

ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI

Fakulta strojní

Akademický rok: 2017/2018

ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

(PROJEKTU, UMĚLECKÉHO DÍLA, UMĚLECKÉHO VÝKONU)

Jméno a příjmení: **Bc. Jakub KOTOUS**

Osobní číslo: **S16N0066P**

Studijní program: **N2301 Strojní inženýrství**

Studijní obor: **Materiálové inženýrství a strojírenská metalurgie**

Název tématu: **Pokročilé metody tepelného zpracování pružinových ocelí**

Zadávací katedra: **Katedra materiálu a strojírenské metalurgie**

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

1. Literární rešerše:

- a) Úvod
- b) Materiály pro výrobu pružin
- c) Tepelné zpracování pružinových ocelí
- d) Zkoušky mechanických vlastností pružinových ocelí

2. Experimentální část:

- a) Výběr experimentálního materiálu
- b) Žihání na měkko a zrychlená sferoidizace karbidů
- c) Kalení a popouštění
- d) Metalografická analýza
- e) Mechanické vlastnosti

3. Diskuse výsledků

4. Závěr

Rozsah grafických prací: fotodokumentace, obrázky

Rozsah kvalifikační práce: 50-70 stran

Forma zpracování diplomové práce: tištěná/elektronická

Seznam odborné literatury:

ASM Handbook, Vol. 4, Heat treating, ASM International, 1991.

Yamada, Y., *Materials for springs*, 2007, ISBN 978-3-540-73811-4.

Tian, Y. L. and Kraft, R. W., *Mechanisms of Pearlite Spheroidization*, Metallurgical Transactions, 1987, Vol. 18A, pp. 1403-1414.

Ptáček, L. a kolektiv, *Nauka o materiálu II*, 2002, ISBN 80-7204-248-3.

Vedoucí diplomové práce: Ing. Daniela Nacházelová, Ph.D.
COMTES FHT a.s.

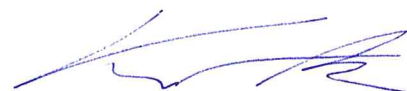
Konzultant diplomové práce: Ing. Jaromír Dlouhý
Regionální technologický institut

Datum zadání diplomové práce: 20. září 2017

Termín odevzdání diplomové práce: 2. června 2018



Doc. Ing. Milan Edl, Ph.D.
děkan



Prof. Dr. Ing. Antonín Kříž
vedoucí katedry

dne

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: 21.5.2018



.....
podpis autora

ANOTAČNÍ LIST DIPLOMOVÉ PRÁCE

AUTOR	Příjmení Kotous	Jméno Jakub	
STUDIJNÍ OBOR	3911T016 - Materiálové inženýrství a strojírenská metalurgie		
VEDOUCÍ PRÁCE	Příjmení (včetně titulů) Ing. Nacházelová, Ph.D.	Jméno Daniela	
PRACOVIŠTĚ	COMTES FHT a.s.		
DRUH PRÁCE	DIPLOMOVÁ	BAKALÁŘSKÁ	Nehodící se škrtněte
NÁZEV PRÁCE	Pokročilé metody tepelného zpracování pružinových ocelí		

FAKULTA	strojí	KATEDRA	KMM	ROK ODEVZD.	2018
----------------	--------	----------------	-----	--------------------	------

POČET STRAN (A4 a ekvivalentů A4)

CELKEM	61	TEXTOVÁ ČÁST	61	GRAFICKÁ ČÁST	0
---------------	----	---------------------	----	----------------------	---

STRUČNÝ POPIS (MAX 10 ŘÁDEK) ZAMĚŘENÍ, TÉMA, CÍL POZNATKY A PŘÍNOSY	Hlavním úkolem je porovnání mikrostruktur a vlastností po dvou různých typech sferoidizačního žíhání v pružinové oceli 54SiCr6. Úvodem jsou charakterizovány druhy pružinových ocelí a jsou popsány jejich možnosti tepelného zpracování. Popisovány jsou vlivy na mikrostrukturu a výsledné mechanické vlastnosti po zušlechtnění. Práce vychází z návrhu a optimalizace dvou výchozích stavů materiálu: po konvenčním dlouhodobém žíhání na měkko a po zrychlené sferoidizaci – Accelerated Spheroidisation and Refinement (ASR).
KLÍČOVÁ SLOVA ZPRAVIDLA JEDNOSLOVNÉ POJMY, KTERÉ VYSTIHUJÍ PODSTATU PRÁCE	ASR, sferoidizace karbidů, žíhání na měkko, pružinová ocel, 54SiCr6.

SUMMARY OF DIPLOMA SHEET

AUTHOR	Surname Kotous	Name Jakub	
FIELD OF STUDY	3911T016 - Materials Engineering and Engineering Metallurgy		
SUPERVISOR	Surname (Inclusive of Degrees) Ing. Nacházcelová, Ph.D.	Name Daniela	
INSTITUTION	COMTES FHT a.s.		
TYPE OF WORK	DIPLOMA	BACHELOR	Delete when not applicable
TITLE OF THE WORK	Advanced methods for heat treatments of spring steel		

FACULTY	Mechanical Engineering	DEPARTMENT	KMM	SUBMITTED IN	2018
----------------	------------------------	-------------------	-----	---------------------	------

NUMBER OF PAGES (A4 and eq. A4)

TOTALLY	61	TEXT PART	61	GRAPHICAL PART	0
----------------	----	------------------	----	-----------------------	---

BRIEF DESCRIPTION TOPIC, GOAL, RESULTS AND CONTRIBUTIONS	The main objective is to compare microstructures and properties of spring steel 54SiCr6 after two different types of spheroidising treatment. In the introduction, type of springs steel are characterized and descriptions are given of their heat treatment. Effects of heat treatment on the microstructure and resulting mechanical properties after quenching and tempering are outlined. This work deals with design and optimization of two conditions of the material: upon conventional long-time soft annealing and upon Accelerated Spheroidisation and Refinement (ASR).
KEY WORDS	ASR, carbide spheroidisation, soft annealing, spring steel, 54SiCr6.

PODĚKOVÁNÍ

Především děkuji své vedoucí práce Ing. Daniele Nacházelové, Ph.D. a konzultantovi Ing. Jaromíru Dlouhému za pomoc, odborné rady, připomínky, čas a ochotu při tvorbě této diplomové práce.

Chtěl bych poděkovat i celému kolektivu výzkumné organizace 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.....	9
2	Teoretická část.....	10
2.1	Charakteristika pružin a jejich materiálů.....	10
2.2	Materiály pro výrobu pružin.....	13
2.2.1	Pružinová ocel.....	15
2.2.2	Vliv legujících prvků pružinových ocelí.....	17
2.3	Tepelné zpracování pružinových ocelí.....	19
2.3.1	Řízené ochlazování.....	19
2.3.2	Normalizační žihání.....	20
2.3.3	Žihání ke snížení pnutí.....	20
2.3.4	Žihání na měkko.....	21
2.3.5	Accelerated Spheroidisation and Refinement (ASR).....	22
2.3.6	Zušlechťování pružinových ocelí.....	26
2.3.7	Patentování drátů.....	31
2.3.8	Kryogenní zpracování.....	32
2.3.9	Nitridace.....	32
2.4	Povrchové úpravy pružin.....	34
2.5	Zkoušení pružinových materiálů.....	34
2.5.1	Měření tvrdosti.....	34
2.5.2	Zkoušky tahem.....	35
2.5.3	Zkoušky lomové houževnatosti.....	35
2.5.4	Zkoušky únavy.....	36
2.5.5	Korozní zkoušky.....	37
2.5.6	Creepové zkoušky a relaxace.....	38
3	Experimentální program.....	39
3.1	Experimentální materiál.....	39
3.2	Použité přístroje a zařízení.....	40
3.3	Popis experimentu.....	42
3.3.1	Příprava materiálu.....	42
3.3.2	Dilatometrie.....	42
3.3.3	Sferoidizační zpracování materiálu.....	43
3.3.4	Kalení a popouštění.....	46
3.3.5	Kryogenní zpracování.....	47

3.3.6	Metalografická analýza a měření tvrdosti	47
3.3.7	Měření mechanických vlastností	49
3.4	Výsledky experimentu	52
3.4.1	Dilatometrie.....	52
3.4.2	Sferoidizace karbidů.....	53
3.4.3	Kalení a popouštění	53
3.4.4	Kryogenní zpracování	58
3.4.5	Mechanické vlastnosti	59
4	Diskuze.....	66
5	Závěr.....	68
6	Literatura	70

1 Úvod

Pružiny jsou důležité strojní součásti. Jejich oblast použití je rozsáhlá. Jsou běžnou součástí všedního života i nedílnou součástí speciálních zařízení. Setkat se s nimi lze téměř při jakékoliv činnosti. Jejich schopností je, na základě svého tvaru, měnit při velké elastické deformaci mechanickou práci na potenciální energii a opačně. Z toho plyne jejich využití především pro akumulování energie, jako tlumící prvky k odpružení strojních částí nebo k vyvození a měření silových účinků [1].

Stále větší využití pružin požaduje také jejich větší rozsah vlastností. Obecně na materiály, ze kterých jsou pružiny vyráběny, jsou kladeny vysoké nároky. Především musí mít vysokou pevnost a současně musí umožňovat velké elastické deformace. Pružiny jsou používány v různých prostředích, ve kterých nesmí ztrácet své vlastnosti. Na výrobu pružin se používá celá škála kovových i nekovových materiálů. O vhodnosti materiálu rozhodují požadované vlastnosti pro danou aplikaci. Mezi poslední trendy patří stále širší využití kompozitních materiálů v pružinovém průmyslu. Např. kompozit uhlík/uhlík vykazuje rozsah vlastností, které lze využít pro výrobu pružin i pro nejnáročnější aplikace za vyšších teplot. Přesto stále nepoužívanější kategorií pružinových materiálů jsou oceli.

Čím dál vyšší nároky na pružiny přináší větší požadavky na kvalitu materiálů i jejich zpracování. Proto jsou zmapovány veškeré procesy výroby od odlití materiálu přes tváření po tepelné zpracování. Výrobci všechny vlivy optimalizují pro dosažení nejlepších možných vlastností. Vývoj pružin je svázán s vývojem nových a inovací stávajících technologií v celém výrobním řetězci. Kromě zvyšování jakosti při výrobě pružin, je snaha firem urychlovat výrobní procesy, tím zvyšovat produktivitu a zároveň snižovat provozní náklady.

Jednou z možností, jak dosáhnout požadovaných vlastností pružinových ocelí, je tepelné zpracování. Do nekonvenčních metod zpracování pružinových ocelí můžeme v současné době zařadit experimenty s kryogenním zpracováním, nitridací a zrychlenou sferoidizací karbidů. Tato práce je primárně zaměřena na využití procesu ASR - Accelerated Spheroidisation and Refinement v oblasti pružinových ocelí. ASR je proces vedoucí k zrychlené sferoidizaci karbidů v oceli, který je často doprovázený současným zjemněním struktury. Tohoto procesu lze dosáhnout tepelným nebo termomechanickým zpracováním. Je patentována výzkumnou organizací COMTES FHT a.s. [2][3]. Běžný způsob k dosažení sferoidizace je žihání na měkko. Žihání na měkko lze považovat za časově a energeticky velmi náročnou operaci. Mechanické vlastnosti materiálu po několika-minutovém zrychleném žihání ASR dosahují stejných nebo lepších výsledků než po dlouhodobém žihání na měkko. ASR lze aplikovat na mnoho nízkolegovaných ocelí. Proto je zřejmé, že ASR má v praxi potenciál pro nahrazení procesu žihání na měkko v některých aplikacích. Například v indukčních kontinuálních linkách, které jsou v průmyslu zaměřeném na výrobu pružin velmi rozšířeny.

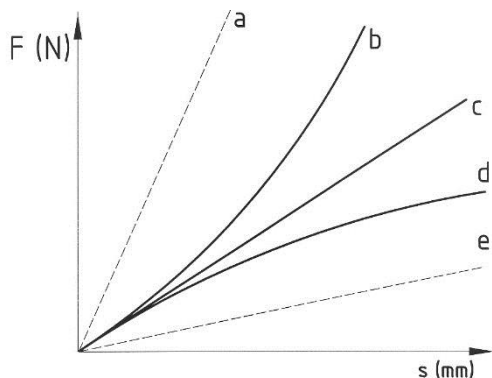
Cílem této diplomové práce je zjištění vhodnosti použití nekonvenčního zrychleného žihání ASR při zpracování pružinových ocelí. Literární rešerše je zaměřena na rozbor ocelových materiálů používaných v pružinovém průmyslu a jejich zpracování. Velká pozornost je věnována tepelnému zpracování, kterým se zabývá experimentální program. Pro experimentální část byla odlita pružinová ocel 54SiCr6. Je popsán průběh výroby polotovaru a následně návrh s optimalizací tepelného zpracování. Výchozí stavy materiálu před zušlechtním jsou po žihání na měkko, po zrychlené sferoidizaci ASR a ve stavu po válcování za tepla, jak je často používáno v praxi. Kalení bylo provedeno při několika kalicích teplotách a dvou různých výdržích na kalicí teplotě. Do zkoumání vlivu na finální vlastnosti po zušlechtním bylo zakomponováno i kryogenní zpracování. K vyhodnocení

dosažených mikrostruktur byla prováděna metalografická analýza na optickém i řádkovacím elektronovém mikroskopu. Zmapování tvrdosti proběhlo u všech provedených režimů a stavů, včetně válcování za tepla. Pro vybrané režimy byly zjištěny základní mechanické vlastnosti plynoucí z tahových zkoušek. Zušlechtnuté stavy po žihání na měkko a po ASR byly porovnávány z hlediska lomové houževnatosti. Závěrem bylo zjištěno únavové chování dvou nejlepších režimů (po žihání na měkko a po ASR). Pro vhodnou aplikovatelnost procesu ASR musí být dosaženo alespoň stejných mechanických vlastností jako po žihání na měkko, neboť přináší velkou úsporu času.

2 Teoretická část

2.1 Charakteristika pružin a jejich materiálů

Charakteristika pružiny je závislost zatížení (silou nebo momentem) a elastické deformace pružiny. Rozdělujeme je podle průběhu na: lineární, progresivní a degresivní (Obr. 1). Je to důležitý údaj, který nesmíme opomíjet při navrhování vhodné pružiny [4].



Křivky na Obr. 1 představují různé charakteristiky pružin. Křivky *a*, *c*, *e* jsou lineární. Ve srovnání s *c* má křivka *a* vyšší tuhost, tzn. při stejném prodloužení klade vyšší odpor. A naopak křivka *e* má nižší tuhost. Křivka *b* představuje progresivní charakteristiku a křivka *d* degresivní charakteristiku.

Obr. 1 Charakteristiky pružin [5]

Tuhost je vlastnost závisající na pružnosti materiálu a tvaru (konstrukci pružiny). Tuhost pružin můžeme vypočítat dle následujících vzorců [4]:

$$k = \frac{dF [N]}{ds [mm]} [N \cdot mm^{-1}], \quad k_{\varphi} = \frac{dM_t [Nmm]}{d\varphi [rad]} [N \cdot mm \cdot rad^{-1}] \quad (1)(2)$$

kde F je síla, s prodloužení pružiny, M_t moment a φ zkrut pružiny.

Pružiny lze rozlišit podle vhodnosti pro způsob zatěžování [4]:

- pružiny pro zatěžování osovými silami (tah/tlak)
 - prutové (podélné) (tah)
 - kroužkové (prstencové) (tlak)
 - talířové a deskové (tlak)
 - šroubovitě (vinuté) (tah nebo tlak)
- pružiny pro zatěžování příčnými silami (ohyb)
 - listové

- pružiny pro zatěžování točivými momenty (krut)
 - tyčové
 - spirálové
 - šroubovitě
- pružiny pro kombinované zatěžování

Požadavky na vlastnosti materiálu se odvíjí od jednotlivého použití pružin. Různé požadavky jsou pro fyzikální, mechanické, mikrostrukturní a technologické vlastnosti [1].

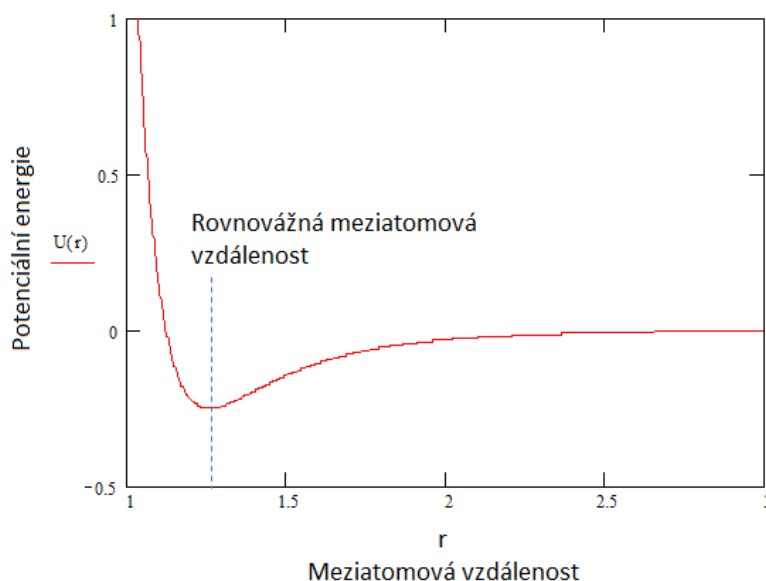
- 1) Na pružinové materiály, které jsou zatěžovány konstantní a neproměnlivou silou, jsou kladeny nároky především na vysokou mez pružnosti. Staticky namáhané pružiny jsou charakterizovány zatížením a odpovídající rozměrovou výchylkou.
- 2) Materiály pružin vhodné pro opakované zatěžování musí mít vysokou odolnost proti únavě. Pružiny jsou charakterizovány středním zatížením, amplitudou zatěžování, výchylkou a počtem cyklů.
- 3) U materiálů pro tlumení rázů je potřeba sledovat kromě vysoké meze pružnosti i vysokou nárazovou pevnost. U těchto pružin se uvádí nárazová síla, odpovídající výchylka a počet cyklů.
- 4) Pružiny, které slouží k měření sil, musí mít při zatěžování co největší oblast konstantního prodloužení. Materiálové požadavky jsou vysoká mez pružnosti a rozměrová stálost. Měřicí pružiny jsou porovnávány maximálním zatížením s konstantním prodloužením.

Obecně lze vlastnosti pružinových materiálů charakterizovat [1]:

- Staticky: Youngův modul pružnosti v tahu, modul pružnosti ve smyku, mez kluzu, mez pevnosti v tahu, tvrdost, (maximální průhyb pružiny)
- Dynamicky: mez únavy, houževnatost
- Odolností proti creepu a relaxaci
- Odolností proti korozi
- Elektrickou vodivostí a magnetickými vlastnostmi

Youngův modul pružnosti v tahu E a modul pružnosti ve smyku G jsou materiálové vlastnosti, které vychází primárně z chemického složení. Pro stejný materiál má odlišné tepelné zpracování nebo malé odchylky chemického složení či obsah nečistot zanedbatelný vliv. Moduly pružnosti jsou totiž dány elektrostatickými silami, které vytváří atomovou vazbu v pevných látkách. Konkrétně je to vlastnost, která charakterizuje odolnost proti ohýbání a prodlužování atomových vazeb [6][7].

Z následujícího Obr. 2 je patrné, že v rovnovážné meziatomové vzdálenosti jsou přitažlivé a odpudivé meziatomové síly v rovnováze. Pokud Youngův modul je závislý na odolnosti vůči protahování a na meziatomové síle $F = -\frac{dU}{dr}$, pak vyplývá, že vysoký Youngův modul vzniká z hlubokého potenciálního minima. Projevuje se příkřejším sklonem křivky meziatomové potenciální energie $\left(\frac{dU}{dr}\right)$. Pro mělké minimum potenciální energie platí opak. Tvar průběhu této potenciální křivky je základní vlastnost materiálu a vychází z kvantové mechaniky. Proto modul pružnosti ovlivňují jen faktory, které ovlivní průběh této křivky. Např. teplota, tlak, napětí nebo deformace. Se zvyšující se teplotou, modul pružnosti klesá. [6][7].



Obr. 2 Křivka meziatomové potenciální energie [6]

Nejčastější příčiny porušení pružin, ke kterému dochází při používání, jsou v Tab. 1.

