

ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI  
**FAKULTA STROJNÍ**

Studijní program: B2301 Strojní inženýrství  
Studijní zaměření: Materiálové inženýrství a strojírenská metalurgie

**BAKALÁŘSKÁ PRÁCE**

Studium procesů zrychlené sferoidizace karbidů v oceli  
a jeho vliv na výsledné vlastnosti po zušlechtění

Autor: **Jakub Kotous**

Vedoucí práce: **Ing. Daniela Hauserová, Ph.D.**

Akademický rok 2015/2016

## **Prohlášení o autorství**

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

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

V Plzni dne: .....

.....  
podpis autora

## ANOTAČNÍ LIST BAKALÁŘSKÉ PRÁCE

<b>AUTOR</b>	<b>Příjmení</b> Kotous	<b>Jméno</b> Jakub	
<b>STUDIJNÍ OBOR</b>	B2301 - Materiálové inženýrství a strojírenská metalurgie		
<b>VEDOUCÍ PRÁCE</b>	<b>Příjmení (včetně titulů)</b> Ing. Hauserová, Ph.D.	<b>Jméno</b> Daniela	
<b>PRACOVIŠTĚ</b>	COMTES FHT a.s.		
<b>DRUH PRÁCE</b>	<b>DIPLOMOVÁ</b>	<b>BAKALÁŘSKÁ</b>	<b>Nehodící se škrtněte</b>
<b>NÁZEV PRÁCE</b>	Studium procesů zrychlené sferoidizace karbidů v oceli a jeho vliv na výsledné vlastnosti po zušlechtnění		

<b>FAKULTA</b>	strojí	<b>KATEDRA</b>	KMM	<b>ROK ODEVZD.</b>	2016
----------------	--------	----------------	-----	--------------------	------

### POČET STRAN (A4 a ekvivalentů A4)

<b>CELKEM</b>	49	<b>TEXTOVÁ ČÁST</b>	42	<b>GRAFICKÁ ČÁST</b>	0
---------------	----	---------------------	----	----------------------	---

<b>STRUČNÝ POPIS (MAX 10 ŘÁDEK)</b>  <b>ZAMĚŘENÍ, TÉMA, CÍL POZNATKY A PŘÍNOSY</b>	Hlavním úkolem je porovnání mikrostruktur a vlastností po dvou typech sferoidizačního žihání v oceli. Úvodem jsou popsány fázové přeměny a děje, které probíhají ve struktuře oceli. Popisovány jsou vlivy tepelného zpracování na mikrostrukturu a výsledné mechanické vlastnosti po kalení a popouštění. Práce vychází ze dvou stavů materiálu, po zrychlené sferoidizaci – Accelerated Spheroidisation and Refinement (ASR) a po konvenčním dlouhodobém žihání na měkko.
<b>KLÍČOVÁ SLOVA</b>  <b>ZPRAVIDLA JEDNOSLOVNÉ POJMY, KTERÉ VYSTIHUJÍ PODSTATU PRÁCE</b>	Sferoidizace karbidů, žihání, kalení, popouštění, pružinová ocel.

## SUMMARY OF BACHELOR SHEET

<b>AUTHOR</b>	Surname Kotous	Name Jakub	
<b>FIELD OF STUDY</b>	B2301 - Materials Engineering and Engineering Metallurgy		
<b>SUPERVISOR</b>	Surname (Inclusive of Degrees) Ing. Hauserová, Ph.D.	Name Daniela	
<b>INSTITUTION</b>	COMTES FHT a.s.		
<b>TYPE OF WORK</b>	<b>DIPLOMA</b>	<b>BACHELOR</b>	<b>Delete when not applicable</b>
<b>TITLE OF THE WORK</b>	Investigation of Accelerated Carbide Spheroidisation Processes in Steel and Their Effects on Final Properties after Hardening		

<b>FACULTY</b>	Mechanical Engineering	<b>DEPARTMENT</b>	KMM	<b>SUBMITTED IN</b>	2016
----------------	---------------------------	-------------------	-----	---------------------	------

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

<b>TOTALLY</b>	49	<b>TEXT PART</b>	42	<b>GRAPHICAL PART</b>	0
----------------	----	------------------	----	-----------------------	---

<b>BRIEF DESCRIPTION TOPIC, GOAL, RESULTS AND CONTRIBUTIONS</b>	The main objective is to compare microstructures and properties of steel after two types of spheroidising treatment. In the introduction, descriptions are given of phase transformations and processes in steel. Effects of heat treatment on the microstructure and resulting mechanical properties after quenching and tempering are outlined. This work deals with two conditions of the material: upon Accelerated Spheroidisation and Refinement (ASR), and upon conventional long-time soft annealing.
<b>KEY WORDS</b>	Carbide spheroidisation, annealing, quenching, tempering, spring steel

## **PODĚKOVÁNÍ**

Chtěl bych poděkovat své vedoucí práce Ing. Daniele Hauserové, Ph.D. a konzultantovi Ing. Jaromíru Dlouhému za pomoc, strávený čas a cenné rady při tvorbě této bakalářské práce.

Mé poděkování patří i celému kolektivu firmy COMTES FHT a.s., kteří mi byli nápomocni a ochotně poskytovali informace a přístup k jednotlivým strojům a zařízením.

Tato práce byla vytvořena v rámci projektu Rozvoj Západočeského materiálově metalurgického centra, reg. č. LO1412, financováno z MŠMT ČR.

## OBSAH

1	Úvod .....	8
2	Austenitizace .....	8
3	Perlitická přeměna v ocelích .....	11
4	Martenzitická přeměna v ocelích .....	13
5	Vliv velikosti původního austenitického zrna na vlastnosti martenzitu.....	18
6	Proces sferoidizace perlitických lamel cementitu .....	19
6.1	Žihání na měkko .....	23
6.2	Zrychlená sferoidizace.....	24
7	Zušlechťování oceli .....	25
7.1	Kalení.....	25
7.2	Popouštění .....	27
8	Úvod do experimentální části.....	30
9	Experimentální materiál .....	30
10	Použité přístroje a zařízení .....	31
10.1	Středofrekvenční generátor pro indukční ohřev.....	31
10.2	Elektrické pece .....	31
10.3	Trhací stroj MAYES DM 100.....	32
10.4	Mikroskopy .....	32
10.5	Tvrdoměr Struers DuraScan 50 .....	33
10.6	Ostatní přístroje na zpracování vzorků .....	33
11	Popis experimentu .....	34
11.1	Sferoidizační zpracování materiálu.....	34
11.2	Kalení a popouštění.....	36
11.3	Metalografická analýza a měření tvrdosti.....	36
11.3.1	Příprava metalografického výbrusu .....	36
11.3.2	Měření tvrdosti .....	37
11.3.3	Měření velikosti austenitického zrna.....	37
11.4	Měření mechanických vlastností.....	38
12	Výsledky experimentu a diskuze.....	39
13	Závěr.....	48
14	Literatura .....	49

## 1 Úvod

V současné době je trendem věnovat se výzkumu a vývoji nových materiálů a inovovat stávající technologie. Především je snaha o zvýšení konkurenceschopnosti na trhu, zvýšení kvality, přesnosti a výkonnosti technologických operací.

Železo a jeho slitiny patří k nejpoužívanějším technickým materiálům už více jak 12 století. Tepelným zpracováním ocelí a litin dosahujeme různých požadovaných vlastností. Mezi zaběhlé způsoby patří klasické tepelné zpracování - žíhání, kalení a popouštění, dále chemicko-tepelné zpracování a termomechanické zpracování. Veškeré tyto procesy využívají změny struktury, a to změny fází nebo velikosti a tvaru zrn. V případě chemicko-tepelného zpracování ještě změnu chemického složení – nasycení povrchu uhlíkem, dusíkem, atd.

Zaměření této práce se vztahuje ke studiu jednoho z možných způsobů tepelného zpracování, zrychlené sferoidizaci karbidů v oceli ASR - Accelerated Spheroidisation and Refinement a následnému zušlechtění pružinové oceli 51CrV4.

Literární rešerše je věnována fázovým přeměnám v oceli, dále konvenčnímu tepelnému zpracování, jako je žíhání na měkko, kalení, popouštění a procesu ASR.

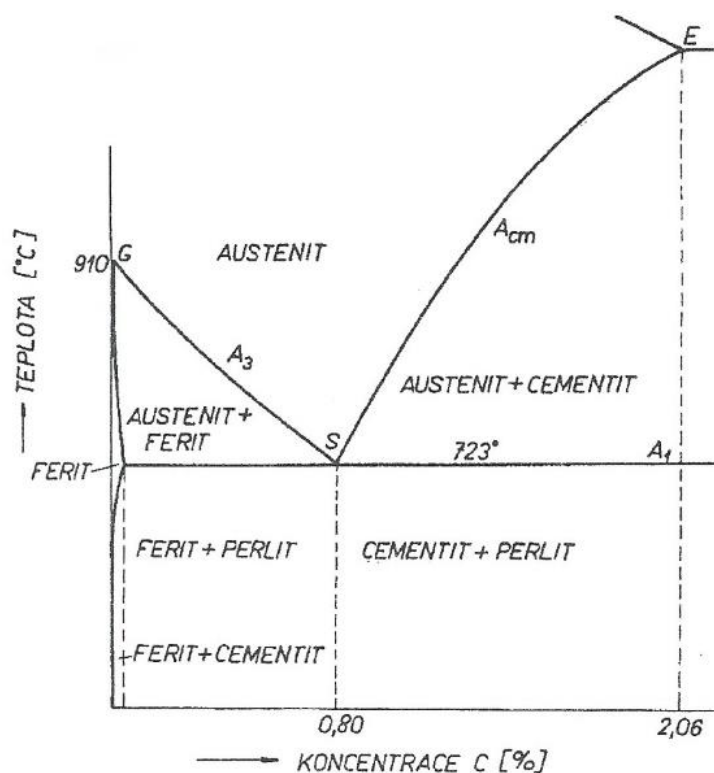
ASR je proces zrychlené sferoidizace karbidů se současným zjemněním feritické matrice. Tento proces je patentován výzkumnou organizací COMTES FHT a.s. [1][2]. Jde o velmi rychlou technologickou operaci k dosažení sferoidizace karbidů v oceli. Běžný způsob k dosažení sferoidizace je žíhání na měkko, což je z důvodu difúze dlouhodobý proces. Při rozměrnějších velikostech zpracovávané součásti se tato doba ještě protáhne, až na několik desítek hodin. V experimentální části práce bylo prováděno jak žíhání na měkko, tak zrychlené žíhání ASR a následné kalení a popouštění.

Cílem této bakalářské práce bylo porovnat a vyhodnotit sferoidizované mikrostruktury a tvrdosti po ASR a žíhání na měkko, dále struktury po zušlechtění s měřením velikosti zrna a mechanických vlastností materiálu.

## 2 Austenitizace

Obvyklá struktura ocelí za pokojové teploty je feriticko-cementitická. Výjimku tvoří vysoce legované oceli feritické, austenitické a martenzitické. Během zpracování takového materiálu, když nastane překrystalizace, dochází k austenitizaci. Například u normalizačního žíhání, homogenizačního žíhání nebo ohřevu na kalící teploty. Při kalení podeutektoidních a eutektoidních ocelí se kalící a austenitizační shodují. Rozdíl je u nadeutektoidní oceli, kdy kalící teploty jsou nad  $A_{c1}$  a austenitizace proběhne jen částečně. Pro úplnou austenitizaci by bylo nutné ohřev provést až nad teploty  $A_{cm}$  (Obr. 1).

Proces austenitizace lze definovat jako ohřev nad kritické teploty, kdy se feriticko-cementitická struktura přemění na austenitickou [3].

Obr. 1 - Část rovnovážného diagramu Fe-Fe<sub>3</sub>C [3]

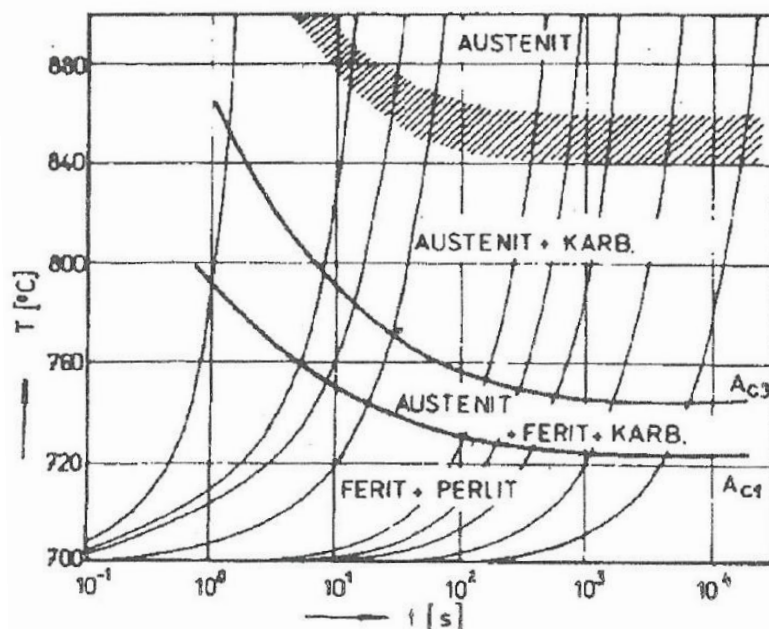
Při austenitizaci nastávají především dva důležité pochody. Tvorba a homogenizace austenitu a následný růst austenitického zrna [3].

Austenitizace začíná na teplotách  $A_{c1}$ , kdy všechen perlit překrystalizuje na austenit. U podeutektoidních ocelí se s dalším zvyšováním teploty postupně přeměňuje ferit až do teploty  $A_{c3}$ , kdy je ve struktuře pouze austenit. U nadeutektoidních ocelí je proces austenitizace obdobný, postupně se přeměňuje cementit sekundární a až do teplot  $A_{cm}$ . Přeměny jsou difúzního charakteru, záleží na teplotě a době setrvání na těchto teplotách. Probíhají vznikem zárodků a jejich růstem. Vznik austenitických zárodků probíhá ve feritických lamelách perlitu heterogenní nukleací na strukturních poruchách, často na rozhraní perlitických lamel nebo na hranicích perlitu. Po přeměně perlitu a feritu či cementitu se rozpouštějí zbylé karbidy. To zapříčiňuje lokální rozdíly koncentrací, které se vyrovnávají difúzí. Takový austenit označujeme jako nehomogenní. Rychlost difúze závisí na zvyšující se teplotě a času [3].

Při vyšších teplotách austenitická zrna hrubnou. Jedná se o přirozený proces, kdy se soustava snaží zmenšit svojí volnou entalpii. Snižuje celkovou délku hranic zrn, tudíž se snižuje i povrchová složka volné entalpie. Rychlost hrubnutí není jednotná, záleží na dané oceli. V případě tzv. hrubozrnných ocelí nastane zhrubnutí austenitického zrna ihned po austenitizaci. U tzv. jemnozrnných ocelí je hrubnutí potlačeno, udržují si počáteční velikost zrna bez významnějších změn, až do prahové teploty. Po překročení prahové teploty začíná probíhat hrubnutí. U jemnozrnných ocelí často nabývá rychlost hrubnutí vyšších hodnot než u hrubozrnných. Jemnozrnnost oceli lze docílit legujícími prvky, jako jsou V, Al, Ti, Nb a Zr. Principem je vznik jemných stabilních oxidů, karbidů a nitridů, které jsou vylučovány po hranicích zrn austenitu a tvoří tak překážku v růstu zrn [4].



Teploty  $A_{c1}$ ,  $A_{c3}$  nebo  $A_{cm}$  je možné ovlivnit kromě pomocí legujících prvků, i rychlostí ohřevu. Vliv rychlosti ohřevu znázorňuje Obr. 2.



Obr. 2 - Austenitizační diagram podeutektoidní oceli [3]

Anizotermický austenitizační diagram podeutektoidní oceli (0,7% uhlíku) s výchozí strukturou jemného perlitu a feritu.

Šrafovaná oblast vyznačuje oblast nehomogenního austenitu.

Na austenitizaci má dále vliv výchozí struktura. Jemnější struktury podléhají rychleji. Tudíž v jemně popuštěné struktuře – sorbitu proběhne austenitizace rychleji než v hrubozrnném perlitu. Chemické složení má také vliv. Množství uhlíku austenitizaci urychluje, karbidotvorné příměsy ji zpomalují [3].

Velikost zrna je zásadní faktor k ovlivňování výsledných mechanických i technologických vlastností daného materiálu. Např. z Hall-Petchova vztahu (1) obecně platí, že čím menší průměr zrna ve struktuře materiálu je, tím bude vykazovat vyšších pevnostních charakteristik.

$$\sigma_y = \sigma_0 + k_y d^{-\frac{1}{2}} \quad (1)$$

Kde  $\sigma_0$  je napětí závislé na pohyblivosti dislokací v krystalové mřížce,  $k_y$  je Hall-Petchova konstanta a  $d$  průměrný průměr zrna [5].

Zrna o menší velikosti ve stavu po vyžhání u ocelí zvyšují tažnost, zúžení, vrubovou houževnatost a mírně navyšují mez kluzu, pevnost, tvrdost. Obrobitelnost se zhorší [3].

Velikost zrn austenitu lze ovlivnit teplotou, dobou austenitizace, výchozí strukturou a závisí i na podmínkách překrystalizace [3].

