16MnCr5-9, 16MnCr5-10, 16MnCr5-11, 15NiCr13-11, 15NiCr13-12, 15NiCr13-13.

Nejprve byla určena pomocná hodnota koncentračního spádu C'podle vzorce:

$$C' = \frac{C_{et} - C_j}{C_p - C_j} = \frac{0.4 - 0.21}{1.15 - 0.21} = 0.2021$$
 Rov. 6.2-1

Poté byla odečtena hodnota difuzního koeficientu  $\overline{D}$  a vzdálenosti nulového bodu z obrázku 1.2-3 vlevo. Hodnota difuzního koeficientu je  $\overline{D} = 2.5 \cdot 10^{-7} \text{ cm}^2 \text{ s}^{-1}$  a vzdálenost nulového bodu s = 0.21 mm. Z nomogramu na obrázku 1.2-4 byla určena doba cementace 4.5 hod (270 min). Nakonec byla z obrázku 1.2-4 vpravo určena doba difuzní periody jako 15 % z doby periody sytící tj. 40 min.

Tab. 6.2-1 Parametry procesu cementace v plynu (\*doba prodloužena o 20 min vzhledem současné cementaci všech tří ocelí)

Etapa cementace	Cp	T [°C]	t [min]
Sytící	1,15		270
Difuzní	0,8	920	60*

Vzorky všech tří ocelí byly cementovány společně a poté kaleny do oleje kalící lázně, která je součástí pece. Ocel C15 byla poté opětovně ohřáta v elektrické odporové peci na kalící teplotu 830 °C (výdrž 45 min) a zakalena ve vodě.

Záznam průběhu teploty a uhlíkového potenciálu při cementaci v plynu popisuje Obr. 6.2-5.



Obr. 6.2-3 Nomogram pro určení doby cementace [1]



*Obr.* 6.2-4 *Vlevo – určení difuzního koeficientu*  $\overline{D}$ , *vpravo – určení časového úseku difúzní etapy v % etapy sycení* [1]



Obr. 6.2-5 Záznam průběhu z cementace v plynu

#### 6.2.3 Cementace ve vakuu

Cementace ve vakuu byla provedena externě ve vakuové cementační peci. Zdrojem uhlíku byl acetylen. Cementovány byly současně všechny tři oceli (po čtyřech vzorcích od každé oceli). Konkrétně byly cementovány vzorky C15-1, C15-2, C15-4, C15-7, 16MnCr5-1 až 16MnCr-4 a 15NiCr13-1 až 15NiCr13-4.

Proces cementace se skládal z ohřevu na cementační teplotu 1000 °C. Po dosažení této teploty začal vlastní proces cementace, který se skládá ze sytících a difuzních období. Při sytící fázi je do evakuovaného prostoru pece vpraveno určité množství acetylenu, etylenu a vodíku. Rozpadem uhlovodíků vzniká aktivní uhlík, který sytí povrch. Při difuzní fázi je prostor pece evakuován. Tyto dvě fáze se periodicky opakují. Součástí difuzní fáze je v podstatě i ochlazování z 1000 °C na 850 °C, neboť zde k difuzi uhlíku efektivně dochází. Rychlost ochlazování z teploty cementace byla 3 °C.min<sup>-1</sup>. Po ochlazení vsázky na teplotu kalení 820 °C (výdrž 15 min) došlo k zakalení všech vzorků v oleji.

Proces cementace ve vakuu zachycují Obr. 6.2-6 a Obr. 6.2-7.



Obr. 6.2-6 Záznam teploty a průběhu tlaku v závislosti na čase v peci při cementaci ve vakuu



Záznam z VAC cementace - teplota a průtoky plynů

Obr. 6.2-7 Záznam teploty a průtoků plynů v závislosti na čase v peci při cementaci ve vakuu

#### 6.3 Statistické vyhodnocení deformace vzorků

#### 6.3.1 Úprava vzorků

Pro měření deformací byly vzorky definovaným způsobem upraveny. Jednotlivé válečky byly obrobeny na jmenovitý průměr 18 a 22 mm a výšku 10 mm. Do válečků byla dále vyvrtána excentricky umístěná díra o průměru 5 a 7 mm tak, aby nejmenší vzdálenost mezi dírou a vnějším průměrem válečku byla 2 mm (viz Obr. 6.3-1)



Obr. 6.3-1 Úprava vzorků pro vyhodnocení deformací

#### 6.3.2 Metodika měření

V první fázi měření byly vyhodnoceny změny základních rozměrů vzorků. Byla to změna vzdálenosti díry od vnějšího průměru, který byla označena jako  $\Delta z$ , dále změna průměru díry  $\Delta d$  a změna vnějšího průměru  $\Delta D$ . Nejprve byly rozměry vzorků proměřeny po úpravě (před cementací). Po cementaci vzorků byly opět měřeny rozměry a ty byly porovnány s původními hodnotami. Měření rozměrů z, d a D bylo provedeno pomocí stereolupy Nikon a programu grafické analýzy Zeiss a Lucia. Kvůli porovnatelnosti výsledků bylo měření všech tří sad vzorků (po cementaci v práškovém granulátu, po cementaci v plynu a po cementaci ve vakuu) provedeno ve stejný čas od cementace tj. 21 dní.



Obr. 6.3-2 Změny základních rozměrů

V druhé fázi měření byla vyhodnocována vypouklost resp. vydutost čel válcovitých vzorků. Byla zvolena metodika měření, která spočívala v měření míst vyznačených na čele vzorků. Místa byla vyznačena terčem dle Obr. 6.3-3 Terč pro měření vypouklosti/vydutosti čela vzorků.



Obr. 6.3-3 Terč pro měření vypouklosti/vydutosti čela vzorků

Vypouklost resp. vydutost byla měřena pomocí úchylkoměru. Úchylkoměr byl nastaven tak, aby ukazoval nulovou výchylku v krajním bodě a postupně byly proměřeny všechny zbývající body terče. Takto byla získána mapa sedmi bodů s vertikální úchylkou (ve směru výšky válce) vůči prvnímu bodu.



Obr. 6.3-4 Vypouklost resp. vydutost vzorků

#### 6.3.3 Výsledky měření

#### Srovnání deformací $\Delta z$ , $\Delta d$ , $\Delta D$ a vypouklosti resp. vydutosti vzorků oceli C15

Vzorky oceli C15 vykazovali největší změnu rozměrů Δz, Δd a ΔD po cementaci v prášku. Deformace vzorků cementovaných ve vakuu byla výrazně menší než po cementaci v prášku a menší než po cementaci v plynu. Vzdálenost díry od kraje vzorku se všech případech znatelně zmenšila, zatímco průměr díry i vnější průměr narostl. U cementace v prášku došlo k výraznému zvětšení vnějšího průměru vzorků. Výsledné deformace shrnuje Obr. 6.3-5. Vzorky oceli C15 po cementaci v prášku a ve vakuu vykazují vypuklost čela, čelo vzorku po cementaci je mírně vyduté (viz Obr. 6.3-6). Mapy vydutosti resp. vypouklosti čela shrnují Tab. 6.3-1 až Tab. 6.3-3.



## C15 - srovnání podle typu cementace

*Obr. 6.3-5 Srovnání deformací oceli C15 v závislosti na typu cementace* 



Obr. 6.3-6 Průměrné hodnoty map vydutosti resp. vypuklosti vzorků oceli C15 v závislosti na typu cementace

Tab. 6.3-1 Mapa hodnot vypouklosti resp. vydutosti čela vzorků oceli C15 po cementaci v prášku

T8	Mapa vypouklosti vzorku oceli C15 po cementaci v PRÁŠKU [mm]							
$\langle () \rangle$			8. 0,00					
$\left( \begin{array}{c c} & & \\ I_1 & I_2 & I_3 & I_4 & 5 \end{array} \right)$	1. 0,00	2.+0,02	3. +0,02	4. +0,02	50,01			
-6			6. +0,02		1 0 000			
			7.0,00	průměrná ho	dnota +0,008			

	Mapa vydutosti vzorku oceli C15 po cementaci v PLYNU [mm]							
$\langle \bigcirc \rangle$			8.0,00					
$\begin{pmatrix} & & \\ & $	1. 0,00	2.+0,00	30,01	4. +0,00	5.0,00			
6			60,04		1			
			7.0,01	průměrná ho	dnota -0,005			

Tab. 6.3-3 Mapa vypouklosti resp. vydutosti čela vzorků oceli C15 po cementaci ve vakuu



#### Srovnání deformací $\Delta z$ , $\Delta d$ , $\Delta D$ a vypuklosti/vydutosti vzorků oceli 16MnCr5

Nejvýraznější deformace vykazovaly vzorky **oceli 16MnCr5** po vakuové cementaci. U všech vzorků se projevilo zmenšení vnějšího průměru (po vakuové cementaci výrazně) a zmenšení vzdálenosti díry od kraje vzorku. Zmenšení průměru díry bylo téměř neznatelné po cementaci v plynu. U vzorků po cementaci v prášku a v plynu se průměr díry zvětšil, u vakuové cementace byl průměr díry zmenšen. Čela všech vzorků byla vypouklá, nejvýrazněji opět u vzorků po vakuové cementaci. Nejmenší vypouklost vykazovaly vzorky po cementaci v plynu.



16MnCr5 - srovnání podle typu cementace

Obr. 6.3-7 Srovnání deformací oceli 16MnCr5 v závislosti na typu cementace

## Vypuklost/vydutost čela vzorků 16MnCr5 dle typu cemenatce



Obr. 6.3-8 Průměrné hodnoty map vydutosti resp. vypouklosti vzorků oceli 16MnCr5 v závislosti na typu cementace

Tabulky Tab. 6.3-4 až Tab. 6.3-6 uvádějí detailní mapu bodů čela vzorků oceli 16MnCr5 v závislosti na typu cementace.