Tab. 1 Nejčastější příčiny porušení pružin [1]

Porušení/ lom	Opakované zatěžování	Únava bez koroze
		Korozní únava
		Únava vlivem otěru nebo tření
	Nárazové zatížení	Křehké porušení (nízká teplota)
		Tvárné porušení
	Statické zatěžování	Korozní prasknutí
Vodíková křehkost		
Trvalé deformace	Plastické deformace (přetěžování)	
	Statický a dynamický creep	
	Relaxace napětí	
Zmenšování průřezu	Otěr	
	Opotřebení	
	Koroze (Objemová/ lokální)	
	Eroze	

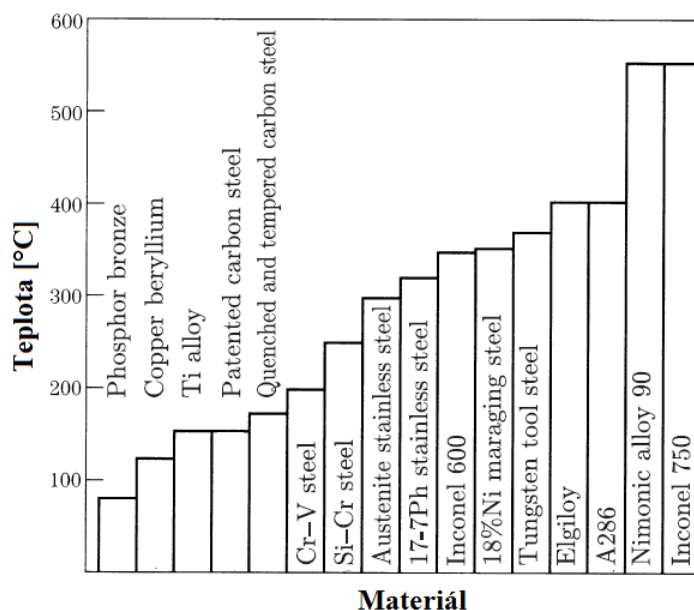
2.2 Materiály pro výrobu pružin

Pružina může být vyrobena z jakéhokoliv materiálu, neboť schopnost pružné deformace mají všechny materiály. Některé jsou více vhodné, některé méně. Záleží především na velikosti zatěžování, typu zatěžování a pracovním prostředí [1].

Pružinové materiály lze rozdělit na kovové a nekovové. Z oblasti kovových materiálů se používají oceli, slitiny mědi, niklu, kobaltu a titanu. Z nekovových materiálů se nejvíce používají polymerní materiály jako plasty a pryže. Rozšířeny jsou i kompozitní materiály. V některých situacích lze použít i keramiku. Největší uplatnění mají pružinové oceli (kapitola 2.2.1 Pružinová ocel) [1].

Kovové pružinové materiály

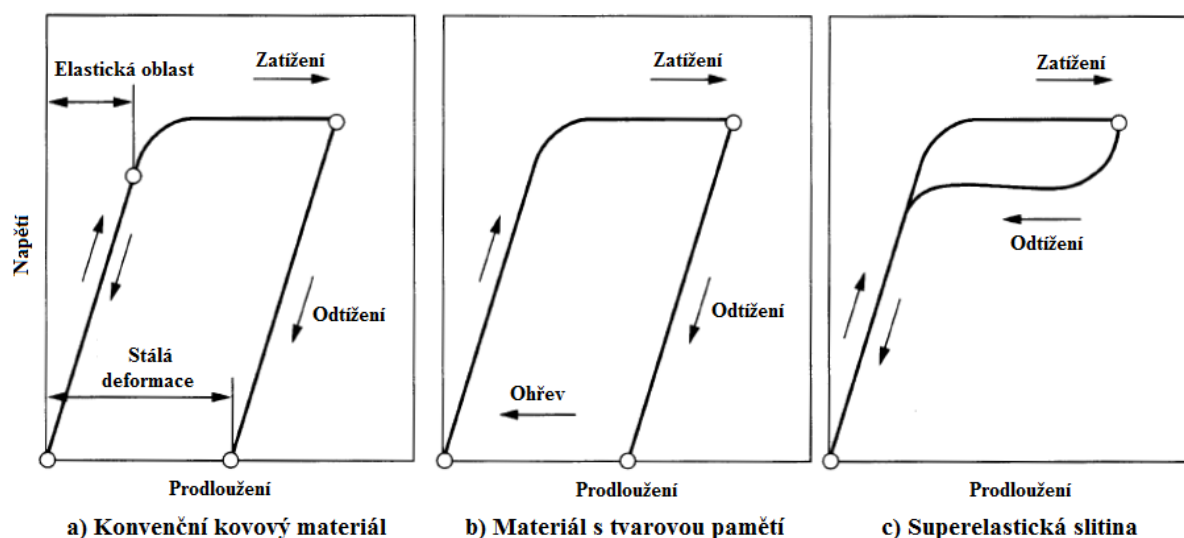
Pružinové slitiny mědi jsou vhodné pro aplikace vyžadující vysokou elektrickou vodivost. V některých případech lze použít povlakované pružinové za studena tažené ocelové dráty. Jejich elektrická vodivost je však nižší. Kromě elektrické vodivosti, vykazují slitiny mědi dobrou odolnost proti korozi, tvařitelnost a paramagnetismus. Nejrozšířenější pružinové slitiny mědi jsou beryliové, kadmiové a fosforové bronzy a některé mosazi. Požadovaných vlastností se dosahuje vytvrzováním. Ze skupiny kovových materiálů vydrží nejmenší provozní teploty, viz Obr. 3 [1][8].



Obr. 3 Maximální provozní teploty pružinových materiálů [1]

Slitiny Ni, Co a Ti jsou využívány v aplikacích pro náročné prostředí. Zvláště pro použití za zvýšené teploty. Vykazují dobrou odolnost proti korozi, creepu a relaxaci. Běžnými představiteli v této oblasti jsou slitiny: inconel, nimonic, hastelloy a phynox. Slitiny Ti jsou pro nízkou hustotu a dobré tlumení používány v leteckém průmyslu [1].

Zvláštní využití mohou mít některé slitiny Ni-Ti. U nitinolu a flexinolu dochází k jevům tzv. tvarové paměti materiálu a superelasticitě. Schématické znázornění jevů je na Obr. 4. Průběh napětí v závislosti na deformaci u superelastických nitinolů je konstantní. Pružina tudíž vyvíjí stále stejnou sílu. Naopak pružiny s tvarovou pamětí se používají, například ve ventilovém systému pístových spalovacích motorů, kde změna teploty ovlivní sílu na pohon ventilu. Tímto lze např. automaticky měnit tok maziva v převodovce [1][9].



Obr. 4 Demonstrace chování materiálů s tvarovou pamětí a superelasticitou [1]

Nekovové pružinové materiály

Výroba pružin z plastů je levná, jsou dobře tvarovatelné. Nevýhodou jsou nižší provozní teploty i zatížení a degradace UV-zářením. Chemická odolnost je u plastů výhodou i nevýhodou. Náchylné jsou zpravidla jen na látky, které mají podobný chemický základ. Předností pryží, jako pružinového materiálu, je velká oblast elastické deformace a schopnost tlumit vibrace. Největší uplatnění nekovových kompozitních materiálů se nachází v kombinaci plast-vlákna (FRP – fiber reinforced plastic). Jedná se o plasty vyztužené skelnými nebo uhlíkovými vlákny, nebo jejich kombinací. Mechanické vlastnosti FRP pružin jsou dány povahou vláken a typ matrice (plastu) určuje především chemickou odolnost a celkovou životnost pružiny. Díky tomu FRP pružiny dosahují vysoké pevnosti a Youngova modulu pružnosti s dobrou odolností vůči prostředí a vysoké meze únavy. Předností kompozitních materiálů je také nízká hmotnost. Jsou často používány v leteckém průmyslu [1].

V určitých případech je vhodná na výrobu pružin i keramika. Využití zde nachází technická keramika a to konkrétně částečně stabilizovaný zirkon (PSZ) a nitrid křemíku (Si_3N_4). Oba materiály se používají v rozsahu provozních teplot 700 až 1000 °C, kdy už není možné použít žádný běžný materiál. Vybrané vlastnosti PSZ a Si_3N_4 jsou v Tab. 2. Pro aplikaci pružin nad 1000 °C je už vhodný jen kompozit uhlík/uhlík. Kompozit je složen z uhlíkových vláken s grafitovou maticí (RCC) a lze ho použít do provozní teploty až 2000 °C [1].

Tab. 2 Fyzikální vlastnosti PSZ (ZrO_2), Si_3N_4 a kompozitu uhlík/uhlík [1]

	PSZ (ZrO_2)	Si_3N_4	Kompozit C/C
Relativní hmotnost	6,05	3,2	1,7
Pevnost v ohybu [MPa]	750 - 1300	900 - 1300	490
Lomová houževnatost [$\text{MPa}\cdot\text{m}^{-1/2}$]	7.14	6.10	-
Tvrдость [GPa]	15	16 - 20	62 HRC
Youngův modul pružnosti [GPa]	150 - 200	300	-
Koeficient lineární roztažnosti [$10^{-6}/^\circ\text{C}$]	8,7 - 11,4	3,2	0,6 - 8,2
Teplotní vodivost [W/m.K]	1,88 - 3,35	1,26	30 - 600

2.2.1 Pružinová ocel

Nejpoužívanější materiály na výrobu pružin jsou oceli. Dělit je lze podle použití, zpracování nebo chemického složení. Rozdělení pružinových ocelí podle chemického složení:

- Uhlíkové oceli
- Nízkolegované oceli
- Vysocolegované oceli

Pružiny z uhlíkových ocelí

První skupinou jsou nelegované uhlíkové oceli (oceli třídy 12 podle ČSN). Jedná se o oceli s obsahem uhlíku od 0,4 %. Požadované vlastnosti pružin z uhlíkových ocelí se získávají zušlechťením nebo patentováním. Patentování drátů je proces, kdy se kombinuje tepelné zpracování pro dosažení velmi jemné perlitické struktury a tažení za studena. Vlastnosti závisí na množství uhlíku v oceli. Mají malou prokalitelnost. V zušlechťeném stavu se používají pro méně namáhané aplikace. Patentováním těchto ocelí lze dosáhnout pevností až 3000 MPa. Nejčastěji uplatňovaným materiálem pro výrobu pružin z této kategorie je ocel Ck 85 (0,80-0,90 % C) [10][11].

Pružiny z nízkolegovaných ocelí

Širokou skupinou pružinových ocelí jsou nízkolegované oceli. Jsou určeny k výrobě listových, spirálových, kuželových, šroubových, talířových pružin a ostatních pružících elementů, jejichž užité vlastnosti se docilují především zušlechťováním, tj. kalením a popouštěním. Nízkolegované pružinové oceli mají schopnost velké elastické deformace. Požadované vlastnosti se docilují legujícími prvky (Si, Mn, Cr, Mo, V) a následným tepelným zpracováním. Běžný obsah uhlíku se u těchto ocelí pohybuje od 0,4 % do 0,6 % [12].

Pružiny z nízkolegovaných ocelí lze klasifikovat podle technických dodacích podmínek (TDP) ČSN EN 10089: 2006 na [12]:

- Oceli křemíkové
- Oceli křemík-chromové
- Oceli křemík-chrom-vanadové
- Oceli křemík-chrom-molybdenové
- Oceli chrom-molybdenové
- Oceli chrom-molybden-vanadové

Zástupcem pružin, které obsahují jako hlavní legující prvek pouze křemík, je např. ocel 65Si7.

Pružiny legované Si-Cr jsou velice rozšířeny. Často jsou používány pro tažené dráty za studena nebo patentované dráty. Určeny jsou pro více namáhané pružiny s dobrou odolností proti opotřebení. Běžně používaná Si-Cr ocel je 54SiCr6 [13].

Si-Cr-V pružiny dosahují díky vanadu vyšších pevností, meze kluzu a vysoké odolnosti proti únavě. Vhodné jsou pro dynamické namáhání. Zástupcem je např. ocel 54SiCrV6 [13].

Cr-V oceli vykazují dobrou prokalitelnost při zachování relativně vysoké houževnatosti. Jsou určeny pro velmi namáhané aplikace. Používají se pro pružiny větších průřezů vyžadující vysokou tvrdost. Běžně používaná Cr-V pružinová ocel je 51CrV4 [13].

Si-Cr-Mo pružiny jsou dobře prokalitelné, dosahují vysokých pevností. Používají se pro zušlechtěné pružiny velkých rozměrů. Z této skupiny je často používána pružinová ocel 50SiCrMo6 [13].

Cr-Mo vykazují vysokou prokalitelnost. Vhodnost pro velikost pružin udává množství molybdenu. Jsou používány pro velké až extrémně velké spirálové pružiny (nad průměr 100 mm). Např. pružinová ocel 60CrMo3-3 [13].

Mimo tyto zmíněné skupiny chemického složení nízkolegovaných pružinových ocelí se používají i Mn, Cr, V, Mn-Cr, Si-Cr-Ni pružiny. Oceli legované manganem mají zvýšenou prokalitelnost a mez kluzu. Vykazují malé změny rozměrů po kalení a velkou odolnost proti otěru. Legováním manganem a chromem se získává dobrá tvařitelnost za tepla a obrobiteľnosť. Tyto oceli jsou vhodné pro relativně velké součásti [13].

Nejčastěji používané oceli pro zušlechtěné pružiny jsou podle TDP v Tab. 3. Podle nabízeného sortimentu firem zabývajících se výrobou pružin na území České Republiky jsou nejčastěji zpracovávány zušlechtěné pružiny z oceli 51CrV4 a 54SiCr6 [12].

Tab. 3 Nejčastěji používané nízkolegované pružinové oceli [12]

ČSN EN 10089		Oceli podle ČSN	Účel upotřebení
Značka oceli	Číselné označení		
54SiCr6	1.7102	14 260	Listové pružiny, méně namáhané vinuté pružiny
61SiCr7	1.7108		Talířové a kroužkové pružiny, zkrutné tyče
51CrV4	1.8159	15 260	Pružiny pro dopravní prostředky
52CrMoV4	1.7701		Vysoce namáhané pružiny pro dopravní prostředky

Zušlechtěné pružinové oceli se vyznačují vysokou mezí pružnosti a vysokou mezí kluzu resp. smluvní mezí kluzu 0,2 % při poměrně dobré houževnatosti. Dále pak vysokou mezí únavy při střídavém namáhání. Ve stavu po zušlechtění se pevnost u jednotlivých druhů ocelí pohybuje v rozmezí 1300 až 1700 MPa. Se vzrůstající pevností klesá houževnatost a tím roste náchylnost k šíření trhlin v místech s vrubovým účinkem. Jako vruby mohou působit poškození povrchu, povrchové vady, ale i vměstky v povrchové vrstvě. Vznik únavových trhlin podporuje i oduhličená vrstva [12].

Pružinové oceli v zušlechtěném stavu mají hodnoty prodloužení min 5 % a kontrakci min. 25 %. Mez pevnosti a mez únavy při střídavém namáhání jsou veličiny úměrné. Při stejných podmínkách namáhání vrůstá mez únavy s pevností. Při výrobě se informativní mechanické vlastnosti zjišťují na referenčních vzorcích v zušlechtěném stavu. Hutní výrobky z pružinových ocelí se v zušlechtěném stavu nedodávají. Pokud není při objednávání dohodnuto jinak, jsou výrobky dodávány ve stavu tepelně nezpracovaném (+AR). Po dohodě se výrobky nejčastěji dodávají v jednom z následujících způsobů tepelného zpracování: zpracováno na stříhatelnost (+S), žíháno na měkko (+A), žíháno na globulární karbidy (+AC). Požadavek, žíhání na globulární karbidy, je nejpřísnější. Vyžaduje se nejnížší tvrdost. Metalografická analýza pokud není vyžadována, nemusí být zhotovena [12].

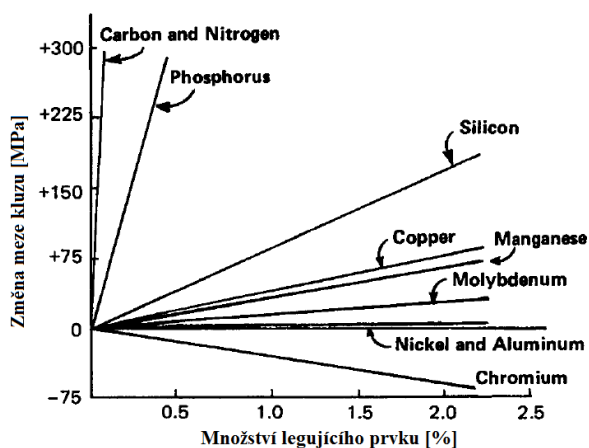
Pružiny z vysocelegovaných ocelí

Pro práci v zhoršených podmínkách jsou používány některé více legované pružinové oceli. V korozním prostředí lze uplatnit chromové martenzitické oceli nebo chrom-niklové austenitické oceli, viz Tab. 4. Pro práci za vyšších teplot je možno použít i některé nástrojové oceli, např. 30WCrV5 nebo X30WCrV9-3 [14][15].

Tab. 4 Korozivzdorné legované oceli pro pružiny do vyšších provozních teplot [14]

Korozivzdorné legované pružinové oceli				
Materiál	Číselné označení	Korozní odolnost	Max. provozní teplota	Popis
X10CrNi18-8	1.4310	Ano	300 °C	Vysoká pevnost, nemagnetická
X5CrNi18-10	1.4301	Ano	250 °C	Nemagnetická, dobrá odolnost proti opotřebení
X5CrNiMo17-12-2	1.4401	Ano	300 °C	Nemagnetická, dobrá relaxace
X1NiCrMoCuN25-20-5	1.4539	Vysoká	300 °C	Nemagnetická
X7CrNiAl17-7	1.4568	Ano	350 °C	Nízká relaxace, vysoká mez únavy
X6CrNiMoTi17-12-2	1.4571	Ano	300 °C	Vysoká pevnost

2.2.2 Vliv legujících prvků pružinových ocelí

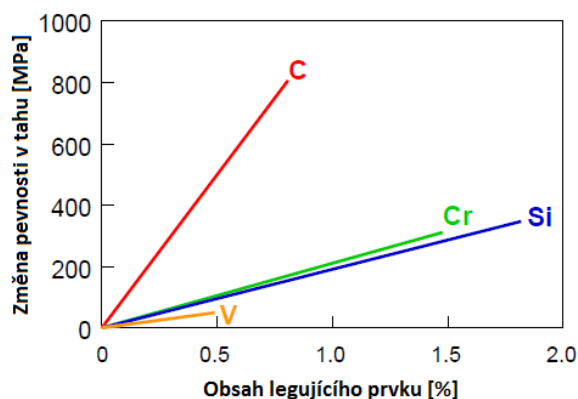


Obr. 5 Zpevnění tuhého roztoku feritu α [16]

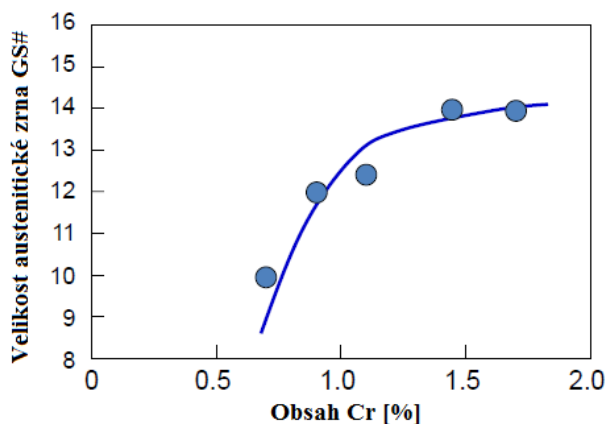
Uhlík jako intersticiální prvek způsobuje největší zpevnění v tuhém roztoku feritu α (Obr. 5) a zároveň je součástí karbidů. Na jeho množství závisí přesycení martenzitu a spolu s tím mechanické vlastnosti oceli. Na druhou stranu s rostoucím množstvím uhlíku klesá houževnatost [16].

Křemík je nejdůležitější legující prvek v oblasti pružinových ocelí. Výrazně ovlivňuje elastické chování materiálu. Vyšší efekt zpevnění tuhého roztoku feritu je v praxi záměrně dosahováno jen uhlíkem (Obr. 5). Na rozdíl od uhlíku a dusíku zpevňuje substitučně. Křemík brání difúzi uhlíku a zvyšuje odolnost proti sferoidizaci cementitu. Také zvyšuje odolnost proti únavě a odolnost proti popouštění. Jeho další výhodou je zlepšení odolnosti proti opotřebení. Nejeftektivnější obsah uhlíku pro snížení opotřebení pružin je cca 2 %. Nevýhodou legování křemíkem je zvyšování sklonu k oduhlíčení povrchu [17][18].

Chrom uzavírá trojici hlavních pružinových legur, které výrazně přispívají ke zpevnění oceli (Obr. 6). Je karbidotvorný, koncentruje se v cementitu (Fe_3C), kde substitučně nahrazuje atomy železa. Ve formě tuhého roztoku feritu α by dokonce snižoval pevnost. Zvýšením obsahu chromu se zvyšuje stabilita cementitu a tím lze potlačit hrubnutí austenitického zrna. Efektivní množství proti hrubnutí zrna je od 1,5 % (Obr. 7). Chrom dále zvyšuje prokalitelnost, tvrdost a ořezávací schopnost. Ve větším množství zvyšuje i odolnost proti tvorbě okují. Podporuje korozivzdornost, při koncentraci chromu v tuhém roztoku nad 13 % je ocel považována za korozivzdornou [16][17][18].



Obr. 6 Vliv legujících prvků na pevnost v tahu po popouštění 450 °C / 1 h [18]



Obr. 7 Vliv chromu na velikost austenitického zrna [18]

Vanad tvoří teplotně stabilní karbidy vanadu V_4C_3 , které se rozpouštějí až nad teplotou 950 °C. Tím zpomaluje růst austenitického zrna. Zjemnění zrna podle Hall-Patchova vztahu zvyšuje pevnost, ale zároveň se i zlepšuje houževnatost oceli. Legováním vanadem zlepšujeme únavové vlastnosti a odolnost proti opotřebení [17][18].