Při krystalizaci z taveniny vzniká licí zrna. Je hrubé a sleduje mezidendritické prostory. U ocelí už v oblasti horního austenitu je struktura složena z protínajících se dendritů a zrn austenitu. Při dalším chladnutí dochází k tzv. granulaci dendritů. V důsledku rekrystalizace a teplotních pnutí se tvoří z licích zrn hrubá primární austenitická zrna polyedrického tvaru. Primární austenitická zrna u ocelí s obsahem uhlíku menším než 0,51% nejsou totožná s licími zrny. Sekundární austenitická zrna se označují jako zrna vzniklá při překrystalizaci feriticko-karbidické struktury. Z možné časové posloupnosti sekundárních zrn se odlišují

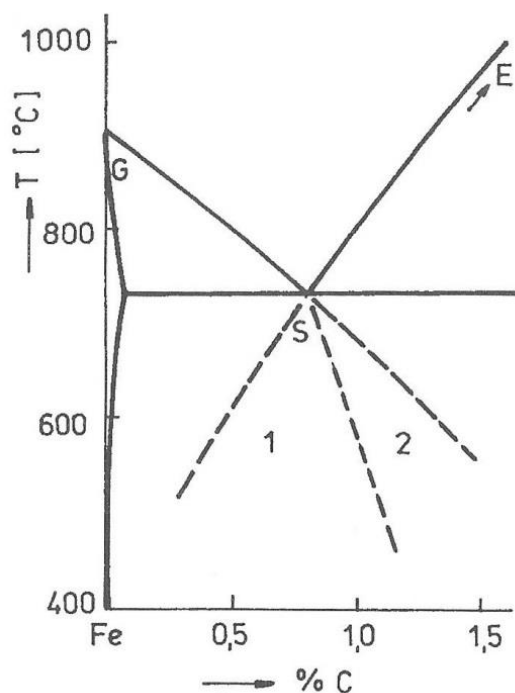
původní austenitická zrna, zrna vzniklá při poslední překrytalizaci, a skutečná zrna, zrna právě existující fáze. Pro zjemnění sekundárních zrn se většinou používá řízené válcování [3].

### 3 Perlitická přeměna v ocelích

Perlitická přeměna je plně difúzní. Probíhá intersticiálně i substitučně, difunduje tedy uhlík i železo a ostatní příměsy v oceli jako jsou legující prvky. Perlitická přeměna proběhne při dosáhnutí teploty  $A_1$ . U náhlého podchlazení (až do teploty cca  $500^\circ\text{C}$ ) vzniká více zárodků. V případě rychlejšího podchlazení pod cca  $500^\circ\text{C}$  je difúze omezena nebo k ní nedochází vůbec a vytváří se jiné fáze – bainit či martenzit [3].

Příčinou perlitické přeměny je změna krystalografické mřížky železa  $\gamma$  na železo  $\alpha$  a tím i změna rozpustnosti uhlíku v železe. Austenit, tuhý roztok uhlíku v železe  $\gamma$  (Fe  $\gamma$ ) s kubickou plošně středěnou mřížkou - FCC (face centered cubic), se při ochlazení na teplotu  $A_1$  přemění na perlit, který je eutektoidní směsí feritu a cementitu. Ferit je tuhý roztok uhlíku v železe  $\alpha$  (Fe  $\alpha$ ) s kubickou prostorově středěnou mřížkou - BCC (body centered cubic) a cementit ( $\text{Fe}_3\text{C}$ ) je chemická sloučenina železa a uhlíku. Fe  $\gamma$  umožňuje v sobě rozpustit až 2,14% C, Fe  $\alpha$  maximálně jen 0,02% C a  $\text{Fe}_3\text{C}$  obsahuje 6,68% C [5].

Perlit má nejčastěji lamelární morfologii. Vedle sebe se střídají lamely feritu a cementitu. Skupinu rovnoběžně orientovaných lamel feritu a cementitu nazýváme perlitickou kolonií, která bývá vytvořena z jednoho zárodku. Skupina perlitických kolonií se nazývá perlitická nodule, roste jako kompaktní perlitická oblast v austenitu. Zárodek, který se vytvoří jako první, zahajuje perlitickou přeměnu a je označován jako „aktivní zárodek“. Aktivní zárodky perlitu vznikají heterogenní nukleací na hranicích zrn, nerozpuštěných karbidů a vměstků [3].

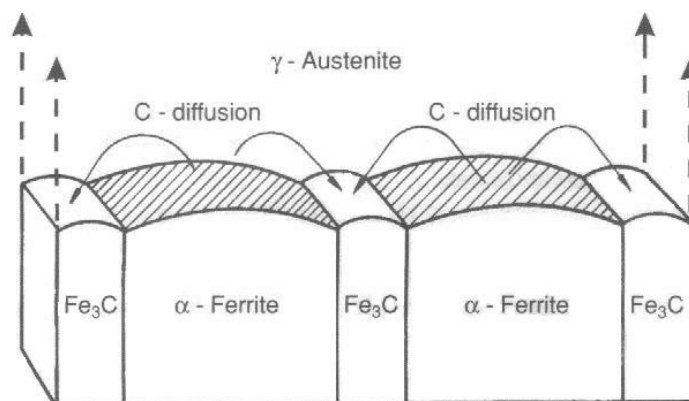


Obr. 3 - Část rovnovážného diagramu Fe-Fe<sub>3</sub>C s prodlouženými křivkami  $A_3$  a  $A_{cm}$  [5]

Tímto zárodkem může být ferit i cementit. Záleží na konkrétní lokální koncentraci uhlíku a železa v austenitu. Vezmeme-li v úvahu, že tento předpoklad známe, můžeme z upraveného rovnovážného diagramu Fe-Fe<sub>3</sub>C vyčíst fázi, která má větší pravděpodobnost být aktivním zárodkem. Z Obr. 3 je vidět prodloužení křivek  $A_3$  a  $A_{cm}$  charakterizované křivkami GS a SE. V blízkosti prodloužené křivky SE (oblast 1) je pravděpodobnější vzniku feritického zárodku, blíže prodloužené křivky GS (oblast 2) je pravděpodobnější vznik zárodku cementitu [5].

Po vzniku zárodku rostou feritické a cementitické lamely současně. Dochází k difúzi především uhlíku a karbidotvorných prvků, které difundují do lamel cementitu a tím umožňují jejich růst, viz Obr. 4 [6].

Rychlost přeměny ovlivňuje teplota, rychlost ochlazování, čistota materiálu, výchozí struktura a chemické složení. S klesající teplotou se zpomaluje difúze, tím i růst perlitických lamel. Při vyšší rychlosti ochlazování dojde k podchlazení a vytváří se více zárodků. To znamená, mimo zjemnění výsledné struktury, i celkové urychlení přeměny. Nečistoty v oceli pro přeměnu znamenají více možných míst pro nukleaci zárodků. Teoreticky nejrychleji perlitická přeměna proběhne v znečištěné oceli s jemnou strukturou za mírného podchlazení [5].

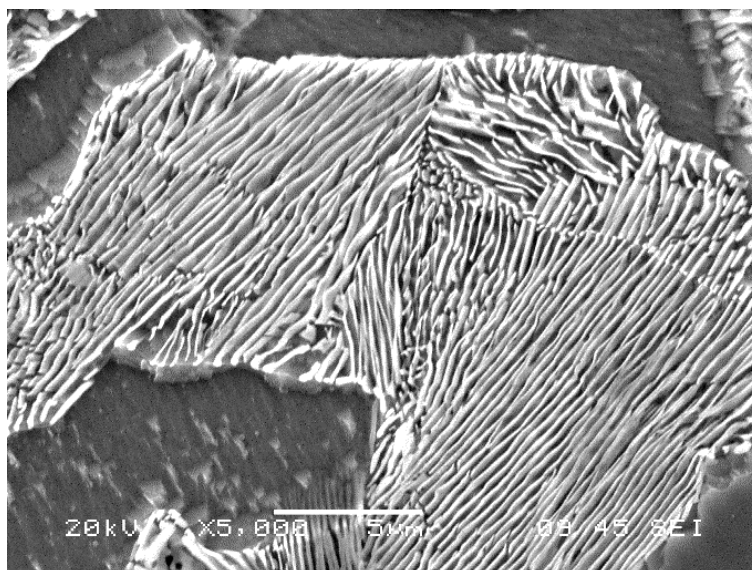


Obr. 4 - Růst perlitických lamel [6]

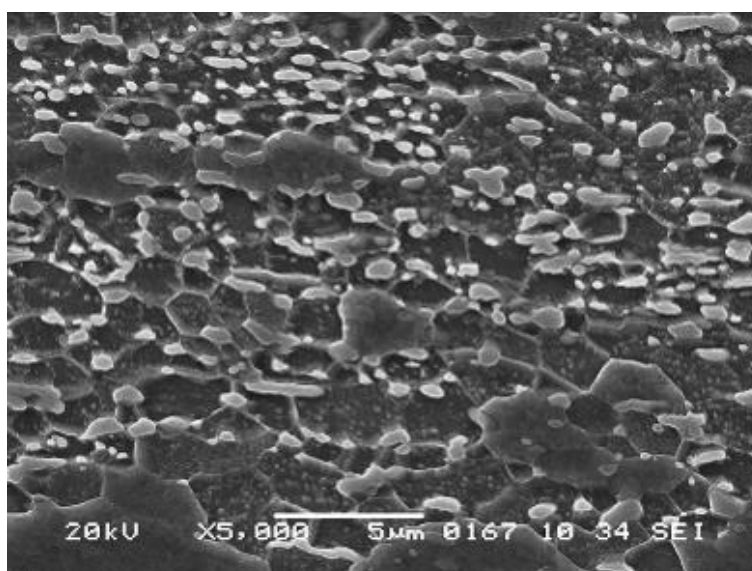
Většina legujících prvků přeměnu austenitu na perlit zpomaluje. Mezi výjimky patří např. kobalt a hliník, u kterých se experimentálně zjistili urychlující účinky. Během perlitické přeměny se legující prvky rozmisťují mezi ferit a cementit v perlitu podle jejich příbuznosti k uhlíku a podle transformačních teplot. Pozorujeme-li chemické složení fází v perlitu, zjistíme, že například prvky křemík, hliník nebo nikl se vyskytují v cementitu o mnohem menší koncentraci než je jejich střední obsah v dané oceli. Naopak ve feritu se nalézají ve zvýšeném množství. Označujeme je jako feritotvorné prvky. Prvky s vyšší příbuzností k uhlíku než k železu se chovají přesně naopak. Například chrom a mangan, jsou označovány jako karbidotvorné prvky. V případě většího množství některých karbidotvorných prvků v oceli a pokud transformační teplota je dostatečně vysoká dochází eutektoidní transformací austenitu ke vzniku tzv. speciálních karbidů. Na rozdíl od cementitu mají odlišnou krystalografickou mřížku a poutají ve velkém množství daný karbidotvorný legující prvek [3][5].

Perlit se kromě klasické lamelární struktury může nacházet i ve formě globulární, někdy označován jako zrnitý perlit. Globulární struktura perlitu je z termodynamického hlediska stabilnější. Dosáhneme jej tepelným nebo termomechanickým zpracováním. Klasická metoda výroby je dlouhodobé žíhání na měkko. Dalšími možnostmi k docílení sbalování lamel perlitu jsou různé modifikace žíhání na měkko [3][7].

Další možnou nezvyklou morfologií perlitické přeměny je eutektoid s vláknitou strukturou. Vlákňité karbidy dosahují délky několika mikrometrů a průměru 10 až 50 nanometrů. Výskyt je nejčastěji u žárupevných ocelí s teplotami přeměny v rámci 600 až 800 °C, kdy je ocel vysoce legovaná a obsahuje především karbidy  $W_2C$ ,  $Cr_7C_3$ ,  $V_4C_3$ ,  $TiC$  a  $Mo_2C$  [3].



Obr. 5 - Zrno lamelárního perlitu, SEI [8]



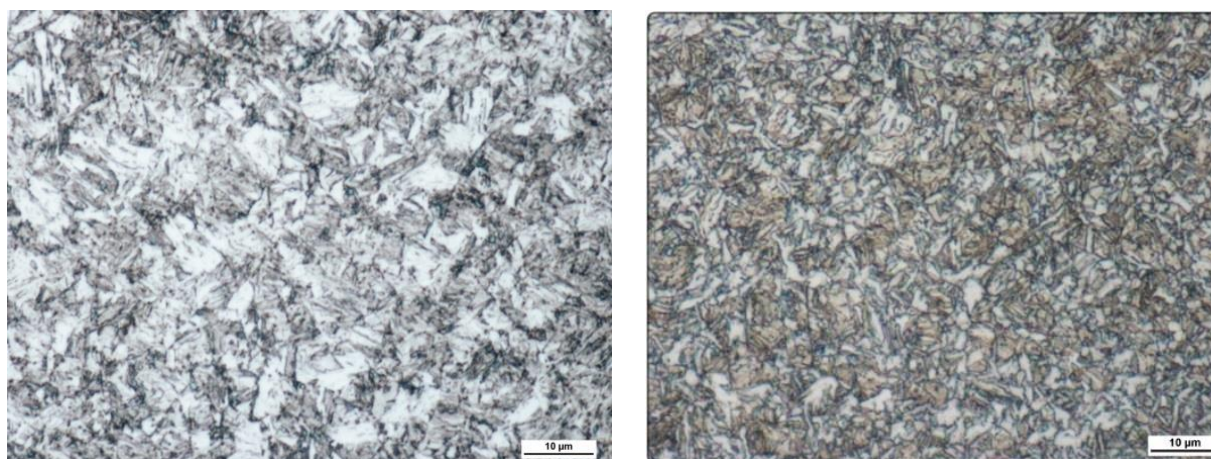
Obr. 6 - Globulární cementit v perlitu, SEI [8]

Oba snímky pocházejí ze stejného výchozího materiálu – podeutektoidní ocel C45. Na prvním snímku (Obr. 5) je vidět kromě lamelární struktury perlitu i část feritických zrn. Na Obr. 6 je vidět globulární morfologie perlitu. SEI – secondary electron image.

#### 4 Martenzitická přeměna v ocelích

Martenzitická přeměna je bezdifúzní, nedochází k difúzi substitučních ani intersticiálních prvků. Někdy se o ní mluví jako o stříhové přeměně. Rychlost přeměny se blíží rychlosti zvuku v kovech. Aby bylo dosaženo martenzitické přeměny, musí být rychlost ochlazování větší než je kritická rychlost kalení a zároveň dosáhnout teploty pod teplotu  $M_s$  [5].

Výsledkem přeměny je martenzitická struktura (Obr. 7). Martenzit je přesycený tuhý roztok uhlíku v železe  $\alpha$ . Je charakteristický velkou tvrdostí a křehkostí. Po kalení většinou následuje popouštění, kdy snižujeme pnutí v martenzitu, tudíž snižujeme tvrdost a zvyšujeme houževnatost. Martenzit má tetragonální prostorově středěnou mřížku. Tetragonalitu způsobuje především množství uhlíku, dále pak obsah legujících prvků. U nízkouhlíkových ocelí lze považovat martenzit za kubický [5].



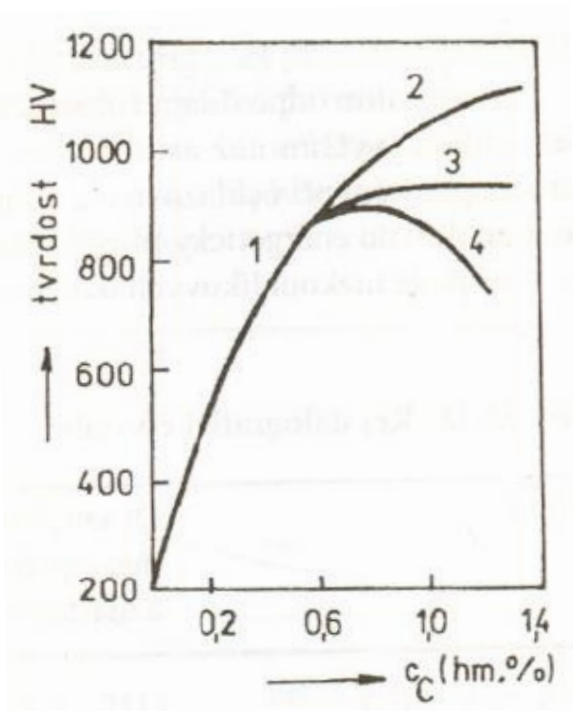
Obr. 7 - Martenzitické struktury, rychlost ochlazování 300°C/s (vlevo) a 70°C/s (vpravo) [9]

Jak bylo už řečeno, je potřeba přesáhnout kritickou rychlost ochlazování. Při pomalejších rychlostech proběhne bainitická přeměna nebo při dostatečně pomalém ochlazování perlitická přeměna. U uhlíkových ocelí se kritická rychlost ochlazování pohybuje až kolem 1000°C/s. Rychlost ochlazování také závisí na chemickém složení oceli a struktuře austenitu. Teploty, ze kterých se kalí podeutektoidní a eutektoidní oceli, odpovídají austenitizačním teplotám. U nadeutektoidních ocelí se kalí z teplot nad  $A_1$ , protože cementit vykazuje sám o sobě vysoké hodnoty tvrdosti. Dokonce je tvrdší než martenzit [3].

Nejvyšší tvrdost martenzit vykazuje, vytvoří-li se z intersticiálního tuhého roztoku (Fe-C nebo Fe-N) Obr. 8 znázorňuje vliv obsahu uhlíku na tvrdost martenzitu v soustavě Fe-C [10].

Rychlost ochlazování nijak neovlivňuje počáteční teploty martenzitické přeměny ( $M_s$ ).  $M_s$  a  $M_f$  (koncová teplota, kdy ještě proběhne přeměna) především ovlivňuje chemické složení oceli, hlavně množství uhlíku. Zvyšující se množství uhlíku a většiny legujících prvků tyto teploty snižuje. Vliv množství uhlíku je znázorněno na Obr. 9, ovlivňování teplot pomocí legujících prvků vyplývá z rovnic 2, 3 a 4 na straně 16. Po překročení  $M_f$  se již struktura nepřeměňuje [3][5].





Obr. 8 - Vliv obsahu uhlíku na tvrdost [10]

Obr. 8 – Vliv obsahu uhlíku v oceli na tvrdost martenzitu [10]:

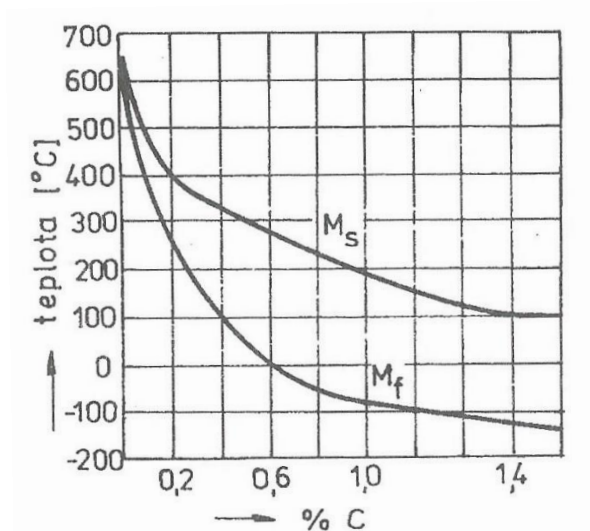
1 - martenzitu v podeutektoidní oceli kalené z teploty nad  $A_{c3}$ ,

2 - pouze martenzitu v nadeutektoidní oceli kalené z teploty nad  $A_{cm}$ ,

3 - struktury tvořené martenzitem a sekundárním cementitem v nadeutektoidní oceli kalené z teploty na  $A_{c1}$ ,

4 - struktury tvořené martenzitem a zbytkovým austenitem v nadeutektoidní oceli kalené z teploty na  $A_{cm}$

Průběh teplot  $M_s$  a  $M_f$  v závislosti na obsahu uhlíku v oceli [5]:

Obr. 9 Vliv obsahu uhlíku na  $M_s$  a  $M_f$  u uhlíkových ocelí [5]

Teplotu  $M_s$  lze matematicky vyčíslit. Existuje více tvrzení, avšak podstata všech variant je stejná. Ovlivňující prvky jsou stejné, liší se pouze o konstanty u nich [11].