Tab. 6.3-4 Mapa hodnot vypouklosti resp. vydutosti čela vzorků oceli 16MnCr5 po cementaci v prášku

<b>-</b> 8	Mapa vypouklosti oceli 16MnCr5 po cementaci v PRÁŠKU [mm]							
$\langle \bigcirc \rangle$			8. 0,00					
$\left( \begin{array}{c c} & & \\ \hline \\ \hline$	1. 0,00	2. +0,02	3. +0,03	4. +0,01	50,01			
<b>+</b> 6			6. +0,01	0 ~ / 1	1 0 010			
			7.0,00	průměrná ho	dnota +0,010			

Tab. 6.3-5 Mapa hodnot vypouklosti resp. vydutosti čela vzorků oceli 16MnCr5 po cementaci v plynu

<b>-</b> 8	Mapa vypouklosti oceli 16MnCr5 po cementaci v PLYNU [mm]							
$\langle \cap \rangle$			8. 0,00					
$\left( \begin{array}{c c} & & \\ \hline & & \\ \hline & & \\ 1 \end{array} \right)$	1.0,00	2. +0,02	3. +0,03	4. +0,01	50,01			
			6. +0,01		1			
			7.0,00	průměrná ho	dnota +0,006			

Tab. 6.3-6 Mapa hodnot vypouklosti resp. vydutosti čela vzorků oceli 16MnCr5 po vakuové cementaci

<b>–</b> 8	Mapa vypouklosti oceli 16MnCr5 po VAKUOVÉ cementaci [mm]							
$\langle \bigcirc \rangle$			8. 0,0,02					
$\left( \begin{array}{c c} & & \\ I_1 & I_2 & I_3 & I_4 & 5 \end{array} \right)$	1. 0,00	2. +0,04	3. +0,04	4. +0,03	5.0,00			
- 6			6. +0,05	0 ~ / 1	1			
			7.0,00	průměrná ho	dnota +0,023			

#### Srovnání deformací $\Delta z$ , $\Delta d$ , $\Delta D$ a vypuklosti/vydutosti vzorků oceli 15NiCr13

Největší deformace vykazovali vzorky oceli 15NiCr13 cementované v prášku. Deformace po cementaci v plynu a ve vakuu byly srovnatelné. U všech vzorků se projevilo zmenšení vzdálenosti díry od kraje a zvětšení průměru díry. Vnější průměr vzorku se zvětšil u vzorků po cementaci prášku a v plynu a zmenšil po cementaci ve vakuu.



Obr. 6.3-9 Srovnání deformací oceli 15NiCr13 v závislosti na typu cementace



*Obr. 6.3-10 Průměrné hodnoty map vydutosti resp. vypouklosti vzorků oceli 15NiCr13 v závislosti na typu cementace* 

Čela všech vzorků oceli 15NiCr13 byla vypouklá. Největší vypouklost čela vykazovaly vzorky po vakuové cementaci, nejmenší vypouklost vzorky po cementaci v plynu. Průměr hodnot mapy vypouklosti zachycuje graf na obrázku Obr. 6.3-10, detailní mapy vypouklosti shrnují tabulky Tab. 6.3-7 až Tab. 6.3-9.

<b>–</b> 8	Mapa vypouklosti oceli 15NiCr13 po cementaci v PRÁŠKU [mm]							
$\langle \bigcirc \rangle$			80,01					
$\begin{pmatrix} & & \\ H_1 & H_2 & H_3 & H_4 & 5 \end{pmatrix}$	1.0,00	2. +0,03	3.+0,04	4. +0,02	5.0,00			
			6. +0,03		1			
			7.0,00	průměrná ho	dnota +0,013			

Tab. 6.3-7 Mapa hodnot vypouklosti resp. vydutosti čela vzorků oceli 15NiCr13 po cementaci v prášku

Tab. 6.3-8 Mapa hodnot vypouklosti resp. vydutosti čela vzorků oceli 15NiCr13 po cementaci v plynu

<b>T</b> 8	Mapa vypouklosti oceli 15NiCr13 po cementaci v PLYNU [mm]							
$\langle \bigcirc \rangle$			80,01					
	1. 0,00	2. +0,01	3. +0,01	4. +0,01	5.0,00			
			6. +0,01		1			
			7.0,00	průměrná ho	dnota +0,004			

Tab. 6.3-9 Mapa hodnot vypouklosti resp. vydutosti čela vzorků oceli 15NiCr13 po cementaci ve vakuu

T.8	Mapa vypo	ouklosti oceli 1	5NiCr13 po cer	nentaci ve VAH	KUU [mm]
$\left( \right) $			8. 0,02		
$\begin{pmatrix} \mathbf{I}_1 & \mathbf{I}_2 & \mathbf{I}_3 & \mathbf{I}_4 & \mathbf{I} \end{pmatrix}$	1.0,00	2. +0,04	3. +0,04	4. +0,03	5. +0,03
			6. +0,05	průměrná ho	dnota +0,026

#### Souhrnné srovnání deformací $\Delta z$ , $\Delta d$ , $\Delta D$ a vypouklosti resp. vydutosti vzorků po cementaci v prášku

Ze srovnání typů cementací na Obr. 6.3-9 je patrné, že největší deformace vykazovala Cementace v prášku. Cementace v plynu a vakuová cementace byly vzhledem k deformacím porovnatelné.



Srovnání typů cementací podle deformací  $\Delta z$ ,  $\Delta d$  a  $\Delta D$ 

Obr. 6.3-11 Srovnání typů cementace podle deformací  $\Delta z$ ,  $\Delta d$  a  $\Delta D$ 



Obr. 6.3-12 Porovnání typů cementace podle průměrné hodnoty vypouklosti resp. vydutosti

Největší vypuklosti čela dosahovaly vzorky po cementaci ve vakuu. Nejmenší vypouklosti vzorky po cementaci v plynu. Vzorek oceli C15 po plynové cementaci měl čelo mírně vyduté.

#### 6.4 Kontrola mikrostruktury, průběh obsahu uhlíku, vyhodnocení tloušťky vrstvy

Fotografie mikrostruktury byly získány pomocí mikroskopu Zeiss Axio Observer Z1m a softwaru grafické analýzy Zeiss AxioVision.

Ke stanovení průběhu obsahu uhlíku v cementované vrstvě byla použita metoda emisní spektroskopie GD-OES. Průběh měření byl takový, že se postupně měřilo chemické složení na čele vzorku, ze kterého byla broušením odebírána vrstva materiálu definované tloušťky 0,1 mm. Takto byly získány hodnoty obsahu uhlíku v závislosti na počtu odebraných vrstev materiálu. Z těchto hodnot byl sestaven uhlíkový gradient v povrchu oceli. Hodnoty naměřené přímo na povrchu v oceli (vzdálenost 0 mm) byly silně zkresleny nečistotami a nejsou proto uvedené ve výsledcích měření.

Vyhodnocení tloušťky cementované vrstvy bylo provedeno dle normy ČSN EN ISO 2639. Na podélném metalografickém výbrusu byla ve dvou (ve třech při cementaci v plynu) pásech kolmých k povrchu měřena tvrdost dle Vickerse se zatížením 1 kg. Pro každý vtisk byla určena vzdálenost od povrchu, kde tvrdost dosáhla 550 HV. Výsledná hloubka cementace je aritmetickým průměrem dvou vzdáleností.

#### 6.4.1 Cementace v práškovém granulátu

#### Mikrostruktura oceli C15 po cementaci v prášku

Struktura oceli C15 po cementaci v prášku je tvořena ve vrstvě martenzitem s určitým podílem zbytkového austenitu. (viz Obr. 6.4-1 nahoře vlevo). Směrem k jádru součásti přechází martenzitická struktura ve strukturu martenziticko-bainitickou, místy se vyskytuje troostit s feritickým síťovím podél původních austenitických zrn (viz Obr. 6.4-1 nahoře vpravo). Na rozhraní vrstvy roste podíl feritu a vyskytují se útvary Widmanstättenovy struktury (viz Obr. 6.4-1 dole vlevo). Jádro je tvořeno martenziticko-bainitickými a masivními feritickými zrny (viz Obr. 6.4-1 dole vpravo).



Obr. 6.4-1 Mikrostruktura oceli C15 po cementaci v prášku - nahoře vlevo: vrstva blízko povrchu, nahoře vpravo: vrstva ve větší vzdálenosti od povrchu, dole vlevo: rozhraní mezi vrstvou a jádrem, dole vpravo: jádro vzorku (500x, Nital 3%)

#### Mikrostruktura oceli 16MnCr5 po cementaci v prášku

Struktura oceli 16MnCr5 (viz Obr. 6.4-2) cementované v prášku je ve vrstvě tvořená martenzitem a malým podílem zbytkového austenitu. Na povrchu je patrné oduhličení. Jádro má martenziticko-bainitickou strukturu s místy se vyskytujícím feritem.



Obr. 6.4-2 Mikrostruktura oceli 16MnCr5 po cementaci v prášku - vlevo vrstva, vpravo: jádro (500x, Nital 3%)

#### Mikrostruktura oceli 15NiCr13 po cementaci v prášku

Struktura oceli 15NiCr13 je jemnější než u C15 a 16MnCr5. Cementovaná vrstva je tvořena martenzitem a malým množstvím zbytkového austenitu. Jádro je tvořeno martenzitem a bainitem (viz Obr. 6.4-3).



Obr. 6.4-3 Mikrostruktura oceli 15NiCr13 po cementaci v prášku - vlevo vrstva, vpravo: jádro (500x, Nital 3%)

#### Průběh obsahu uhlíku ve vzorcích po cementaci v prášku

Naměřené hodnoty průběhu uhlíku po nauhličení shrnuje Obr. 6.4-4. Obsah uhlíku na povrchu dosahuje u všech ocelí hodnoty cca 0,8 až 0,9 % a směrem k jádru velmi pozvolně klesá.