Molybden je další karbidotvorný prvek. Výrazně zvyšuje prokalitelnost, snižuje efekt popouštěcí křehkosti a zvyšuje žárupevnost. Podporuje odolnost proti korozi [17].

Mangan v perlitických ocelích obecně mírně zvyšuje pevnostní charakteristiky. Zvyšuje také prokalitelnost, ale i náchylnost k popouštěcí křehkosti. Omezuje tvorbu okují. Má podobný vliv jako nikl, který často nahrazuje. Je levnější. V austenitických ocelích výrazně zvyšuje tažnost. Má sklon k odměšování [17].

Nikl zvyšuje mez kluzu a prokalitelnost, ale snižuje tvrdost. Zpomaluje hrubnutí zrna při vyšší teplotě. Používá se hlavně v ocelích, které mají mít vysokou houževnatost zejména při nízkých teplotách [17].

2.3 Tepelné zpracování pružinových ocelí

Pružinové oceli se obvykle nepoužívají v dodávaných stavech. K dosažení požadovaných vlastností se provádí buď deformační zpevnění materiálu, nebo tepelné zpracování. Před dodáním je materiál podroben často několika stupňovému zpracováním.

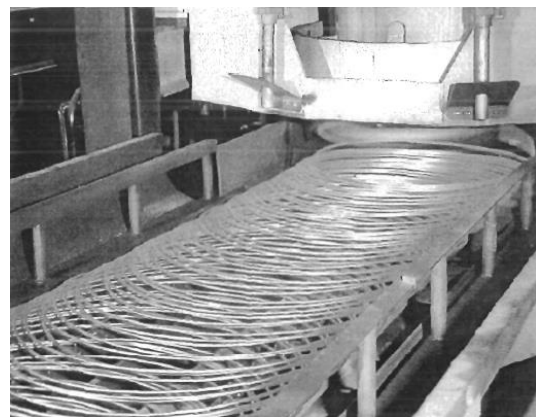
Materiál může být odlit do kokil a následně se každý ingot přetváří. V současné době se většina ocelí pro hromadnou výrobu odlévá kontinuálním litím. Výroba polotovarů je prováděna tvářením za tepla. Především se jedná o válcování tyčí a různých profilů, ale může se dosahovat i pomocí volného kování, protlačování atd. Po teplém tvářením je materiál tepelně zpracováván a až poté putuje k firmám zabývajících se výrobou pružin. Mezi běžné zpracování před dodáním polotovarů patří řízené ochlazování po tvářením, normalizační žíhání a žíhání na měkko.

2.3.1 Řízené ochlazování

Řízené ochlazování po tvářením za tepla je důležité k dosažení jemnější struktury, která slouží jako výchozí stav a ovlivňuje tak další způsoby zpracování a vlastnosti pružiny. Dříve u drátů probíhalo chlazení, když byl stočen ve svitek a odložen stranou. To ale přinášelo nerovnoměrné ochlazování na vnitřní a vnější straně navinutého drátu. Výsledkem často byla nepravidelná velikost zrna, mez pevnosti a kluzu. Před dalším zpracováním, např. patentováním, bylo nutné zařazovat normalizační žíhání. Dále zmiňované způsoby řízeného ochlazování lze aplikovat na všechny polotovary, které je možné v celém průřezu rovnoměrně uchladiť. U velkých rozměrů je nutné počítat s rozdílnými vlastnostmi středu a povrchu součásti [19].

Stelmor

Pro získání stabilních vlastností byla aplikována technologie Stelmor. Drát je při něm rozložen na dopravnících dle Obr. 8. Finální struktura po procesu stelmor je jemný lamelární perlit. Zjemněním struktury perlitu se zvedají pevnostní charakteristiky materiálu. Dále kromě znormalizování struktury přináší i dobrou obrobiteľnosť. Princíp je založen na rychlejšom ochlazení z vyšších teplot. Po tvářením je drát ochlazen vodou z 950 °C do rozsahu teplot 750 až 875 °C. Následně je už dochlazován na vzduchu. Vlastnosti lze korigovat teplotou ochlazení a rychlostí ochlazování. Stelmor lze provést zrychlenou a zpomalenou variantou [19].

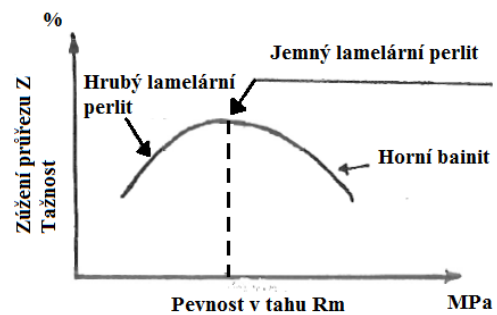


Obr. 8 Ochlazování technologií Stelmor [19]

EDC

Druhou možností je kontinuální ochlazování EDC (Easy Drawing Continuous). Drát je veden pod vodu, kde je ochlazován. Do vody jsou přidávány pomocné látky, které zvyšují tlak par. Ve výsledku je materiál ochlazován vodní parou a daný efekt není tak intenzivní jako chlazení vodou. To je účelné, aby nedocházelo k zakalení [19].

Obě technologie Stelmor a EDC jsou založeny na anizotermickém rozpadu austenitu. Při pomalém ochlazování vznikne hrubý perlit s horší tažností. Při rychlém ochlazování by mohla vzniknout bainitická struktura s vyšší pevností, ale příliš křehká pro tažení, viz Obr. 9 [19].



Obr. 9 Vliv struktury na tažnost [19]

2.3.2 Normalizační žihání

Normalizační žihání se provádí za účelem zjemnění austenitického zrna a ke zrovnoměření struktury. Slouží také k odstranění často se vyskytující Widmannstättenovy struktury. Hrubozrnnou a nerovnoměrnou strukturu můžeme často získat po odlití, při tváření za vysoké teploty či členitých výrobků, nebo při nevhodném tepelném zpracování. Normalizační žihání nemusí být pouze mezioperační zpracování. Lze jej brát i jako finální zpracování pro méně namáhané součásti především z uhlíkových ocelí. V případě patentování pružinových drátů zajišťuje obnovu tažnosti před další sérií tažení [11][20].

Normalizační žihání u podeutektoidních ocelí se provádí ohřevem přibližně na teplotu o 50 °C vyšší než teplota A_{c3} (Obr. 10 oblast e). Výdrž musí být dostatečně dlouhá, aby měl austenit dostatek času na zhomogenizování. Následuje volné ochlazení na vzduchu. Při zpomaleném ochlazování v peci by mohlo docházet k sferoidizaci cementitu. Nadeutektoidní oceli se z pravidla normalizačně nežihají. Při odstraňování cementitického síťovky po hranicích zrn se pohybují normalizační teploty přibližně 30 °C nad A_{cm} . Následuje rychlé ochlazení pod 700 °C a pozvolné dochlazení tak, aby proběhla perlitická transformace. Nesmí dojít k zakalení. Pro účel zjemnění zrn nadeutektoidních ocelí se provádí ohřev pouze nad teplotu A_{c1} [20].

Ke zjemnění zrna dojde v důsledku překrystalizace. Důležité parametry jsou rychlost ohřevu a ochlazování. Jemnější zrna lze získat rychlejším ohřevem na teplotu normalizace a rychlejším ochlazováním [20].

2.3.3 Žihání ke snížení pnutí

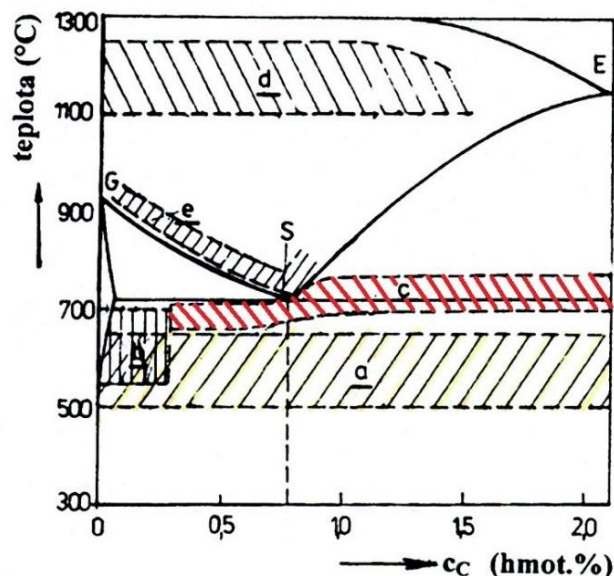
Účelem tohoto žihání je odstranit vnitřní napětí bez záměrné změny struktury a bez podstatných změn vlastností oceli. Vnitřní napětí vznikají nerovnoměrným chladnutím po tváření za tepla, po tváření za studena i po obrábění. Ve výrobním cyklu pružin se vyskytuje např. před kalením tvarově složitějších pružných elementů, po studeném navíjení pružin... [20].

Žihání ke snížení pnutí (Obr. 10 oblast a) se provádí ohřevem na teploty pod A_{c1} , většinou 500 až 650 °C. Následuje výdrž a důležité je pomalé ochlazování v peci. Teplota, kdy se materiál vyjme z pece, závisí na druhu oceli a členitosti výrobku. Pokud před žiháním ke snížení pnutí předcházelo zušlechťení, nesmí být teplota pro žihání ke snížení pnutí vyšší, než byla teplota popouštění. Orientačně se uvádí maximální teplota jako 50 °C pod popouštěcí teplotou. Žihání ke snížení pnutí před kalením se provádí při co nejvyšších možných teplotách, až těsně pod A_{c1} . Na rozdíl od žihání na měkko jsou dostatečně kratší výdrže na teplotě, ale záleží na dané teplotě. Při teplotách 600 až 650 °C se běžně pohybují kolem 1 až 2 hodin [20].

2.3.4 Žihání na měkko

Žihání na měkko se provádí pro snížení pevnosti, tvrdosti a především pro zvýšení obrobiteľnosti materiálu. TDP pružinových ocelí předepisují minimální tvrdost, aby bylo možné materiál považovat za vyžiháný na měkko (+A). Struktura takového materiálu nemusí být tedy plně sferoidizována. Přísnější dodací podmínky jsou pro stav žiháný na globulární karbidy (+AC). Kontrola se provádí stejným způsobem, není-li dohodnuto jinak. Globulárních karbidů se dosahuje stejným způsobem – žiháním na měkko. Výdrže jsou však delší [12][20].

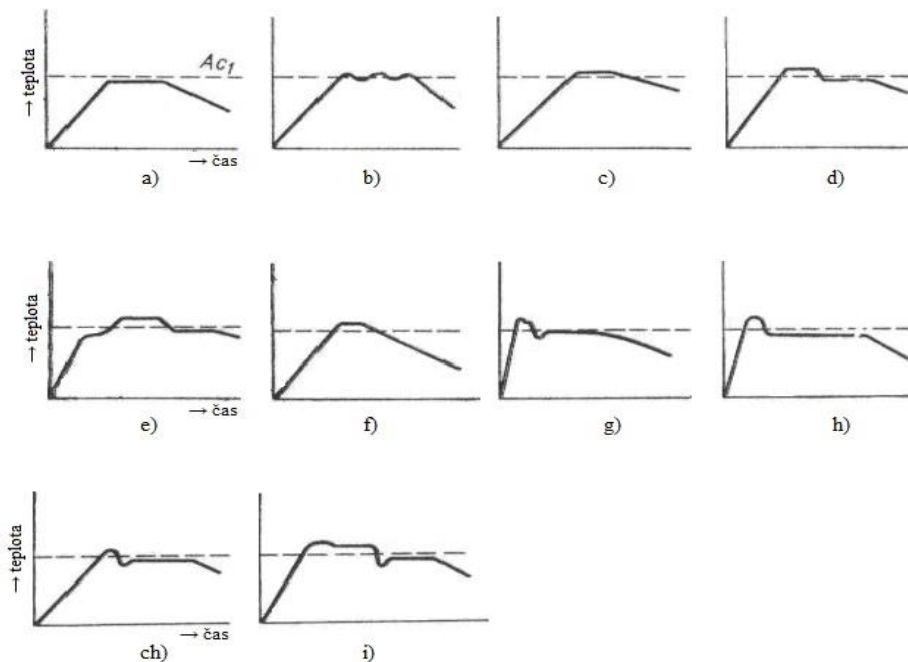
Základní princip je ohřev na „žihací teplotu“, dlouhodobá teplotní výdrž a pomalé ochlazování. Při žihání na měkko nedochází k překrystalizaci nebo proběhne jen částečně. Teploty žihání závisí na chemickém složení oceli. U podeutektoidních nízkolegovaných ocelí se teplota žihání na měkko pohybuje nejčastěji pod A_{c1} . U vysoce legovaných a nadeutektoidních ocelí jsou žihací teploty těsně nad A_{c1} (Obr. 10 oblast c - červeně šrafováno). Při těchto teplotách je ve struktuře stále velké množství nerozpuštěného cementitu a případně ostatních karbidů. Vyšší teplota a čas podporuje difúzi prvků a cementit se sferoidizuje a hrubne. Při vyšších teplotách dochází k úplné austenitizaci a homogenizaci. Nebezpečí u žihání na měkko spočívá v hrubnutí zrna a oduhličení povrchu. Oba tyto efekty jsou u pružin nežádoucí [21].



Obr. 10 Oblast různých druhů žihání [22]

Teplotní výdrž se prodlužuje s rostoucími rozměry žiháného materiálu. S vyšším množstvím legujících prvků, především ty, které snižují rychlost difúze uhlíku ve feritu, je nutno teplotní výdrž také prodloužit. Naopak pro zkrácení doby může posloužit výchozí struktura bainitu nebo martenzitu. Jemnější perlitické lamely také podléhají sferoidizaci rychleji než hrubé lamely. Po výdrži je nutné pozvolna ochlazovat. Rychlost ochlazování se běžně pohybuje v rozmezí 10 až 15 °C/h do teploty cca 600 °C. Při rychlejším ochlazování hrozí vznik lamelárního perlitu. Naopak pomalejší ochlazování při nejvyšších teplotách podporuje hrubnutí struktury a tvrdost klesá. Dodržet pomalé ochlazování je potřebné nejen při vyšších teplotách, ale i při nižších. Příliš rychlé dochlazení zapříčiní velká zbytková teplotní napětí v materiálu [20][22].

Průběh konvenčního dlouhodobého žihání na měkko lze ovlivnit několika způsoby, viz Obr. 11. Jednou z možností ke zkrácení doby sferoidizace je žihání na měkko v peci nad A_{c1} s pomalým ochlazováním. Při teplotách těsně nad A_{c1} dochází k austenitizaci, avšak nedojde k rozpuštění veškerého cementitu a tím je zajištěn velký počet zárodků ve struktuře. Při ochlazování nerozpuštěný cementit hrubne a vylučují se nové karbidy, které jsou globulární a rovnoměrně rozmístěny v matici. Pomocí optimalizace procesů žihání na měkko lze ušetřit i několik hodin. Avšak nic nemění na faktu, že žihání na měkko je stále dlouhodobé energeticky náročné tepelné zpracování [20][22].



Obr. 11 Různé možnosti optimalizace žíhání na měkko, grafy teploty v závislosti na čase [20]

Na Obr. 11 jsou znázorněny různé způsoby žíhání na měkko [20]: a) pod A_{c1} , b) kmitání okolo A_{c1} , c) nad A_{c1} s velmi pomalým ochlazováním, d) nad A_{c1} s prodlevou pod A_{c1} při ochlazování, e) nad A_{c1} s prodlevou při ohřevu i ochlazování pod A_{c1} , f) v průběžné narážecí peci, g) v průběžné peci válečkové, h) izotermické, ch) izotermické s podchlazením, i) s přesazením vsázky. Všechny tyto možnosti jsou realizovány pecním zpracováním.

2.3.5 Accelerated Spheroidisation and Refinement (ASR)

Žíhání na měkko je několika-hodinový proces. Pecní zpracování neumožňuje rychlé změny teplot. I když výše zmiňovaným cyklováním a různými dalšími možnostmi částečné austenitizace lze dobu zkrátit, stále proces trvá rámcově hodiny. Výzkum zrychlené sferoidizace v organizaci COMTES FHT a.s. ukázal, že je možné využít ke sferoidizaci lamelárního perlitu indukční nebo termomechanické zpracování. Sferoidizace je tak provedena během několika minut. Při termomechanickém zpracování je ocel tvářena při teplotách okolo A_{c1} . Indukční tepelné zpracování je založeno na střídavém cyklování okolo teploty A_{c1} . První experimenty začínaly na uhlíkových a ložiskových ocelích (Ck45 a 100CrMnSi6-4). Nyní jsou odzkoušeny i pružinové nebo nástrojové oceli, např. 51CrV4 a 90MnCrV8 [23].

Princip Accelerated Spheroidisation and Refinement (ASR) při indukčním tepelném zpracování je rychlé cyklování okolo teploty A_{c1} , pro sferoidizaci obvykle postačují tři cykly. Horní teploty jsou běžně cca 40 °C nad A_{c1} , výdrže několik málo sekund. Příliš vysoká teplota nebo dlouhá prodleva by zapříčinila rozpuštění veškerých karbidů v austenitu. V opačném případě je austenitizace nedostačující nebo vůbec neproběhne. Spodní teplota cyklu závisí na průběhu perlitické transformace. Musí být dostatečně nízká, aby v důsledku podchlazení a času došlo k úplné přeměně austenitu [23][24].

Z průběhu ASR je patrné, že během několika-minutového zpracování nedochází k hrubnutí austenitického zrna. Struktury po zrychlené sferoidizaci tak obsahují jemné globulární karbidy rovnoměrně rozmístěné v jemné feritické matici. Tento efekt přináší mírné zvýšení pevnosti ve srovnání s žiháním na měkko. Proto v některých případech tvrdost materiálu po ASR nevyhovuje normě pro žihání na měkko, ač je stupeň sferoidizace struktury vyšší. Po vhodném kalení je zachována jemná struktura. To přináší i zvýšené mechanické vlastnosti po zušlechtní. Zjemnění zrna je jediný mechanismus, který zvyšuje zároveň pevnost i houževnatost [25].

Podstata sferoidizace perlitických lamel cementitu

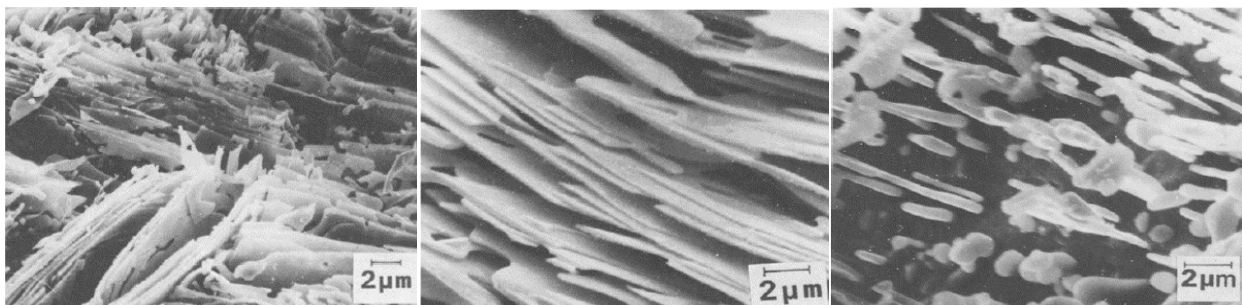
Teorii mechanismů sferoidizace existuje mnoho. Mezi světově nejuznávanější patří následující 4 teorie [26]:

- a) Rayleighova kapilárně indukovaná teorie nestability
- b) Mullinsovo-Nicholsova modifikovaná poruchová teorie
- c) Teorie tepelného reliéfu
- d) Teorie migrace poruch

Rayleighova a Mullinsovo-Nicholsova teorie považuje za hlavní důvod důsledek kapilárních sil a rozdílu v chemickém potenciálu. Teorie tepelného reliéfu primárně upřednostňuje difúzi. Teorie migrace poruch je postavena na chemickém potenciálu a difúzních pochodech. Tian a Kraft přišli s tvrzením, že všechny teorie platí a navzájem se nevylučují. V různých stádiích sferoidizace se proces řídí různými teoriemi. Celý proces lze tak popsat kombinacemi těchto teorií. Na začátku sferoidizace se rozpadají desky s trhlinami podle teorie tepelného reliéfu, poté podle teorie migrace poruch převládá tloušťnutí desek cementitu, zmenšování otvorů a prasklin. Ve finální fázi dochází k rozpadu válcových tyčinek podle Rayleighova modelu nestability [26][27].

Sferoidizace pod A_1

Klasickým případem žihání na měkko je ohřev a výdrž pod teplotou A_{c1} . Při vyšších teplotách je podpořena difúze uhlíku i dalších legujících prvků a dochází k rozrušení lamel a vytváření globulí cementitu podle výše vyjmenovaných teorií. Průběh sferoidizace eutektoidní oceli s lamelárním perlitem je zachycen na změnách mikrostruktury na Obr. 12 až Obr. 14. Žihání na měkko probíhalo při teplotě 700 °C [27].



Obr. 12 Výchozí stav [27]

Obr. 13 Po 3 hodinách
na 700 °C [27]

Obr. 14 Po 100 hodinách
na 700 °C [27]

Při dalších modifikacích nebo zrychlené sferoidizaci dochází navíc k transformačním přeměnám. K sferoidizaci může docházet při austenitizaci a za určitých podmínek i při perlitické přeměně.