Rovnice podle autorů:

- Savage (1942)
- Grange a Steward (1946)
- Steven a Haynes (1956)
- Andrews I (1965)
- Andrews II (1965)
- Beres a Beres (1993)

První rovnici sestavil americký matematik Leonard Jimmie Savage už roku 1942 [11]:

$$M_s [^{\circ}\text{C}] = 500 - 300C - 35\text{Mn} - 20\text{Cr} - 15\text{Ni} - 10\text{Si} - 10\text{Mo} \quad (2)$$

Nejnovější a zatím nejpřesnější vyčíslení pochází z roku 1993. Němci Beres a Beres stanovili pro ocel s obsahem uhlíku  $0,03 < C < 0,35$  rovnici v následujícím tvaru [11]:

$$M_s [^{\circ}\text{C}] = 454 - 210C + 4.2/C - X\text{Ni} - Y\text{Mn} - Z\text{Cr}(\text{eq}) - 21\text{Cu} \quad (3)$$

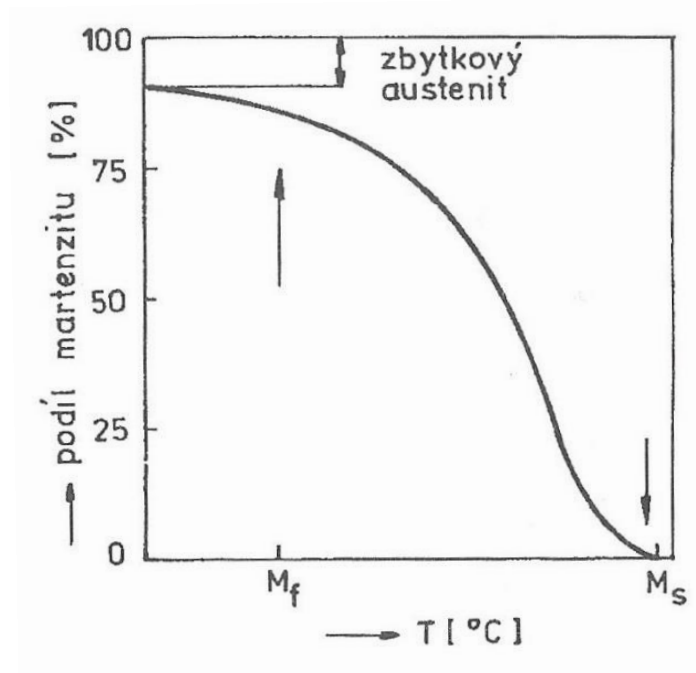
$$\text{kde} \quad \text{Cr}(\text{eq}) = \text{Cr} + \text{Mo} + 1.5\text{Si} + \text{W} + \text{V} + \text{Al} \quad (4)$$

a koeficienty X,Y,Z jsou různé, volí se podle příslušného elementárního složení.

Do rovnic 2, 3 a 4 se za příslušný prvek doplní jeho procentuální obsazení v oceli.

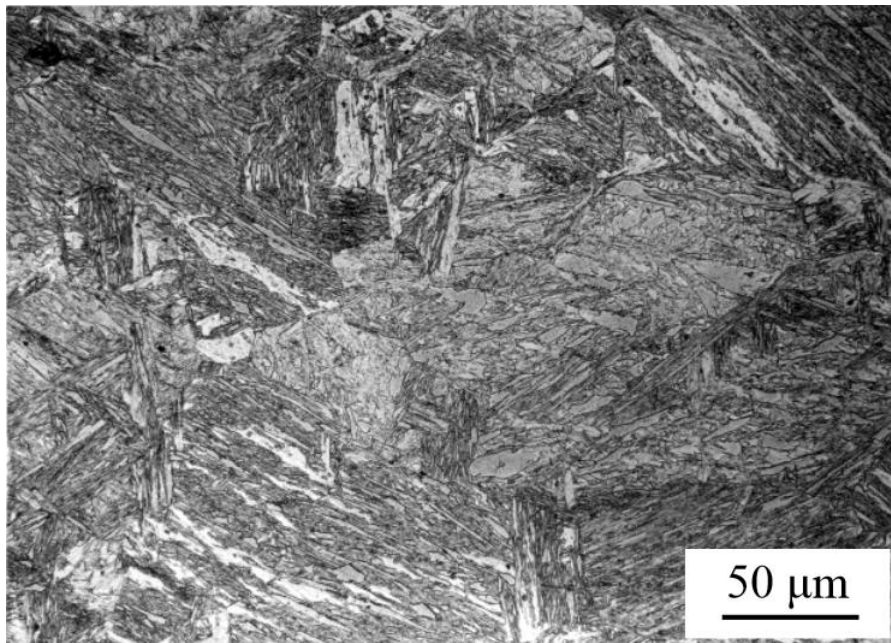
$M_f$  je určena jako teplota, pod kterou již atermická martenzitická transformace neprobíhá. Přesněji řečeno, její rozsah je zanedbatelně malý. Vedle atermické martenzitické transformace, typickou pro ocel, existuje ve slitinách neželezných kovů nebo v některých substitučních slitinách železa též tzv. izotermická martenzitická transformace. Kinetika této transformace je charakterizovaná postupnou přeměnou austenitu na martenzit v průběhu izotermické výdrže. Ve srovnání s izotermickou perlitickou transformací se liší v průběhu. Zatím co izotermická reakce na perlit proběhne pod  $A_1$  úplně, za dispozice dostatečně dlouhé doby, izotermická martenzitická transformace se zastavuje i když vedle martenzitu zbývá ve struktuře ještě austenit [5].

Po překročení  $M_f$  je přeměna definitivně u konce a ve struktuře oceli stále zůstává austenit. Jedná se o zbytkový austenit ( $A_z$ ). Austenit nikdy nedokážeme přeměnit úplně všechen, určité procento vždy zůstane jako  $A_z$ . Podíl martenzitu a zbytkového austenitu udává martenzitická křivka oceli na Obr. 10 [3].



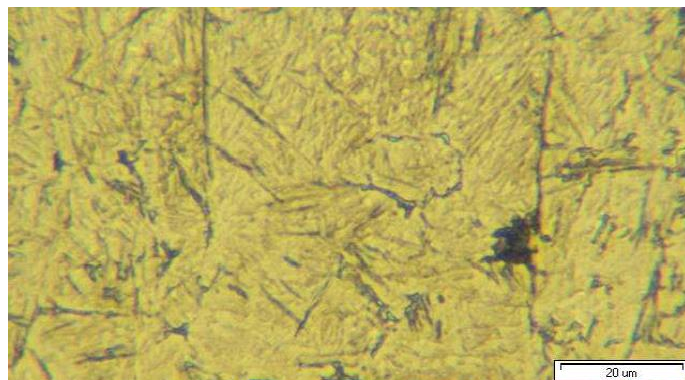
Obr. 10 - Martenzitická křivka oceli [5]

Zbytkový austenit je většinou nežádoucí. Je nestabilní, houževnatý a měkký. Může se přeměnit na bainit, který je často doprovázený i se změnou rozměrů. To zapříčiňuje vznik trhlin.  $A_z$  se po zakalení oceli zbavujeme popouštěním. Popouštěním zároveň snižujeme přílišnou tvrdost a zvyšujeme houževnatost struktury oceli [4].



Obr. 11 - Deskovitý martenzit [12]





Obr. 12 - Jehlicovitý martenzit [12]

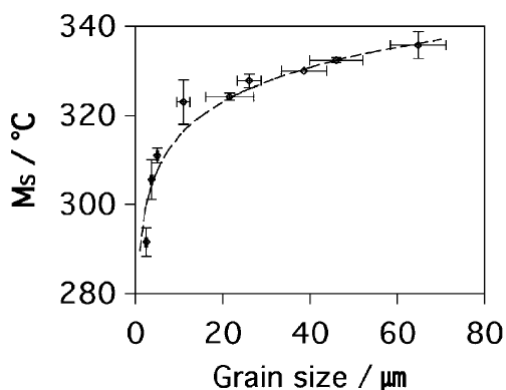
Deskovitý martenzit (Obr. 11) se spíše objevuje u ocelí s vyšším obsahem uhlíku – u nadeutektoidních ocelí, naopak jehlicovitý martenzit (Obr. 12) lze nalézt u podeutektoidních ocelí, které jsou chudší na uhlík [12].

## 5 Vliv velikosti původního austenitického zrna na vlastnosti martenzitu

Velikost austenitického zrna závisí především na době a teplotě austenitizace. Podrobnější popis vlivu austenitizace je v kapitole č. 2 - Austenitizace. Přehled vlivu velikosti původního austenitického zrna na vybrané vlastnosti oceli je v Tab. 1.

Při jemnější struktuře austenitu vzniká martenzitickou přeměnou i jemnější martenzit. To přináší příznivé ovlivnění. Obecně lze říci, vyplývá z Hall-Petchova vztahu (1), že čím menší zrna jsou, tím materiál vykazuje vyšší pevnostní charakteristiky. S jemnější zrnitostí austenitu také klesá výsledné pnutí v martenzitu. Pnutí v martenzitu udává jeho vlastnosti. Způsobuje tetragonalitu mřížky, tvrdost, křehkost, atd. V součtu se vlastnosti jako tvrdost, pevnost a rázová práce po zakalení zvyšují se zmenšujícími se zrny výchozího austenitu. S jemnějšími zrny austenitu též klesá zbytkové množství austenitu po zakalení. Opět příznivý vliv na tvrdost výsledné struktury [5].

Velikost zrna významně ovlivňuje prokalitelnost a také rozměrové změny po kalení. Velká zrna austenitu příznivě podporují prokalitelnost, ale způsobují větší změny rozměrů po zakalení. Pro optimalizaci velikosti zrn se přidávají do oceli prvky hliník, titan a dusík, které zpomalují hrubnutí při austenitizaci [13].

Obr. 13 - Závislost  $M_s$  na velikosti austenitického zrna [14]

Velikost zrna ovlivňuje teplotu zahájení martenzitické přeměny. S rostoucí velikostí austenitických zrn vzrůstá teplota  $M_s$ . Na Obr. 13 vidíme výsledky jednoho experimentu. Byla zjišťována závislost teploty  $M_s$  na velikosti zrna austenitu, měřeno dilatometrem [14].

Tab. 1 - Vliv velikosti zrna na vybrané vlastnosti [10]

Stav oceli	Vlastnost	Vliv zrna o menší velikosti
Ve stavu austenitickém	kovatelnost rychlost oduhličení a nauhličení	horší menší
Po vyžihání	obrobitelnost opracovaný povrch modul pružnosti mez úměrnosti pevnost prodloužení zúžení vrubová houževnatost tvrdost rozdíl mezi popuštěnou a normalizovanou strukturou	menší lepší mírně vyšší mírně nižší mírně nižší větší větší větší menší menší
Po zakalení a popuštění	nejvyšší tvrdost prokalitelnost vrubová houževnatost trhliny po zakalení množství zbytkového austenitu sklon k deformacím vnitřní pnutí měkká místa	závislá na velikosti zrna mnohem menší mnohem větší menší sklon k tvoření trhlín menší menší menší častější

## 6 Proces sferoidizace perlitických lamel cementitu

Perlitická struktura má ve většině případů lamelární morfologii. Obsahuje lamely feritu a cementitu. Proces sferoidizace „globularizuje“ cementitické lamely, případně další karbidy ve feritické matici. Z hlediska termodynamiky je globulární struktura stabilnější, protože její mezifázová energie je menší. Účelem sferoidizace je především zlepšení obrobitelnosti za studena. Proces je spjat se snižováním tvrdosti [4][5].

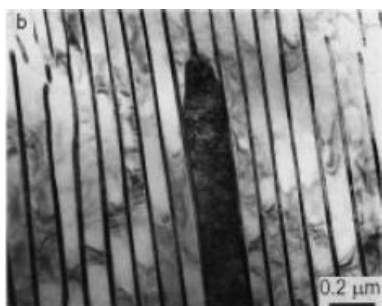
Sferoidizaci karbidů dosáhneme různými cestami tepelného a termomechanického zpracování nebo jejich kombinacemi. V praxi je ve většině případů však toto zpracování z důvodu difúze velice zdlouhavé a nákladné [15].

Sferoidizaci ovlivňuje velké množství parametrů. Jeden z největších vlivů má výchozí struktura. Čím jemnější je, tím rychleji probíhá sferoidizace. Dále pak typ struktury. Lamelární perlit podléhá sferoidizaci pomaleji než bainit nebo martenzit. Další ovlivnění způsobují mechanické deformace, difúze, koncentrace vakancí a dalších mřížových poruch [8].

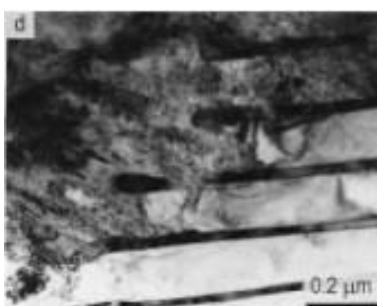
### Sferoidizace při austenitizaci

Studiu sferoidizace perlitických lamel se věnoval Shtansky a kolektiv [16]. Na provedené experimenty byla použita nízkolegovaná chromová ocel o chemickém složení 0,95% C, 2,61% Cr, 0,03% Si, 0,02% Mn. Pozorovali děje na rozhraní perlit-austenit při austenitizaci, kdy docházelo k rozpouštění lamel cementitu. Nukleace austenitu bývá nejčastěji zahájena na hranicích perlitických kolonií, kdy při teplotách 800-870°C, rychlý ohřev oceli způsobil posunutí austenitizační teplot nad  $A_1$ , byly pozorovány 3 různé morfologické stavy cementitických lamel [16]:

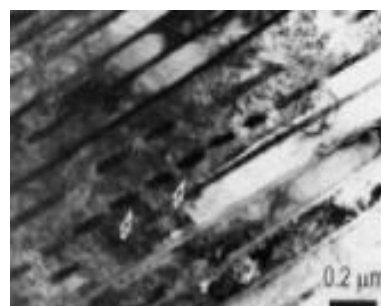
- 1) lamely cementitu nebyly téměř vůbec rozpuštěné, ačkoliv okolní ferit už úplně podlehl austenitizaci (Obr. 14)
- 2) lamely cementitu byly rozpuštěny ihned za rozhraním austenit-ferit (Obr. 15)
- 3) lamely cementitu vytvořili řady tyčinkových nebo globulárních útvarů (Obr. 16)



Obr. 14 – austenitizace při 800°C a teplotní výdrž 20 sekund [16]

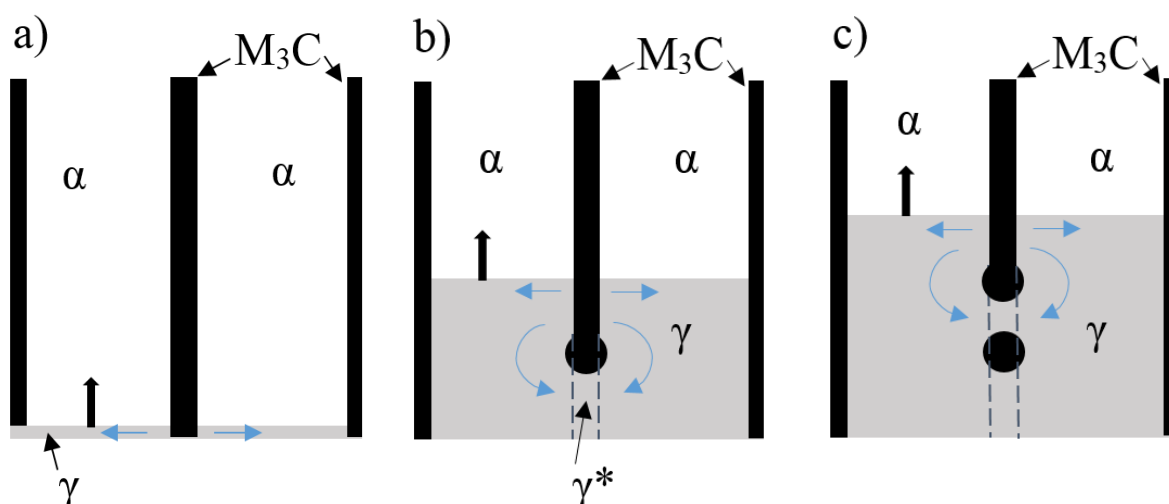


Obr. 15 – austenitizace při 800°C a teplotní výdrž 20 sekund [16]



Obr. 16 – austenitizace při 800°C a teplotní výdrž 20 sekund [16]

Nerazpuštěné cementitické lamely byly zapříčiněny vlivem vysokého obsahu chromu, který se v cementitu nahromadil. Obsah chromu v cementitu dosahoval až 15%. Difúze chromu probíhá mnohem pomaleji než uhlíku, proto působí jako stabilizátor. Schéma průběhu sferoidizace je znázorněno na Obr. 17. a) - c). Cementitická lamela ( $M_3C$ ) se rozpouští výrazně rychleji na hranách než na bočních plochách, proto se austenitizace zahájí tam. Na obrázku probíhající austenitizace, postupuje hranice směrem nahoru. Cementitická lamela se

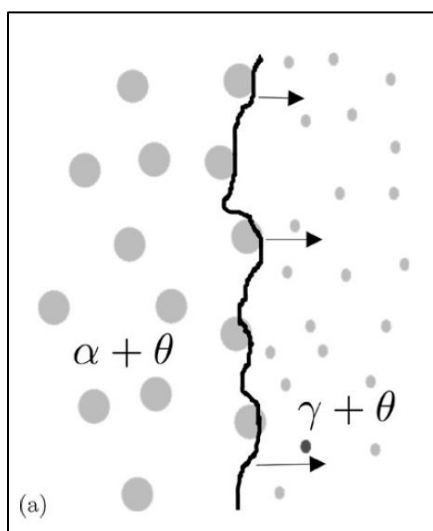


Obr. 17 – Schéma šíření sferoidizace cementitu při austenitizaci: Postup rozhraní austenit-ferit v perlitu. ( $\alpha$  - ferit,  $\gamma$  - austenit,  $\gamma^*$  - austenit v místě cementitické lamely,  $M_3C$  - cementit,  $\rightarrow$  - difúze uhlíku) [8]

rozpouští, uhlík difunduje do austenitu ( $\gamma$ ) a hranice austenit-ferit postupuje dál. V původním místě cementitické lamely austenit obsahuje zvýšené množství legujícího chromu ( $\gamma^*$ ). Rozpouštěná lamela cementitu nyní hraničí s tímto místem na hraně a s austenitem ( $\gamma$ ) na bocích lamely. Větší rozdíl koncentrace uhlíku a tudíž větší rychlost difúze je na rozhraní cementit-austenit ( $\gamma$ ). Rozdíl mezi difuzivitou cementit-austenit ( $\gamma$ ) a cementit- $\gamma^*$  je téměř stonásobný. Proto v této etapě difúze uhlíku převažuje z boku lamely než z hrany. Uhlík zde difunduje do austenitu a umožňuje hranici austenit-ferit šířit dál. Cementitická lamela se zúží, až se oddělí a vytvoří se zde nová hrana. Vznikne tak jeden článek či globule cementitu a pro zbytek lamely se celý cyklus opakuje než cementitická lamela zanikne. Ve vytvořené mikrostruktuře lze poté na jejím místě pozorovat řady článkovitých nebo globulárních částic [16].