Cementace v prášku - gradient C [%]											
Vzorek	0,1 mm	0,2 mm	0,3 mm	0,4 mm	0,5 mm	0,6 mm					
C15-6	0,882	0,99	0,857	0,83	0,759	0,755					
16MnCr5-8	0,799	0,834	0,746	0,715	0,649	0,595					
15NiCr13-10	0,774	0,764	0,757	0,743	0,704	0,644					
	0,7 mm	0,8 mm	0,9 mm	1 mm	1,1 mm	1,2 mm					
C15-6	0,708	0,65	0,625	0,568	0,539	0,482					
16MnCr5-8	0,539	0,497	0,499	0,435	0,392	0,363					
15NiCr13-10	0,625	0,51	0,483	0,469	0,45	0,358					

Tab. 6.4-1 Hodnoty průběhu obsahu uhlíku ve vzorcích po cementaci v prášku





Obr. 6.4-4 Průběh obsahu uhlíku po cementaci v prášku

#### Vyhodnocení tloušť ky vrstvy vzorků po cementaci v prášku

Dosažené tloušťky vrstev vzorků po cementaci v prášku shrnují Tab. 6.4-1 a graf na Obr. 6.4-4. Ocel C15 dosáhla tloušťky cementace 1,18 mm, oceli 16MnCr5 a 15NiCr13 dosáhly tloušťky 1 mm. Naměřená tvrdost ocelí v jádře byla u C15 221  $\pm$  5 HV1, u 16MnCr5 522  $\pm$  6 HV1 a u 15NiCr13 425  $\pm$  3 HV1

	C15	-PRÁŠEK		16MnCr5-PRÁŠEK				15NiCr5-PRÁŠEK			
C15-5 1	C15-5 1. pás		C15-5 2. pás		16MnCr5-7 1. pás 16MnCr5-7 2. pás		15NiCr13-9 1. pás 15NiCr13-9 2.			3-9 2. pás	
x [mm]	HV1	x [mm]	HV1	x [mm]	HV1	x [mm]	HV1	x [mm]	HV1	x [mm]	HV1
0,04	795	0,13	823	0,07	761	0,16	773	0,079	704	0,176	709
0,23	820	0,32	800	0,27	769	0,36	756	0,274	713	0,372	715
0,43	807	0,52	785	0,47	736	0,56	713	0,472	699	0,572	677
0,63	750	0,72	734	0,67	675	0,75	646	0,67	653	0,772	641
0,83	705	0,92	663	0,87	597	0,95	575	0,871	595	0,973	560
1,03	626	1,12	571	1,07	533	1,16	523	1,071	542	1,174	505
1,23	545	1,32	498	1,27	493	1,36	488	1,278	493	1,376	469
1,43	461	1,53	422	1,47	475	1,55	469	1,476	464	1,575	445
1,63	403	1,73	370					1,672	450	1,772	-
1,83	371	1,92	305								
2,03	326	2,12	289								
2,23	295	2,32	278								
2,43	298	2,52	261								
	CHD	550 HV0,1		CHD 550 HV0,1			CHD 550 HV0,1				
1,1	3	1,	22	0,9	97	1,0	)55	0,9	71	1,0	735
	CHD	= 1,18 mm			CHD = 1	,01 mm			CHD = 1	,02 mm	

Tab. 6.4-2 Tloušťky cementačních vrstev vzorků po cementaci v prášku





Obr. 6.4-5 Průběh tvrdosti cementovaných vrstev vzorků po cementaci v prášku

#### Cementace v plynu 6.4.2

#### Mikrostruktura oceli C15 po cementaci v plynu

Vrstva oceli C15 po cementaci v plynu je tvořená martenzitem a zbytkovým austenitem. Na povrchu se místy vyskytují souvislé oblasti feritu. Jádro je tvořené směsí martenzitickobainitických a feritických zrn (viz Obr. 6.4-6).



Obr. 6.4-6 Mikrostruktura oceli C15 po cementaci v plynu – nahoře vlevo vrstva, nahoře vpravo vrstva s feritickým útvarem, vlevo dole rozhraní mezi vrstvou a jádrem, vpravo dole jádro (500x, Nital 3%)

#### Mikrostruktura oceli 16MnCr5 po cementaci v plynu

Mikrostruktura oceli 16MnCr5 po cementaci v plynu (viz Obr. 6.4-7) je tvořena martenzitem a zbytkovým austenitem v cementované vrstvě a martenziticko-bainitickým jádrem. Na povrchu je možné pozorovat vnitřní oxidaci a oduhličení. Na uvedených snímcích není oxidace úplně patrná. Definitivně by oxidaci prokázalo pozorování na SEM.



*Obr.* 6.4-7 *Mikrostruktura oceli 16MnCr5 po cementaci v plynu - vlevo vrstva, vpravo jádro (500, Nital 3%)* 

#### Mikrostruktura oceli 15NiCr13 po cementaci v plynu

Cementovaná vrstva oceli 15NiCr13 po cementaci v plynu je tvořena martenzitem a zbytkovým austenitem. Na povrchu je možné pozorovat nepatrné oduhličení a vnitřní oxidaci, která zasahuje do hloubky max. 10 µm. Pro lepší dokumentaci vnitřní oxidace by bylo vhodné doplnit snímky ze SEM.



*Obr.* 6.4-8 *Mikrostruktura oceli 15NiCr13 po cementaci v plynu - vlevo vrstva, vpravo jadro(500x, Nital 3%)* 

#### Průběh obsahu uhlíku ve vzorcích po cementaci v plynu

Gradient obsahu uhlíku ve vzorcích po cementaci v plynu shrnuje Obr. 6.4-9. Ocel 16MnCr5 dosáhla nejvyššího obsahu uhlíku. Obsah uhlíku klesá u ocelí C15 a 15NiCr13 velmi pozvolně. Dosažené hodnoty shrnuje Tab. 6.4-3. Gradient obsahu uhlíku znázorňuje Obr. 6.4-9.

Cementace v plynu - gradient C [%]										
Vzorek	0,1 mm	0,2 mm	0,3 mm	0,4 mm	0,5 mm	0,6 mm	0,7 mm			
C15-8	0,455	0,505	0,531	0,48	0,446	0,383	0,357			
16MnCr5-9	1,054	0,847	0,752	0,541	0,471	0,333	0,274			
15NiCr13-11	0,716	0,64	0,594	0,508	0,388	0,433	0,358			

Tab. 6.4-3 Hodnoty průběhu obsahu uhlíku ve vzorcích po cementaci v plynu



Obr. 6.4-9 Průběh obsahu uhlíku po cementaci v plynu

#### Vyhodnocení tloušť ky vrstvy vzorků po cementaci v plynu

Oceli C15 a 15NiCr13 dosáhly tloušťky cementované vrstvy cca 0,6 mm. Ocel 16MnCr5 dosáhla nejvyšší tvrdosti 804 HV a tloušťky cementace 0,75 mm. Hodnoty tvrdostí a její průběh shrnuje Tab. 6.4-4 a Obr. 6.4-10.

C15-PLYN						16MnCr5-PLYN				15NiCr5-PLYN							
C15	-10	C15	-10	C15	-10	16Mi	nCr5-	16M	nCr5-	16Mı	nCr5-	15Ni	Cr13-	15Ni	Cr13-	15Ni	Cr13-
1. j	oás	2. p	oás	3. j	oás	11 1	. pás	11 2	. pás	11 3	. pás	13 1	13 1. pás 13 2. pás 13		13 3	. pás	
x [mm]	HV1	x [mm]	HV1	x [mm]	HV1	x [mm]	HV1	x [mm]	HV1	x [mm]	HV1	x [mm]	HV1	x [mm]	HV1	x [mm]	HV1
0,21	659	0,07	615	0,13	643	0,09	786	0,05	760	0,16	798	0,09	716	0,04	654	0,15	736
0,44	644	0,28	668	0,36	667	0,24	804	0,2	797	0,31	797	0,24	733	0,19	739	0,35	728
0,66	533	0,51	610	0,58	564	0,39	781	0,35	790	0,46	738	0,44	672	0,39	697	0,49	625
0,88	375	0,73	472	0,81	417	0,54	708	0,5	725	0,61	636	0,59	557	0,54	601	0,64	522
1,11	258	0,96	330	1,03	297	0,69	580	0,65	600	0,76	551	0,74	478	0,69	492	0,76	449
1,26	234	1,18	252	1,26	236	0,84	513	0,8	533	0,91	488	0,89	435	0,84	451	0,94	430
	0,99				478	0,95	476	1,06	469								
CHD 550 HV1 CHD 550 HV1								CHD 5	50 HV1								
0,	55	0,	62	0,	70	0,	77	0,	73	0,	76	0,57 0,62 0,63			63		
	C	CHD = 0	,62 mr	n			(	CHD = 0	),75 mr	n			(	CHD = 0	,61 mr	n	

Tab. 6.4-4 Tloušťky cementačních vrstev vzorků po cementaci v plynu



Obr. 6.4-10 Průběh tvrdosti cementovaných vrstev po cementaci v plynu

#### 6.4.3 Vakuová cementace

#### Mikrostruktura oceli C15 po vakuové cementaci

Mikrostruktura oceli C15 po vakuové cementaci je tvořena ve vrstvě hlavně jemným perlitem a feritem. Ten je vyloučen především po hranicích původních austenitických zrn a místy vykazuje morfologii Widmannstättenovy struktury. Jádro je tvořeno feritem a perlitem.