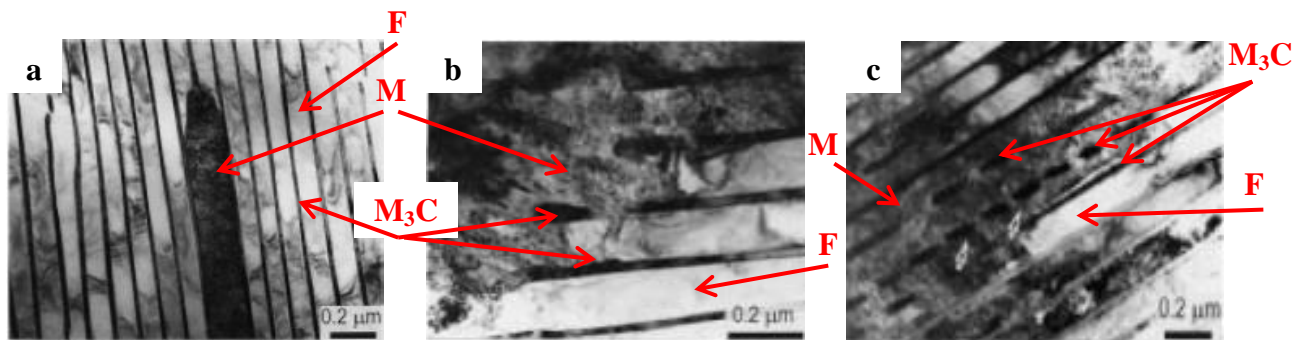
Sferoidizace při austenitizaci

Shtansky a kolektiv pozorovali průběh sferoidizace perlitických lamel při austenitizaci na nízkolegované chromové oceli (chemické složení: 0,95 % C, 2,61 % Cr, 0,03 % Si, 0,02 % Mn). Nukleace austenitu byla nejčastěji iniciována na hranicích perlitických kolonií při teplotách 800 až 870 °C. Na rozhraní perlit-austenit při rozpouštění cementitických lamel byly pozorovány tři odlišné stavy morfologie, viz Obr. 15 [28].

Obr. 15 a) Lamely cementitu (M_3C) nebyly téměř vůbec rozpouštěné a ferit (F) v okolí byl již plně austenitizován.

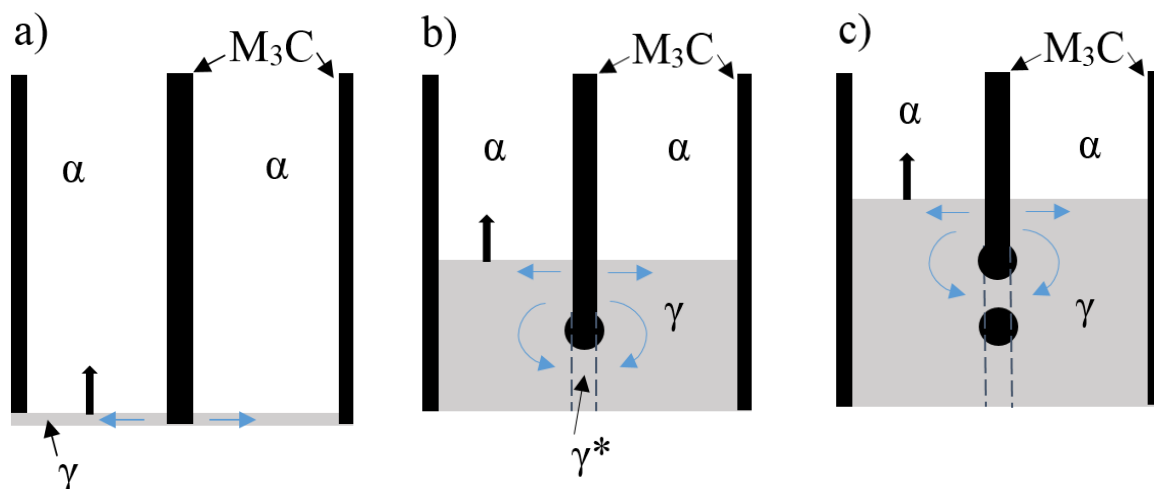
Obr. 15 b) Lamely cementitu (M_3C) byly rozpouštěny ihned za rozhraním austenit-ferit.

Obr. 15 c) Lamely cementitu se rozpadly na řady tyčinkových nebo globulárních útvarů.



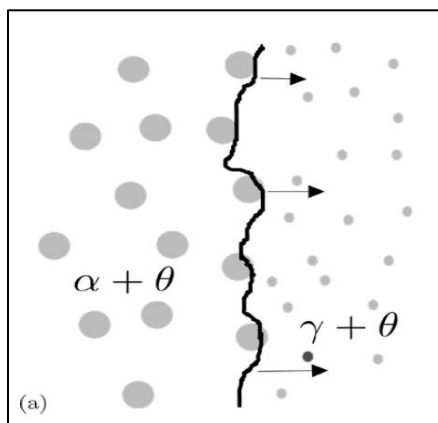
Obr. 15 Austenitizace nízkolegované chromové oceli při 800 °C/ 20 s, (M – martenzit (před zakalením austenit), M_3C – cementit, F – ferit) [28]

Vlivem vysokého obsahu chromu, který se v cementitu nahromadil, byly lamely cementitu stabilizovány. Difúze chromu je mnohem pomalejší než uhlíku, rozpouštění lamely se tak výrazně omezilo. Koncentrace chromu v cementitu dosahovala až 15 %. Detailní průběh sferoidizace lamely je zobrazen na Obr. 16. Na hranách dochází k rozpouštění výrazně rychleji než na bočních plochách lamely cementitu (M_3C), austenitizace se iniciuje tam. Lamela se rozpouští a uhlík difunduje do austenitu (γ). V místech rozpouštěné lamely je vyšší obsah chromu v austenitu (γ^*) a difúze v tom to místě, které hraničí s nerozpouštěnou lamelou na hraně, je výrazně zpomalena. Difúze zde probíhá téměř 100x pomaleji než na boku lamely, kde pokračuje rozpouštění lamely. Difundující uhlík z těchto míst dál umožňuje šíření hranice austenit-ferit. Lamela cementitu se postupně zužuje, až se rozdělí úplně a vzniká nový sferoidizovaný článek cementitu. Na nerozpouštěné lamelle je vytvořena nová hrana a celý postup se opakuje. Po proběhnutí celého procesu lze v mikrostruktuře sledovat globulární částice cementitu, které jsou vyřádkovány v místech původních lamel [28].



Obr. 16 Rozpad lamely cementitu při austenitizaci: Postup rozhraní austenit-ferit v perlitu. (α - ferit, γ - austenit, γ^* - austenit bohatý na Cr, M_3C – cementit, \rightarrow - difúze uhlíku) [27]

Sferoidizace při rozpadu austenitu



Obr. 17 Průběh rozdělené eutektoidní transformace [27]

Při eutektoidní přeměně vzniká běžně z austenitu perlit s lamelární morfologií. Při dodržení určitých podmínek lze však změnit průběh přeměny a dosáhnout místo lamelární morfologie globulární. Proces je označován jako rozdělená eutektoidní transformace. Podmínky pro její vyvolání jsou následující [27]:

- 1) Struktura oceli musí být austenitizována jen částečně. Pokud nezůstane dostatečné množství nerozpuštěného cementitu, dojde k lamelární perlitické přeměně.
- 2) Důležitá je dostatečná velikost zbylých karbidů.
- 3) Velikost podchlazení. Při velkém podchlazení nedostává difúze uhlíku tolik času, aby se uhlík mohl hromadit na částicích cementitu.

Na Obr. 17 je zobrazen průběh rozdělené eutektoidní transformace. V blízkosti postupující hranice ferit-cementit je austenit více obohacen o uhlík. Difunduje a shromažďuje se na nerozpuštěných cementitických částicích. Po přeměně lze sledovat nárůst velikosti globulárních částic cementitu ve feritické matici [27].

Ostwaldovo zrání

Jev růstu globulárních útvarů po sferoidizaci je nazýván Ostwaldovo zrání. Větší globulární částice rostou na úkor menších, které se rozpouštějí. Hnací silou je zmenšení celkové mezifázové energie [22].

2.3.6 Zušlechťování pružinových ocelí

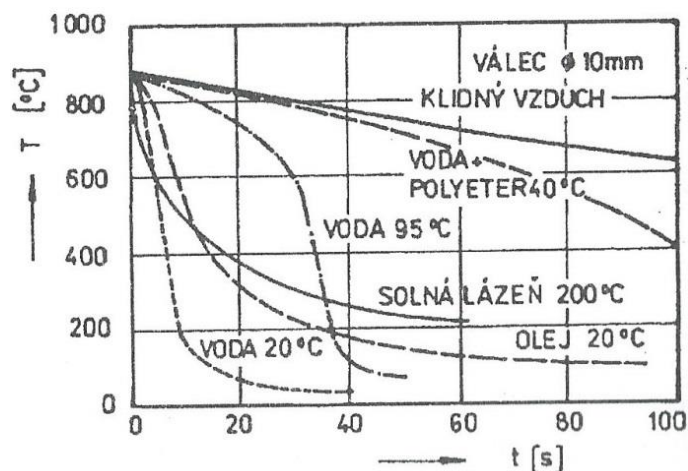
Zušlechťování je časté zpracování pružinových ocelí pro získání požadovaných vlastností. Cílem je dosáhnout pevnou a jemnou strukturu s dostatečnou houževnatostí. Tento stav je docilován popuštěním martenzitu, proto po kalení by neměla struktura obsahovat žádný perlit ani bainit. Při návrhu tepelného zpracování se nejčastěji vychází diagramů izotermického (IRA) a anizotermického (ARA) rozpadu austenitu, případně z Jominyho zkoušek prokalitelnosti [1].

Kalení

Kalení se skládá z ohřevu na kalicí teplotu, prodlevy na dané teplotě a rychlého ochlazování v kalicím médiu. Kalením získáváme nerovnovážné stavy struktury oceli. Ve většině případů je snaha kalit na martenzitickou strukturu, v některých případech na bainitickou strukturu. Má menší pevnost, ale je houževnatější. Všechny pružinové oceli se kalí na martenzit. Všechny zákalné struktury mají vyšší pevnostní charakteristiky než původní struktura oceli. Pro snížení křehkosti zákalné struktury se zpravidla bezprostředně po kalení popouští. Po popouštění klesne pevnost i tvrdost [1][22].

Kalení pružin se také provádí v upnutém stavu, např. u pružinových listů. Pružiny jsou dotvarovány pomocí šablon nebo tvarovacích automatů a v daném upnutém stavu jsou zakaleny [1].

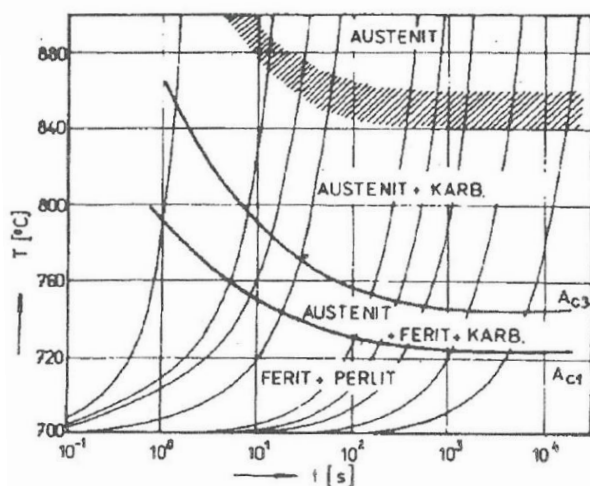
Kalicí teploty částečně odpovídají austenitizačním teplotám. Pouze u nadeutektoidních ocelí se ohřev provádí nad teplotu A_{c1} , protože vyšší než eutektoidní koncentrace uhlíku v martenzitu již nepřispívá k tak výraznému zvýšení celkové pevnosti struktury, naopak zvyšuje podíl zbytkového austenitu a křehkost po zakalení. Samotný cementit (Fe_3C) je tvrdší než martenzit. Na kalicích teplotách je potřebná co nejkratší teplotní výdrž. Úkolem je rozpustit požadované množství uhlíku v austenitu a dosáhnout co největší homogenity. Při dlouhých prodlevách hrubne austenitické zrna. Rychlost ochlazování musí být vyšší než kritická rychlost kalení. Při pomalejších rychlostech kalení se tvoří bainitická struktura nebo dokonce i perlit. Příliš velká rychlost ochlazování také není vhodná, neboť způsobuje zvětšení vnitřních teplotních i strukturních napětí. Optimální rychlost je nepatrně vyšší než kritická. Je však nutné, aby byla v celém objemu nebo požadované tloušťce zakalení. S rostoucí vzdáleností od povrchu rychlost ochlazování klesá [22].



Obr. 18 Křivky ochlazování ocelového válečku ($d = 10$ mm) v různém kalicím prostředí [22]

Různé rychlosti ochlazování je možné získat pomocí různých kalících prostředí. Charakteristiky kalících médií jsou součinitel přenosu tepla α , intenzita ochlazování H a rychlost ochlazování. Důležitá charakteristika je také průběh ochlazování, který se zobrazuje v závislosti teploty na čase nebo teploty na rychlosti ochlazování. Tři nejběžnější kalící 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. 18. Dále se používají solné lázně, roztoky polymerů nebo kalící čelisti. V případě kalících čelistí se jedná o chlazené desky často vyrobené z oceli nebo mědi. Volba kalícího média záleží především na chemickém složení. Pružiny z nelegovaných uhlíkových ocelí se kalí do vody, nízkolegované a legované nejčastěji do olejových lázní. Rychlost ochlazování je pomalejší, ale díky legujícím prvkům stále dostačující na martenzitickou transformaci. Vysoce legované oceli bývají často i samokalitelné, zakalí se na vzduchu [22].

Na kalení, resp. austenitizaci před kalením, má velký vliv výchozí struktura. Jemnější cementitické částice podléhají rozpouštění do austenitu rychleji, přičemž roli hraje i morfologie. V jemném lamelárním perlitu tak proběhne austenitizace rychleji než v hrubozrnném globulárním perlitu. Chemické složení má také velký vliv. Množství uhlíku austenitizaci urychluje a legující prvky jako např. karbidotvorný Cr, Mo, V ji zpomalují [22].



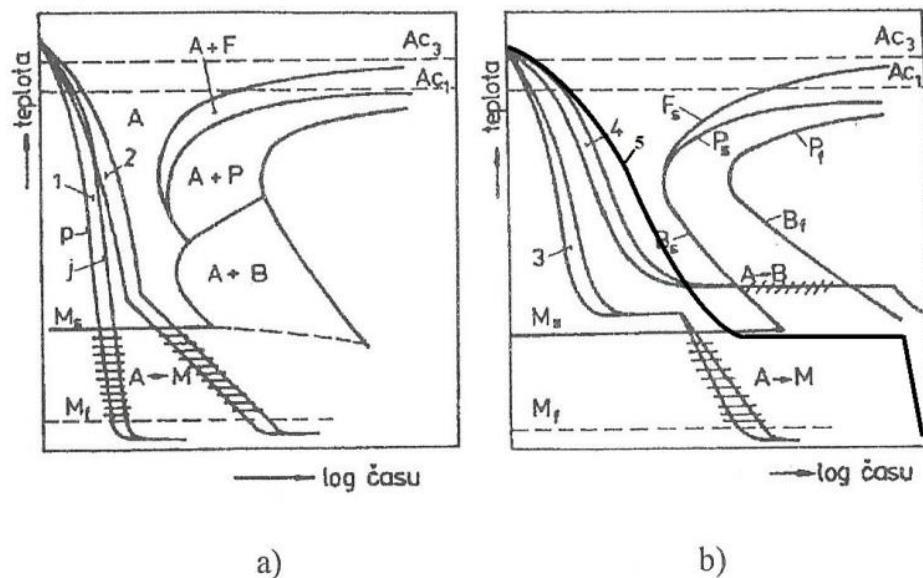
Po rozpuštění karbidů pak vzniká nehomogenní austenit, kdy ještě nějakou dobu trvá, než se difúzí srovnají velké lokální rozdíly chemického složení austenitu, viz Obr. 19. Ideální čas kalení je po srovnání velkých rozdílů.

Na Obr. 19 je anizotermický austenitizační diagram podeutektoidní oceli s výchozí strukturou jemného perlitu a feritu. Šrafovaná oblast vyznačuje nehomogenní austenit.

Obr. 19 Austenitizační diagram podeutektoidní oceli (0,7 % C) [22]

Způsoby kalení [21][22]:

- 1) **Základní nepřetržitě kalení** – Tento způsob je nejméně náročný, ale ve srovnání s ostatními vznikají velká vnitřní napětí. Po austenitizaci následuje plynulé ochlazování až na pokojovou teplotu (Obr. 20 a) 1).
- 2) **Lomené kalení** – Jedná se o kombinaci kalení do dvou různých prostředí. Po ochlazení v rychlejším médiu následuje nad teplotu M_s přesun do kalícího prostředí s nižší ochlazovací rychlostí, ve které proběhne martenzitická transformace. Vzniklá vnitřní napětí jsou menší než při nepřetržitě kalení. Jako příklad lze uvést kalení do vody s přemístěním do olejové lázně (Obr. 20 a) 2).



Obr. 20 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) [22]

- 3) **Hysterézní kalení** – Austenitizace probíhá při vyšších teplotách než je obvyklé. Hlavním důvodem je homogenizace austenitu a případné zhrubnutí zrna. Ochlazování je provedeno zprvu pozvolněji na teplotu nad A_{r3}/A_{r1} a až po té následuje kalení vyšší rychlostí než kritickou. Pomalé ochlazení a případná výdrž nad A_{r3}/A_{r1} je kvůli snížení výsledného vnitřního napětí. Větší velikost austenitického zrna podporuje prokalitelnost.
- 4) **Termální kalení** – Ochlazování se provede až nad teplotu M_s dané oceli. Zde následuje krátká teplotní výdrž a ochlazování pokračuje. Během toho nesmí dojít k bainitické transformaci. Teplotní výdrž má za účel srovnat teplotní rozdíly na povrchu a uvnitř materiálu. Pro termální kalení se využívá dvou kalicích prostředí. Často solné lázně ohřáté na teplotu nad M_s a dochlazení proběhne na vzduchu (Obr. 20 b) 3).
- 5) **Izotermické zušlechťování (austempering)** – Jedná se o kalení na bainit. Ochlazování je provedeno na teplotu v rozmezí bainitické přeměny (cca 300 – 400 °C) a následuje výdrž. Po proběhnutí bainitické přeměny v celém objemu je materiál dochlazen na teplotu okolí. Výsledná struktura by neměla obsahovat martenzit. Účelem je dosáhnout požadovaných vlastností pouze kalením. Materiál se po izotermickém zušlechťování nepopouští. Výsledné vlastnosti se určují teplotou přeměny. Nejčastěji jsou používány solné lázně. Výhodou je snížení tepelného napětí, menší riziko vzniku trhlin, vyšší mez únavy a vrubová houževnatost (Obr. 20 b) 4).
- 6) **Izotermické kalení (marquenching)** – Průběh je podobný izotermickému zušlechťování, ale prodleva je v oblasti pod M_s . Výsledná struktura obsahuje směs martenzitu, bainitu a zbytkového austenitu (Obr. 20 b) 5).

- 7) **Kalení se zmrazováním** – Tento způsob je důležitý pro oceli, které mají teplotu M_f nižší než $0\text{ }^\circ\text{C}$. Zmrazování musí následovat ihned po zakalení, aby nedošlo k stabilizaci austenitu. Zmrazování může být provedeno přímo z austenitizačních teplot, ale není to vhodné. Jsou vytvářena velká vnitřní napětí a je zvýšené riziko vzniku trhlin. Další možností je ochlazování na teplotu M_s s teplotní výdrží pro vyrovnání rozdílu teplot a následně zmrazování. Výhodou je snížení teplotního napětí. Poslední možnost je zakalit materiál a kryogenně zpracovávat již přeměněnou martenzitickou strukturu se zbytkovým austenitem. Tato metoda je nejčastěji používána. Přidaná hodnota kryogenního zpracování je vyšší tvrdost, rozměrová stabilita a často nárůst meze kluzu a pevnosti.

Popouštění

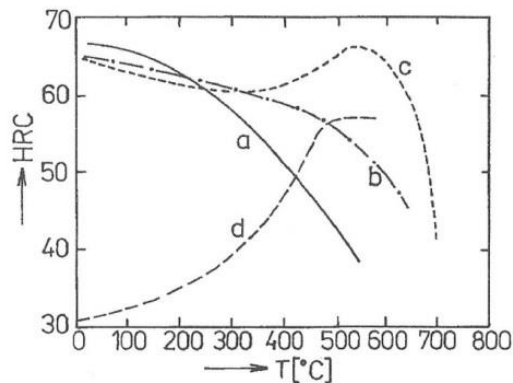
Popouštění má následovat co nejdříve po kalení, orientačně u nelegovaných a nízkolegovaných ocelí do 2 hodin. Popouštění se skládá z ohřevu na popouštěcí teplotu, teplotní výdrže a ochlazení. Při popouštění nedochází k překristalizaci, daná teplota je vždy pod A_1 . Popouštění může v některých případech být aplikováno i několikrát za sebou, například u zpracování rychlořezných ocelí. Úkolem popouštění je zbavit se nestabilního zbytkového austenitu v oceli, snížit tvrdost, pevnost a dosáhnout požadované houževnatosti, také snížit vnitřní napětí a docílit precipitace karbidů. Popouštění se rozděluje na čtyři etapy. Teploty u jednotlivých etap jsou pouze orientační [21][22].