### Sferoidizace při rozdělené eutektoidní transformaci

Při eutektoidní přeměně vzniká běžně z austenitu lamelární perlit. Za určitých podmínek lze ovlivnit průběh přeměny a místo perlitu s lamelární morfologií vznikne globulární perlit, mluvíme o tzv. rozdělené eutektoidní transformaci. Aby proběhla, musí být splněny následující podmínky. Ocel se musí ohřát do fázové oblasti austenit + cementit, ve struktuře musí být dostatečné množství částic cementitu. Nutná je i vhodná kombinace velikosti částic cementitu a velikost podchlazení. Při pomalém ochlazení se v blízkosti postupující hranice ferit-cementit přemisťuje uhlík a segreguje v podobě cementitu na cementitických částicích. Difúzi uhlíku musí být umožněn potřebný dostatek času, při vyšší rychlosti by vznikl lamelární perlit [8].



Na Obr. 18 probíhá rozdělená eutektoidní transformace směrem doprava. Při postupu rozhraní ferit-austenit se před touto hranicí vyskytuje austenit s vyšší koncentrací uhlíku. Difunduje a hromadí se na původních částicích cementitu v austenitu. Po proběhnutí přeměny je možné sledovat nárůst velikosti cementitických částic, které si udržují globulární morfologii.

Obr. 18 - Schéma postupu rozhraní ferit-austenit při rozdělené eutektoidní transformaci [8]

Existuje více teorií mechanismů sferoidizace cementitu. Mezi nejuznávanější patří 4 teorie [17]:

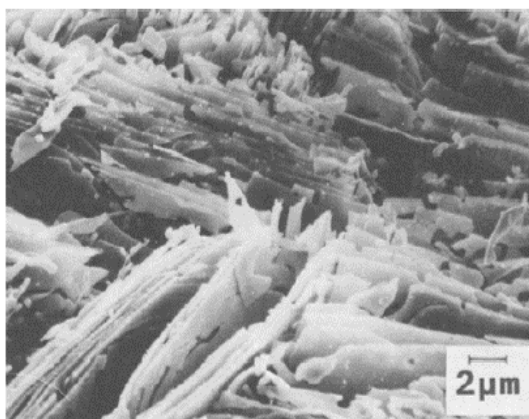
- Rayleighova kapilárně indukovaná teorie nestability
- Mullinsova a Nicholsova modifikovaná poruchová teorie
- Teorie tepelného reliéfu
- Teorie migrace poruch

Teorie a) a b) vychází především z důsledků kapilárních sil a rozdílu v chemickém potenciálu. Teorie c) upřednostňuje difúzní pochody a teorie d) je založena primárně na chemickém potenciálu a difúzi [8][17].

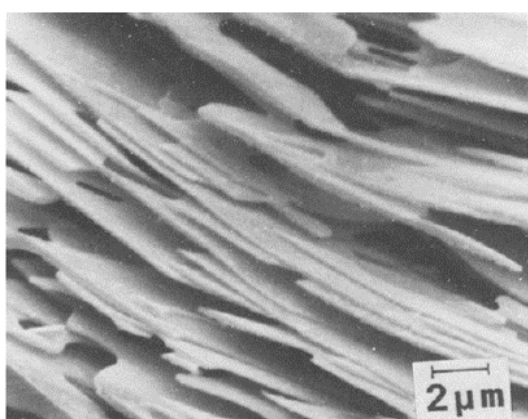
V reálných podmínkách nelze říci, že proces sferoidizace probíhá po celou dobu dle jedné z teorií. Vždy se jedná o kombinace předešlých teorií. Tian a Kraft přišli s tvrzením, kde v počátcích sferoidizace dochází k rozpadu desek s trhlinami podle teorie tepelného reliéfu, v hlavní části procesu sferoidizace převažuje tloušťnutí desek, zmenšování otvorů a prasklin podle teorie migrace poruch a na konci se rozpadají válcové tyčinky podle Rayleighova modelu nestability [17].

Se sferoidizací je spjato tzv. Ostwaldovo zrání. Jedná se o hrubnutí částic. Na úkor růstu větších globulárních částic dochází k zániku malých částic. Tento pochod se děje pomocí difúze a výsledkem je zmenšení celkové mezifázové energie [8].

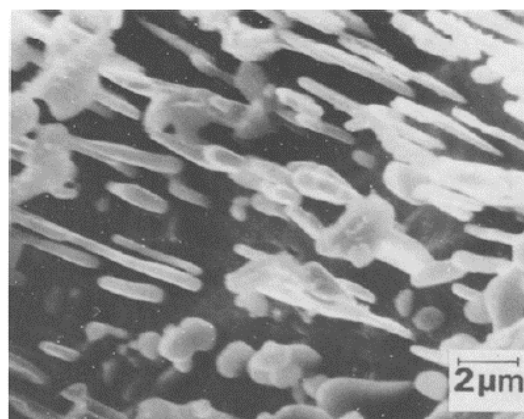
Ukázka průběhu sferoidizace a změn v mikrostruktuře je vidět na Obr. 19 až Obr. 21. Výchozí stav je eutektoidní ocel s lamelárním perlitem. Žihání na měkko proběhlo při teplotě 700°C.



Obr. 19 – Mikrostruktura cementitických lamel perlitu ve výchozím stavu [8]



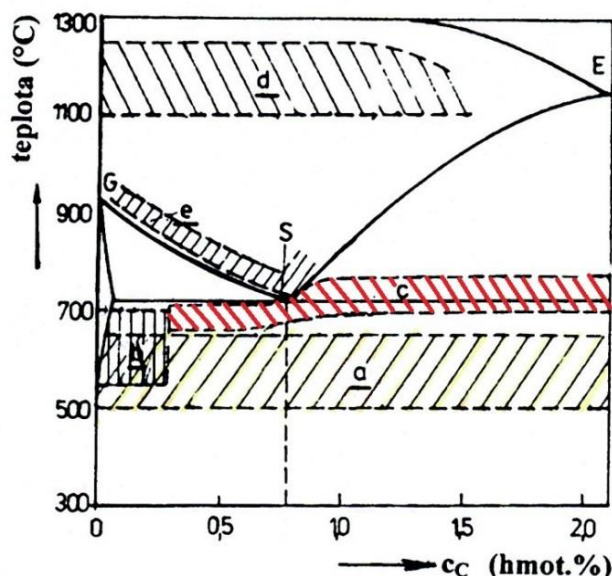
Obr. 20 - Mikrostruktura cementitických lamel po 3 hodinách žihání na 700°C [8]



Obr. 21 - Mikrostruktura cementitických lamel po 100 hodinách žihání na 700°C [8]

## 6.1 Žihání na měkko

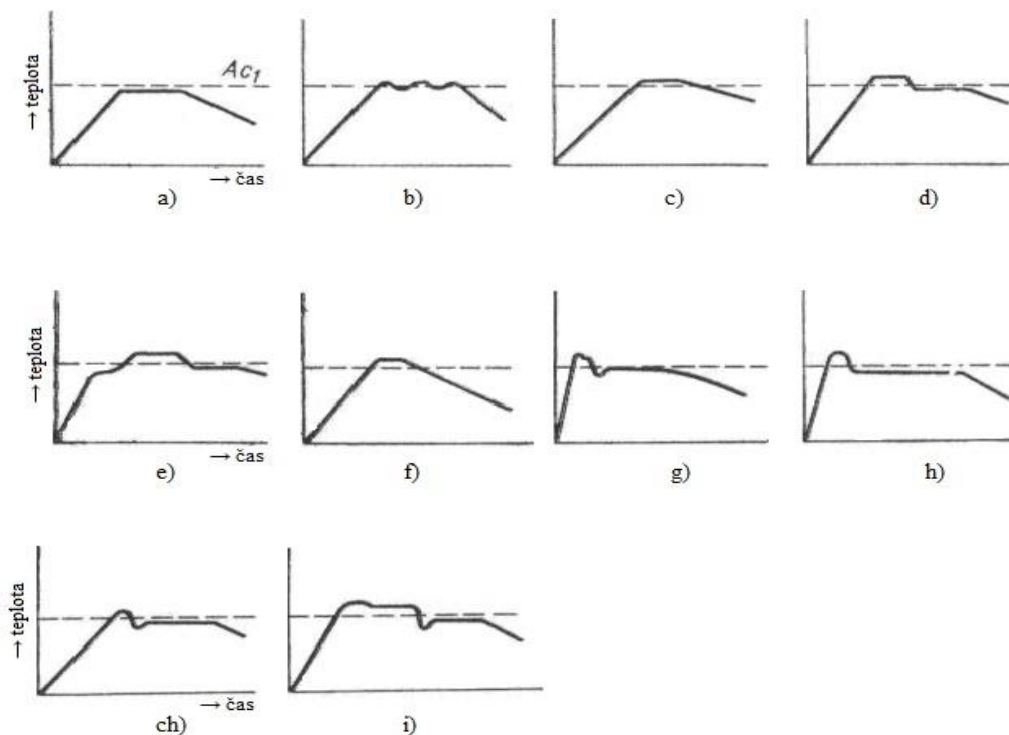
Jedná se o tepelné zpracování materiálu, především ocelí. Základní princip je ohřev na „žihací teplotu“, dlouhodobá teplotní výdrž a pomalé ochlazování. Při žihání na měkko nedochází k překrystalizaci nebo jen částečně. Teploty žihání závisí na chemickém složení oceli. U podeutektoidních nízkolegovaných ocelí se teplota žihání na měkko pohybuje pod  $A_{c1}$ . U vysoce legovaných a nadeutektoidních ocelí jsou žihací teploty těsně nad  $A_{c1}$ . Viz Obr. 22, oblast teplot žihání na měkko (c) červeně šrafována. Při těchto teplotách je ve struktuře stále velké množství nerozpuštěného cementitu a případně ostatních karbidů, tím je i hodně zárodků a po ochlazování vznikne jemná struktura. Při vyšších teplotách dochází k úplné austenitizaci a homogenizaci [4].



Obr. 22 - Oblasti teplot různých druhů žihání [3]

Teplotní výdrž se prodlužuje se zvětšováním velikosti žíhaného materiálu. S vyšším množstvím legujících prvků, především těch, které snižují rychlost difúze uhlíku ve feritu, je nutno teplotní výdrž také prodloužit. Pozitivní vliv má bainitická nebo martenzitická struktura, velmi jemné perlitické lamely také podléhají sferoidizaci rychleji. Velmi důležité je pozvolné ochlazování. Rychlost ochlazování se běžně pohybuje v rozmezí 10-15 °C/hod do teploty cca 600°C. Při rychlejším ochlazování může vzniknout lamelární perlit. Naopak pomalejší ochlazování při nejvyšších teplotách podporuje tvorbu hrubých karbidů a tvrdost klesá. Dodržet pomalé ochlazování je nutné nejenom při nejvyšších teplotách, při rychlém dochlazení vzniká v materiálu zbytkové tepelné pnutí [3][7].

Na Obr. 23 jsou znázorněny různé způsoby žíhání na měkko [7]: a) pod  $A_{c1}$ , b) okolo  $A_{c1}$ , c) nad  $A_{c1}$  s plynulým ochlazováním, d) nad  $A_{c1}$  s prodlevou při ochlazování, e) nad  $A_{c1}$  s prodlevou při ohřevu i ochlazování, f) na průběžné narážecí peci, g) na průběžné peci válečkové, h) izotermické, ch) izotermické s podchlazením, i) s přesazením vsázky.



Obr. 23 - Různé způsoby žíhání na měkko v závislosti teploty na čase [7]

## 6.2 Zrychlená sferoidizace

Průběh klasického dlouhodobého žíhání na měkko lze urychlit několika způsoby žíhání na měkko, viz Obr. 23. Jednou z možností ke zkrácení doby sferoidizace je žíhání na měkko nad  $A_{c1}$  s pomalým ochlazováním. Při teplotách těsně nad  $A_{c1}$  dochází k austenitizaci, ale homogenizace je malá a tím je zajištěn velký počet zárodků ve struktuře. Při ochlazování se vylučují jemné karbidy, které jsou rovnoměrně rozmístěny [3][7].

Další varianta urychlení sferoidizace spočívá v rozpadu podchlazeného austenitu. Ocel se vyhřeje na austenitizační teplotu, po proběhnutí úplné austenitizace následuje kalení až na teplotu cca  $300^{\circ}\text{C}$ . Poté se ocel opět vyhřeje na teplotu pod  $A_{c1}$ , kde následuje teplotní výdrž. Teplotní výdrž trvá rámcově několik minut, pak se materiál dochládí až na okolní teplotu. Při tomto způsobu sferoidizace hrají hlavní roli poruchy v krystalické mřížce, kterých vznikne v materiálu velké množství. Doba sferoidizace se pohybuje opět v minutách, ale kromě vzniklé husté sítě globulárních karbidů degraduje výsledné vlastnosti velké množství poruch, především zhoršenou tvaritelnost, která je důležitá pro další zpracování materiálu [18].

Častější možnost urychlení sferoidizace je založena na cyklování kolem teploty  $A_{c1}$ . Například ocel se ohřeje na teplotu  $A_{c1} - 20^{\circ}\text{C}$ , poté se dále vyhřeje na  $A_{c1} + 20^{\circ}\text{C}$  a vyšší. Následuje rychlé ochlazení pod teplotu  $A_{c1}$ . Opět se vyhřeje na  $A_{c1} + 20^{\circ}\text{C}$  a vyšší, ochladí se na  $740^{\circ}\text{C}$  a dále až na  $690^{\circ}\text{C}$  s velmi malou rychlostí ochlazování. Dané rychlosti ochlazování se pohybují pod  $3,5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ . Po překročení  $690^{\circ}\text{C}$  se materiál dochládí na okolní teplotu [18].



## ASR - Accelerated Spheroidisation and Refinement

Výzkum zrychlené sferoidizace v COMTES FHT a.s. ukázal, že je možné sferoidizovat lamelární perlit pomocí tepelného a termomechanického zpracování během několika minut. Termomechanické zpracování pro zrychlenou sferoidizaci je založeno na tváření při teplotách okolo  $A_{c1}$ , tepelné zpracování zase na rychlém teplotním cyklování okolo teploty  $A_{c1}$  [15].

ASR je proces zrychlené sferoidizace karbidů založený na tepelném zpracování. Jak název napovídá, ASR sebou často přináší i zjemnění feritické matrice. Výsledné mikrostruktury obsahují velmi malé globulární karbidy, které jsou hustě rovnoměrně rozmístěné v jemné struktuře. Po zušlechtění se jemná struktura zachovává, martenzitické desky jsou jemné [19].

Princip ASR je založen na cyklování okolo teploty  $A_{c1}$  s teplotní výdrží na maximální teplotě. Ocel se ohřeje nad teplotu  $A_{c1}$ , provede se teplotní výdrž a ochladí se do teploty pod  $A_{r1}$ . Poté se postup opět opakuje, ohřev na horní teplotu, teplotní výdrž a ochlazení na spodní teplotu. Ve třetím posledním cyklu po ohřevu na horní teplotu a teplotní výdrži následuje ochlazení až na okolní teplotu. Horní teploty se pohybují cca  $A_{c1} + 50^{\circ}\text{C}$  dle typu materiálu a rychlosti ohřevu. Spodní teploty jsou takové, aby proběhla přeměna v celém objemu. Teplotní výdrž se volí rámcově několik sekund. Zrychlená sferoidizace probíhá pomocí rychlého indukčního ohřevu [15][19].

## 7 Zušlechtování oceli

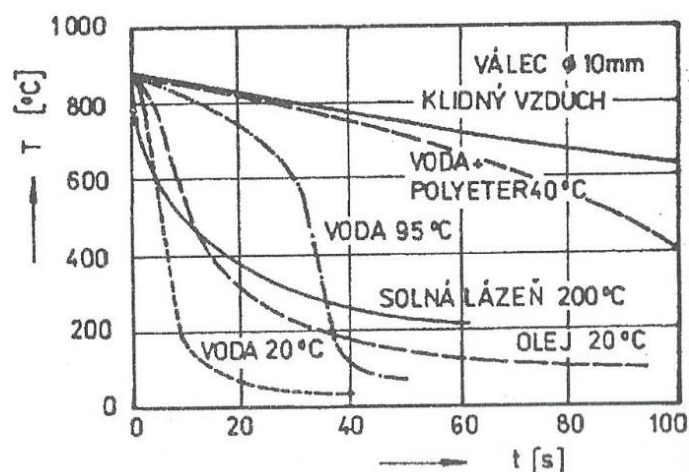
### 7.1 Kalení

Je druh tepelného zpracování ocelí. Skládá se z ohřevu na kalicí teploty, teplotní prodlevy na dané teplotě a rychlého ochlazování v kalicím prostředí. Účelem kalení je získat nerovnovážený stav struktury oceli. Ve většině případů je snaha získat martenzitickou strukturu, případně se kalí na bainitickou strukturu. Všechny základní struktury mají vyšší pevnostní charakteristiky než původní struktura oceli. Pro zvýšení houževnatosti se současným snížením tvrdosti základní struktury zpravidla pokaždé po kalení následuje popouštění [3].