Obr. 6.4-11 Struktura oceli C15 po vakuové cementaci: vlevo vrstva, vpravo jádro (500x, Nital 3%)

#### Mikrostruktura oceli 16MnCr5 po vakuové cementaci

Vrstva je tvořena martenzitem a zbytkovým austenitem. Velké množství zbytkového austenitu je přítomné zejména v oblasti hran vzorku (viz Obr. 6.4-12 nahoře vlevo). Struktura v jádře je jemnější než v povrchu a je tvořena martenzitem a bainitem.



*Obr.* 6.4-12 *Mikrostruktura oceli 16MnCr5 po vakuové cementaci - nahoře vlevo je struktura v oblasti hrany, nahoře vpravo a dole vlevo: vrstva, dole vpravo: jádro (500x, Nital 3%)* 

#### Mikrostruktura oceli 15NiCr13 po vakuové cementaci

Strukturu cementované vrstvy tvoří martenzit a zbytkový austenit. V oblasti hrany vzorku je vysoký obsah zbytkového austenitu (viz Obr. 6.4-13 nahoře vlevo a vpravo). Směrem k jádru součásti se struktura mění z martenzitické na martenziticko-bainitickou. V jádře je zastoupen rovněž proeutektoidní ferit ve formě síťový resp. Widmannstättenových struktur.



*Obr. 6.4-13 Mikrostruktura oceli 15NiCr13 po vakuové cementaci - nahoře vlevo struktura v oblasti hrany (200x), nahoře vpravo: vrstva, dole vlevo: vrstva, dole vpravo: jádro (500x, Nital 3%)* 

#### Průběh obsahu uhlíku

Naměřené hodnoty průběhu obsahu uhlíku shrnuje Obr. 6.4-14. Nejvyšší koncentrace uhlíku dosáhla ocel 16MnCr5. U ocelí C15 a 15NiCr13 je průběh uhlíku v cementované vrstvě srovnatelný. Ocel 15NiCr13 vykazuje na povrchu mírné oduhličení.

Cementace ve vakuu – gradient C [%]											
	0,1 mm 0,2 mm 0,3 mm 0,4 mm 0,5 mm 0,6 mm 0,7 r										
C15-7	0,701	0,689	0,674	0,68	0,689	0,668	0,627				
16MnCr5-3	0,804	0,824	0,79	0,763	0,75	0,719	0,713				
15NiCr13-4	0,706	0,664	0,665	0,679	0,639	0,653	0,613				
	0,8 mm	0,9 mm	1 mm	1,1 mm	1,2 mm	1,3 mm	1,4mm				
C15-7	0,589	0,503	0,499	0,425	0,423	0,351	0,333				
16MnCr5-3	0,67	0,656	0,647	0,536	0,493	0,431	0,417				
15NiCr13-4	0,62	0,496	0,493	0,461	0,416	0,34	0,304				

Tab. 6.4-5 Hodnoty průběhu obsahu uhlíku ve vzorcích po cementaci v vakuu



Obr. 6.4-14 Průběh obsahu uhlíku ve vrstvách vzorků po vakuové cementaci

#### Vyhodnocení tloušť ky vrstvy vzorků po vakuové cementaci

Ocel 16MnCr15 a 15NiCr13 dosáhli dostatečné hloubky cementace. Obě oceli vykazují na povrchu určitý stupeň oduhličení. Ocel C15 nedosáhla dostatečné hloubky cementace z důvodu nedostatečné rychlosti kalení. Překalení oceli C15 s vyšší intenzitou ochlazování se neuskutečnilo. V době zjištění, že ocel nebyla prokalena, byly již všechny vzorky použity na měření. Uskutečnění nové cementace nebylo reálné, jak z ekonomických, tak časových důvodů. Při vakuové cementaci byly všechny vzorky kaleny v olejové lázni. Ocel 16MnCr15 dosáhla vyšší tvrdosti (853 HV) než ocel 15NiCr13 (745 HV).

	C15-VAC				16MnC	r5-VAC		15NiCr5-VAC			
C15-2	1. pás	C15-2	2. pás	16MnCr5	i-2 1. pás	16MnCr5	i-2 2. pás	15NiCr13-21. pás 15NiCr13-2			3-2 2. pás
x [mm]	HV1	x [mm]	HV1	x [mm]	HV1	x [mm]	HV1	x [mm] HV1 x [mm]			HV1
0,06	333	0,25	365	0,04	798	0,17	846	0,05	692	0,19	683
0,46	313	0,65	297	0,27	831	0,37	853	0,35	745	0,49	705
0,86	297	1,05	196	0,46	836	0,56	842	0,64	699	0,79	662
1,26	177	1,45	164	0,67	818	0,76	797	0,95	615	1,09	568
1,66	157	1,84	154	0,86	773	0,96	742	1,25	509	1,39	486
				1,06	715	1,16	672	1,55	453	1,69	438
				1,26	635	1,36	600	1,84	409	1,98	410
				1,46	553	1,46	526	2,14	387	2,29	393
				1,65	509	1,56	509				
				1,85	473	1,75	468				
				2,05	460	1,95	439				
	CHD 550 HV0,1				CHD 55	0 HV0,1		CHD 550 HV0,1			
-				1,45 1,41				1,	10	1,	24
	CHD =	0 mm			CHD	= 1,43			CHD	= 1,17	

Tab. 6.4-6 Tloušťky cementačních vrstev vzorků po vakuové cementaci

Tloušťka vrstvy vzorků z VAKUOVÉ cementace



Obr. 6.4-15 Průběh tvrdosti cementovaných vrstev vzorků po vakuové cementaci

#### 6.5 Analýza zbytkového napětí ve vrstvě

#### Princip měření

Napětí ve vrstvě bylo analyzováno rentgenovou tenzometrií. rentgenových paprsků na krystalech k měření změn vzdáleností atomových mřížkových rovin vyvolaných napětím. Rozptyl záření na sousedních mřížkových rovinách vede ke vzniku interferenčního maxima ve směru  $\theta$ .

#### Parametry měření

Při rentgenografickém určení makroskopických zbytkových napětí metodou "sin2w" byly zkoumány roviny {211} α-Fe, kterým při použitém záření CrKα odpovídá difrakční maximum  $2\theta \approx 156,6^{\circ}$ .

Tab. 6.5-1 Parametry měření

vzorek	C15	16MnCr5 a 15NiCr13
měřený interval	150,5 – 161,5° 2 <i>θ</i>	146,4 – 166,8° 2 <i>θ</i>
krok měření	0,3° 2 <i>θ</i>	1,075° 2 <i>θ</i>
čítací čas	3 s	5 s

Hloubka vnikání rentgenového záření do materiálu je dána absorpčním koeficientem (tedy jak mnoho je dané záření pohlcováno materiálem). V případě chromového záření a železného materiálu je efektivní hloubka vnikání (tzn., že z povrchové vrstvy o tloušť ce T difraktuje 63 % záření) při kolmém dopadu cca 5 µm.

Měření probíhalo ve dvou směrech – ve směru broušení a ve směru kolmém na směr broušení.

#### Výsledky měření vzorků po cementaci v prášku

U oceli C15 bylo dosaženo tlakového napětí ve vrstvě. Ocel 16MnCr5 má ve vrstvě výrazné tahové napětí. Ocel 15NiCr13 má ve směru broušení napětí tlakové a ve směru kolmém napětí mírně tahové. Tahové napětí je způsobeno pravděpodobně oduhličením měřeného povrchu ocelí.

Tab. 6.5-2 Výsledky měření zbytkového napětí v povrchu vzorků po cementaci v prášku

$\bigcirc$	Vzorek	$\sigma_{\rm L} \pm \Delta \sigma$ , [MPa]	$\sigma_{\rm T} \pm \Delta \sigma$ , [MPa]
	C15-3	$-209 \pm 43$	$-244 \pm 45$
i i	16MnCr5-6	$262 \pm 5$	$220 \pm 9$
₩T	15NiCr13-8	$-92 \pm 24$	$37 \pm 12$

#### Výsledky měření vzorků po cementaci v plynu

Měření probíhalo ve dvou na sebe kolmých směrech. Nejvyšší tlakové zbytkové napětí bylo naměřeno u oceli C15. U oceli 16MnCr5 bylo podobně jako po cementaci v prášku naměřeno tahové napětí. Napětí naměřené u oceli 15NiCr13 bylo tlakové.

Tab. 6.5-3 Výsledky měření zbytkového napětí v povrchu vzorků po cementaci v plvnu

$\bigcirc$	Vzorek	$\sigma_L \pm \Delta \sigma \ [MPa]$	$\sigma_T \pm \Delta \sigma \ [MPa]$
	C15-9	$-570 \pm 31$	$-359 \pm 43$
í	16MnCr5-10	$245 \pm 10$	$322 \pm 7$
ΨT	15NiCr13-12	$-200 \pm 14$	$-187 \pm 27$

#### Výsledky měření vzorků po vakuové cementaci

U všech vzorků bylo vyhodnocené napětí tlakového charakteru. Největší tlakové napětí dosáhla ocel 15NiCr13.