- 1) I. Etapa (do $200\text{ }^\circ\text{C}$) - Dochází k difúzi uhlíku. Tetragonální martenzit (M) se rozpadá na nízkouhlíkový kubický martenzit (M') a ϵ -karbid, který precipituje koherentně na hranicích martenzitu. ϵ -karbid je $\text{Fe}_{2,4}\text{C}$, je nerovnovážený a má těsně uspořádanou šesterečnou mřížku. Při této etapě dochází k mírnému poklesu celkové tvrdosti, neboť značný pokles tvrdosti vlivem úbytku přesycení uhlíku v martenzitu kompenzuje precipitace ϵ -karbidu.
- 2) II. Etapa (200 až $300\text{ }^\circ\text{C}$) - Zbytkový austenit se přeměňuje na bainit. Transformace je doprovázena zvětšením měrného objemu.
- 3) III. Etapa (nad $300\text{ }^\circ\text{C}$) - Kubický martenzit (M') a ϵ -karbid se přeměňují na ferit a cementit. Cementit koherentně precipituje ve tvaru destiček a roste na úkor rozpouštění ϵ -karbidů se společným úbytkem uhlíku v matrici. Výsledkem je velmi jemná feriticko-cementitická struktura. V literatuře je označována jako sorbit. Při III. etapě dochází ke snížení vnitřního napětí, poklesu tvrdosti, zvýšení houževnatosti a zmenšení měrného objemu.
- 4) IV. Etapa (nad $500\text{ }^\circ\text{C}$) - Dochází k hrubnutí feritických zrn a cementitu, dále k rekristalizaci 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 může v této etapě nastat tzv. sekundární tvrdost. Dochází precipitaci některých speciálních karbidů a pevnost se zvyšuje. Například u žárovečných ocelí.

V praxi jsou předpokládané vlastnosti získávány z teploty popouštění, která má větší vliv než doba výdrže. Jinak se používá popouštěcí parametr P , který je funkcí teploty i času. C je konstanta, která závisí na výchozí struktuře a obsahu uhlíku, pro ocel je obvykle 12 až 20 [20].

$$P = T \cdot (C + \log t) [K \cdot h] \quad (3)$$

Obecně platí, že se zvyšováním teploty popouštění klesá tvrdost, pevnost a roste houževnatost. Výjimku tvoří tzv. maraging oceli, které obsahují maximálně do 0,03 % C a velké množství legujících prvků. Se zvyšující teplotou dochází k precipitaci intermetalických fází a roste pevnost i tvrdost, viz Obr. 21 [22].



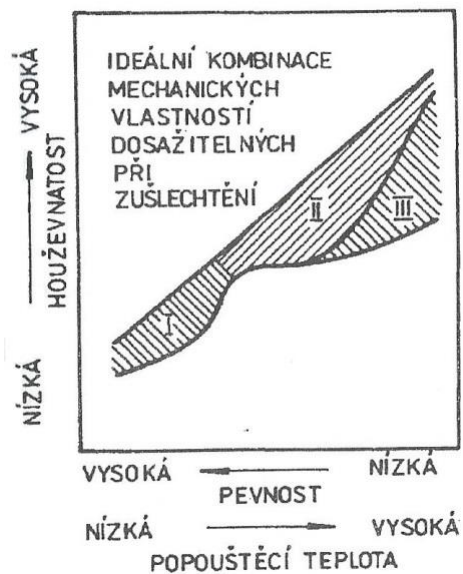
Jednotlivé křivky tvrdosti charakterizují různé druhy oceli [22]:

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

Obr. 21 Průběh tvrdosti ocelí v závislosti na velikosti popouštěcí teploty [22]

Popouštění lze rozdělit podle maximální teploty na popouštění při vysokých teplotách a na popouštění při nízkých teplotách. Popouštění při vysokých teplotách jinak nazýváme anizotermické zušlechťování. Je častější a používá se u většiny ocelí pro docílení optimálních mechanických vlastností. Získáváme vyšší hodnoty houževnatosti a vysoké meze kluzu a únavy. Popouštění při nízkých teplotách (cca do 350 °C) nazýváme napouštění. Napouštěním docílíme především snížení vnitřního napětí a zlepšení houževnatosti. Je typické u nástrojových ocelí pro práci za studena. Pružinové oceli se obvykle popouštějí při nižších teplotách než je obvyklé u ostatních ocelí, ale je nutné zachovat dostatečnou houževnatost [21].

U některých ocelí se po popouštění objevuje popouštěcí křehkost. Je pouze v některých teplotních intervalech a závisí na chemickém složení oceli. Popouštěcí křehkost můžeme rozdělit na nízkoteplotní (Obr. 22 I) a vysokoteplotní (Obr. 22 II). Nízkoteplotní se objevuje v rozmezí cca 350 – 450 °C. Způsobuje ji cementit, resp. jeho nevhodný tvar, velikost a rozmístění. Křehkost podporuje i segregace dalších prvků, např. fosforu, 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. V některých případech lze vysokoteplotní křehkost využít pro zviditelnění původních austenitických zrn [22].



Obr. 22 Výskyt popouštěcí křehkosti v oceli [22]

2.3.7 Patentování drátů

Patentování pružinových ocelí je postup využívaný při výrobě drátů tažených za studena. Ocel se při tažení deformačně zpevňuje. Pro tažení a dosažení vysokých pevností je důležité zajistit výchozí stav s dobrou tažností. U ocelí s malým obsahem uhlíku je možné mezi jednotlivé tahy zařazovat normalizační nebo rekrystalizační žihání. U pevnějších ocelí s vyšším obsahem uhlíku žihání nepostačuje. Proto se používá postup podobný izotermickému zušlechtění. Zaustenitizovaný drát je prudce ochlazen na teplotu přibližně 550 °C a následuje izotermické žihání. Jako lázeň se nejčastěji používá roztavené olovo. Cílem takového žihání je dosáhnout velmi jemné perlitické struktury nebo směs jemného perlitu a horního bainitu. Jemné lamely cementitu podléhají plastické deformaci snáze než hrubé. Bainitická struktura není vhodná kvůli nižší tažnosti. Pro získání homogenní struktury v celém objemu drátu je důležitá dostatečná inkubační doba. K jejímu zvětšení přispívá mangan jako legující prvek nebo vyšší austenitizační teplota. Po žihání se drát táhne. Takto zpracované dráty se nazývají patentované. Patentované pružinové dráty mají vysokou pevnost a mez kluzu při dobré houževnatosti. Patentované uhlíkové a nízkolegované oceli dosahují až 3000 MPa. Nejpoužívanější materiály na výrobu patentovaných pružin jsou vysoceuhlíkové oceli, nízkolegované Cr-V a Si-Cr oceli. Mimo využití na pružiny se používají na výrobu strun a lan [11][19][20].

Pružinové dráty (zušlechtěné i patentované) jsou vyráběny v 5 třídách pevnosti. Rozdělení je v Tab. 5. Na výsledné mechanické vlastnosti má velký vliv průměr drátu. Vliv zpevnění je větší u menších průměrů [4].

Tab. 5 Třídy pevnosti drátů pro výrobu pružin [4]

Třída	Průměr drátu d [mm]	Pevnost σ_{Pt} [MPa]	Použití
1	2,8 - 11,2	2200 - 1200	Mimořádně vysocenamáhané pružiny staticky nebo dynamicky (pružiny ventilů, pro zbraně apod.)
2	0,2 - 11,8	2950 - 1140	Vysoce namáhané pružiny bez ohybů s malým poloměrem (ventily spalovacích motorů, regulátorů apod.)
3	02 - 12,5	2650 - 1030	Běžně namáhané pružiny s malým poloměrem ohybu
4	0,315 - 12,5	2270 - 980	Méně namáhané pružiny a pružiny s méně důležitou funkcí
5	0,63 - 12,5	1750 - 800	Pružiny s nezávažnou funkcí (dětské kočárky, hračky apod.)

Obecně tažené dráty za studena mají menší citlivost na vodíkovou křehkost než temperované dráty v oleji a zušlechtěná ocel. Na druhou stranu, přílišné zpevnění má opačný efekt. U ocelových drátů tažených za studena elektrická vodivost klesá s rostoucí deformací. Avšak v intervalu 60 až 75 % plošné redukce nastává obnova elektrické vodivosti. Poté opět klesá se zvyšující se redukcí [1].

2.3.8 Kryogenní zpracování

Kryogenní zpracování (KZ) se provádí zejména u nástrojových ocelí za účelem zvýšení životnosti nástrojů, které se z nich vyrábějí. Nástroje jsou často vystavovány cyklickému zatěžování. Požadovaný efekt bývá zvýšení meze únavy. Používá se pro zvýšení pevnosti, rozměrové stálosti a odolnosti proti opotřebení [29].

Technologie kryogenního zpracování spočívá v ochlazování do záporných teplot. Většinou se používá kapalný dusík, kterým lze dosáhnout až $-190\text{ }^{\circ}\text{C}$. Při vyšších teplotách do cca $-80\text{ }^{\circ}\text{C}$ je možné použít suchý led. Kryogenní zpracování se obvykle zařazuje mezi kalení a popouštění oceli. Druhou možností je provést kryogenní zpracování po zušlechtní, tzn. až po popouštění. Poté následuje nízkoteplotní žhání. Tento způsob je především rozšířen v Americe. Výdrže na kryogenních teplotách záleží na materiálu. Běžně se pohybují od 6 do 24 hodin [29][30].

Zlepšení vlastností po KZ je z části připisováno přeměně zbytkového austenitu na martenzit. To je velmi důležité u materiálů, které mají teplotu M_f pod $20\text{ }^{\circ}\text{C}$. Velký podíl zbytkového austenitu se může projevit ve snížení meze kluzu, tvrdosti, nízké vysoko-cyklové únavové pevnosti a rozměrové nestabilitě. Příliš málo zbytkového austenitu může zapříčinit pokles lomové houževnatosti a nízkocyklové únavy. Dalším faktorem ke zlepšení vlastností bylo zjištění precipitace velmi jemných eta karbidů, které mají za následek zvýšení pevnosti a houževnatosti martenzitické struktury [29].

Uplatnění kryogenního zpracování na pružinách se nachází např. u ventilových pružin. Počátek byl u závodních týmů, které si nechávaly kryogenně zpracovávat některé díly motorů. A mimo to i ventilové pružiny, kvůli zlepšení odolnosti proti opotřebení a životnosti. Během dlouhých závodů klesá tuhost ventilových pružin o 20 až 30 %. Po kryogenním zpracování dochází k redukci poklesu tuhosti o přibližně 7 % [30].

Experimenty s vlivem kryogenního zpracování na pružinové oceli 54SiCr6 prováděl již Smith, který testoval nejen zpracovaný materiál, ale i z něj vyrobené vinuté pružiny o průměru 3 mm. Tepelné zpracování pro jeho experimenty bylo následující: kalení z $870\text{ }^{\circ}\text{C}$ v peci do oleje, popouštění při $480\text{ }^{\circ}\text{C}$ (výdrže nebyly uvedeny), žhání ke snížení pnutí při $370\text{ }^{\circ}\text{C}/1\text{ h}$, KZ při teplotě $-190\text{ }^{\circ}\text{C}$ po dobu 20 hodin, žhání na $150\text{ }^{\circ}\text{C}$ po dobu 2 hodin [30].

Výsledky tvrdosti a tahových zkoušek nepřinesly téměř žádné rozdíly. Po kryogenním zpracování docházelo pouze k menšímu rozptylu hodnot tvrdostí a kontrakce. U měření zbytkového napětí bylo po KZ na povrchu větší tlakové napětí, ale do menší hloubky než u zpracování bez KZ. Obsah zbytkového austenitu pro oba režimy s a bez KZ byl téměř žádný, kolem 0,5 % [30].

2.3.9 Nitridace

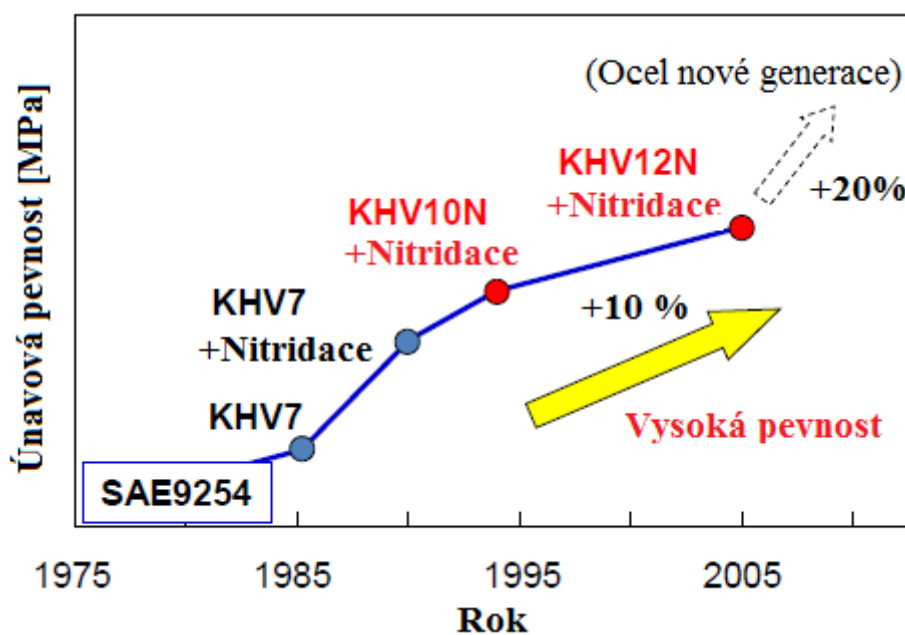
Nitridace je druh chemicko-tepelného zpracování, kdy povrch součásti je sycen dusíkem. Proces probíhá při teplotách pod A_1 , většinou v rozmezí 500 až $550\text{ }^{\circ}\text{C}$. Požadované vlastnosti se vytváří již během sycení povrchu. Dochází k vytváření jemných a velmi tvrdých intersticiálních fází dusíku, železa a některých legujících prvků. Vznikají nitridy a karbonitridy. Největší přínos mají nitridotvorné prvky Cr, Al a V. Pružinové oceli se hliníkem nelegují, hlavní využití pro nitridaci mají pružiny legované Cr a V. Z nitridů se vytváří především CrN, Cr_2N a VN a karbonitridy [18][22].

Často se nitriduje v plynném prostředí v šachtových nebo komorových pecích s nucenou cirkulací atmosféry. Plynné médium bývá čpavek, který na povrchu oceli disociuje na atomární dusík. Druhou často používanou možností je iontová nitridace. Růst nitridační vrstvy je časově náročný. Závisí na druhu oceli, teplotě a stupni disociace čpavku. Tloušťky 0,1 mm je obvykle dosahováno po 10 hodinách [22].

Společnost Kobe Steel, LTD se zabývá vývojem vysoko-pevnostní oceli na výrobu ventilových pružin a využívá k tomu nitridaci. Pro tuto aplikaci používá Si-Cr-V ocel. Optimalizace chemického složení a vliv na mez únavy je v Tab. 6 a Obr. 23 [18].

Tab. 6 Chemické složení drátu pro ventilové pružiny [18]

Druh oceli		C	Si	Mn	Ni	Cr	V
SAE9254	54SiCr6	0,55	1,40	0,65	-	0,65	-
KHV7	Si-Cr-V	0,62	1,45	0,60	-	0,60	0,12
KHV10N	↑Si-Cr-V	0,58	2,00	0,85	0,30	0,95	0,10
KHV12N	↑Si-↑Cr-V	0,60	2,15	0,45	0,20	1,75	0,27



Obr. 23 Vývoj únavové pevnosti ventilových pružin v Kobe Steel, LTD [18]

2.4 Povrchové úpravy pružin

Pro zvýšení životnosti pružin za různých provozních podmínek se provádí povrchové úpravy. Nejčastějším úkolem je zabránit interakci s okolím prostředím - korozi. V některých případech lze povrchovými úpravami efektivně zlepšovat mechanické vlastnosti či jinak modifikovat jakost povrchu a tím zvyšovat odolnost proti únavě. Chtěné je zejména vytváření tlakového napětí na povrchu, které brání vzniku a šíření únavových trhlin [31].

Nejvíce používaná povrchová úprava pro zvýšení únavové životnosti pružin je tryskání. Hloubka vrstvy s tlakovým napětím je závislá na charakteristikách tryskajícího proudu a úhlu dopadu na povrch. Vlastnosti proudu jsou definovány rychlostí tryskání, velikostí unášených částic, jejich tvrdostí a tvarem. Tryskání se provádí u drátů od průměru 0,75 mm. Na pružinách bylo prokázáno, že mez únavy byla navýšena o 54 % pro uhlíkové oceli (C74), o 60 % pro slitinové oceli (51CrV4), o 100 % pro nerezové oceli (X12CrNi18-8) [30].

Přehled povrchových úprav pružin [31][32]:

- Tryskání (pískování)
- Zinkování
- Niklování
- Pomědění
- Chromátování
- Černění (Brunýrování)
- Fosfátování
- Lakování
- Voskování
- Povlakování plastovým práškem
- DELTA MKS (fluoro-plastová báze – proti korozi)
- Teflonové povrstvení (kluzné vlastnosti)
- Elektrolytické leštění (do lékařských přístrojů)

2.5 Zkoušení pružinových materiálů

2.5.1 Měření tvrdosti

Měření tvrdosti pružin můžeme provést všemi obvyklými metodami. Nejčastěji používané jsou měření tvrdosti podle [33]:

- Vickerse - ČSN EN ISO 6507-1
- Rockwella - ČSN EN ISO 6508-1
- Brinella - ČSN EN ISO 6506-1 (pro měkké až středně tvrdé materiály)

Podle tvrdosti můžeme odhadovat pevnost a stav materiálu. Měření tvrdosti slouží ke kontrole tepelného i mechanického zpracování. Často je cílem dosáhnout vysoké tvrdosti. Příliš vysoká tvrdost podporuje porušení od vodíkové křehkosti nebo korozního praskání. Ocelové pružiny s příliš vysokou tvrdostí často zapříčiňují únavové porušení, v důsledku vysoké vrubové citlivosti. Porušení poté může být iniciováno z vměstků nebo karbidů, které nejsou běžně identifikovány jako vady [1].

2.5.2 Zkoušky tahem

Zkouška tahem je řízena normou ČSN EN ISO 6892. Zkušební vzorek je namáhán jednoosým tahem. Parametry tahové zkoušky (teplota, velikost vzorků) by měli co nejvíce odpovídat reálnému provozu pružiny. Výstupem provedené zkoušky je smluvní graf (s napětím závislém na poměrném prodloužení) nebo pracovní graf (se silou závislou na prodloužení) a tabulka s naměřenými hodnotami. Nesmí chybět mez pevnosti σ_m , mez kluzu σ_e , tažnost A a kontrakce Z. Při vyhodnocování zkoušek tahem pružinových ocelí jsou v praxi nejvíce sledované hodnoty meze kluzu, kontrakce a poměru meze kluzu a pevnosti. Obecně je snaha docílit vysokých pevností/ meze kluzu při dostatečné houževnatosti [33].

2.5.3 Zkoušky lomové houževnatosti

Lomovou houževnatostí rozumíme odpor materiálu vůči vzniku a následnému růstu trhliny. Vychází z mechaniky lomu a jde v podstatě o materiálovou charakteristiku. Z praktického hlediska lze houževnatost charakterizovat jako schopnost materiálu absorbovat energii před porušením neboli před dosažením mezního stavu. Čím vyšší je lomová houževnatost, tím více energie potřebujeme dodat materiálu, aby došlo k porušení [33].

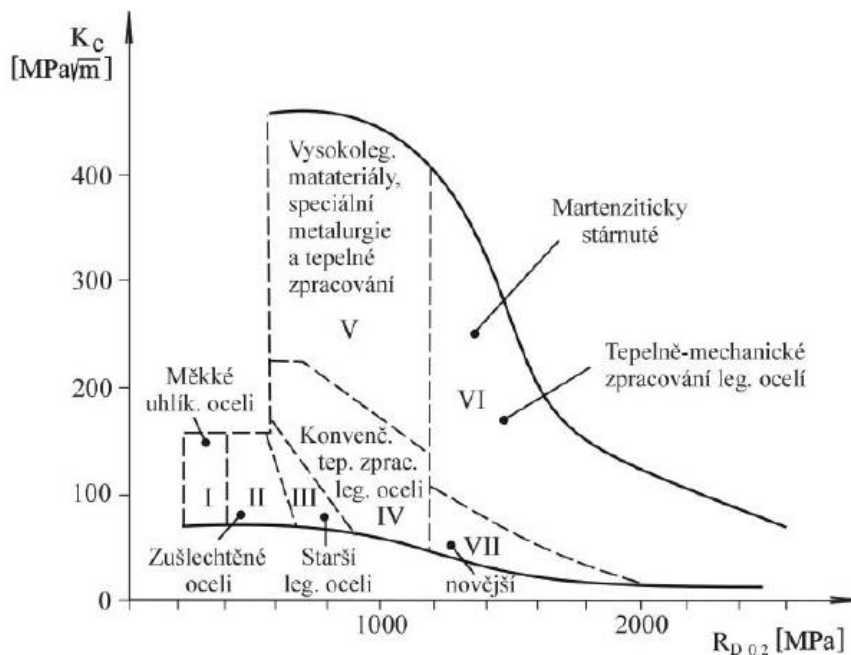
Lomová mechanika je rozdělena do dvou hlavních směrů. Lineární elastická lomová mechanika (LELM) a Elasticko plastická lomová mechanika (EPLM). LELM je starším oborem lomové mechaniky a tvoří základ všech pozdějších lomových teorií. Lineární je proto, že mezi napětím a deformací se předpokládá lineární závislost, tedy platnost Hookova zákona v oblasti blízko u kořene trhliny. Za určitých předpokladů je LELM schopna popsat napěťové deformační poměry u kořene trhliny i při existenci malé plastické zóny. Hlavní metodou výpočtu je koncepce faktoru intenzity napětí K. Nejčastěji prováděné zkoušky jsou zatížené v tahu a výsledná hodnota lomové houževnatosti je označována K_{IC} [33][34][35].