Kalicí teploty odpovídají teplotám austenitizačním. Pouze u nadeutektoidních ocelí se ohřev provádí nad teplotu  $A_{c1}$ , protože cementit je tvrdší než martenzit. Na těchto teplotách je krátká teplotní výdrž. Cílem teplotní výdrže na kalicích teplotách je zachovat velikost původních austenitických zrn a mít austenit co nejvíce homogenní. Rychlost ochlazování musí být vyšší než kritická rychlost kalení. Při pomalejších rychlostech kalení se tvoří bainitická struktura nebo dokonce struktura perlitická. Příliš velká rychlost ochlazování také není příliš vhodná, způsobuje zvětšení vnitřních teplotních i strukturních pnutí. Optimální rychlost je o trochu vyšší než kritická, ale je nutné, aby byla v celém objemu nebo požadované tloušťce zakalení. Směrem do materiálu rychlost odvodu tepla klesá [3].

Různé rychlosti ochlazování se dosahují pomocí různých kalicích prostředí. Důležité charakteristiky těchto kalicích médií jsou tepelná vodivost, viskozita a měrné teplo. Tři nejčastější kalicí prostředí jsou vzduch, voda a olej. Nejvyšší rychlosti ochlazování jsou u kalení do vody, poté do oleje a poslední nejpomalejší ochlazování je kalení na vzduchu, viz Obr. 24. Kromě již uvedených běžných prostředí se dále používají solné lázně nebo kalicí čelisti, jedná se o chlazené desky často vyrobené z oceli nebo mědi [3].





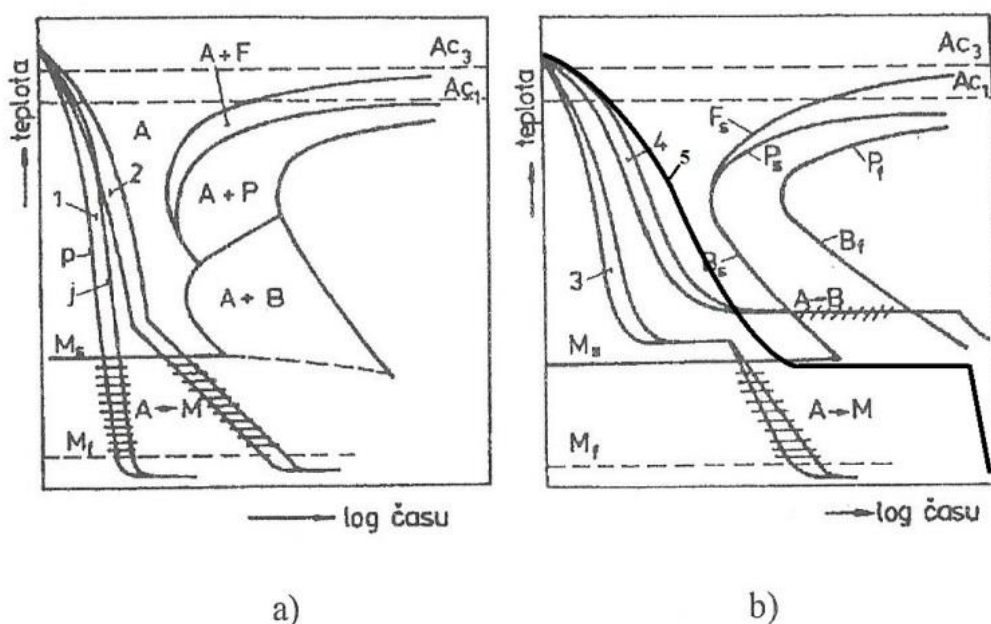
Obr. 24 - Křivky ochlazování válečku z oceli ( $d = 10 \text{ mm}$ ) v různých kalicích prostředí [3]

Použití záleží především na chemickém složení. Uhlíkové oceli se kalí do vody. Legované oceli do olejové lázně, rychlost ochlazování je až 3x menší než ve vodě. Vysoce legované oceli bývají často i samokalitelné, zakalí se na vzduchu [3].

#### Způsoby kalení [3][4]:

- 1) **Základní nepřetržitě kalení** – Po ohřevu na kalicí teplotu následuje plynulé ochlazování až do pokojové teploty. Je to nejnazší metoda, ve srovnání s ostatními způsoby vznikají velká vnitřní pnutí. (Obr. 25 a) 1)
- 2) **Lomené kalení** – Po rychlém ochlazení nad teplotu  $M_s$  následuje změna kalicího prostředí a v oblasti přeměny austenitu na martenzit je rychlost kalení nižší. Například první kalicí prostředí je voda a poté se ocel přemístí do olejové lázně. Cílem je snížit vnitřní pnutí vznikající při kalení. (Obr. 25 a) 2)
- 3) **Hysterézní kalení** – Ohřev se provádí do vyšších austenitizačních teplot. Výsledkem je zhrubnutí původních austenitických zrn a větší homogenizace austenitu. Ochlazování je zprvu pozvolnější až těsně nad teplotu  $A_{r3}/A_{r1}$  a až po té následuje ochlazování vyšší než kritickou rychlostí. Účel je snížit vnitřní pnutí a větší prokalitelnost.
- 4) **Termální kalení** – Ochlazování se provede nad teplotu  $M_s$  dané oceli. Zde je krátká teplotní výdrž, nesmí dojít k bainitické přeměně a ochlazování pokračuje. Teplotní výdrž srovnává rozdíly teplot na povrchu a uvnitř oceli. Pro termální kalení se většinou využívá solných lázní vyhřátých na danou teplotu nad  $M_s$  a dochlazení probíhá na vzduchu. (Obr. 25 b) 3)
- 5) **Izotermické zušlechťování (austempering)** – Ocel se ochlazuje na teplotu v rozmezí bainitické přeměny (cca 300 – 400°C) a následuje teplotní výdrž, dokud neproběhne přeměna v celém rozsahu oceli. Výsledná struktura neobsahuje žádný martenzit a nepopouští se. Snahou je dosáhnout požadovaných vlastností pouze kalením, dané vlastnosti lze odečíst z teploty na teplotní výdrži. Výsledkem je snížení tepelného pnutí, menší riziko vzniku trhlin, vyšší mez únavy a vrubová houževnatost. (Obr. 25 b) 4)

- 6) **Izotermické kalení (marquenching)** – Je velice podobné izotermickému zušlechťování. Kalení se skládá z austenitizačního ohřevu, ochlazování vyšší než kritickou rychlostí, teplotní výdrže a dochlazení. Ochlazování probíhá na teplotu těsně pod  $M_s$ , kde proběhne teplotní výdrž. Výsledná struktura obsahuje směs martenzitu, bainitu a zbytkového austenitu. (Obr. 25 b) 5)
- 7) **Kalení se zmrazováním** – Cílem je zbavit se zbytkového austenitu. Zmrazování může být provedeno přímo z austenitizačních teplot, ale to přináší velké vnitřní pnutí a zvýšené riziko vzniku trhlin. Další možností je ochlazování na teplotu  $M_s$  s teplotní výdrží pro vyrovnání rozdílů teplot a následně zmrazování. Výhodou je úbytek teplotního pnutí. Poslední možnost je zakalit ocel a zmrazovat již přeměněnou martenzitickou strukturu se zbytkovým austenitem. Zmrazování musí následovat ihned po zakalení. Tato cesta přináší nejlepší výsledky. Úbytkem zbytkového austenitu získáváme vyšší tvrdost a rozměrovou stabilitu. Na zmrazování se používá tekutý dusík nebo méně často suchý led. Teplota tekutého dusíku je  $-196^\circ\text{C}$ , suchý led má pouze  $-80^\circ\text{C}$ .



Obr. 25 – Různé způsoby kalení: a) 1 – Základní nepřetržitě kalení, 2 – Lomené kalení, b) 3 – Termální kalení, 4 – Austempering, 5 – Marquenching (podvojně křivky naznačují různou rychlost ochlazování povrchu a středu oceli) [3]

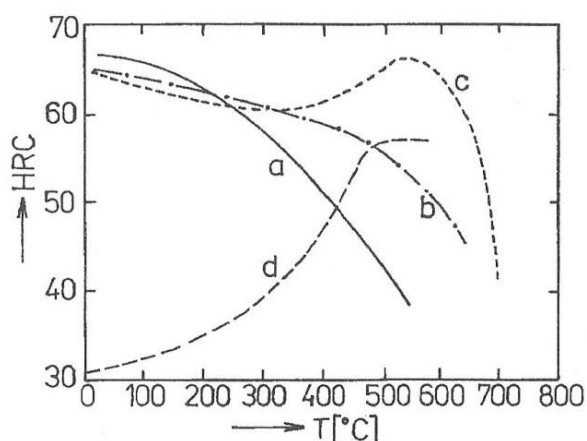
## 7.2 Popouštění

Popouštění se provádí co nejdříve po kalení. Skládá se z ohřevu na popouštěcí teploty, teplotní výdrže a ochlazení. Při popouštění nedochází k překrytalizaci, daná teplota je vždy pod  $A_1$ . Popouštění může být opakováno i několikrát za sebou, například u zpracování rychlořezných ocelí. Účelem popouštění je zbavit se nestabilního zbytkového austenitu v oceli, snížit tvrdost a docílit požadované houževnatosti, snížit vnitřní pnutí nebo docílit precipitace karbidů [4].

Popouštění lze rozdělit na čtyři etapy. Teploty jednotlivých etap jsou pouze orientační [3][4].

- 1) I. Etapa (do 200°C) - Dochází k difúzi uhlíku. Tetragonální martenzit (M) se rozpadá na nízkouhlíkový kubický martenzit (M') a  $\epsilon$ -karbid, který koherentně precipituje na hranicích martenzitu.  $\epsilon$ -karbid je  $Fe_{2,4}C$ , je nerovnovážený a má těsně uspořádanou šesterečnou mřížku. Při této přeměně dochází k mírnému poklesu celkové tvrdosti, značný pokles tvrdosti vlivem úbytku uhlíku v martenzitu kompenzuje precipitace  $\epsilon$ -karbidu.
- 2) II. Etapa (od 200 do 300°C) - Zbytkový austenit se transformuje na bainit. Přeměna je doprovázena se zvětšením měrného objemu.
- 3) III. Etapa (nad 300°C) - Kubický martenzit (M') a  $\epsilon$ -karbid se přeměňuje na ferit a cementit. Cementit precipituje koherentně s člankovitou morfologií a roste na úkor rozpouštění  $\epsilon$ -karbidů se společným úbytkem uhlíku v matici. Se zvyšující se teplotou postupně vytváří globulární strukturu. Výsledná struktura je označovaná jako sorbit. Sorbit je velmi jemná popouštěcí feriticko-cementitická struktura. Při této etapě dochází ke snížení vnitřního pnutí, poklesu tvrdosti, zvýšení houževnatosti a zmenšení měrného objemu.
- 4) IV. Etapa (nad 500°C) - Dochází k hrubnutí feritických zrn a cementitu, dále k rekrytalizaci zrn feritu. Je umožněna difúze legujících prvků. Karbidotvorné legující prvky obohacují cementit nebo vytváří své vlastní speciální karbidy. Pevnostní charakteristiky se snižují a houževnatost roste. U některých legovaných ocelí se může ve IV. etapě popouštění vyskytnout tzv. sekundární tvrdost. Příčina je v precipitaci některých speciálních karbidů, například u žárovečných ocelí.

Výsledné vlastnosti ovlivňuje hlavně velikost teploty popouštění, doba teplotní výdrže má menší vliv, viz Obr. 26. Obecně je dokázáno, že se zvyšováním teploty popouštění klesá tvrdost, pevnost a roste houževnatost. Výjimku tvoří tzv. maraging oceli, obsahují maximálně do 0,03% C a velké množství legujících prvků. Se zvyšující se teplotou rostou i hodnoty tvrdosti díky precipitaci intermetalických fází [3].



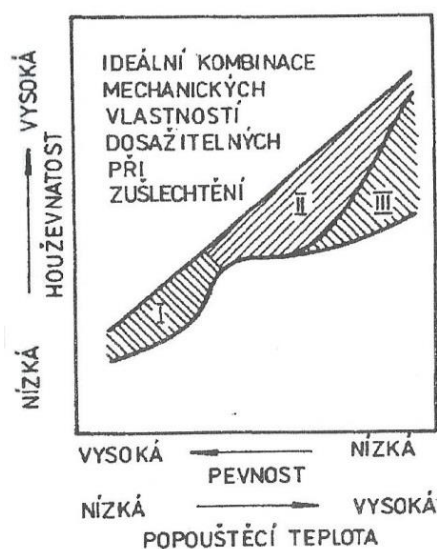
Jednotlivé křivky tvrdosti charakterizují různé druhy oceli [3]:

- a – uhlíková ocel
- b – nizkolegovaná ocel
- c – rychlořezná ocel
- d – maraging ocel

Obr. 26 – Výsledná tvrdost oceli v závislosti na velikosti popouštěcí teploty [3]

Popouštění lze podle maximální teploty rozdělit na popouštění při nízkých teplotách a na popouštění při vysokých teplotách. Popouštění při nízkých teplotách (cca do 350°C) nazýváme napouštění. Napouštěním získáváme především snížení vnitřního pnutí a zlepšení houževnatosti. Popouštění při vysokých teplotách jinak nazýváme anizotermické zušlechťování. Je častější a používá se pro docílení optimální optimálních mechanických vlastností. Především je snaha docílit houževnatosti a vysoké meze kluzu a únavy [4].

Některé oceli mají s popouštěním spjatou popouštěcí křehkost. Popouštěcí křehkost se rozděluje na nízkoteplotní a vysokoteplotní. Nízkoteplotní se vyskytuje v rozmezí cca 350 – 450°C. Způsobuje ji cementit, resp. jeho nevhodný tvar, velikost a rozmístění. Křehkost podporuje i segregace dalších prvků a karbidů na hranicích původních austenitických zrn. Vysokoteplotní popouštěcí křehkost se většinou nejvýrazněji projevuje kolem teploty 550°C. Důvodem je zvýšená segregace na hranicích původních austenitických zrn. Zde se při vyšších teplotách přidávají k segregaci legující prvky. Tuto křehkost lze zmírnit přidáním molybdenu [3].



Obr. 27 - Teplotní oblast výskytu popouštěcí křehkosti v oceli [3]

## 8 Úvod do experimentální části

Experiment se zabývá porovnáním vlastností a mikrostruktur pružinové oceli dvou výchozích stavů po sferoidizačním žhání. Toto žhání je u ložiskových a pružinových ocelí důležité pro zajištění obrobiteľnosti materiálu. Sferoidizační žhání bylo provedeno konvenčním dlouhodobým způsobem žhání na měkko v peci a zrychleným žháním (ASR – Accelerated Spheroidisation and Refinement) pomocí indukčního ohřevu. Po sferoidizačním žhání následovalo kalení a popouštění materiálu. Porovnávány byly mikrostruktury a vlastnosti jak po žhání, tak po následném kalení a popouštění. Zpracování bylo provedeno souběžně pro oba výchozí stavy za stejných podmínek.

## 9 Experimentální materiál

Experimentální materiál byla nízkouhlíková ušlechtilá chrom-vanadová ocel 51CrV4 (ČSN 41 5260). Tato ocel se převážně používá pro výrobu talířových a kroužkových pružin nebo pružných elementů [20]. Chemické složení materiálu, dodaného z TŘINECKÉ ŽELEZÁRNY, je uvedeno v Tab. 2. Materiál byl dodán ve formě tyče o průměru 21 mm ve stavu po válcování za tepla bez tepelného zpracování. Struktura materiálu byla feriticko-perlitická, perlit měl lamelární morfologii.

Tab. 2 – Chemické složení oceli 51CrV4

C	Mn	Si	P	S	Cu	Cr	Ni	Al	Mo
0,505	0,96	0,273	0,015	0,017	0,02	1,07	0,02	0,003	0,005
W	V	Ti	Co	As	Sn	B	Nb	Sb	Pb
0,01	0,138	0,0009	0,005	0,003	0,003	0,0004	0,002	0,001	0,0005
Ca	N	Zr	Zn						
0,0001	0,0048	0,002	0,001						

## 10 Použité přístroje a zařízení

### 10.1 Středofrekvenční generátor pro indukční ohřev

Zrychlené sferoidizační žíhání (ASR) bylo provedeno pomocí indukčního ohřevu ve středofrekvenčním generátoru. Teplota byla měřena pomocí navařeného termočlásku na povrchu vzorku.



Výrobce: RAJMONT s.r.o.

Maximální výkon: **24 kW**

Maximální frekvence: **12 kHz**

Obr. 28 – Středofrekvenční generátor

### 10.2 Elektrické pece

Žíhání na měkko, kalení a popouštění bylo provedeno v elektrických atmosférických pecích.

#### Elektrická odporová pec KS120



Výrobce: Stanislav Kopřiva

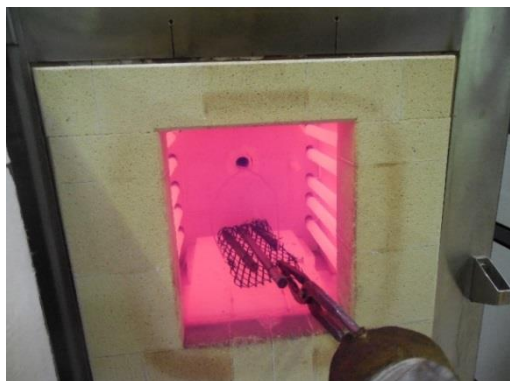
Max. pracovní teplota: **1200 °C**

Rozměry komory (v:š:h): **300x470x800 mm**

Topná tělesa: silitové tyče

Obr. 29 - Elektrická odporová pec KS120

#### Elektrická odporová pec KM 30-13



Výrobce: BVD s.r.o.