$\left( \begin{array}{c} \\ \\ \\ \\ \end{array} \right)$	Vzorek	$\sigma_L \pm \Delta \sigma \ [MPa]$	$\sigma_{\rm T} \pm \Delta \sigma \ [{\rm MPa}]$
	C15-1	-135 ± 6	-97 ± 5
i i	16MnCr5-1	$-199 \pm 51$	$-203 \pm 38$
ΨT	15NiCr13-1	$-277 \pm 21$	$-188 \pm 28$

Tah	6 5-1	Výsledky	měření 7	hvtkového	nanětí v	novrchu	vzorků n	o cementaci v	, nhvnu
<i>1 ub</i> .	0.3-1	v ysieuky	mereni 20	<i>oyikoveno</i>	nupen v	povrenu	v201 ku p	o cementaci v	' piynu

#### 6.6 Zkouška otěruvzdornosti metodou "Pin On Disk"

#### Princip metody

Při analýze "Pin on Disk" je na povrchu vzorku ve tvaru disku přiloženo "Pin" tělísko ve formě válečku nebo nerotující kuličky. V určité zvolené vzdálenosti od středu vzorku je "Pin" zatížen předem definovanou silou. Disk se začne otáčet zvolenými otáčkami a vykoná předem stanovený počet kol. Tělísko vytvoří na povrchu vzorku stopu, která je analyzována (tvar, hloubka, okolí apod.). Výsledky testu, rozsahu opotřebení, jsou závislé především na těchto parametrech: zatěžující síla, velikost styčné plochy – geometrie tělíska, relativní rychlost mezi tělískem a vzorkem, počet cyklů, teplota povrchu vzorku, použití definovaného prostředí – mazací látky, stav a kvalita povrchu vzorku, mechanické a fyzikální vlastnosti materiálu a tělíska [22].

#### Parametry měření

Měření bylo provedeno na dvou vzorcích od každé technologické varianty. Celkem tedy bylo provedeno měření na 16 vzorcích (2 pro každou ocel/použitý typ cementace). Ocel C15 po cementaci ve vakuu nebyla měřena, neboť nedošlo k jejímu zakalení. Parametry cementace shrnuje Tab. 6.6-1.

Průměr stopy	Průměr "Pin" kuličky	Materiál "Pin" kuličky	Zatížení	Otáčky disku	Počet cyklů
4 mm	6 mm	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	10 N	154 ot/min	10000

Tab. 6.6-1Parametry měření testu Pin on Disk

Šířka stopy byla vyhodnocena pomocí mikroskopu Zeiss Axio Observer Z1m a softwaru grafické analýzy Zeiss AxioVision. Úbytek objemu byl vyhodnocen pomocí vzorce, který uvádí norma ASTM G99 – 95a:

#### Výsledky měření

Výsledky měření shrnuje Tab. 6.6-2. Grafické porovnání výsledků je na Obr. 6.6-1. Nejlepší otěruvzdornosti dosáhla ocel 15NiCr13 po vakuové cementaci. Nejhoršího výsledku dosáhla ocel 16MnCr5 po cementaci ve vakuu.

	Úbytek objemu [mm <sup>3</sup> ]	Směrodatná odchylka [mm <sup>3</sup> ]		
C15 PRÁŠEK	0,142	0,004		
16MnCr5 PRÁŠEK	0,123	0,025		
15NiCr13 PRÁŠEK	0,101	0,009		
C15 PLYN	0,120	0,011		
16MnCr5 PLYN	0,104	0,009		
15NiCr13 PLYN	0,129	0,066		
C15 VAC	-	-		
16MnCr5 VAC	0,186	0,016		
15NiCr13 VAC	0,096	0,017		

Tab.	6.6-2	Výsledky	zkoušky	otěruvzdornosti	metodou	Pin on	Disk
------	-------	----------	---------	-----------------	---------	--------	------



Obr. 6.6-1 Výsledky zkoušky otěruvzdornosti metodou Pin on Disk

## 7 Diskuze výsledků

## 7.1 Vstupní materiál

Metalografický analýza, analýza chemického složení a zkouška tvrdosti prokázala, že stav vstupního materiálu odpovídá normě ČSN EN 10 084 a technickým dodacím podmínkám. Ocel C15 vykazovala mírnou řádkovitost, která byla akceptovatelná.

### 7.2 Struktura, obsah uhlíku, tvrdost a tloušťka vrstvy

#### 7.2.1 Cementace v práškovém granulátu

Nejvyššího obsahu uhlíku bylo dosaženo u oceli C15. Obsah uhlíku u ocelí 16MnCr5 a 15NiCr13 je nižší a jeho průběhy se překrývají. Průběh obsahu uhlíku je u všech tří ocelí pozvolný. Jeho obsah je ovlivněn hlavně časem cementace.

Tloušťka cementované vrstvy oceli C15 byla 1,2 mm. U ocelí 16MnCr5 a 15NiCr13 bylo dosaženo vrstvy cca 1 mm. Oceli C15 byla naměřena nejvyšší tvrdost ve vrstvě (823 HV) ze všech tří ocelí, což je dáno vyšším obsahem uhlíku. U oceli 16MnCr5 byla naměřena nejvyšší tvrdost 769 HV u oceli 15NiCr13 715 HV. Naměřená tvrdost ocelí v jádře byla u C15 221  $\pm$  5 HV1, u 16MnCr5 522  $\pm$  6 HV1 a u 15NiCr13 425  $\pm$  3 HV1, což odpovídá jejich struktuře a prokalitelnosti.

Struktura všech tří ocelí obsahuje ve vrstvě martenzit s malým podílem zbytkového austenitu. Ocel C15 má jádro tvořené strukturou martenziticko-bainitickou a masivními feritickými zrny na rozdíl od ocelí 16MnCr5 a 15NiCr13, u kterých je jádro martenzitické, případně martenziticko-bainitické. V jádře oceli 16MnCr5 se místy vyskytuje ferit. Ocel 16MnCr5 je na povrchu mírně oduhličená v důsledku nedokonalého nanesení nátěru proti oduhličení, kterým byly vzorky chráněny během ohřevu na kalicí teplotu.

#### 7.2.2 Cementace v plynu

Velikost nauhličení i průběh obsahu uhlíku ve vrstvě všech ocelí se lišila výrazněji než u cementace v prášku i ve vakuu. Nejvyššího nauhličení bylo po cementaci v plynu dosaženo u oceli 16MnCr5. Nauhličení je u ocelí C15 a 15NiCr13 výrazně menší. To je způsobeno vyšší aktivitou uhlíku v oceli 16MnCr5 vzhledem k ocelím C15 a 15NiCr13. Obsah uhlíku ve vrstvě má pozvolný průběh.

Naměřené tvrdosti a tloušťky vrstev odpovídají dosaženému nauhličení. Ocel 16MnCr5 dosahuje tvrdosti 804 HV a tloušťky vrstvy 0,75 mm. Oceli C15 a 15NiCr13 mají tloušťku vrstvy cca 0,6 mm. Větší dosažená tvrdost a tloušťka vrstvy oceli 16MnCr5 je důsledkem vyššího obsahu uhlíku a vyšší prokalitelnosti. Naměřená tvrdost ocelí v jádře byla u C15 230  $\pm$  4 HV1, u 16MnCr5 459,6  $\pm$  10 HV1 a u 15NiCr13 420  $\pm$  6 HV1, což odpovídá jejich struktuře a prokalitelnosti.

Struktura všech ocelí ve vrstvě je martenzitická s obsahem zbytkového austenitu. Ocel C15 má jádro tvořené směsí martenzitu, bainitu a feritu. Jádra ocelí 16MnCr5 a 15NiCr5 jsou martenziticko-bainitická, což odpovídá prokalitelnosti ocelí. Povrch ocelí C15, 16MnCr5 i 15NiCr13 je oduhličen. V některých místech na povrchu oceli C15 se vyskytují dokonce oblasti feritu (viz Obr. 6.4-1), což může být způsobeno kolísáním uhlíkového potenciálu v závěrečných fázích cementačního procesu. U ocelí 16MnCr5 a 15 NiCr13 se na povrchu vyskytuje oxidace max. do tloušťky 10 µm. Na snímcích Obr. 6.4-7 a Obr. 6.4-8 není oxidace prokazatelná. Pro lepší dokumentaci vnitřní oxidace by bylo vhodné doplnit snímky ze SEM.

Oduhličení při cementaci v plynu vzniká v důsledku nedokonalého rozkladu methanolu při teplotách nižších než 850 °C (viz Obr. 3.3-1). Poklesne-li teplota v peci pod tuto mez, začne se kromě CO a H<sub>2</sub> objevovat H<sub>2</sub>O (vodní pára). Ta oduhličuje povrch oceli dle rovnice:

$$C(Fe) + H_2 O \rightarrow CO + H_2 \qquad Rov. 7.2-1$$

Malé oduhličení je tolerovatelné a nemá zásadní vliv na kvalitu cementované vrstvy.



Obr. 7.2-1 Příklad oduhličení povrchu

Vnitřní oxidace je jedna z nevýhod cementace v plynu a cementace v prášku. Jde o proces, který je nedílnou součástí cementace kromě vakuové cementace. Na oxidaci má největší vliv chemické složení oceli. Kyslík je v oceli intersticiálním prvkem. Jeho rychlost difuze není příliš vysoká. Vliv na oxidaci má uhlíkový potenciál, teplota (viz Obr. 7.2-2) a čas. Oxidaci více podléhají hrubozrnné oceli. Oxidy mohou být ve vrstvě přítomné jako precipitáty nebo vyloučené po hranicích zrn (viz Obr. 7.2-3). Oxidace má negativní vliv na únavovou pevnost v ohybu a positivní vliv na kontaktní únavu.







Obr. 7.2-3 Rozložení oxidů v povrchu Cr-Mn oceli (cementováno při 930 °C/5 hod)

#### 7.2.3 Cementace ve vakuu

Nevyššího obsahu uhlíku po cementaci ve vakuu bylo dosaženo u oceli 16MnCr5, což je důsledek vyšší aktivity uhlíku ve srovnání s ostatními dvěma ocelemi. Aktivity uhlíku u ocelí C15 a 15NiCr13 jsou podobné, čemuž odpovídají i křivky průběhu uhlíku, které se téměř překrývají. Obsah uhlíku klesá směrem k jádru pozvolně.
Západočeská univerzita v Plzni. Fakulta Strojní. Diplomová práce, akad. rok 2014/15 Katedra materiálu a strojírenské metalurgie

Ocel C15 nebyla prokalena, protože kalení s přetlakem dusíku není pro tuto ocel dostatečně intenzivní. Nejvyšší tvrdost naměřená ve vrstvě je 365 HV1, která nedosahuje hodnoty 550 HV, která je dle normy ČSN EN ISO 2639 hranicí vrstvy. Hodnota tloušťky vrstvy oceli C15 je proto 0 mm. Naměřené tvrdosti a tloušťky vrstev ocelí 16MnCr5 a 15NiCr13 odpovídají dosaženému nauhličení. Ocel 16MnCr5 má nejvyšší tvrdost vrstvy 853 HV1 a tloušťku vrstvy 1,4 mm. Ocel 16MnCr5 má nejvyšší tvrdost vrstvy 745 HV1 a tloušťku vrstvy 1,2 mm. Tvrdost jádra je  $430 \pm 6$  HV1 u oceli 16MnCr5 a  $390 \pm 5$  HV1.