Reálné materiály nevykazují ve skutečnosti zcela elastické chování, a proto se vyvinula EPLM. V oblasti kořene trhliny je porušení doprovázeno vznikem alespoň malé plastické deformace. EPLM je založena na energetické bilanci a využívá k tomu hlavně metod křivkového J-integrálu nebo koncepce rozevření trhliny. Často je výstupem J-R křivka [34][35].

Pružinové oceli jsou cíleně zpracovány na vyšší pevnostní charakteristiky. Lze tedy očekávat převažující elastické chování materiálu. Proto bývá pro popis chování materiálu nejčastěji používána LELM. Čím větší je velikost plastické zóny před kořenem trhliny, tím menší je přesnost výsledků LELM [34].

Stav napjatosti uvnitř materiálu ovlivňuje oblast plastické deformace na čele trhliny a také náchylnost k porušení křehkým lomem. Důležitým poznatkem v tomto ohledu je, že uvnitř materiálu se stav rovinné deformace mění na stav rovinné napjatosti v závislosti na rozměru tělesa. Lomová houževnatost se tak stanovuje za podmínek rovinné deformace. Kromě vlivu rozměru tělesa hraje velkou roli teplota, rychlost zatěžování a prostředí (hlavně radiace). Lomovou houževnatost snižuje přítomnost vměstků nebo segregace nečistot na hranicích austenitických zrn. Naopak jemnozrnná struktura zvyšuje lomovou houževnatost a snižuje přechodovou teplotu. Zkoušení je stanoveno normou ČSN EN ISO 12737 [34][35].

Pružinové oceli jsou zpracovávány na vyšší pevnostní charakteristiky a tak houževnatost nebývá vysoká. Dostatečnou houževnatost materiálu je nutné kontrolovat. Zde nalézají velké uplatnění právě zkoušky lomové houževnatosti, neboť jsou v této oblasti přesnější než zkoušky rázem v ohybu - Charpy. Na Obr. 24 je zobrazena závislost lomové houževnatosti oceli na mezi kluzu.



Obr. 24 Vliv meze kluzu na lomovou houževnatost ocelí [34]

2.5.4 Zkoušky únavy

Únavové zkoušky jsou jedny z nejpodstatnějších zkoušek pružin, protože pružiny jsou namáhány cyklickým zatěžováním. Největší vliv na životnost a únavové porušení pružin má stav povrchu. Příznivá jsou tlaková napětí na povrchu, která zvyšují odolnost proti únavě.

Únava může být vysoko-cyklová (VCÚ) a nízko-cyklová (NCÚ). Správně navrhnutá pružina je namáhána silou nepřesahující mez úměrnosti, v níž platí Hookův zákon. V této oblasti pod mezí kluzu jsou materiály vystaveny vysoko-cyklové únavě. Proto se pružiny a pružinové materiály zkoušejí na vysoko-cyklovou únavu. Nízko-cyklová únava se vyskytuje při namáhání přesahující mez kluzu, tzn. v oblasti plastických deformací [33].

Zkoušky VCÚ se řídí normou ČSN ISO 12110. Výsledkem může být Wöhlerova křivka (S-N diagram) s mezí únavy nebo pracnější Smithův diagram. Wöhlerova křivka je závislost amplitudy napětí σ_a na počtu kmitů n vedoucích k únavovému lomu materiálu. Zobrazuje se obvykle v semilogaritmické stupnici. Wöhlerova křivka má dvě oblasti. Klesající, která udává tzv. časovanou mez únavy. To je počet kmitů do lomu v závislosti na amplitudě napětí. Druhá část je pod vodorovnou křivkou, která odpovídá mezi únavy. Mez únavy je taková amplituda napětí, při níž nedojde k lomu teoreticky ani při nekonečném počtu cyklů. Po praktické stránce norma stanovuje hranici na 10^7 cyklů pro ocel [33].

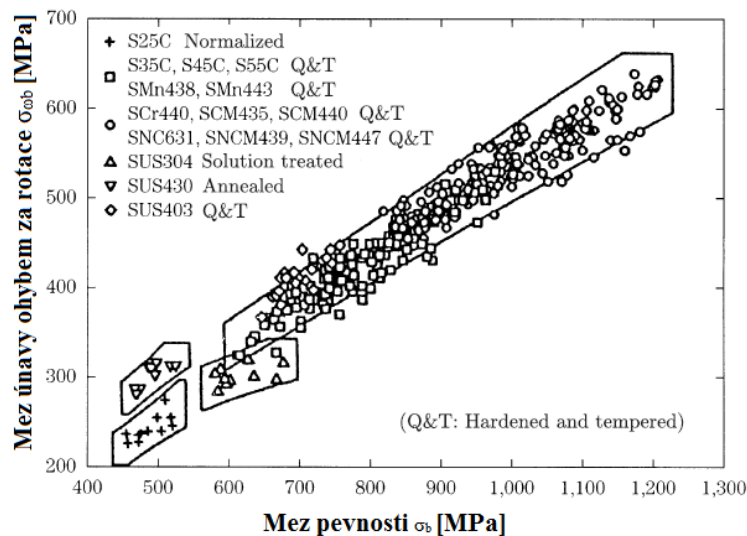
Únavové porušení lze rozdělit na 3 stádia [33]:

- Iniciace trhliny
- Šíření trhliny
- Dolom

Iniciace únavové trhliny bývá nejčastěji z povrchu nebo z defektu těsně pod povrchem. Proto je důležitá jakost povrchu pružin. Pro zajištění tlakového napětí se provádí různé povrchové úpravy, nejčastěji bývá povrch namáhaných pružin tryskán. Na únavu pružin má dále vliv chemické složení materiálu, geometrie pružiny, provozní napětí a okolní atmosféra a teplota [33].

Mez únavy výrazně ovlivňuje velikost vzorku. Velikostní efekt má za následek, že s přibývajícím velikostí zkušebního tělesa klesá mez únavy. Ve větším objemu materiálu je větší předpoklad horší homogenity a více míst k iniciaci únavové trhliny. Velikost zkušebních vzorků by měla co nejvíce odpovídat reálnému použití [1].

Obecně lze říci, že únavová pevnost ocelových pružin je úměrná tvrdosti nebo pevnosti v tahu, viz Obr. 25. To platí pouze do určité velikosti. Nad cca 1500 MPa meze pevnosti dochází k rozptylu meze únavy. Tento problém často nastává při tváření za studena, např. tažení pružinových drátů, kdy narůstá pevnost materiálu a rychle se vyčerpává plasticita [1].



Obr. 25 Vliv pevnosti na mez únavy [1]

2.5.5 Korozní zkoušky

Koroze je chemická nebo fyzikálně-chemická interakce materiálu s okolním prostředím. Dochází k zhoršení lomových charakteristik, pevnostních a plastických vlastností materiálu. Proti korozi pružin jsou používány různé povrchové úpravy, viz kapitola 2.4 Povrchové úpravy pružin.

Zkoušení odolnosti proti korozi lze rozdělit na krátkodobé laboratorní zkoušky a dlouhodobé zkoušky za provozních podmínek. Laboratorní urychlené zkoušky lze provádět v různých prostředích. Časté jsou např. zkoušky v solné mlze a její modifikace. Moderní jsou cyklické korozní zkoušky, které střídají fáze solné mlhy, sušení a vlhčení. Výhodou cyklických zkoušek je lepší predikce chování materiálu v reálných podmínkách. Existuje celá řada norem pro jednotlivé zkoušení. Všeobecné zásady jsou stanoveny v ČSN ISO 11845. Dlouhodobé korozní zkoušky jsou testovány v provozních podmínkách. Doba jejich testování je shodná s životností dané součásti. Zato nejlépe vystihují skutečné podmínky a chování materiálu [36].

Vyhodnocovat míru koroze lze kvalitativně i kvantitativně. Při kvalitativním hodnocení se pozoruje vzhled, změna barvy nebo lesku. Kvantitativní hodnocení lze provést následovně [37]:

- Stanovení změny váhy nebo rozměrů
- Určení hloubky průniku koroze
- Pomocí změn mechanických vlastností
- Ze změn elektrických vlastností
- Stanovení množství uvolněného nebo absorbovaného plynu

Průběh korozního napadení ovlivňují vnitřní faktory: čistota oceli (vměstky a nehomogenity struktury mohou značně urychlovat rozvoj koroze), chemické složení, způsob mechanického a tepelného zpracování a stav povrchu (menší drsnost zvyšuje korozní odolnost). Mezi vnější faktory patří vliv korozního prostředí: složení, parametry prostředí (teplota, tlak, vlhkost, pH, záření...), mechanické namáhání (koroze pod napětím může být výrazně urychlována), pohyb prostředí [37].

2.5.6 Creepové zkoušky a relaxace

V průběhu doby všechny pružiny podléhají ztrátě pružnosti. V závislosti na typu zatížení, působícího na pružinu, se tato ztráta pružnosti projevuje jako creep nebo relaxace materiálu [38].

Creep je deformace závislá na čase. Neboť deformace roste s rostoucím časem při konstantním zatížení za zvýšené teploty. Creepové chování materiálu je obvykle popisováno creepovou křivkou. Ta obsahuje 3 stádia: I. primární (rychlost creepu s časem klesá), II. sekundární (rychlost creepu je konstantní), III. terciální (rychlost creepu vzrůstá a končí lomem). Creepové zkoušky jsou dlouhodobé. Jedná se o tisíce hodin až měsíce. Skutečná životnost součástí je ale mnohem delší, proto se data extrapolují [22].

Zkoušení lze provádět dvěma způsoby – za konstantního napětí nebo za konstantního zatížení. V obou případech se jedná o jednoosé namáhání při zatížení tahem. Při zkoušení za konstantního napětí se v průběhu zkoušky zvětšuje napětí vlivem zmenšujícího se průřezu. Toto zvětšení musí být kompenzováno, aby napětí během zůstalo konstantní. To je realizováno tak, že závaží speciálního tvaru, které je uchyceno na zkušební vzorku, je z části ponořeno do kapaliny. Při prodloužení zkušební vzorku se závaží více ponořuje do kapaliny a zvyšuje se vztlaková síla, která snižuje zatížení vzorku. Zkoušení se ukončuje po určité době, pokud dřív nenastane porušení [22].

Druhou možností je méně náročná metoda s konstantním zatížením. Zkušební vzorek je zatížen závažím. V průběhu zkoušky se vlivem zmenšujícího se průřezu zvyšuje napětí a roste rychlost deformace. Po té nastává porušení [22].

Relaxace napětí je jev, při kterém dochází k poklesu napětí při dlouhodobé konstantní celkové deformaci za zvýšených teplot. Při relaxaci je celková deformace konstantní a vlivem creepových procesů dochází k nárůstu plastické deformace na úkor deformace elastické. Takže původní napětí vyvolané zatížením zkušební vzorku v závislosti na čase klesá. Zkoušky relaxace spočívají v měření změny napětí při konstantní deformaci. Mez relaxace je definována jako napětí, které v zkušební vzorku zůstane zachováno po určité době, po kterou je celková deformace udržována konstantní. U pružin se relaxace projevuje jako pokles síly, pozorovaný v průběhu času, jestliže je pružina stlačovaná na konstantní délku [22][38].

Creep a relaxace pružin jsou v provozních podmínkách nejvíce ovlivněny [38]:

- Provozní teplotou
- Chemickým složením – pevnost materiálu za tepla
- Hodnotou zatěžovacího napětí
- Dobou působení zatížení
- Zbytkovým napětím

3 Experimentální program

Experiment se zabývá tepelným zpracováním pružinové oceli 54SiCr6. Je pozorován vliv odlišného zpracování před zušlechťováním na výsledné vlastnosti. Práce je zaměřena především na vyhodnocení různého sferoidizačního žíhání, které je důležité pro získání dobré obrobitelnosti zvláště pro pružiny složitějších tvarů. Sferoidizační žíhání bylo provedeno konvenčním žíháním na měkko a zrychleným žíháním ASR dosaženého pomocí indukčního zpracování. Zároveň byl porovnáván i materiál s výchozím stavem po válcování za tepla. Dále bylo po zušlechťování také experimentováno s kryogenním zpracováním a sledován vliv předchozího zpracování. K vyhodnocení materiálu po žíhání, kalení, popouštění a kryogenním zpracováním byla využita optická i elektronová mikroskopie a pružinám odpovídající mechanické zkoušky. Jednalo se o měření tvrdosti, zkoušky tahem, lomové houževnatosti a únavy.

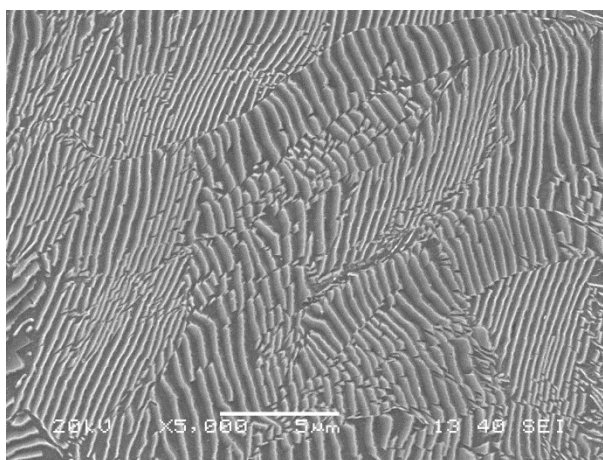
3.1 Experimentální materiál

Pro experimentální část byla zvolena běžně dostupná a používaná pružinová chrom-křemíková ocel 54SiCr6. Jedná se o lehce podeutektoidní ocel. Materiál byl vyroben a zpracován ve výzkumné organizaci COMTES FHT a.s. Chemické složení, viz Tab. 7, odpovídá složení oceli 54SiCr6 podle technických dodacích podmínek EN 10089 [39].

Tab. 7 Výsledné chemické složení ingotu oceli 54SiCr6

C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni	Cu	Al
0,57	1,51	0,68	0,008	0,003	0,75	0,032	0,13	0,12	0,022
B	Co	Nb	Sn	Ti	V	W			
<0,001	0,006	0,002	0,009	0,003	0,003	<0,005			

Výchozí struktura byla tvořena perlitem a malým množstvím feritu (Obr. 26). Materiál byl homogenní v celém objemu, nebyly pozorovány výrazné rozdíly ve středu a na kraji vývalku. V oceli byly také nalezeny protáhlé sulfidy (MnS), které byly zbarveny do šeda, a nitridy titanu (TiN) převážně čtvercovitého tvaru zbarvené bledě žlutě. Vměstky se vyskytovaly nahodile a v malém množství. Tvrdost po válcování za tepla byla na kraji o cca 8 HV10 vyšší, průměrná tvrdost z celé šířky vývalku byla 290 ± 7 HV10.



Obr. 26 Výchozí stav po válcování za tepla, 290 HV10

3.2 Použité přístroje a zařízení

Vakuová indukční pec



Max. teplota: 1750 °C
 Min. a max. objem kelímku: 7 – 70 l
 Min. a max. operační tlak: 10 Pa – 0,2 MPa
 Atmosféra: Vakuum/ ochranná atmosféra (N)
 Formy: pískové / litinové kokily
 Max. hmotnost odlitku: 500 kg
 Možnost odlévání do více kokil (4 x 40 kg).

Obr. 27 Vakuová indukční pec

Optický emisní spektrometr Bruker Q4 TASMAN

Stanovení chemického složení.

Hydraulický kovací lis HIM0221

Max. síla: 2500 t
 Rychlost: 150 mm/s
 Max. zdvih: 500 mm
 Pracovní prostor: 800 x 800 mm

Válcovací stolice

	Tváření za tepla	Tváření za studena
Sestava válců:	DUO	KVARTO
Max. síla:	4 MN	4 MN
Max. krouticí moment:	10,5 kNm	10 kNm
Max. vstupní tloušťka:	100 mm	10 mm
Min. vstupní tloušťka:	2 mm	0,2 mm
Max. šířka:	390 mm	390 mm

Dilatometr L78 RITA

Výrobce: Linseis Messgeraete GmbH.
 Rozsah pracovních teplot: -150 až +1100 °C
 Max. rychlost ohřevu: 200 °C/s
 Chladicí médium: He, Ar, N

Středofrekvenční generátor s programovatelným regulátorem



Zrychlené sferoidizační žhání (ASR) bylo realizováno pomocí indukčního ohřevu ve středofrekvenčním generátoru (Obr. 28). Teplota byla měřena pomocí navařeného termočlánku na povrchu v polovině délky vzorku.

Výrobce: RAJMONT s.r.o.
 Maximální výkon: 24 kW
 Rozsah frekvence: 10-17 kHz
 Rozměry cívky: Ø35 x 150 mm (14 závitů)

Obr. 28 Středofrekvenční generátor

Kryogenní box

Výrobce: BVD s.r.o.
Rozsah pracovních teplot: -160 až +60 °C
Rozměry komory (š:h:v): 500 x 720 x 450 mm (Vstupní otvor 500 x 450 mm)
Chladicí médium: N

Trhací stroj MAYES DM 100

Tahové zkoušky byly prováděny na trhacím stroji Mayes. 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

Magnetořonanční stroj Vibrophore Rumul

Na magnetořonančním stroji Vibrophore Rumul byly provedeny zkoušky vysokocyklové únavy.

Max. síla pro statické předpětí: 250 kN
Max. síla pro dynamické namáhání: 125 kN

Světelný mikroskop Nikon eclipse MA200

Výrobce: Nikon, Inc.
Zvětšení: 50x – 1000x

Řádkovací elektronový mikroskop JEOL JSM 63840

Výrobce: JEOL USA, Inc.
Zvětšení: 1000x – 40000x
Zdroj elektr. svazku: wolframová elektroda

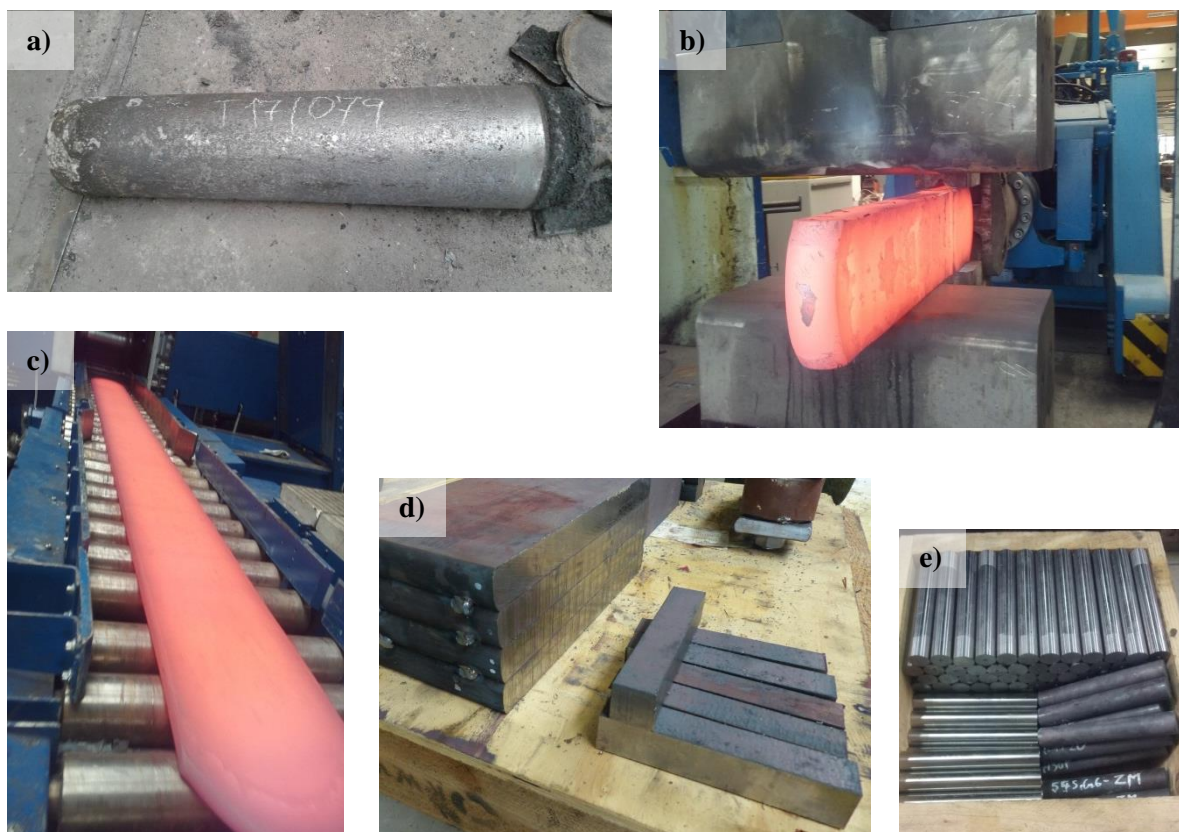
Vybavení: EDX analyzátor, detektor sekundárních elektronů (SE) a zpětně odražených elektronů (BSE)

Obr. 29 JEOL JSM 63840

3.3 Popis experimentu

3.3.1 Příprava materiálu

Pružinová ocel 54SiCr6 byla odlita ve vakuové indukční peci (Obr. 27) do velké kokily. Z ingotu (Obr. 30 a) o váze cca 440 kg byla odříznuta hlava a pata. Ze vzorku z patní části na optickém emisním spektrometru Bruker Q4 TASMÁN bylo změřeno konečné chemické složení ingotu (Tab. 7). Ingot byl rozdělen na dva hmotnostně obdobné kusy. Oba kusy byly překovány na blok pro válcování o rozměrech 250x90x1170 mm (Obr. 30 b). Válcování proběhlo za tepla na duo sestavě válců. Hotové vývalky měly tloušťku 24,6 mm a šířku 255 mm (Obr. 30 c). Ještě za tepla byly na hydraulických nůžkách odděleny jazyky a vývalky zkráceny na kratší kusy pro snazší manipulaci. Na pile byly nařezány pásy o délce 130 mm. Z každého pásu se poté podélně nařezalo devět kvádrů o rozměrech 24,6 x 23 x 130 mm (Obr. 30 d). Poté byly kvádry obrobeny na tyče o průměru 20 mm. Polotovary Ø20 x 130 mm (Obr. 30 e) byl zvolen s ohledem na plánované velikosti vzorků pro mechanické zkoušení.