Max. pracovní teplota: **1330 °C**

Rozměry komory (v:š:h): **300x300x300 mm**

Topná tělesa: elektrické spirály

Obr. 30 – Elektrická odporová pec KM 30-13



### 10.3 Trhací stroj MAYES DM 100

Na tomto stroji byly prováděny zkoušky v tahu. Na měření prodloužení byl použit odporový extenzometr MTS 634 12F.



Výrobce: MAYES s.r.o.

Max. zatěžující síla: **100 kN**

Max. rychlost zatěžování: **0,5 m/s**

Pohon: servomotor

Obr. 31 – MAYES DM 100

### 10.4 Mikroskopy

#### Světelný mikroskop Nikon eclipse MA200



Výrobce: Nikon, Inc.

Zvětšení: **50x – 1000x**

Obr. 32 - Nikon eclipse MA200 [21]

#### Řádkovací elektronový mikroskop JEOL JSM 63840



Výrobce JEOL USA, Inc.

Zvětšení: **1000x – 40000x**

Zdroj elektr. svazku: wolframová elektroda

Vybavení: EDX analyzátor, detektor sekundárních elektronů (SE) a zpětně odražených elektronů (BSE)

Obr. 33 – JEOL JSM 63840

## 10.5 Tvrdoměr Struers DuraScan 50



Výrobce: Struers ApS.

Max. zatížení: **10 kN**

Měření tvrdosti podle Vickerse s možností automatického přepočtu na Brinella nebo Rockwella.

Obr. 34 – Struers DuraScan 50

## 10.6 Ostatní přístroje na zpracování vzorků

### Metalografická pila Struers Discotom 6



Výrobce: Struers ApS.

S chladicím systémem a možností automatického posuvu. Používaný kotouč byl H2 ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ).

Obr. 35 - Struers Discotom 6

### Lis pro zalévání za horka CitoPress-15



Výrobce: Struers ApS.

Lisování za tepla pomocí epoxidové pryskyřice. Při lisování dosahuje teplot až  $180^\circ\text{C}$  a tlaku 250 barů.

Obr. 36 - CitoPress-15 [22]

### Broušící a lešticí zařízení Struers Tegramin-30



Výrobce: Struers ApS.

Možnost zpracovávat až 6 vzorků najednou.

Obr. 37 – Struers Tegramin-30 [23]



## 11 Popis experimentu

Pro experiment byla použita obrobená tyč o průměru 16 mm.

### 11.1 Sferoidizační zpracování materiálu

#### Žihání na měkko

Dále označováno - ZM

Dva kusy tyče o průměru 16 mm a délce 380 mm byly umístěny do pece KS120 (Obr. 29), kde proběhlo žihání na měkko. Režim žihání byl následující:

ohřev 10°C/min. na 720°C, poté 15°C/hod. na 750°C, výdrž na teplotě 4 hod, chladnutí 15°C/hod. na 720°C, 25°C/h na 650°C, vypnutí pece a vyjmutí vzorků na vzduch při 400°C.

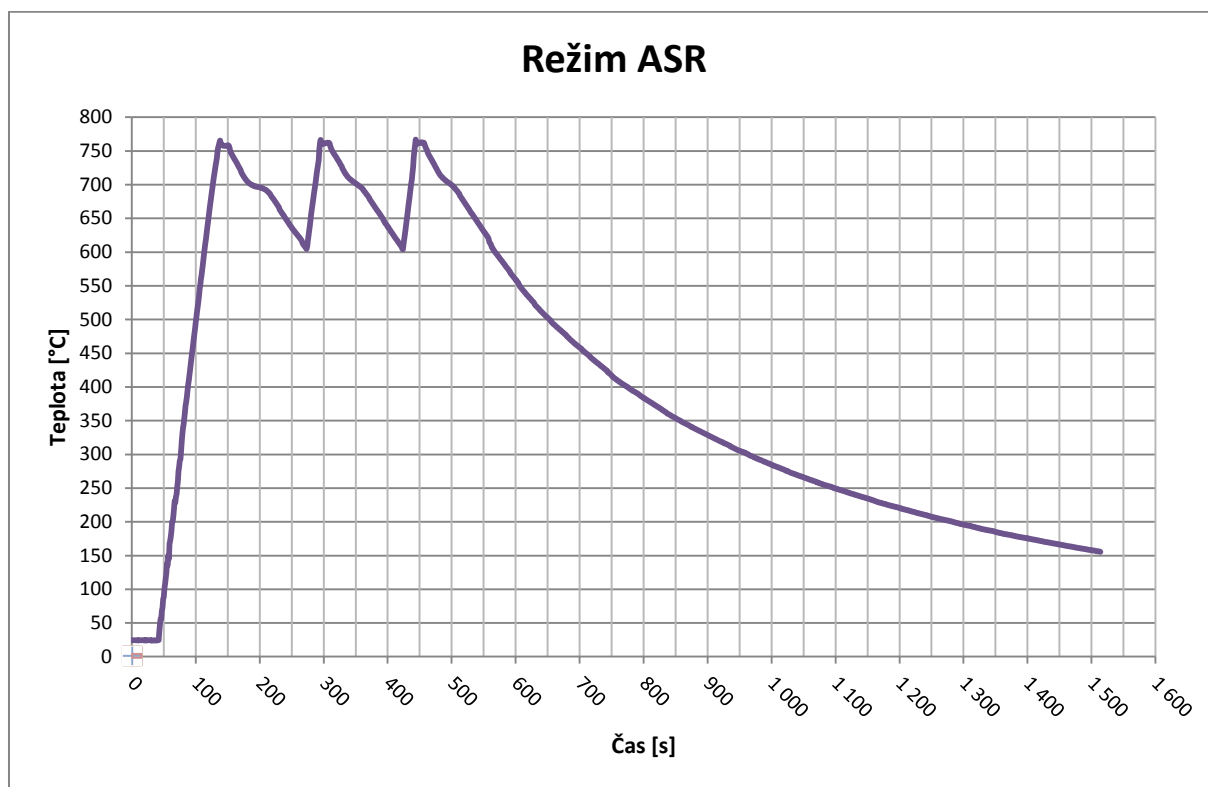
Po žihání bylo z každé tyče odděleno 40 mm, z čehož 5 mm bylo použito na metalografii po žihání, 32 mm na další zpracování, zbytek tyče byl na mechanické vlastnosti po zušlechtní.

#### Zrychlená sferoidizace - ASR

Proces ASR proběhl pomocí indukčního ohřevu ve středofrekvenčním zdroji (Obr. 28). Materiál byl připraven ve formě 2 kusů tyče o průměru 16 mm a délce 380 mm, viz Obr. 39.

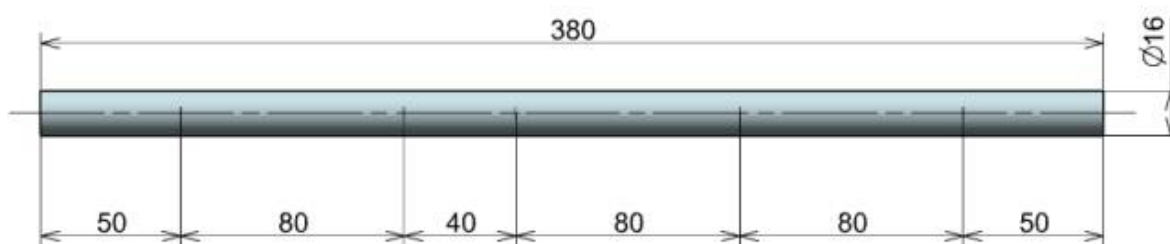
Tyč byla symetricky vložena do měděné cívky. Aby se tyč a cívka vzájemně nedotýkaly a nedošlo ke zkratu, byly použity keramické podložky na krajích tyče. Na povrchu vzorku byl přivařen termočlánek, který měřil teplotu a zároveň sloužil jako řídicí termočlánek pro ohřev, který byl řízen PLC jednotkou. Režim ASR byl nastaven na následující parametry:

ohřev 8°C/s na teplotu 760°C, kde proběhla teplotní výdrž 15 sekund, a poté chladnutí na vzduchu na 600°C. Následoval opět ohřev a teplotní výdrž na 760°C, ochlazení na vzduchu na teplotu 600°C. Třetí cyklus proběhl obdobně s chladnutím na vzduchu až na teplotu okolí (Obr. 38).



Obr. 38 - Časový průběh ASR

Po posledním cyklu byl zdroj vypnutý a vzorek pouze chladnul na vzduchu až na teplotu okolí. Měření teploty bylo vypnuto při dosažení cca 150°C. Celkový čas zpracování od spuštění ohřevu po finální ochlazení na cca 200°C byl necelých 21 minut. Více jak polovinu toho času materiál chladl a nebylo nutné jej kontrolovat nebo mít zapnutý přístroj. Z grafu je možné snadno odečíst teplotu eutektoidní přeměny, která se odehrála při cca 700°C



Obr. 39 – Schéma využití tyče pro ASR, rozměry v mm

Krajní části tyče - 50 mm byly po ASR zpracování odstraněny. Tyto části nebyly v cívice homogenně zpracovány. Části 3\* 80 mm byly určeny pro tahovou zkoušku. Délka 40 mm byla pro vzorky na mikrostruktury po žíhání a následné zpracování obdobně jako u předchozího žíhání na měkko.

## 11.2 Kalení a popouštění

Dle materiálového listu [20] se kalicí teploty pro daný materiál 51CrV4 běžně pohybují v rozsahu 820-860°C. Jako kalicí médium je využíván olej. Experiment byl proveden při teplotách kalení 800, 820, 840 a 860°C.

Pro každou kalicí teplotu a oba výchozí stavy po sferoidizačním žihání byl využit váleček o průměru 16 mm a délce 16 mm. Vznikly tedy 4 ks válečků po ASR a 4 ks po ZM zpracování. Ohřev na dané kalicí teploty proběhl v peci KM 30-13 (Obr. 30) a doba teplotní výdrže v peci byla 30 minut. Zakalení proběhlo do oleje. Válečky po ASR a ZM byly kaleny vždy současně v přípravku vyrobeného z tahokovu.

Po zakalení byly válečky příčně rozděleny na dvě poloviny na metalografické pile na délku 7 mm (2 mm prořez kotouče). Z jedné poloviny byl připraven vzorek na metalografii a tvrdost, druhá polovina vzorku byla popouštěna a také následně připravena pro metalografii a tvrdost.

Popouštění proběhlo v peci KS120 (Obr. 29). Dle materiálového listu [20] je doporučená teplota pro popouštění v intervalu 400-450°C. Vzorky byly popouštěny při teplotě 450°C po dobu 2 hodin.

## 11.3 Metalografická analýza a měření tvrdosti

### 11.3.1 Příprava metalografického výbrusu

Přehled zpracovaných vzorků s jejich režimy a označením jsou přehledně znázorněny v Tab. 3. Všechny válečky byly podélně přepůleny na metalografické pile (Obr. 35). Pro metalografickou analýzu je potřeba pozorovat podélný řez. V příčném řezu byla kontrolována pouze homogenita materiálu, jestli sferoidizace cementitu a karbidů proběhla v celém průřezu.

Zalévání vzorků proběhlo dvěma způsoby. Popouštěné vzorky se lisovaly za horka v lisu CitoPress-15 (Obr. 36). U nich nehrozilo žádné teplotní ovlivnění (zanedbatelně malé). Lisovací směs byla epoxidová pryskyřice. U kalených vzorků proběhlo zalévání za studena z důvodu možnosti ovlivnění materiálu při zalévání za tepla. Vzorky se připravily do formičky a poté zalily směsí pryskyřice a tvrdidla. Epoxidová pryskyřice s tvrdidlem byla míchána v poměru 2:1.

Broušení a leštění vzorků probíhalo v přístroji Struers Tegamin-30 (Obr. 37). K broušení byly použity brusné papíry s brusivem karbidu křemíku (SiC) postupně o zrnitosti 80, 320, 800 a 1200. Broušení na každém kotouči trvalo jednu minutu. Přítlačná síla přístroje na vzorek byla 30 N. Mechanické leštění probíhalo obdobně. Použita byla diamantová suspenze o 3 μm a poté 1 μm. Zatížení na vzorek bylo 25 N a vzorky se leštily 3 minuty na každém plátně se suspenzí.

Vyvolání mikrostruktury proběhlo pomocí leptadla Nital. Nital je 3% kyselina dusičná v methanolu. Vyvolaná mikrostruktura byla sledována ve světelném mikroskopu Nikon eclipse MA200 (Obr. 32) a v elektronovém mikroskopu JEOL JSM 63840 (Obr. 33) pomocí detektoru sekundárních elektronů. Pro pozorování mikrostruktury v elektronovém mikroskopu bylo urychlovací napětí 20 kV. Vzorky byly uzemněny ke kovovému stolku pomocí vodivé pásky. Všechny pořízené snímky pochází z podélného řezu.

Tab. 3 – Přehled zpracování a označení vzorků

Sferoidizační žihání	Teplota kalení [°C]	Následné tepelné zpracování	Pracovní označení
ASR	800	kaleno	ASR 800 K
		kal. + popuštěno	ASR 800 P
	820	kaleno	ASR 820 K
		kal. + popuštěno	ASR 820 P
	840	kaleno	ASR 840 K
		kal. + popuštěno	ASR 840 P
	860	kaleno	ASR 860 K
		kal. + popuštěno	ASR 860 P
ZM	800	kaleno	ZM 800 K
		kal. + popuštěno	ZM 800 P
	820	kaleno	ZM 820 K
		kal. + popuštěno	ZM 820 P
	840	kaleno	ZM 840 K
		kal. + popuštěno	ZM 840 P
	860	kaleno	ZM 860 K
		kal. + popuštěno	ZM 860 P

### 11.3.2 Měření tvrdosti

Tvrdot vzorků byla měřena s maximálním zatížením 10 kN na přístroji Struers DuraScan 50 (Obr. 34). Aby měly výsledky vypovídající hodnotu, vypočítal se aritmetický průměr ze tří měření na jednom vzorku. Tvrdot se zjišťovala na vzorku uprostřed podélného řezu a vtisky byly od sebe vzdáleny přibližně 2 mm.

### 11.3.3 Měření velikosti austenitického zrna

Měření velikosti původního austenitického zrna bylo provedeno na popuštěných vzorcích. Vzorky se opět vybrousily a leštily, jak je popsáno v kapitole 11.3.1 Příprava metalografického výbrusu. Pro docílení lepší kvality vyleštěného povrchu následovalo chemicko-mechanické leštění. Suspenze byla Struers OP-S. Struers OP-S je koloidní roztok kysličníku křemíku ( $\text{SiO}_2$ ). Zrnitost těchto suspenzí se pohybuje kolem 0,05  $\mu\text{m}$ .

#### Velikost austenitického zrna po žihání na měkko

Mikrostruktura byla naleptána nasyceným vodním roztokem kyseliny pikrové s přídavkem smáčedla. Jako smáčedlo byl použit alkylbenzensulfonát sodný. Leptadlo bylo používáno předeřáté na teplotu cca 50°C. Po tomto leptání se zviditelnily hranice původních austenitických zrn. Na hranicích zrn se snáze naleptaly vysegregované nečistoty, především fosfor.

Pozorování proběhlo v optickém mikroskopu. Měření bylo provedeno v programu NIS Element pomocí obrazové analýzy. Jednalo se o lineární metodu, měřily se úseky protínající jednotlivá zrna. Pro kvalitativní výsledky měření bylo na jednom vzorku stanoveno minimálně 300 změřených úseků (150 vodorovně a 150 svisle) z minimálně 10 náhodných oblastí. Vyhodnocení velikosti zrna proběhlo podle normy ASTM E112 – 96E2.

### Velikost austenitického zrna po ASR

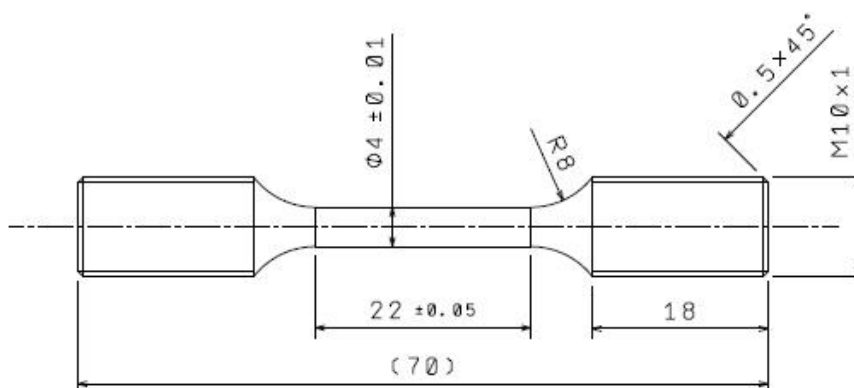
Mikrostruktura byla obdobně naleptána předeřhřátým nasyceným vodním roztokem kyseliny pikrové s přídavkem smáčedla. Hranice austenitických zrn byly obtížně rozeznatelné, neměřitelné úsekovou metodou. Po delším leptání se vytvořila oxidická vrstvička. Vzorek byl dále leptán v Nitalu, ale bez efektu. Pro lepší zviditelnění hranic, byly vzorky opětovně popouštěny. Popouštěcí teplota byla 480°C a teplotní výdrž byla 24 hodin v peci KS120 (Obr. 29). Následně byl připraven opět metalografický výbrus a vzorky byly leptány v ohřátém nasyceném vodním roztoku kyseliny pikrové. Provedlo se opět broušení a leštění, leptání v Nitalu.

## 11.4 Měření mechanických vlastností

Materiál byl již v předchozích operacích sferoidizačně zpracován pomocí ASR a žíhání na měkko. Následně byl rozřezán na tyče o délce 80 mm. Další zpracování těchto dvanácti tyčí, šest tyčí po ASR a šest tyčí po žíhání na měkko, spočívalo v kalení a popouštění.

Kalení proběhlo ze dvou teplot, 800°C a 840°C. Postup probíhal stejně jako u vzorků pro metalografickou analýzu a tvrdost. Ohřev na kalící teploty proběhl v peci KM 30-13 (Obr. 30), teplotní výdrž v peci byla opět 30 minut. Následné zakalení proběhlo do oleje. Popouštění proběhlo v peci KS120 (Obr. 29) při teplotě 450°C po dobu 2 hodin.