Vrstvu oceli C15 tvoří hlavně perlit a ferit, který vykazuje morfologii Widmannstättenovy struktury. Jádro oceli C15 je feriticko-perlitické (s převahou feritu). Vrstvu ocelí 16MnCr5 a 15NiCr13 tvoří martenzit a velké množství zbytkového austenitu (zejména v oblasti hran vzorků), jádro je martenziticko-bainitické.

Obsah zbytkového austenitu roste, je-li vrstva nauhličena na příliš vysoký obsah uhlíku, případně je-li teplota kalení příliš vysoká. Zbytkový austenit ve struktuře má negativní vliv na tvrdost, odolnost vůči abrazi a únavovou pevnost v ohybu. Příznivě se projevuje zvýšením odolnosti vůči kontaktní únavě. Zbytkový austenit se dá odstranit správnou kontrolou C<sub>p</sub> nebo úpravou způsobu kalení (např. zmrazováním). U ocelí 16MnCr5 a 15NiCr13 se vyskytuje zbytkový austenit v oblasti rohů. V oblasti rohů je mnohem pozvolnější koncentrační spád uhlíku. Tato oblast je vlastně ze dvou stran obklíčena vrstvou, která má vyšší obsah uhlíku. Tento problém by se dal pravděpodobně odstranit prodloužením difuzních period, čímž by se koncentrace uhlíku snáze vyrovnala.

## 7.3 Deformace a zbytkové napětí

Naměřené hodnoty deformací a zbytkových napětí jsou shrnuty v Tab. 7.3-1.

### 7.3.1 Deformace

### Deformace vzorků oceli C15

Vzorky oceli C15 mají tendenci k posunu díry směrem k okraji vzorku po všech třech cementacích. Rovněž objem všech vzorků vzrostl, o čemž svědčí jak nárůst vnějšího průměru, tak vypouklost vzorků. Vzorky po cementaci v plynu byly vyduté. Zde byla deformace ovlivněna masivním oduhličením (na povrchu se vyskytuje ferit). Díry mají tendenci se ve všech případech tendenci zmenšovat. Zdá se, že deformace oceli C15 budou více než na typu cementace závislé na typu kalícího média, resp. na jeho ochlazovací intenzitě, která rozhodne o tom, jak bude ocel prokalena a jaká část oceli přetransformuje na martenzit.

### Deformace vzorků oceli 16MnCr5

U oceli 16MnCr5 není snadné určit jednoznačně trend, jakým se budou vyvíjet deformace. Deformaci u oceli 16MnCr5 budou více záviset na typu cementace, zejména na podílu zbytkového austenitu ve výsledné struktuře. Celkově nejmenších deformací dosáhla ocel 16MnCr5 po cementaci v plynu. Největších deformací dosáhla ocel 16MnCr5 po cementace ve vakuu. Vrstva této oceli obsahuje velké množství zbytkového austenitu.

### Deformace vzorků oceli 15NiCr13

Ocel 15NiCr13 vykazuje podobnou tendenci po cementaci v prášku a v plynu. Díra se bude posouvat blíže a bude se zvětšovat. Oba typy cementace jsou u 15NiCr13 spojené s objemovým nárůstem, který se projevuje zvětšením vnějšího průměru i vypouklostí vzorku. Menší deformace vykazuje ocel 15NiCr13 po cementaci v plynu. Menší deformace mohou být způsobeny celkově menší tloušťkou vrstvy a oduhličení povrchu. Jiný vzorec deformací vykazuje ocel 15NiCr13 po cementaci ve vakuu. Objemový nárůst brzdí pravděpodobně vyšší obsah zbytkového austenitu.

### 7.3.2 Zbytková napětí

Výsledky analýzy zbytkového napětí byly do určité míry zkresleny faktem, že efektivní hloubka měření byla v řádu jednotek mikrometrů. Povrchy vzorků, které byly oduhličené, vykazovaly při měření tahová napětí, což je způsobeno tím, že oduhličený martenzit na povrchu má menší objem než martenzit pod povrchem.

Pro získání relevantnější informace o charakteru a velikosti zbytkového napětí ve větší tloušť ce pod povrchem by bylo vhodné zvolit např. odvrtávací metodu. Principem této metody je navrtání malého otvoru do povrchu. Vyvrtáním otvoru se uvolní zbytkové napětí, což se projeví zdeformováním otvoru. Pomocí hodnot deformace zaznamenanými tenzometry se zpětně dopočítá zbytkové napětí.

Přesto lze konstatovat, že nejvyšší zbytková napětí tlakového charakteru byla naměřena u oceli C15, která vykazovala i největší deformace po cementaci. Je to způsobeno interakcí strukturních fází odlišných měrných objemů, které jsou obsaženy v jádře a vrstvě. Zatímco ve vrstvě je majoritní fází vysokouhlíkový martenzit, jádro tvoří směs nízkouhlíkového martenzitu a bainitu a velký podíl feritu. Překvapivé je, že tlakové napětí u oceli C15 po cementaci v plynu bylo vyšší než po cementaci v prášku, ačkoliv obsah uhlíku u cementace v prášku je markantně vyšší.

Dále bylo analýzou zbytkových napětí zjištěno, že zbytkové napětí se příliš nelišilo v závislosti na směru broušení. Zbytkové napětí obecně vzniká superpozicí napětí tepelných, strukturních a deformačních (pokud je překročena mez elasticity strukturních fází). Na výsledné zbytkové napětí po cementaci má zřejmě zásadní vliv v první řadě napětí strukturního původu a ostatní napětí jsou poněkud upozaděna.

Tab. 7.3-1 Korelační tabulka hodnot deformací a zbytkových napětí (hodnota vypouklosti je nejvyšší naměřená hodnota na čele vzorku, hodnota obsahu uhlíku ve vrstvě, je nejvyšší naměřenou hodnotou ve vrstvě)

	Deformace				Zbyt. napětí	Struktura (+obsah C)	
Vzorek	ΔD [%]	∆d [%]	Δz [%]	Vyp. [%]	σ [Mpa]	Vrstva	Jádro
C15-PR	+1,87	+0,91	-14,51	+0,2	$-209 \pm 43$ $-244 \pm 45$	martenzit (zb. aust.) max. 0,99 % C	martenzit- bainit a ferit
16Mn-PR	-0,41	+1,63	-0,07	+0,3	$+262 \pm 5$ $+220 \pm 9$	martenzit (zb. aust.) max. 0,83 % C	martenzit- bainit
15Ni-PR	+1,09	+1,06	-0,87	+0,4	$-92 \pm 24$ +37 ± 12	martenzit (zb. aust.) max. 0,77 % C	martenzit- bainit
C15-PL	+0,76	+1,78	-7,13	-0,4	$-570 \pm 31$ $-359 \pm 43$	martenzit (zb. aust.) max. 0,53 % C	martenzit- bainit a ferit
16Mn-PL	-0,31	+0,12	-1,17	+0,3	$+245 \pm 10$ $+322 \pm 7$	martenzit (zb. aust.) max. 1,05 % C	martenzit- bainit
15Ni-PL	+0,28	+1,35	-1,35	+0,1	$-200 \pm 14$ $-187 \pm 27$	martenzit (zb. aust.) max. 0,7 % C	martenzit- bainit
16Mn-VAC	-1,58	-0,98	-2,83	+0,5	$-199 \pm 51$ $-203 \pm 38$	martenzit-zb. austenit!! max. 0,82 % C	martenzit- bainit
15Ni-VAC	-0,39	+0,12	-2,93	+0,5	$-277 \pm 21$ $-188 \pm 28$	martenzit-zb. austenit! 0,71 % C	martenzit- bainit+ferit

## 7.4 Otěruvzdornost

Z hlediska srovnání typů cementací podle naměřené otěruvzdornosti, lze konstatovat, že rozdíly v otěruvzdornosti nejsou výrazné až na ocel 16MnCr5 po cementaci ve vakuu. Nejmenší otěr vykazovala ocel 15NiCr13 po cementaci v prášku a po vakuové cementaci. Ocel C15 ač nelegovaná, nezaostávala v otěruvzdornosti za zbylými dvěma ocelemi a dosáhla stejné nebo i lepší otěruvzdornosti než např. 15NiCr13 po cementaci v plynu nebo 16MnCr5 po cementaci v prášku (viz Obr. 3.1-1).



Obr. 7.4-1 Korelace hodnot otěruvzdornosti s trvdostí povrchu

Z Obr. 3.1-1 plyne, že větší vliv na otěruvzdornost než tvrdost má obsah zbytkového austenitu. Např. ocel C15 po cementaci v prášku a po cementaci v plynu se tvrdostí liší o více než 150 HV. Přesto je jejich hodnota otěru srovnatelná. Oproti tomu ocel 16MnCr5 po cementaci v plynu dosahují téměř stejných tvrdostí, ale otěr vzorků po cementaci v plynu byl téměř poloviční, protože vzorky po vakuové cementaci obsahují vysoký podíl zbytkového austenitu.