Obr. 30 Postup přípravy polotovarů

3.3.2 Dilatometrie

Pro zjištění transformačních teplot A_{c1} , A_{c3} , A_{f1} a A_{r3} byla provedena dilatometrická analýza. Zvolené rychlosti ohřevu a ochlazování byly 1 a 3 °C/min. Vzorky byly vyrobeny o rozměrech Ø4 x 20 mm. Pro vyhodnocení daných teplot byly vždy použity 2 vzorky. Výsledek je jejich aritmetický průměr. Zjištěné transformační teploty byly pomocným podkladem pro návrh a optimalizaci tepelného zpracování.

3.3.3 Sferoidizační zpracování materiálu

Žihání na měkko

Dále označováno - ZM

Žihání na měkko bylo prováděno v elektrické atmosférické peci. Vzorky byly natřeny ochranným nátěrem Tindorex proti oduhlíčení. Vyzkoušené režimy jsou v chronologickém pořadí v Tab. 8. Stupeň sferoidizace byl ověřován pozorováním mikrostruktury a pomocí měření tvrdosti.

Tab. 8 Přehled vyzkoušených režimů - žihání na měkko

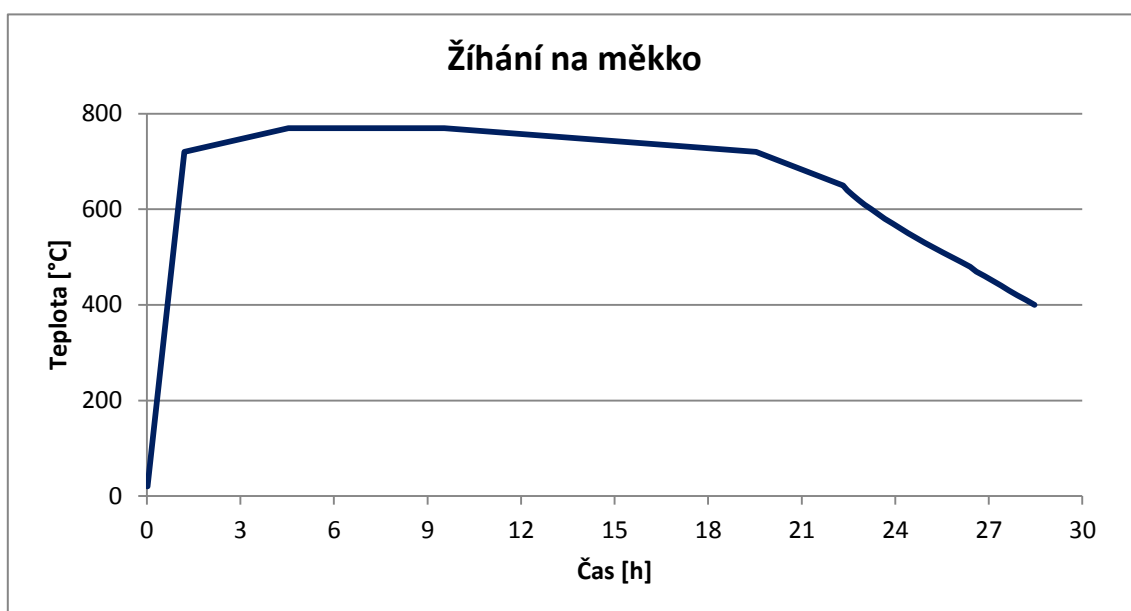
Pokus	Režim ZM
1	710 °C/ 4 h, R15 °C/h
2	750 °C/ 4 h, R15 °C/h
3	750 °C/ 8 h, R15 °C/h
4	770 °C/ 4 h, R15 °C/h
5	790 °C/ 4 h, R15 °C/h
6	770 °C/ 4 h, R5 °C/h
7	770 °C/ 4 h, R2,5 °C/h
8	760 °C/ 4 h, R5 °C/h

Žihání na měkko bylo navrženo režimem č. 1. Teplota vycházela z doporučených teplot materiálového listu [39], rozsah byl pro žihání na měkko 640 až 700 °C. Sferoidizace karbidů proběhla pouze minimálně. Sice došlo k poklesu tvrdosti, ale aby docházelo k efektivní sferoidizaci bylo by nutné výrazně prodloužit časy výdrže. Pro urychlení sferoidizace cementitických lamel byla zvýšena teplota žihání na 750 °C, u které nastal mírný nárůst množství sferoidizovaného cementitu. Na této teplotě bylo vyzkoušeno prodloužení výdrže na 8 hodin (pokus č. 3), ale k efektivní sferoidizaci by bylo potřeba stále delších výdrží. Při dalším zvyšování žihacích teplot (pokus č. 4 a 5) nepřibývalo množství sferoidizovaných částic. Byl však zpozorován výskyt nových tenkých lamel.

Proti sferoidizaci cementitu působil vliv vyššího množství legujícího křemíku a málo karbidotvorných prvků, které by cementit více stabilizovaly. Proto proti velké ochotě vytvářet při ochlazování nový lamelární perlit byla snižována rychlost ochlazování (pokus č. 6 a 7). Mezi rychlostí ochlazování 5 a 2,5 °C/h nebyl pozorován podstatný rozdíl. A tak byl z hlediska úspory času pro další experimenty a analýzy vybrán režim s rychlostí ochlazování 5 °C/h. Poslední pokus č. 8 s nepatrně sníženou teplotou byl vyzkoušen s očekáváním, zda menší stupeň austenitizace (více nerozpuštěného cementitu) s pomalejší rychlostí ochlazování (více času na difúzi uhlíku) nepřinese vhodnější podmínky pro rozdělenou eutektoidní transformaci. Výsledkem bylo spíše mírné zhoršení stavu. Finální režim byl zvolen pokus č. 6 s výdrží na teplotě 5 hodin. Pro jistotu byla zvolena hodina navíc, aby proběhla austenitizace ostré vsázky (60 ks vzorků) v dostatečné míře.

Režim žihání na měkko pro následné experimenty byl následující: Ohřev 10 °C/min na 720 °C, poté 15 °C/h na 770 °C, výdrž na teplotě 5 hodin, chladnutí 5 °C/h na 720 °C, dále 25 °C/h na 650 °C, vypnutí pece a vyjmutí vzorků na vzduch při 400 °C, viz Obr. 31. Jedná se

o žihání těsně nad teplotou A_{c1} . Při použití metody pod A_1 , tzn. bez částečné austenitizace, by byly časové prodlevy na výdrž výrazně delší.



Obr. 31 Průběh žihání na měkko

Accelerated Spheroidisation and Refinement

Dále označováno – ASR

Proces ASR probíhal pomocí indukčního ohřevu ve středofrekvenčním zdroji (Obr. 28). Indukčně zpracovávané vzorky byly symetricky vloženy do měděné cívky. Aby nedocházelo ke vzájemnému doteku a tudíž ke zkratu, byly použity keramické podložky na krajích vzorků. Ohřev probíhal v běžné atmosféře. Měření teploty bylo uskutečněno pomocí navařeného termočlánku uprostřed délky vzorku. Ten zároveň sloužil i jako řídicí termočlánek pro ohřev, který je ovládán PLC jednotkou. PLC jednotka je naprogramovaná softwarem CLICK a celé řízení procesu bylo automatické. Režimy ASR byly vyhodnocovány pozorováním mikrostruktury na skenovacím elektronovém mikroskopu JEOL (Obr. 29).

Režimy ASR jsou uvedeny v následující tabulce Tab. 9. Optimalizovány byly teploty ohřevu, délky teplotních prodlev a počet cyklů.

Tab. 9 Postup realizace procesu ASR

Pokus	Režim ASR	Pokus	Režim ASR
1	3x 780 °C/ 20 s	8	3x 820 °C/ 20 s + 730 °C/ 4 min
2	3x 780 °C/ 30 s	9	3x 820 °C/ 20 s + 3x 720 °C/ 4 min
3	3x 780 °C/ 40 s	10	3x 820 °C/ 20 s + 720 °C/ 8, 6, 4 min
4	3x 800 °C/ 20 s	11	3x 820 °C/ 20 s + 3x 720 °C/ 10 min
5	3x 820 °C/ 20 s	12	3x 820 °C/ 15 s + 3x 725 °C/ 10 min
6	3x 800 °C/ 20 s + 720 °C/ 4 min	13	3x 820 °C/ 15 s + 725 °C/ 5, 5, 10 min
7	3x 820 °C/ 20 s + 720 °C/ 4 min	14	3x 820 °C/ 15 s + 3x 725 °C/ 5 min

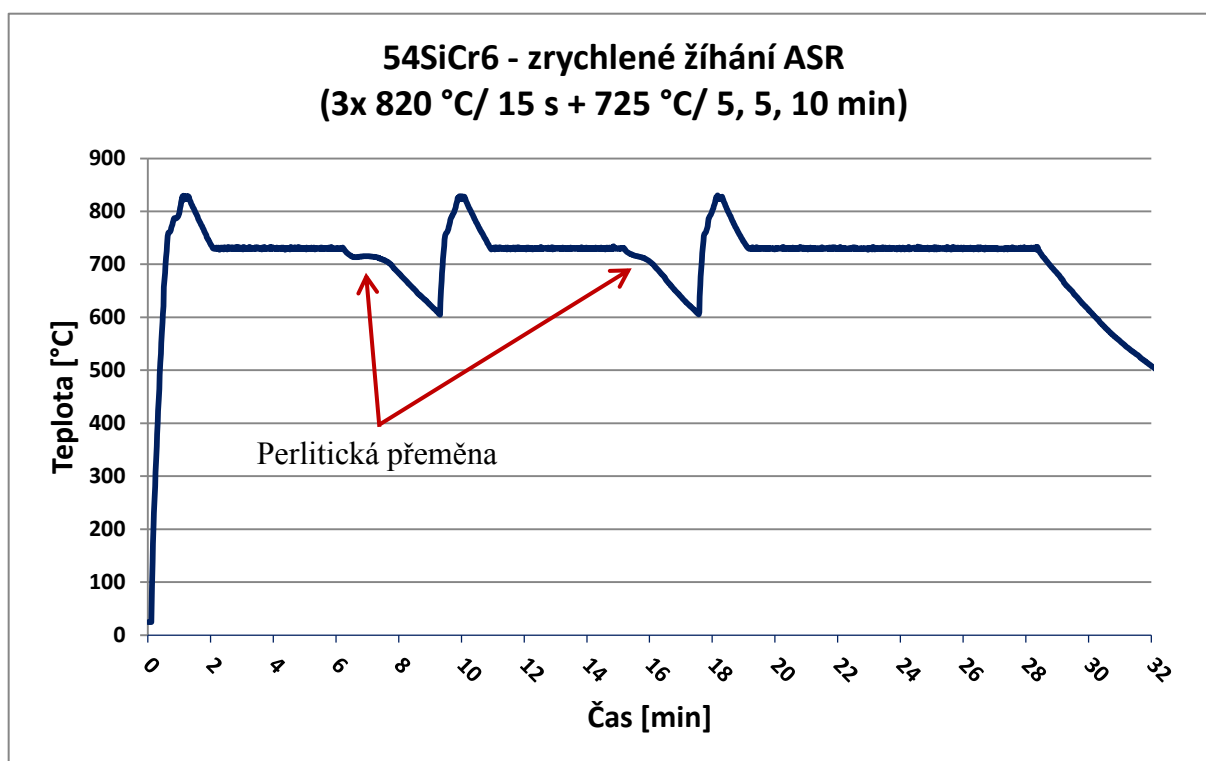
Mikrostruktura po prvním navrhnutém režimu vykazovala malý stupeň sferoidizace. Při prodlužování teplotní výdrže na maximální teplotě (pokus č. 2 a 3) docházelo k zvyšování míry sferoidizace, ale bylo pozorováno stále významné množství nerozpuštěných cementitických lamel. Pro efektivnější optimalizaci byla zvyšována teplota ohřevu (pokus č. 4 a 5). Při teplotě 800 °C bylo dosaženo více sferoidizované mikrostruktury než při režimu 3x 780 °C/ 40 s. Navíc byly pozorovány tenké lamelky cementitu. Při 820 °C bylo vytvořeno značné množství nových cementitických lamel.

Obdobně jako při žihání na měkko, nastával problém s tvorbou nových lamel. Proto pro potlačení perlitické přeměny byly do běžného postupu zařazeny izotermické prodlevy při chladnutí. Zvoleny byly 4 minutové výdrže po posledním cyklu s ohledem na to, aby na záznamu nebyl pozorován výrazný průběh přeměny. Pokus č. 6 s maximální teplotou 800 °C a 4 minutovou výdrží vykazoval velký stupeň sferoidizace a malé množství nerozpuštěných původních lamel. Při teplotě 820 °C (pokus č. 7) nebyly pozorovány původní lamely, ale výrazně vzrostlo množství nově vzniklých cementitických lamel. Při zvýšení teploty izotermické výdrže při ochlazování na 730 °C (pokus č. 8) nebyla 4 minutová výdrž dostatečná.

V dalších etapách návrhů režimů ASR byly vyzkoušeny prodlevy při ochlazování i po prvním a druhém cyklu, které měly za úkol snížit množství nově vytvořených lamel cementitu. Ze záznamu režimu s výdržemi 3x 720 °C/ 4 min (pokus č. 9) bylo patrné, že po prvním a druhém cyklu probíhá perlitická přeměna. Proto byly navrženy režimy s prodlouženými výdržemi (pokus č. 10 a 11). Výsledné struktury obsahovaly sferoidizovaný i malé množství nově vzniklého lamelárního cementitu.

Pro další snížení množství lamelární morfologie byla zvýšena teplota výdrže na 725 °C. Zároveň proběhla optimalizace výdrže na maximální teplotě. Při 10 s byly pozorovány rozdíly mezi středem a povrchem vzorku. Při 15 s byla teplota středu vzorku s jeho povrchem srovnána a rozdíl v mikrostrukturu nebyl patrný. Delší prodlevy již nebyly nutné a zapříčiňovaly jen větší austenitizaci. Výsledkem režimu 3x 820 °C/ 15 s + 3x 725 °C/ 10 min (pokusu č. 12) byla efektivní sferoidizace cementitu, malé množství (do 1%) tvořili nově vzniklé lamelky. Při zkrácení výdrže na 5, 5 a 10 minut (pokus č. 13) bylo dosaženo stejných výsledků. Při dalším zkrácení výdrží na 3x 5 minut (pokus č. 14) byl pozorován nárůst množství nových lamel.

Režim ASR pro 54SiCr6 byl zvolen následující: Ohřev 19 °C/s na teplotu 820 °C, kde proběhla teplotní výdrž 15 s, a poté volné chladnutí na vzduchu (cca 1,5 °C/s) na 725 °C, kde následovala izotermická výdrž 5 minut. Poté proběhlo dochlazení na vzduchu na teplotu 600 °C. Druhý cyklus byl stejný. Ve třetím cyklu byla výdrž při 725 °C prodloužena na 10 minut. Následovalo ochlazení na vzduchu až na okolní teplotu. Celý režim je vidět na Obr. 32.



Obr. 32 Záznam režimu ASR pro ocel 54SiCr6

Po prvním cyklu je možné pozorovat výrazný průběh perlitické přeměny, po druhém cyklu už byl průběh méně výrazný, viz Obr. 32. Při těchto izotermických výdržích probíhala sferoidizace lamelárního cementitu jen částečně. Vznikaly i nové lamely. Důležité bylo, aby po třetím cyklu proběhla sferoidizace zbylých lamel. To se projevilo v záznamu tak, že po výdrži na 725 °C nastalo plynulé ochlazování bez náznaku perlitické přeměny. Zrychlená sferoidizace ASR na materiálu 54SiCr6 trvala 32 minut (do ochlazení na 500 °C). Pak byl vzorek vyjmut z cívky.

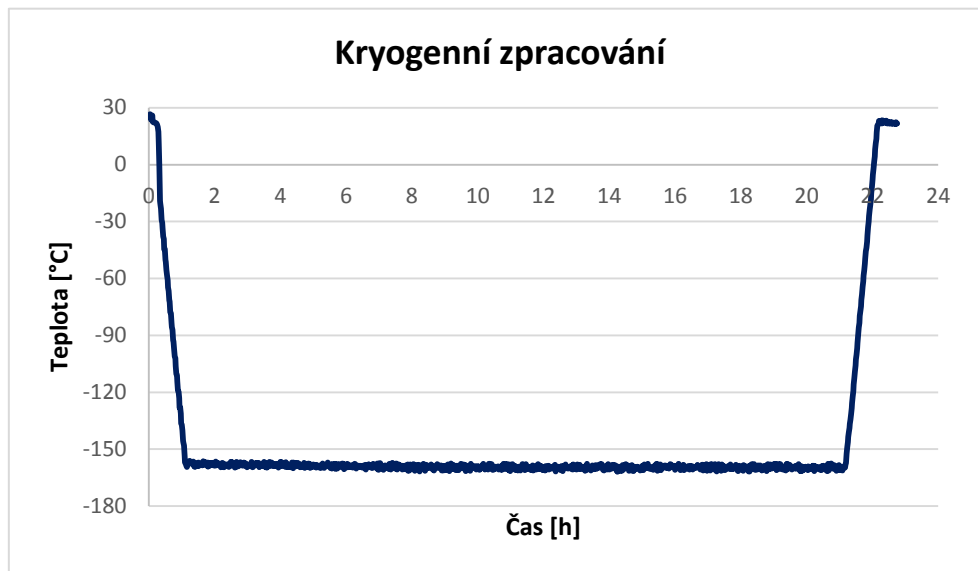
3.3.4 Kalení a popouštění

Dle materiálových listů [39] jsou běžné kalicí teploty pro materiál 54SiCr6 v rozsahu 830 až 870 °C. Jako kalicí médium je doporučen olej. Experiment byl proveden při teplotách kalení 810, 830, 850, 870 a 890 °C. Ohřev proběhl v elektrických pecích bez ochranné atmosféry. Kalení bylo provedeno do oleje. Vsázka byla zakládána na teplotu, teplotní výdrže byly 20 a 40 minut po vyrovnání teplot. Byly zpracovávány tři výchozí stavy: ZM, ASR a stav po válcování za tepla (bez sferoidizačního žíhání). Pro zajištění stejných podmínek byly různé stavy kaleny vždy spolu na přípravcích z tahokovu.

Po zakalení následovalo popouštění vždy nejdéle do dvou hodin. Dle materiálových listů jsou doporučené teploty popouštění v intervalu 380 - 500 °C. Vzorky byly popouštěny při teplotě 400 °C po dobu 2 hodin od vyrovnání teploty. Poté volně chladly na vzduchu.