Z těchto tyčí byly vyrobeny zkušební tělesa pro tahovou zkoušku. Rozměry zkušebních těles jsou zobrazeny na Obr. 40. Délka těla byla 22 mm, průměr 4 mm a celková délka vzorku 70 mm.



Obr. 40 - Zkušební tyč pro tahovou zkoušku

Tahová zkouška se provedla na stroji MAYES DM 100 (Obr. 31). Prodloužení bylo měřeno odporovým extenzometrem MTS 634 12F, který byl před tahovými zkouškami nakalibrován. U tahových zkoušek bylo nastaveno předpětí 100 N. Rychlost do předpětí byla 3 mm/min, poté jen 1 mm/min. Značení vzorků zůstalo stejné jako u vzorků pro metalografickou analýzu a je přehledně znázorněno v Tab. 4. Pro každý režim byla provedena 3 zkušební tělesa – a, b, c.

Tab. 4 – Přehled zkušebních tyčí

Sferoidizační žhání	Teplota kalení [°C]	Pracovní označení
ASR	800	ASR 800 P a
		ASR 800 P b
		ASR 800 P c
	840	ASR 840 P a
		ASR 840 P b
		ASR 840 P c
ZM	800	ZM 800 P a
		ZM 800 P b
		ZM 800 P c
	840	ZM 840 P a
		ZM 840 P b
		ZM 840 P c

## 12 Výsledky experimentu a diskuze

### Sferoidizace karbidů

Výchozí struktury po žhání na měkko a zrychlené sferoidizaci (ASR) se skládaly z feritické matrice a sferoidizovaných částic (Obr. 41, Obr. 42). Mikrostruktury se lišily především velikostí a hustotou karbidických částic. U materiálu po ASR byly karbidy výrazně jemnější a hustěji rozmístěny (Obr. 42). Z tohoto důvodu byla vyšší tvrdost po ASR v porovnání s žháním na měkko. Hodnota tvrdosti po zrychleném sferoidizačním žhání byla 232 HV10, zatím co po dlouhodobém žhání na měkko byla 179 HV10.



Obr. 41 – Žhání na měkko (ZM) - 750°C/4h, chlazení v peci, 179 HV10



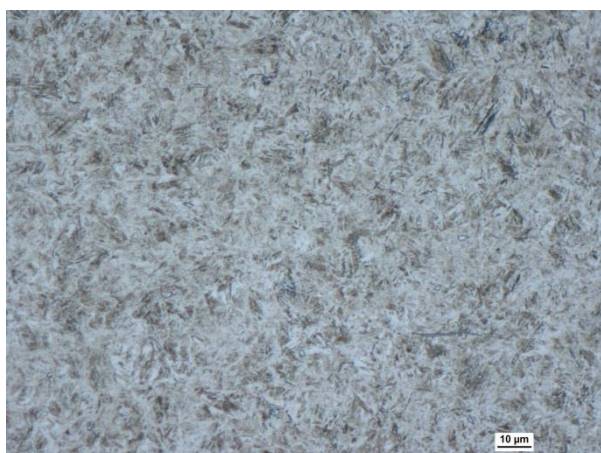
Obr. 42 - Zrychlené žhání (ASR) – 3x15s/760°C, chlazení na vzduchu, 232 HV10



### Kalení a popouštění

Kalení proběhlo z teplot 800, 820, 840 a 860°C. Mikrostruktury byly pozorovány v optickém i elektronovém řádkovacím mikroskopu (SEM). V elektronovém mikroskopu byly vzorky pozorovány pomocí detekce sekundárních elektronů (SE) při urychlovacím napětí 20 kV. Dále označováno SEI – Secondary electron imaging. SE jsou vysoce citlivé na topografii povrchu, hodně září hrany a vystupující objekty.

Zakalené mikrostruktury po ZM i ASR obsahovaly martenzitické desky a nerozpuštěné sferoidizované karbidy (Obr. 43, Obr. 44).



Obr. 43 – ZM 800 K, 624 HV10

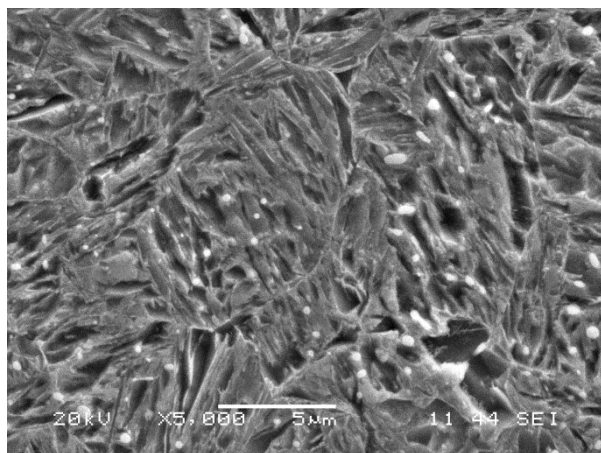


Obr. 44 – ASR 800 K, 677 HV10

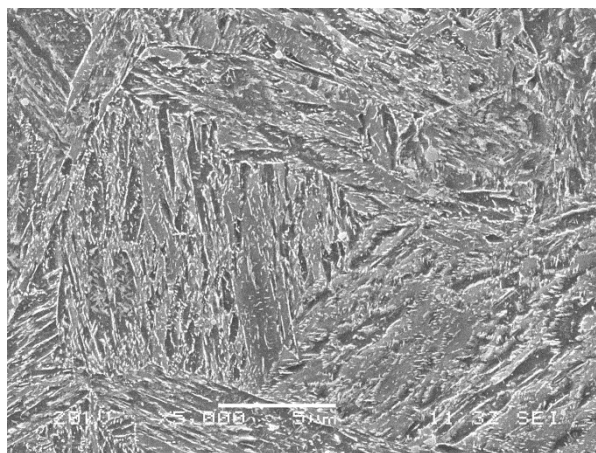
Ve strukturách byly v malém množství pozorovány i nečistoty materiálu. Například sulfidické vměstky protáhlé ve směru válcování, které se deformovaly po odlití oceli (Obr. 44).

Karbidy po žhání na měkko a kalení byly významně větší (Obr. 43) v porovnání s karbidy po ASR. Karbidy po ASR byly velmi jemné a hustě distribuované v mikrostruktuře (Obr. 44). Rozdíl ve velikosti původních austenitických zrn po ZM a ASR nebyl na první pohled patrný.

Po ASR bylo možné pozorovat jemnější martenzitické desky, viz detailnější pohledy z SEI (Obr. 45, Obr. 46). Příčina spočívala ve velkém množství jemných karbidů, které sloužili jako nukleační zárodky spolu s hranicemi původních austenitických zrn při zakalení.

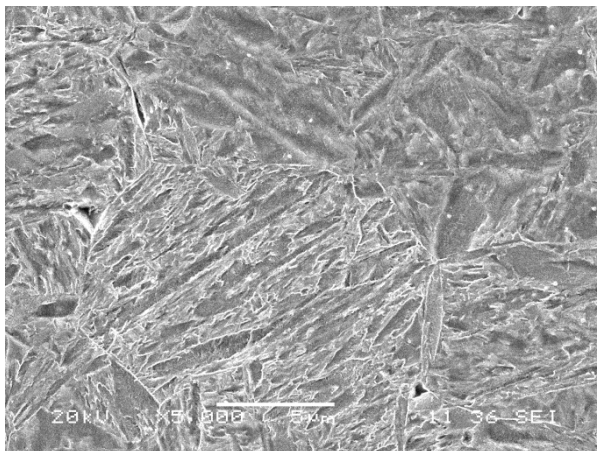


Obr. 45 - ZM 800 K, 624 HV10, SEI



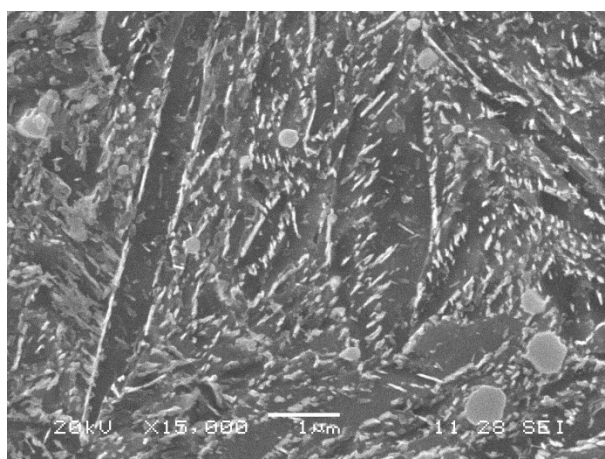
Obr. 46 - ASR 800 K, 677 HV10, SEI

Se zvyšováním teploty kalení bylo možné sledovat úbytek nerozpuštěných karbidů. Ale i při nejvyšší teplotě kalení 860°C ve struktuře zůstávalo minimální množství nerozpuštěných karbidů (viz Obr. 47).



**Obr. 47 – ASR 840 K, 692 HV10, SEI**

Kromě nerozpuštěných karbidů po kalení byly karbidy při popouštění precipitovány na hranicích a uvnitř martenzitických desek.



**Obr. 48 – ASR 800 P, 433 HV10, SEI**

Na snímku Obr. 48 byly na elektronovém mikroskopu při 15000x zvětšení snadno pozorovány tyto karbidy. Zachycené velké globulární útvary v pravém dolním rohu jsou sferoidizované karbidy, jejich velikost je pod 1 μm.



Přehled mikrostruktur při stejné teplotě kalení (860°C) je na Obr. 49 - Obr. 52. Rozdíl mezi popuštěnými vzorky nebyl pomocí optického mikroskopu pozorován kvůli malému zvětšení.



Obr. 49 – ZM 860 K, 679 HV10



Obr. 50 – ASR 860 K, 706 HV10



Obr. 51 – ZM 860 P, 434 HV10



Obr. 52 – ASR 860 P, 447 HV10

## Tvrдость

Měření probíhalo uprostřed podélného řezu vzorku. Výsledná tvrдость je aritmetický průměr měření ze tří vtisků. V Tab. 5 jsou znázorněny tvrdsti po zpracování. Je zřejmé, že hodnoty tvrdsti po žihání na měkko jsou nižší, než po ASR. S rostoucí teplotou kalení u vzorků po ZM rostla tvrдость kvůli většímu nasycení martenzitu uhlíkem. U ASR tento trend nebyl pozorován, tvrдость u teplot kalení 820, 840 a 860°C byla téměř shodná. Je možné, že nárůst tvrdsti vlivem vyššího obsahu uhlíku v martenzitu vyrušil úbytek jemných nerozpuštěných karbidů. U teploty 800°C byla zaznamenána nejnižší hodnota tvrdsti.

Rozdíl tvrdsti po kalení mezi druhy žihání v případě nejvyšší dosažené tvrdsti byl jen 27 HV10, avšak rozdíl u nejnižších hodnot po kalení byl 53 HV10. U naměřených hodnot po popouštění je stejná tendence.

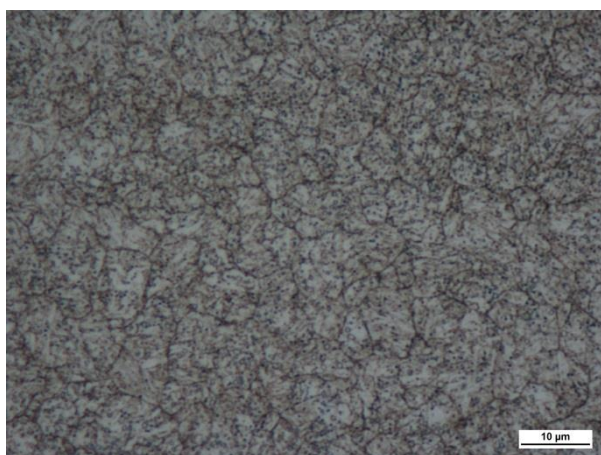
Při teplotách 860°C u žihání na měkko a 800°C u zrychlené sferoidizace (ASR) bylo z hlediska tvrdsti dosaženo stejných hodnot. Tvrдость vzorků ZM 860 K/ ZM 860 P je docílena vyšším nasycením uhlíku v martenzitických deskách. Při stejně velké tvrdsti u ASR 800 K/ ASR 800 P je tvrдость martenzitu podpořena hustou sítí jemných karbidů.

Tab. 5 - Tvrdsti kalených a zušlechtěných vzorků po ZM a ASR

Teplota austenitizace [°C]	Tvrдость HV10			
	ZM po kalení	ZM po popouštění	ASR po kalení	ASR po popouštění
800	624 ± 2	406 ± 5	677 ± 4	433 ± 7
820	650 ± 2	419 ± 3	705 ± 7	443 ± 8
840	660 ± 9	424 ± 5	692 ± 7	446 ± 9
860	679 ± 7	434 ± 8	706 ± 9	447 ± 2

## Měření velikosti původního austenitického zrna

### - Po žihání na měkko

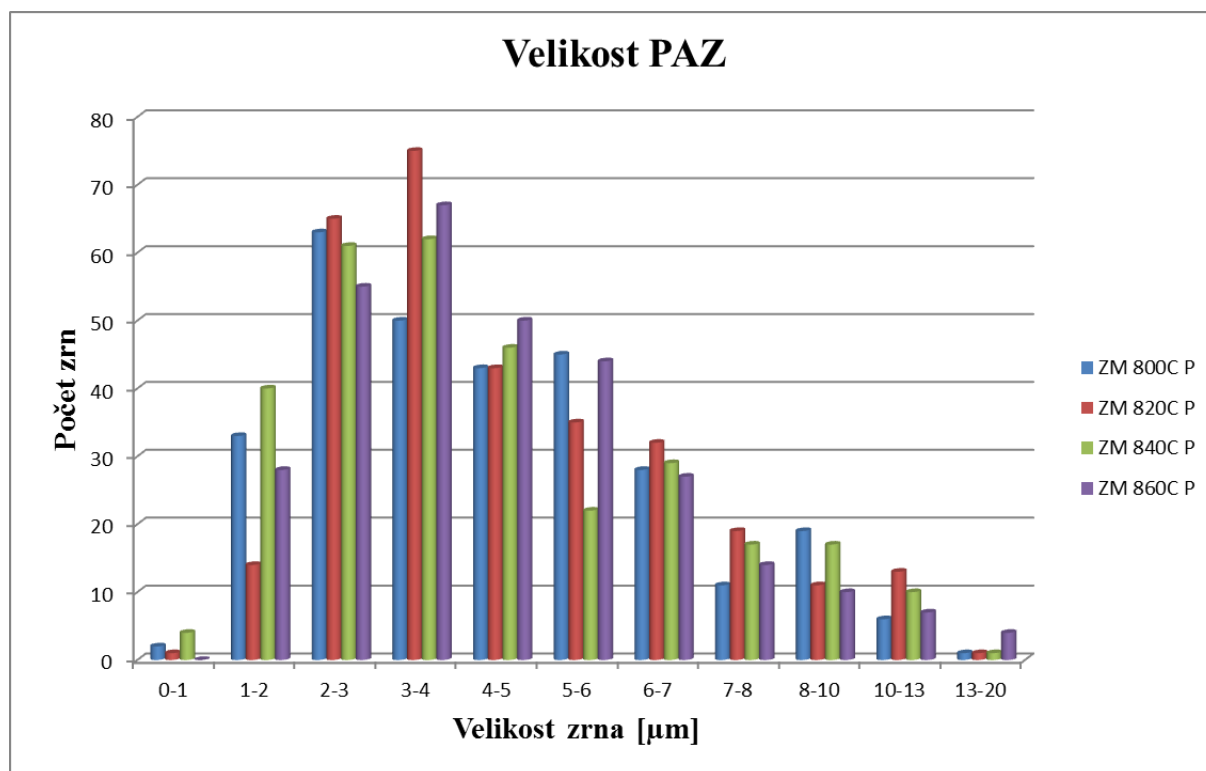


Obr. 53 – ZM 820 P, leptáno na zrno, 419 HV10

Leptadlo bylo nasycený vodní roztok kyseliny pikrové s přídavkem smáčedla. Docházelo k napadání hranic, kde vysegregované nečistoty snadno podléhaly naleptání. Ke koncentraci nečistot (především fosforu) na hranicích původního austenitického zrna došlo při popouštění.

Z měření původního austenitického zrna (dále označováno PAZ) byla zjištěna, u žihání na měkko, průměrná velikost cca 4,5 μm (viz Tab. 6). Vliv rostoucí teploty kalení na velikost austenitického zrna nebyl pozorován.

Výsledky velikosti zrna byly obdobné u všech teplot kalení. Rozložení velikostí zrna ukazuje histogram, viz Obr. 54.



Obr. 54 – Histogram velikosti zrna po žhání na měkko

Tab. 6 - Tabulka velikosti zrna

Velikost zrna	ZM 800 P	ZM 820 P	ZM 840 P	ZM 860 P
<b>Průměr</b>	<b>4,418</b>	<b>4,695</b>	<b>4,375</b>	<b>4,564</b>
<b>St. odchylka</b>	<b>2,291</b>	<b>2,436</b>	<b>2,467</b>	<b>2,454</b>
<b>Max.</b>	<b>13,063</b>	<b>18,209</b>	<b>14,471</b>	<b>19,550</b>
<b>Min.</b>	<b>0,709</b>	<b>0,845</b>	<b>0,845</b>	<b>1,059</b>

Podle normy ASTM E 112 – 96E2 průměrná velikost zrna po ZM i ASR odpovídá číslu velikosti zrna G = 12.

#### - Po ASR

Velikost PAZ po ASR zpracování nebylo možné kvantifikovat. Ani jedna mikrostruktura po ASR se nepovedla naleptat na dostatečné zviditelnění hranic PAZ.

Velikost zrn byla zjištěna až z pozorování na elektronovém mikroskopu, kdy v některých náhodných oblastech bylo možné hranice zrna rozeznat. Změřeno bylo několik desítek úseků. Velikost zrna byla odhadnuta přibližně na 4 μm.

Přibližně stejnou velikost zrn při různých teplotách mají nejspíše za následek karbidy. Při teplotách 800 i 860°C zůstávají ve struktuře nerozpuštěné karbidy. Ty tvoří překážku pro růst zrna, která tím narostou jen do určité velikosti. Pro větší nárůst zrna by byla potřeba vyšší teplota kalení.