# 8 Závěr

Cílem diplomové práce bylo porovnat tři typy cementací na základě mikrostruktury, deformací, zbytkového napětí a otěruvzdornosti.

Bylo zjištěno, že deformace oceli C15 závisí spíše na intenzitě ochlazování kalicího média, než na zdroji uhlíku při cementaci.

Na velikost a smysl deformací u oceli 16MnCr5 má zásadní vliv obsah zbytkového austenitu ve struktuře a oduhličení.

Nejvyšší deformace se projevily u vzorků po cementaci v prášku. Deformace po cementaci v plynu a po vakuové cementaci byly srovnatelné.

Největší zbytková napětí se projevila u oceli C15 po cementaci v plynu, což je způsobeno interakcí strukturních fází velmi odlišných měrných objemů, které jsou obsaženy v jádře a vrstvě.

Dále bylo analýzou zbytkového napětí zjištěno, že zbytkové napětí po cementaci příliš nezávisí na předem vneseném deformačním napětí. Zásadní vliv na zbytková napětí mají napětí strukturního původu.

Otěruvzdornost vzorků se zásadně nelišila podle typu cementace. Bylo zjištěno, že na odolnost vůči otěru má vliv nejen tvrdost ale především strukturní složení vrstvy, konkrétně obsah zbytkového austenitu.

Na základě provedeného měření deformací doporučuji použití větších vzorků (např. o průměru 30 mm), aby mohlo být dosaženo větší přesnosti měření.

Vzhledem k tomu, že měření zbytkových napětí byla často velmi ovlivněna oduhličením povrchu, doporučuji pro měření metodu, která obsáhne zbytkové napětí ve větší tloušť vrstvy (např. odvrtávací metodu).

## 9 Použitá literatura

[1] KRAUS, Václav. ZČU V PLZNI. Technologie tepelného zpracování. 1. vyd. Plzeň, 1992. ISBN 80-7082-071-3.

[2] RYŠ, Přemysl, Mojmír CENEK, Karel MAZANEC a Antonín HRBEK. Nauka materiálu: Nauka o kovech 4. svazek. 2. vyd. Praha: ACADEMIA, 1975.

[3] RAJAN, T.V., C.P. SHARMA a Ashok SHARMA. Heat Treatment: Principles and Techniques. Second Edition. 2013. ISBN ISBN-978-81-203-4095-4.

[4] TOTTEN E. GEORGE, Steel Heat Treatment Handbook, Taylor & Francis 2006

[5] NUNES, Rafael Menezes. ASM INTERNATIONAL. ASM Handbook: Volume 4: Heat treating. USA, 1991. ISBN ISBN 0-87170-379-3.

[6] DAVIS, J.R. ASM INTERNATIONAL. Surface Hardening of Steels: Understanding the Basics. Ohio, USA: ASM International, 2002. ISBN 0-87170-764-0.

[7] JONES, William C., Kenneth R. BRITT a Isaac L. NEWELL. Immersion in molten mixture with graphite cover layer [patent]. Patent, US4591397 A. Uděleno 27. 5. 1986. Dostupné z: http://www.google.com/patents/US4591397

[8] KARABELCHTCHIKOVA, Olga. Fundamentals of Mass Transfer in Gas Carburizing. Worcester, USA, 2007. Disertační práce. WORCESTER POLYTECHNIC INSTITUTE.

[9] KASPERSMA, Jelle H. a Robert H. SHAY. Carburization and gas reactions of hydrocarbon-nitrogen mixtures at 850 °C and 925 °C. Metallurgical Transactions B. 1982. DOI: 10.1007/BF02664584.

[10] HERRING, Damiel H. Vacuum Heat Treatment: Principles/Practices/Applications. USA: BNP Media, 2012. ISBN 978-0-9767565-0-7.

[11] LINDE AG. Furnace Atmospheres No. 6: Low pressure carburising and high pressure gas quenching. Dostupné z:

http://heattreatment.linde.com/international/web/lg/ht/like35lght.nsf/repositorybyalias/wp\_gn chg\_6/\$file/6.pdf

[12] BODYCOTE. Nízkotlaká cementace (LPC) [online]. [cit. 2014-12-15]. Dostupné z: http://www.bodycote.cz/cs-CZ/services/heat-treatment/case-hardening-with-subsequenthardening-operation/low-pressure-carburising-lpc.aspx

[13] ČSN 41 2020. OCEL 12 020. Praha: Český normalizační institut, 1988.

[14] ČSN 41 4220 Mn - Cr. OCEL 14 220. Praha: Český normalizační institut, 1976.

[15] ČSN 41 6420 Ni - Cr. OCEL 16 420. Praha: Český normalizační institut, 1979.

[16] PAVLÍK, Jakub. Difuze v kovech. Brno, 2013. Dostupné z: https://www.vutbr.cz/www base/zav prace soubor verejne.php?file id=67641. Bakalářská práce. VUT v Brně. Vedoucí práce Ing. EVA NOVOTNÁ, Ph.D., Paed IGIP.

[17] SALABOVÁ, Petra. Podtlaková cementace. Tribotechnika: Časopis o tření, opotřebování a mazání. 2013, roč. 2013, č. 3. Dostupné z:

https://www.scribd.com/embeds/144596602/content?start page=1&view mode=book&acces s\_key=key-24msy9xmeorm0d9f2j8&show\_recommendations=false

[18] LINDE GAS, Furnace Atmospheres No. 1: Gas Carburizing and Carbonitriding [online]. [cit. 2015-05-12]. Dostupné z: http://www.linde-

gas.com/en/processes/heat treatment/carburising carbonitriding/index.html

Západočeská univerzita v Plzni. Fakulta Strojní. Katedra materiálu a strojírenské metalurgie

[19] LINDE AG,. Furnace Atmospheres No. 6: Low pressure carburising and high pressure gas quenching [online]. [cit. 2015-05-13]. Dostupné z: http://www.linde-gas.com/en/news\_and\_media/publications/index.html

[20] VÁŇOVÁ, Petra. Základy tepelného zpracování: Studijní opora [online]. Ostrava [cit. 2015-05-15]. Dostupné z: http://www.fmmi.vsb.cz/export/sites/fmmi/cs/studium-a-vyuka/studijni-opory/636-Vanova\_ZTZ.pdf. VŠB – TU Ostrava.

[21] HERRING, Daniel H. a Gerald D. LINDELL. Reducing distortion in heat-treated gears. 2004, : 35 s. Dostupné také z: http://www.gearsolutions.com/

[22] KŘÍŽ, Antonín. Tibologická analýza Pin on Disk [online]. [cit. 2015-05-19]. Dostupné z: http://www.ateam.zcu.cz/TRIBOLOGICKA\_ANALYZA\_PIN-ON-DISC.pdf

## 10 Seznam obrázků

Obr. 3.1-1 Rychlost nauhličení v tuhém prostředí při různých teplotách [2]5
Obr. 3.2-1 Hloubka nauhličené vrstvy v závislosti na době cementace, nízkouhlíková ocel, teplota cem. 955 °C, cem. v bezkyanidové lázni [5]7
Obr. 3.3-1 Výsledné složení plynu vzniklého rozkladem methanolu (40 % dusíku, 60 % methanolu ) [18]
Obr. 3.4-1 Změny obsahu uhlíku v povrchové vrstvě v závislosti na čase při střídání sytících a difuzních fází [11]
Obr. 3.4-2 Schéma průběhu teploty v čase v návaznosti na změny tlaku při vakuové cementaci [10]
Obr. 3.5-1: Srovnání teplot a příslušných hodnot maximální rozpustnosti uhlíku cementace v plynu, vakuové cementace a cementace v plazmě [5]
Obr. 4.1-1 Schematické znázornění procesu cementace [18]
Obr. 4.1-2 Závislost koeficientu přestupu uhlíku $\beta$ na uhlíkovém potenciálu C <sub>P</sub> a složení atmosféry dle měření Rimmera při teplotě 913 °C (vlevo) a dle měření Stolara při teplotě 920 °C (vpravo) [8]
Obr. 4.1-3 Hodnoty difuzního koeficientu při konstantní teplotě a měnící se koncentrace uhlíku (vlevo) a při konstantní koncentraci uhlíku a měnící se teplotě (vpravo) [8]17
Obr. 4.1-4 Grafické znázornění přestupu uhlíku z atmosféry do povrchu oceli [8]
Obr. 4.1-5 Hmotnostní tok uhlíku v závisloti na čase při teplotě 930 °C v atmosféře složené z 20 % CO a 40 % H <sub>2</sub> s uhlíkovým potenciálem 0,8
Obr. 4.1-6 Jednofázový a dvoufázový způsob cementace povrchu [18]
Obr. 4.1-7 Vztah mezi aktivitou uhlíku a uhlíkovým potenciálem při různých teplotách [18]20
Obr. 4.2-1 Schéma tepelných zpracování po cementaci: 1 – přímé kalení, 2 až 4 – kalení s opětovným ohřevem po pomalém ochlazení z cementační teploty (2 – na jádro, 3 – kompromis mezi zakalením jádra a vrstvy, 4 – na vrstvu), 5 – dvojité kalení (napřed na jádro, poté na vrstvu) [3]
Obr. 4.3-1 Typický průběh obsahu uhlíku, tvrdosti a zbytkového napětí ve vrstvě po cementaci, kalení a popuštění [18]
Obr. 4.3-2 Schematické znázornění vzniku a rozložení napětí v průřezu válcového tělesa [20]
Obr. 4.3-3 Přestup tepla a rozložení teploty při kalení válcového předmětu v kapalině (voda a olej) [19]
Obr. 4.3-4 Přestup tepla a rozložení teploty při kalení válcového předmětu v plynu [19] 25
Obr. 6.1-1 Ocel C15 v dodaném stavu - vlevo příčný řev, vpravo podélný řez (Nital 3%, 100x)
Obr. 6.1-2 Ocel 16MnCr5 v dodaném stavu - vlevo příčný řev, vpravo podélný řez (Nital 3%, 500x)
Obr. 6.1-3 Ocel 15NiCr13 v dodaném stavu - vlevo příčný řev, vpravo podélný řez (Nital 3%, 500x)

Obr. 6.2-1 Vizuální stanovení hloubky nauhličené vrstvy oceli 16MnCr5 při odlaďování času cementace v práškovém granulátu (50x, Nital 3%)
Obr. 6.2-2 Vlevo – předkomora cementační pece s otevřenými dvěřmi, vpravo - rozmístění vzorků v koši
Obr. 6.2-3 Nomogram pro určení doby cementace [1]
Obr. 6.2-4 Vlevo – určení difuzního koeficientu <i>D</i> , vpravo – určení časového úseku difúzní etapy v % etapy sycení [1]
Obr. 6.2-5 Záznam průběhu z cementace v plynu
Obr. 6.2-6 Záznam teploty a průběhu tlaku v závislosti na čase v peci při cementaci ve vakuu
Obr. 6.2-7 Záznam teploty a průtoků plynů v závislosti na čase v peci při cementaci ve vakuu
Obr. 6.3-1 Úprava vzorků pro vyhodnocení deformací
Obr. 6.3-2 Změny základních rozměrů
Obr. 6.3-3 Terč pro měření vypouklosti/vydutosti čela vzorků
Obr. 6.3-4 Vypouklost resp. vydutost vzorků
Obr. 6.3-5 Srovnání deformací oceli C15 v závislosti na typu cementace
Obr. 6.3-6 Průměrné hodnoty map vydutosti resp. vypuklosti vzorků oceli C15 v závislosti na typu cementace
Obr. 6.3-7 Srovnání deformací oceli 16MnCr5 v závislosti na typu cementace
Obr. 6.3-8 Průměrné hodnoty map vydutosti resp. vypouklosti vzorků oceli 16MnCr5 v závislosti na typu cementace
Obr. 6.3-9 Srovnání deformací oceli 15NiCr13 v závislosti na typu cementace
Obr. 6.3-10 Průměrné hodnoty map vydutosti resp. vypouklosti vzorků oceli 15NiCr13 v závislosti na typu cementace
Obr. 6.3-11 Srovnání typů cementace podle deformací $\Delta z$ , $\Delta d$ a $\Delta D$
Obr. 6.3-12 Porovnání typů cementace podle průměrné hodnoty vypouklosti resp. vydutosti45
Obr. 6.4-1 Mikrostruktura oceli C15 po cementaci v prášku - nahoře vlevo: vrstva blízko povrchu, nahoře vpravo: vrstva ve větší vzdálenosti od povrchu, dole vlevo: rozhraní mezi vrstvou a jádrem, dole vpravo: jádro vzorku (500x, Nital 3%)
Obr. 6.4-2 Mikrostruktura oceli 16MnCr5 po cementaci v prášku - vlevo vrstva, vpravo: jádro (500x, Nital 3%)
Obr. 6.4-3 Mikrostruktura oceli 15NiCr13 po cementaci v prášku - vlevo vrstva, vpravo: jádro (500x, Nital 3%)
Obr. 6.4-4 Průběh obsahu uhlíku po cementaci v prášku
Obr. 6.4-5 Průběh tvrdosti cementovaných vrstev vzorků po cementaci v prášku 50
Obr. 6.4-6 Mikrostruktura oceli C15 po cementaci v plynu – nahoře vlevo vrstva, nahoře vpravo vrstva s feritickým útvarem, vlevo dole rozhraní mezi vrstvou a jádrem, vpravo dole jádro (500x, Nital 3%)

Obr. 6.4-7 Mikrostruktura oceli 16MnCr5 po cementaci v plynu - vlevo vrstva, vpravo jádro (500, Nital 3%)
Obr. 6.4-8 Mikrostruktura oceli 15NiCr13 po cementaci v plynu - vlevo vrstva, vpravo jadro(500x, Nital 3%)
Obr. 6.4-9 Průběh obsahu uhlíku po cementaci v plynu 53
Obr. 6.4-10 Průběh tvrdosti cementovaných vrstev po cementaci v plynu
Obr. 6.4-11 Struktura oceli C15 po vakuové cementaci: vlevo vrstva, vpravo jádro (500x, Nital 3%)
Obr. 6.4-12 Mikrostruktura oceli 16MnCr5 po vakuové cementaci - nahoře vlevo je struktura v oblasti hrany, nahoře vpravo a dole vlevo: vrstva, dole vpravo: jádro (500x, Nital 3%) 56
Obr. 6.4-13 Mikrostruktura oceli 15NiCr13 po vakuové cementaci - nahoře vlevo struktura v oblasti hrany (200x), nahoře vpravo: vrstva, dole vlevo: vrstva, dole vpravo: jádro (500x, Nital 3%)
Obr. 6.4-14 Průběh obsahu uhlíku ve vrstvách vzorků po vakuové cementaci
Obr. 6.4-15 Průběh tvrdosti cementovaných vrstev vzorků po vakuové cementaci 59
Obr. 6.6-1 Výsledky zkoušky otěruvzdornosti metodou Pin on Disk62
Obr. 7.2-1 Příklad oduhličení povrchu 64
Obr. 7.2-2 Oxidace při různých teplotách64
Obr. 7.2-3 Rozložení oxidů v povrchu Cr-Mn oceli (cementováno při 930 °C/5 hod) 64
Obr. 7.4-1 Korelace hodnot otěruvzdornosti s trvdostí povrchu

## 11 Seznam tabulek

Tab. 3.2-1 Obvyklý obsah jednotlivých složek v kyanidových lázních [5]7
Tab. 3.3-1 Obvyklé složení endoatmosféry [3]
Tab. 3.3-2 Složení cementační atmosféry v pecí typu MONOCARB [1] 10
Tab. 3.4-1Cementační atmosféry používané při vakuové cementaci [10]11
Tab. 5.1-1 Chemické složení oceli ČSN 12 020 v hm. % [13] 27
Tab. 5.1-2 Ekvivalentní značení oceli ČSN 12 020 [13]27
Tab. 5.2-1 Chemické složení oceli ČSN 14 220 v hm. % [14] 27
Tab. 5.2-2 Ekvivalentní značení oceli ČSN 14 220 [14] 27
Tab. 5.3-1 Chemické složení oceli ČSN 16 420 v hm. % [15] 28
Tab. 5.3-2 Ekvivalentní značení oceli ČSN 16 420 [15] 28
Tab. 6.1-1 Chemické složení oceli C15 (obsah prvků v hm. %)
Tab. 6.1-2 Chemické složení oceli 16MnCr5 (obsah prvků v hm. %)
Tab. 6.1-3 Chemické složení oceli 15NiCr13(obsah prvků v hm. %)
Tab. 6.2-1 Parametry procesu cementace v plynu (*doba prodloužena o 20 min vzhledem současné cementaci všech tří ocelí)
Tab. 6.3-1 Mapa hodnot vypouklosti resp. vydutosti čela vzorků oceli C15 po cementaci v prášku
Tab. 6.3-2 Mapa hodnot vypouklosti resp. vydutosti čela vzorků oceli C15 po cementaci v plynu
Tab. 6.3-3 Mapa vypouklosti resp. vydutosti čela vzorků oceli C15 po cementaci ve vakuu. 41
Tab. 6.3-4 Mapa hodnot vypouklosti resp. vydutosti čela vzorků oceli 16MnCr5 po cementaci v prášku
Tab. 6.3-5 Mapa hodnot vypouklosti resp. vydutosti čela vzorků oceli 16MnCr5 po cementaci v plynu
Tab. 6.3-6 Mapa hodnot vypouklosti resp. vydutosti čela vzorků oceli 16MnCr5 po vakuové cementaci
Tab. 6.3-7 Mapa hodnot vypouklosti resp. vydutosti čela vzorků oceli 15NiCr13 po cementaci v prášku
Tab. 6.3-8 Mapa hodnot vypouklosti resp. vydutosti čela vzorků oceli 15NiCr13 po cementaci v plynu
Tab. 6.3-9 Mapa hodnot vypouklosti resp. vydutosti čela vzorků oceli 15NiCr13 po cementaci ve vakuu
Tab. 6.4-1 Hodnoty průběhu obsahu uhlíku ve vzorcích po cementaci v prášku
Tab. 6.4-2 Tloušťky cementačních vrstev vzorků po cementaci v prášku
Tab. 6.4-3Hodnoty průběhu obsahu uhlíku ve vzorcích po cementaci v plynu
Tab. 6.4-4 Tloušťky cementačních vrstev vzorků po cementaci v plynu
Tab. 6.4-5 Hodnoty průběhu obsahu uhlíku ve vzorcích po cementaci v vakuu

Západočeská univerzita v Plzni. Fakulta Strojní.	Diplomová práce, akad. rok 2014/15
Katedra materiálu a strojírenské metalurgie	Bc. Tomáš Jirka
Tab. 6.4-6 Tloušťky cementačních vrstev vzorků po vakuov	vé cementaci59
Tab. 6.5-1 Parametry měření	
Tab. 6.5-2 Výsledky měření zbytkového napětí v povrchu v	zorků po cementaci v prášku 60
Tab. 6.5-3 Výsledky měření zbytkového napětí v povrchu v	zorků po cementaci v plynu 60
Tab. 7.3-1 Korelační tabulka hodnot deformací a zbytkovy nejvyšší naměřená hodnota na čele vzorku, hodnota obs naměřenou hodnotou ve vrstvě)	ých napětí (hodnota vypouklosti je ahu uhlíku ve vrstvě, je nejvyšší 67