## Mechanické vlastnosti

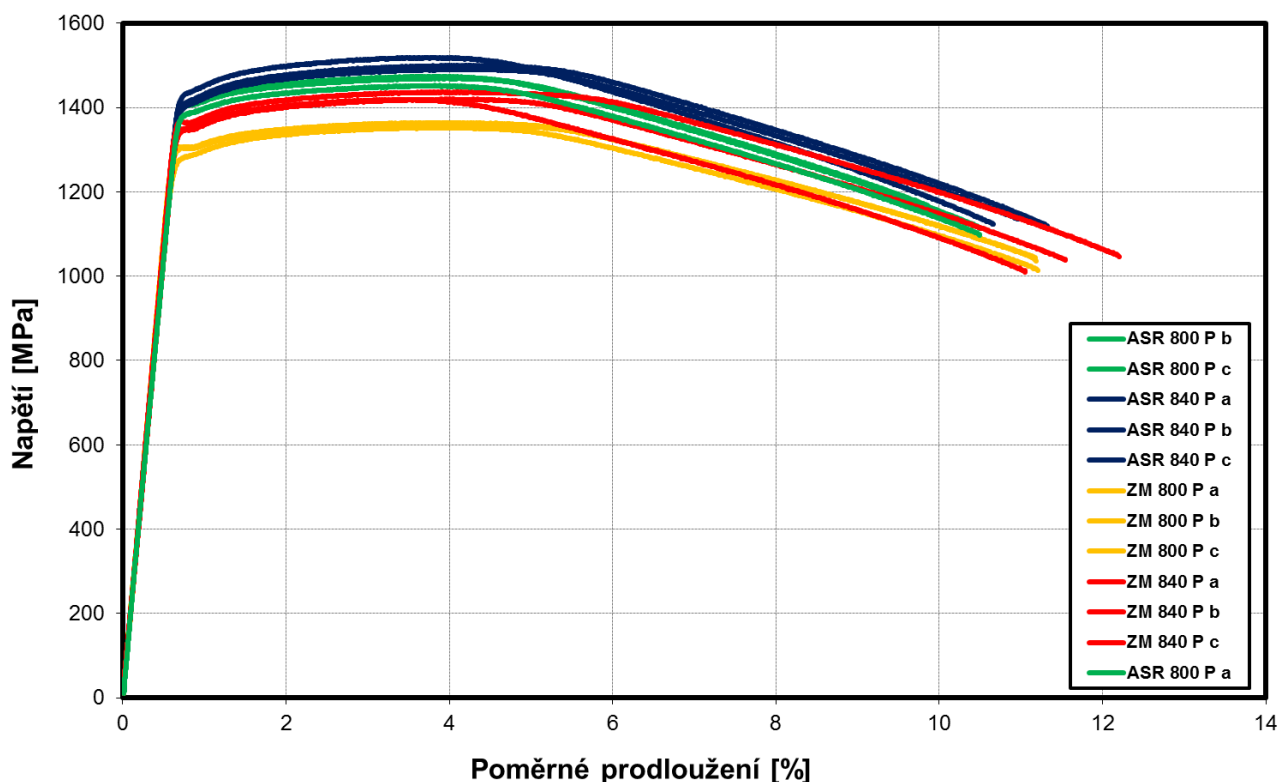
Tahové zkoušky proběhly na zušlechtěném materiálu po ZM a ASR při pokojové teplotě. Kalení proběhlo ze dvou teplot, 800 a 840°C. Mez kluzu byla určena smluvně jako  $R_{p0,2}$ . Naměřené hodnoty jsou v Tab. 7.

Rozdíl v typu sferoidizačního žíhání byl zřejmý. Žíhání na měkko po teplotě austenitizace 800°C mělo průměrnou mez pevnosti 1360 MPa, při stejné teplotě po ASR pevnost nabyla o 105 MPa. Při tomto nárůstu pevnosti byla tažnost téměř shodná. Po ASR nastal nepatrný úbytek – o 1,6%. Zúžení v místě tvorby krčku mělo po ASR stejný trend, nepatrně kleslo.

Zvýšená teplota austenitizace přinesla u obou stavů zvýšení meze pevnosti a meze kluzu. Po žíhání na měkko byl tento vliv větší, mez kluzu se zvedla průměrně o 58 MPa, zatímco po ASR jen o 22 MPa. Přírůstek pevnosti po ASR byl taktéž menší, zhruba o jednu třetinu než po ZM.

Chování materiálu po dvou typech žíhání bylo u tažnosti po zvýšení teploty kalení zcela odlišné. Po žíhání na měkko měl materiál snahu spíše křehnout, průměrná hodnota tažnosti klesla o 0,1 %. U materiálu po zrychlené sferoidizaci (ASR) při zvýšení meze kluzu a pevnosti bylo zaznamenáno i mírné zvýšení tažnosti.

Hodnota celkového prodloužení při maximálním zatížení ( $A_g$ ) byla u všech provedených tahových zkoušek téměř stejná.



Obr. 55 – Diagram z tahových zkoušek



Tab. 7 – Hodnoty z tahových zkoušek

Vzorek	$R_{p0,2}$ [MPa]	$R_m$ [MPa]	$A_g$ [%]	$A_5$ [%]	Z [%]
ASR 800 P a	1388	1452	3,2	10,1	44,9
ASR 800 P b	1409	1474	3,2	8,6	42,5
ASR 800 P c	1407	1470	3,2	9,4	35,4
ASR 840 P a	1441	1519	3,1	9,7	44,9
ASR 840 P b	1419	1500	3,3	10,2	44,2
ASR 840 P c	1411	1492	3,6	9,1	41,1
ZM 800 P a	1285	1353	3,4	10,8	44,7
ZM 800 P b	1302	1362	3,1	10,7	43,3
ZM 800 P c	1306	1364	3,3	11,1	43,8
ZM 840 P a	1365	1437	3,5	11,1	46,0
ZM 840 P b	1347	1420	3,2	11,3	44,6
ZM 840 P c	1354	1419	2,8	10,1	47,6

Tab. 8 - Zprůměrované hodnoty z tahových zkoušek

Tepelné zpracování	$R_{p0,2}$ [MPa]	$R_m$ [MPa]	$A_g$ [%]	$A_5$ [%]	Z [%]
ASR 800 P	1402 ± 11	1465 ± 12	3,2 ± 0,0	9,3 ± 0,8	40,9 ± 5,0
ASR 840 P	1424 ± 15	1504 ± 14	3,3 ± 0,3	9,7 ± 0,5	43,4 ± 2,0
ZM 800 P	1298 ± 11	1360 ± 6	3,3 ± 0,1	10,9 ± 0,2	43,9 ± 0,7
ZM 840 P	1356 ± 9	1425 ± 10	3,2 ± 0,4	10,8 ± 0,6	46,1 ± 1,5

Průběh jednotlivých tahových zkoušek je znázorněn na Obr. 55. Rozdílné tepelné zpracování materiálu je barevně odlišeno. Po ZM je výraznější mez kluzu než po ASR. Pevnostní charakteristiky po ASR jsou celkově vyšší.

## Diskuze

Při zvyšování austenitizačních teplot ubývalo množství nerozpuštěných částic karbidů ve struktuře. Při teplotě 860°C stále zůstávaly některé karbidy nerozpuštěné, rozdílná tvrdost mezi materiálem po konvenčním žíhání na měkko a zrychleném žíhání ASR byla 27 HV10. Tvrdost po ASR byla vyšší pravděpodobně z důvodu jemnější mikrostruktury. Při dalším zvyšování teploty kalení by mělo nastat srovnání tvrdosti z důvodu plného rozpuštění karbidů, což je nežádoucí.

U tahových zkoušek nastal zajímavý jev, kdy po ASR při teplotě kalení 840°C oproti teplotě kalení z 800°C se zvýšila mez kluzu, mez pevnosti a současně došlo k mírnému nárůstu tažnosti. Nárůst tažnosti po ASR bylo důsledkem podpoření difúze při austenitizaci. Při vyšší teplotě bylo v austenitu rozpuštěno více karbidů. Následný úbytek nerozpuštěných karbidů v matici znamenalo méně mechanických překážek pro dislokace. Ty tím snadněji procházely strukturou a materiál se jevil houževnatější.

Tažnost po ASR byla zhruba o 1% nižší než tažnost zpracovaných vzorků po ZM. U měření původního austenitického zrna nebylo možné materiál po ASR naleptat na hranice zrna. I po 24 hodinovém popouštění nebyly nečistoty (zejména fosfor) dostatečně vysegregovány po hranicích původních austenitických zrn, aby byly zviditelněny. Velikost PAZ byla pozorována v elektronovém mikroskopu.

Průměrná velikost zrna se pohybovala kolem 4  $\mu\text{m}$  pro všechny teploty austenitizace po ZM i po ASR. Nerozpuštěné karbidy tvořily srovnatelnou překážku v růstu zrn pro oba stavy materiálu.

Dva zkoumané stavy materiálu se lišily v závislosti mechanických vlastností na teplotě kalení. U oceli žíhané na měkko je vidět jasný trend, že dochází ke zvyšování tvrdosti i pevnosti se zvyšováním teploty kalení. Po procesu ASR po teplotě kalení 800°C vykazují vzorky mírně nižší hodnoty tvrdosti a pevnosti. V případě vyšších teplot kalení jsou hodnoty tvrdosti obdobné. Tento jev je způsoben rychlejším rozpouštěním karbidů z důvodu jejich menší velikosti. Další zvyšování teploty kalení již nepřináší zvýšení tvrdosti, neboť karbidy jsou již v naprosté většině rozpuštěny. Nedochozí k navyšování obsahu uhlíku v martenzitu. U stavu žíhaného na měkko jsou karbidy hrubší, tudíž k úplnému rozpuštění dochází až okolo teploty 860°C a více. Je tedy možné sledovat trend zvyšování pevnostních charakteristik ve zvoleném teplotním rozmezí.

Z výsledků je zřejmé, že bylo dosaženo obdobných mechanických vlastností po ASR při teplotě kalení 800°C jako po konvenčním žíhání na měkko při teplotě kalení 840°C. To znamená, že teplota kalení, v případě zpracovaného materiálu ASR procesem, může být nižší. Je to z důvodu rychlejšího rozpouštění menších karbidických částic. Nižší teplota kalení je z technologického hlediska výhodná díky snížení energetické náročnosti při kalení a snížení vnitřních pnutí a deformací po tepelném zpracování.

## 13 Závěr

Pružinová ocel 51CrV4 byla podrobena dvěma typům sferoidizačního žíhání, konvenční dlouhodobé žíhání a zrychlená sferoidizace (ASR). Materiál byl z těchto výchozích stavů kalen ze čtyř různých teplot a následně popouštěn. Zkoumaly se mikrostruktury, tvrdost, velikost původního austenitického zrna a mechanické vlastnosti.

Morfologie karbidů po obou typech žíhání byla globulární, struktura se lišila v jejich velikosti a hustotě. Karbidy po ASR byly významně jemnější a hustěji rozmístěny.

Mikrostruktura všech vzorků po kalení byla martenzitická s různým množstvím nerozpuštěných karbidů. Po žíhání na měkko byly v martenzitické matici pozorovány větší částice nerozpuštěných karbidů a martenzitické desky byly hrubší v porovnání se strukturou po ASR. Po ASR zpracování byly pozorovány hustě rozmístěné jemné karbidy v martenzitické matici. Po popouštění proběhla precipitace cementitu na hranicích i uvnitř martenzitických desek.

Nejvyšší tvrdosti dosahovaly mikrostruktury kalené z teploty 860°C. Po zrychlené sferoidizaci byla tvrdost 706 HV10, po žíhání na měkko byla 679 HV10.

Různé teploty kalení neměly zásadní vliv na velikost původního austenitického zrna. Velikost zrn se nejčastěji pohybovala kolem 4 μm pro oba stavy žíhání. Nerozpuštěné karbidy tvořily překážku v růstu těchto zrn.

Vyšších hodnot meze pevnosti a meze kluzu dosahoval materiál kalený z 840°C než kalený z 800°C. Při zvýšení austenitizační teploty došlo k rozdílnému chování u tažnosti. Po žíhání na měkko se tažnost téměř nezměnila, ale po ASR tažnost nepatrně vzrostla. Materiálu po ASR zvýšenou teplotou kalení vzrostla mez kluzu a pevnosti i tažnost. Mez pevnosti po ASR při austenitizaci 840°C byla 1504 MPa a tažnost 9,7%. Žíhání na měkko při austenitizaci na 840°C měla hodnotu pevnosti 1425 MPa a tažnost 10,8%.

Výhodou zpracování materiálu procesem ASR před zušlechťováním je jemnější finální martenzitická mikrostruktura, možnost zachovat či zvýšit pevnostní charakteristiky materiálu při snížení kalicí teploty až o 40°C. Toto je výhodné jak z technologického, tak z ekonomického hlediska.



## 14 Literatura

- [1] COMTES FHT a.s., Dobřany. Způsob žhání ocelového polotovaru, tvůrce vynálezu: Hauserová, D., Nový, Z., Dlouhý, J., Česká Republika, Patentový spis: 302676, 2011.
- [2] COMTES FHT a.s., Dobřany. Způsob tepelného zpracování ložiskové oceli, tvůrce vynálezu: Hauserová, D., Nový, Z., Diekmann, U., Dlouhý, J., Česká Republika, Patentový spis: 305587, 2015.
- [3] Ptáček, L. a kolektiv, *Nauka o materiálu II*, 2002, ISBN 80-7204-248-3.
- [4] Kraus, V., *Tepelné zpracování a slinování*, 1999, ISBN 80-7082-582-0.
- [5] Ptáček, L. a kolektiv, *Nauka o materiálu I*, 2003, ISBN 80-7204-283-1.
- [6] Yeng, T. H., *An introduction to the metalurgy of steel*, 2005, [online], [vid. 3. prosince 2015], dostupné z [http://www.oocities.org/ferritec\\_eng/chapter\\_1](http://www.oocities.org/ferritec_eng/chapter_1).
- [7] Jech, J., *Tepelné zpracování oceli, Metalografická příručka*, 1983.
- [8] Hauserová, D. Zrychlené mikrostrukturní děje při nových procesech tepelného a termomechanického zpracování. Plzeň, 2014. Disertační práce. Západočeská univerzita, Fakulta strojní. Vedoucí práce Z. Nový.
- [9] Kolektiv autorů COMTES FHT a.s., Tepelné zpracování, In: *Ocelový svět*, [online], [vid. 3. prosince 2015], dostupné z <http://ebook.veda-hrou.cz/cms/14-kapitola-4-tepelne-zpracovani-oceli.html>.
- [10] Kříž, A., Rozpad austenitu, In: *Podklady pro přednášky ze SMA*, 2014.
- [11] Khalid, A., What are the microstructural constituents Austenite, Martensite, Bainite, Pearlite and Ferrite?, In: *Technical Knowledge*, [online], [vid. 3. prosince 2015], dostupné z <http://www.twi-global.com/technical-knowledge/faqs/material-faqs/faq-what-are-the-microstructural-constituents-austenite-martensite-bainite-pearlite-and-ferrite>.
- [12] Mazancová, E. a Friedrich, Z., *Technické materiály I*, 2012, ISBN 978-80-248-2577-9.
- [13] *Uživatelský komentář k normě ČSN EN 10084:2008 a k vlastnostem ocelí k cementování*, [online], [vid. 3. prosince 2015], dostupné z [http://www.bolzano.cz/assets/files/TP/MOP\\_%20Tycova\\_ocel/EN\\_10084/MOP\\_TDP10084.pdf](http://www.bolzano.cz/assets/files/TP/MOP_%20Tycova_ocel/EN_10084/MOP_TDP10084.pdf).
- [14] Yang, H.-S., Bhadeshia, H. K. D. H., Austenite Grain Size and the Martensite-start Temperature, *Scripta Materialia*, 2009, Vol. 60, pp. 493-495.
- [15] Hauserová, D., Dlouhý, J., Nový, Z. Microstructure and Properties of Hardened 100CrMnSi6-4 Bearing Steel after Accelerated Carbide Spheroidisation and Long-duration Annealing. In: *Bearing Steel Technologies: 10th Volume, Advances in Steel Technologies for Rolling Bearings*, STP 1580, 2015, pp. 389-409, ISSN 2160-2050.
- [16] Shtansky, D. V., Nakai, K., Ohmori, Y., Pearlite to Austenite Transformation in an Fe-2.6Cr-1C Alloy, *Acta Metallurgica*, 1999, Vol. 47, No. 9, pp. 2619-2632.
- [17] Tian, Y. L. and Kraft, R. W., Mechanisms of Pearlite Spheroidization, *Metallurgical Transactions*, 1987, vol. 18A, pp. 1403-1414.
- [18] Kepka, K. Termomechanické válcování vybraných ocelí v podmínkách laboratorní trati COMTES FHT. Plzeň, 2014. Diplomová práce. Západočeská univerzita, Fakulta strojní. Vedoucí práce J. Džugan.

- [19] Hauserová, D., Dlouhý, J., Nový, Z., Effect of Heating Rate on Accelerated Carbide Spheroidisation (ASR) in 100CrMnSi6-4 Bearing Steel, *Archives of Metallurgy and Materials*, 2014, Vol. 59, pp. 1199-1203, ISSN 1733-3490.
- [20] *Přehled vlastností oceli 51CrV4*, [online], [vid. 9. dubna 2016], dostupné z [http://www.bolzano.cz/assets/files/TP/MOP\\_%20Tycova\\_ocel/EN\\_10083/MOP\\_51CrV4.pdf](http://www.bolzano.cz/assets/files/TP/MOP_%20Tycova_ocel/EN_10083/MOP_51CrV4.pdf).
- [21] *Inverted Metallurgical Microscope ECLIPSE MA200*, [online], [vid. 9. dubna 2016], dostupné z <http://www.nikon.com/products/industrial-metrology/lineup/industrial-microscopes/inverted/ma200/index.htm>.
- [22] *Lisy pro zalévání za horka*, [online], [vid. 9. dubna 2016], dostupné z [http://www.struers.com/default.asp?top\\_id=3&main\\_id=9&sub\\_id=6&doc\\_id=187](http://www.struers.com/default.asp?top_id=3&main_id=9&sub_id=6&doc_id=187).
- [23] *Pokročilé preparační systémy*, [online], [vid. 9. dubna 2016], dostupné z [http://www.struers.com/default.asp?top\\_id=3&main\\_id=10&sub\\_id=300&doc\\_id=1197](http://www.struers.com/default.asp?top_id=3&main_id=10&sub_id=300&doc_id=1197).