3.3.5 Kryogenní zpracování

Kryogenní zpracování bylo provedeno bezprostředně po zakalení. Bylo zrealizováno v kryogenním boxu. Režim se skládal z: ochlazení na -160 °C za 1 hodinu, výdrž 20 hodin a ohřev na 20 °C za 1 hodinu, viz Obr. 33. Poté následovalo popouštění. Po zpracování byly provedeny tahové zkoušky a metalografie vybraných režimů. Pro ASR a stav po válcování za tepla byl zvolen režim kalení $830\text{ °C}/20\text{ min}$ a pro ZM kalení $870\text{ °C}/20\text{ min}$. Popouštění bylo stejné jako u předchozího zušlechťování – $400\text{ °C}/2\text{ h}$



Obr. 33 Záznam kryogenního zpracování

3.3.6 Metalografická analýza a měření tvrdosti

Příprava metalografického výbrusu

Ze zpracovaných tyčí byla jedna polovina pouze zakalena a druhá polovina zakalena a popouštěna. Z každého vzorku byly odříznuty 10 mm dlouhé válečky. Poté byly říznuty podél a zality. Vzorky po kalení byly zality za studena. Jinak by došlo k ovlivnění struktury. Výbrusy byly připraveny mechanickým broušením a leštěním. Finální leštění bylo provedeno diamantovou suspenzí o velikosti zrna $1\text{ }\mu\text{m}$.

Vyvolání mikrostruktury se docílilo pomocí 3% nitalu. Nital je roztok kyseliny dusičné v methanolu. Vyvolaná mikrostruktura byla zprvu sledována ve světelném mikroskopu Nikon eclipse MA200 a poté v skenovacím elektronovém mikroskopu JEOL JSM 63840 (Obr. 29). Pozorování mikrostruktury v elektronovém mikroskopu JEOL bylo za pomoci detektoru sekundárních elektronů. Použité urychlovací napětí bylo 20 kV. Všechny použité snímky v této diplomové práci pochází z podélného řezu.

Značení vzorků se skládalo z výchozího zpracování před kalením (ZM, ASR, VS), teploty kalení (810 až 890), doby kalení (20/ 40) a písmen K, P, KZ (K pokud byl vzorek pouze zakalen, P pokud byl vzorek zakalen a popouštěn, KZ pokud byl vzorek i kryogenně zpracován).

Příklad: ASR830/20K, ZM870/40P, VS830/20KZ.

Měření tvrdosti

Tvrdost byla měřena s maximálním zatížením 10 kN na automatickém tvrdoměru Struers DuraScan 50. Pro vypovídající hodnotu byl výsledek vypočítán z aritmetického průměru ze tří měření na jednom vzorku. Tvrdost byla měřena ve středu vzorku a vzdálenost mezi vtisky byla nejméně 2 mm.

Měření velikosti austenitického zrna

Měření velikosti původního austenitického zrna (dále PAZ) bylo zkoušeno na popuštěných vzorcích. Pro lepší kvalitu povrchu bylo, kromě běžného výbrusu, provedeno chemicko-mechanické leštění. Suspenze byla Struers OP-S. Suspenze OP-S je koloidní roztok oxidu křemičitého (SiO_2). Zrnitost těchto suspenzí se pohybuje kolem 0,05 μm .

Následně byly vzorky leptány s cílem zviditelnit hranice austenitických zrn. Principem je, že vysegregované nečistoty se snadněji naleptají. Touto nečistotou bývá nejčastěji fosfor. Vzorky byly naleptány vodním roztokem kyseliny pikrové s přídavkem smáčedla. Jako smáčedlo byl použit alkylbenzensulfonát sodný. Leptadlo se před použitím předešlo na cca 60 °C. Po naleptání byla pozorována mikrostruktura v optickém mikroskopu. Hranice austenitických zrn nebyly viditelné a při opakování leptání se vytvořila vrstva produktů reakce mezi kovovým vzorkem a leptadlem, která znemožnila další pozorování.

Před dalším leptáním proběhlo žihání za účelem zvýšení segregace fosforu na hranicích zrn. Vybrané vzorky byly vyžihány při teplotě 550 °C po dobu 24 hodin s pomalým ochlazením v peci. Při těchto teplotách by mělo docházet k vysokoteplotní popouštěcí křehkosti v důsledku zvýšené difúze fosforu a jeho segregaci na hranicích PAZ. Původní austenitická zrna se nepodařila zviditelnit ani při leptání v roztoku kyseliny pikrové s přídavkem kyseliny chlorovodíkové podle doporučení G. F. Vander Voorta [40].

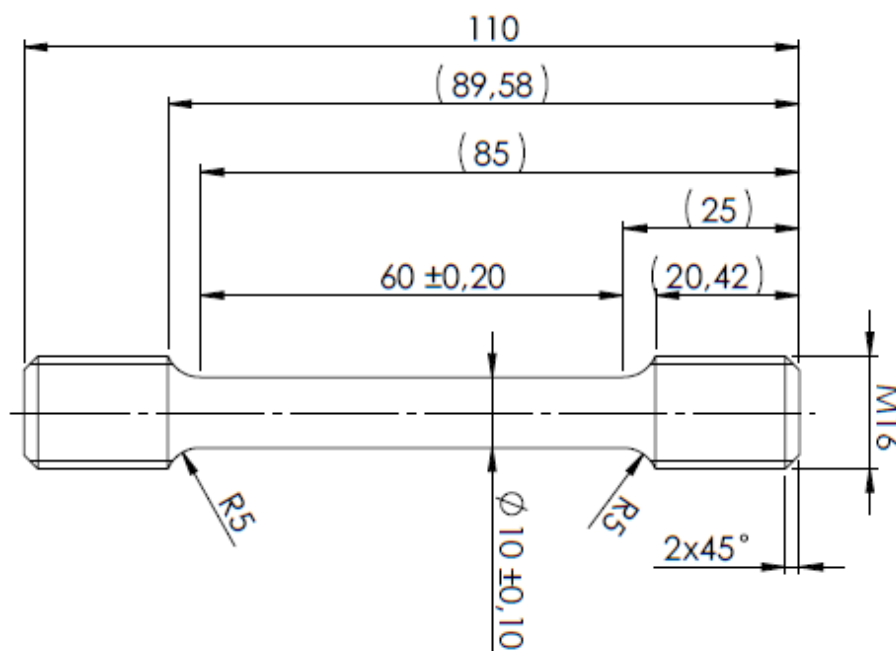
3.3.7 Měření mechanických vlastností

Zkoušky tahem

Pro zkoušky tahem byly vybrány režimy v Tab. 10. Výběr režimů vycházel z výsledků měření tvrdosti. Ze zpracovaných polotovarů byly vyrobeny vzorky pro tahovou zkoušku s tělem o $\varnothing 10 \times 60$ mm, závitem M16 a celkové délce 110 mm, viz Obr. 34. Na každý režim připadaly 3 vzorky (a, b, c). Značení vzorků zůstalo zachováno, jen se přidalo před označení písmeno T. Zkoušky tahem byly provedeny podle ČSN EN ISO 6892-1: Kovové materiály - Zkoušení tahem - Část 1: Zkušební metoda za pokojové teploty. Zkoušení bylo provedeno na servo-elektrickém zkušebním zařízení MAYES DM 100 o silové kapacitě 100 kN. Pro snímání deformace byl použit tenzometrický snímač deformace značky MTS, který byl před tahovými zkouškami kalibrován. Před zkouškou a po zkoušce byly změřeny charakteristické rozměry vzorku pro stanovení napěťových a deformačních charakteristik ($R_{p0,2}$, R_m , A_g , A_5 , a Z).

Tab. 10 Režimy zpracování pro zkoušky tahem

ASR830/20P	ZM830/20P	VS830/20P
ASR830/40P	ZM830/40P	VS830/40P
ASR870/20P	ZM870/20P	VS870/20P
ASR870/40P	ZM870/40P	VS870/40P
ASR830/20KZ	ZM870/20KZ	VS830/20KZ



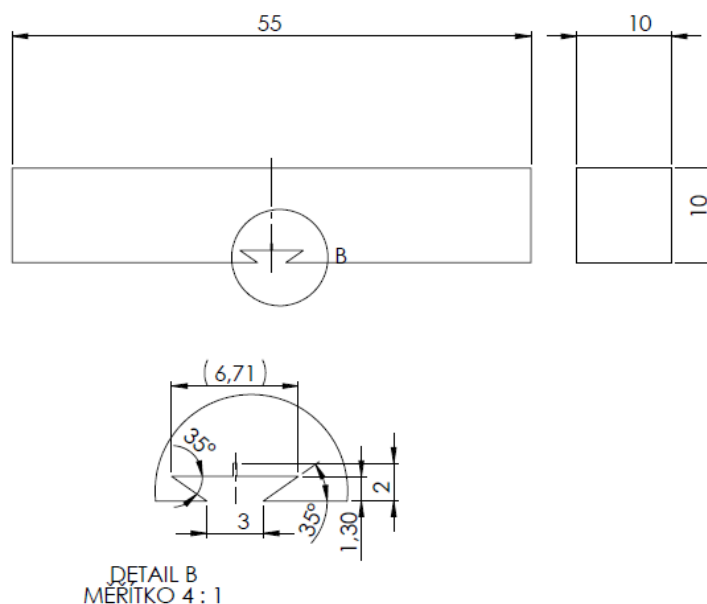
Obr. 34 Zkušební tyč pro zkoušku tahem

Zkoušky lomové houževnatosti

Zkoušky lomové houževnatosti byly provedeny podle normy ASTM E399. Byly porovnávány výsledné vlastnosti po žihání na měkko a ASR. Vybrané režimy jsou v Tab. 11. Ze zpracovaných polotovarů byly vyrobeny vzorky pro tříbodový ohyb o rozměrech 10 x 10 x 55 mm s vrubem, viz Obr. 35. Na každý režim připadaly 3 vzorky (a, b, c). Značení vzorků zůstalo zachováno, jen se přidalo před označení písmeno L.

Tab. 11 Zkoušené režimy pro stanovení lomové houževnatosti

ASR830/20P	ZM830/20P
ASR830/40P	ZM830/40P
ASR870/20P	ZM870/20P
ASR870/40P	ZM870/40P



Obr. 35 Zkušební vzorek lomové houževnatosti

Na vzorcích byla vytvořena únavová trhlina s poměrem $a/W \approx 0,5$. Výsledný faktor intenzity napětí byl $16 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$. Následně byly na vzorcích vytvořeny boční vruby o hloubce 10 % šířky tělesa, tj. $B_N = 0,2 \cdot B$ (4)

Zkoušky byly provedeny na servo-hydraulickém zkušebním stroji Instron s rychlostí 0,3 mm/min. U všech vzorků bylo zaznamenáno náhlé porušení, bez stabilního růstu trhliny. Deformace vzorku byla měřena pomocí kontaktního COD extensometru.

Lomová houževnatost byla vyhodnocena podle rovnice:

$$K_Q = \frac{P_Q \cdot S}{\sqrt{B \cdot B_N \cdot W^{3/2}}} \cdot f\left(\frac{a}{W}\right) \quad (5)$$

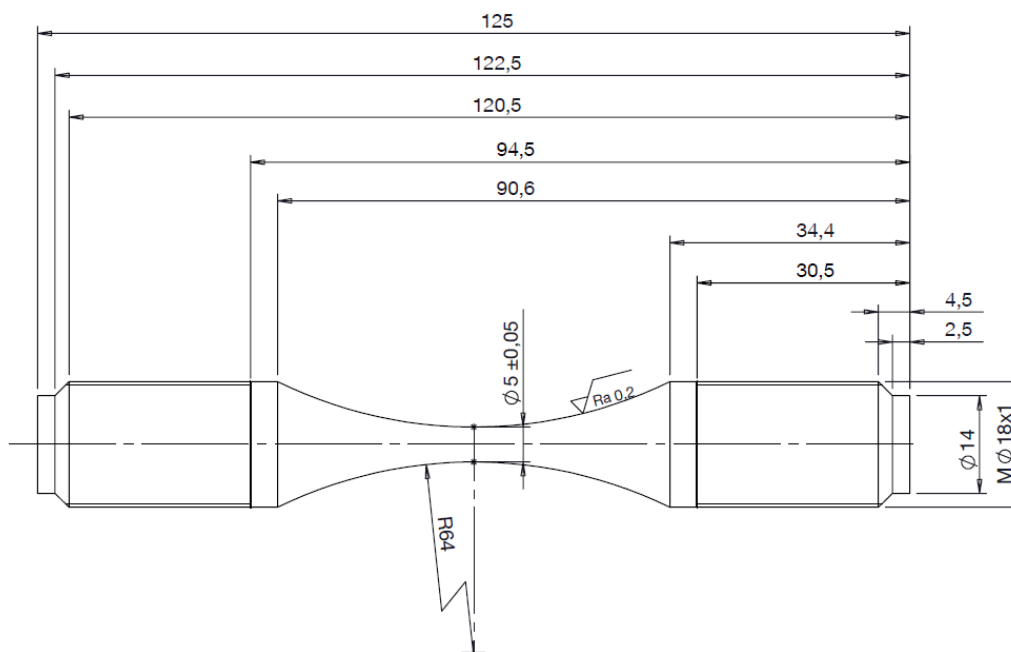
kde:

$$f\left(\frac{a}{W}\right) = 3 \cdot \sqrt{\frac{a}{W}} \cdot \frac{1,99 - \left(\frac{a}{W}\right)\left(1 - \frac{a}{W}\right) \left[2,15 - 3,93 \frac{a}{W} + 2,7 \cdot \left(\frac{a}{W}\right)^2\right]}{2 \cdot \left(1 + 2 \cdot \frac{a}{W}\right) \left(1 - \frac{a}{W}\right)} \quad (6)$$

pro: P_Q = síla [N], B = šířka vzorku [m], B_N = šířka vzorku mezi bočními vruby [m], W = výška vzorku [m], a = délka trhliny [m].

Zkoušky vysokocyklové únavy

Porovnávány byly dva nejlepší stavy po sferoidizačním žíhání. Pro žíhání na měkko byl zvolen režim ZM870/20P (kaleno z 870 °C/ 20 min a popuštěno). Pro ASR byl zvolen režim ASR830/20P (kaleno z 830 °C/ 20 min a popuštěno). Pro únavové zkoušky byly vyrobeny vzorky s průměrem těla 5 mm a radiusem 64 mm, celková délka byla 125 mm, viz Obr. 36. Pro oba režimy bylo vyrobeno 20 zkušebních těles. Pro značení bylo přidáno na začátek písmeno U a číslování 1 až 20.



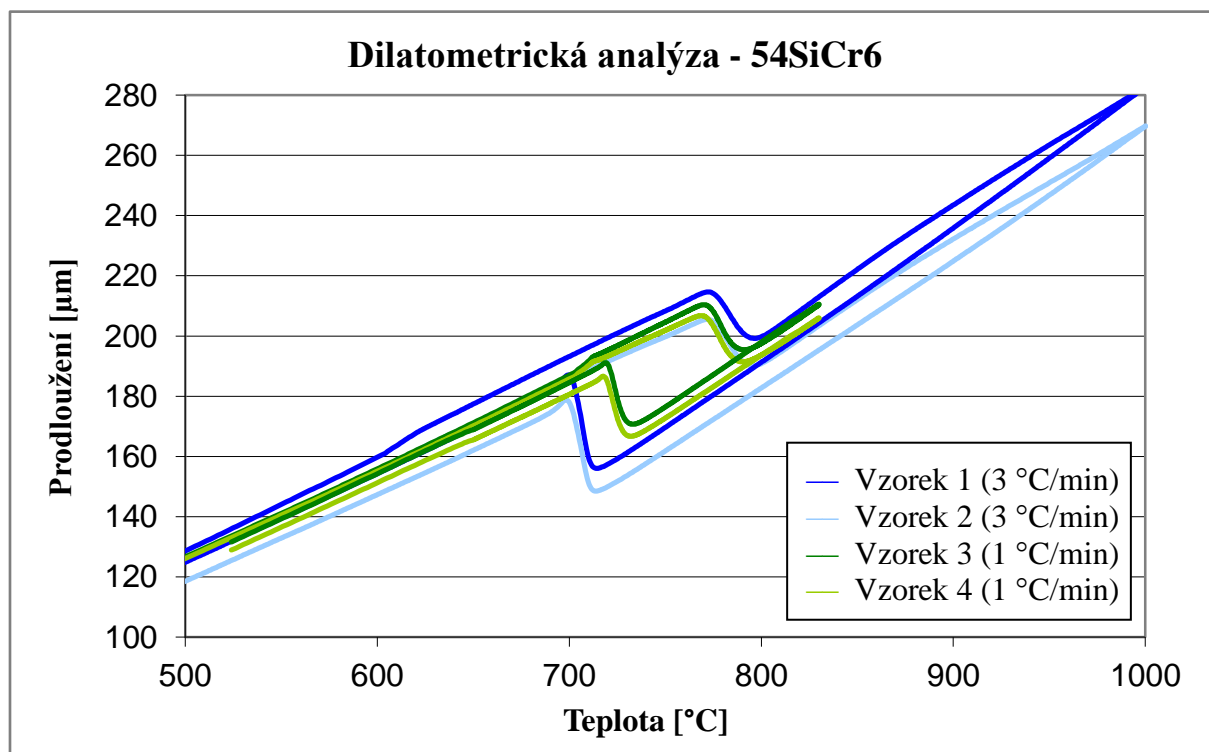
Obr. 36 Zkušební těleso pro zkoušky únavy

Zkoušky vysokocyklové únavy byly provedeny při pokojové teplotě na magnetorezonančním zkušebním stroji Vibrophore Rumul. Zkoušení bylo realizováno v režimu řízené síly. Zatížení mělo sinusový tvar a jednalo se o střídavé (symetrické) zatížení s asymetrií cyklu $R = -1$. Velikost amplitudy napětí byla udržována konstantní a byl měřen počet cyklů do lomu při dané hladině zatěžování. Hodnoty amplitudy napětí se navrhly tak, aby bylo poskytnuto dostatečné množství informací ohledně únavového chování sledovaného materiálu při daném způsobu zatěžování pro sestavení únavové křivky. Z obou sad bylo naměřeno minimálně 12 platných vzorků. Z výsledků byly stanoveny meze únavy materiálu po daných tepelných zpracování a sestaveny Wöhlerovy křivky. Vzhledem k velkému rozptylu naměřených hodnot byla mez únavy materiálu σ_c vyhodnocena jako nejvyšší hodnota, při které vzorek nepraskl ani při 10 miliónech cyklů a zároveň nepraskl ani při žádné nižší hladině zatížení.

3.4 Výsledky experimentu

3.4.1 Dilatometrie

Zvolené rychlosti ohřevu a ochlazování byly 1 a 3 °C/min. Pro vyhodnocení daných teplot byly vždy použity 2 vzorky. Dilatometrické křivky jsou na Obr. 37. Zjištěné transformační teploty jsou v Tab. 12.



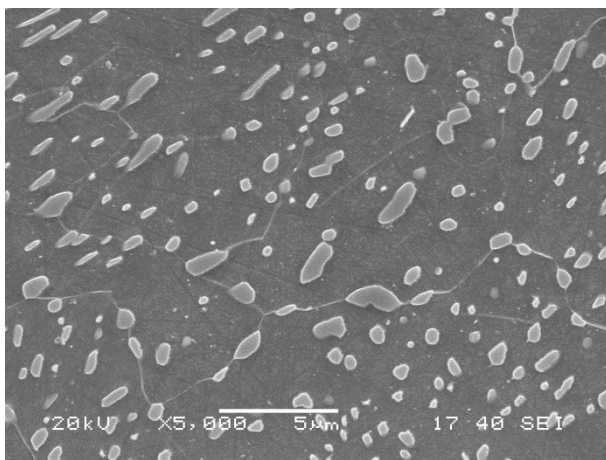
Obr. 37 Průběh dilatometrické analýzy

Tab. 12 Transformační teploty z dilatometrické analýzy

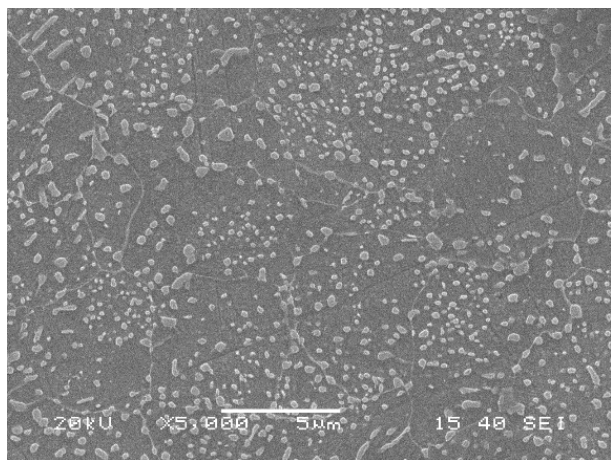
Rychlost ohřevu/ ochlazování	Transformační teploty [°C]			
	A_{c1}	A_{c3}	A_{r1}	A_{r3}
1 °C/min	$768,5 \pm 0,6$	$800,0 \pm 0,1$	$718,9 \pm 0,5$	$736,7 \pm 0,2$
3 °C/min	$771,7 \pm 0,1$	$801,4 \pm 0,2$	$699,4 \pm 0,5$	$719,3 \pm 0,1$

3.4.2 Sferoidizace karbidů

Obě struktury po žihání na měkko i po ASR obsahovaly sferoidizované částice cementitu ve feritické matici (Obr. 38 a Obr. 39). V obou případech se ve struktuře vyskytovaly ojedinělé cementitické lamely. Jejich výskyt byl náhodný a netvořily žádné souvislé kolonie. Rozdíl v mikrostrukturách spočívá ve velikosti sferoidizovaných částic a jejich rozmístění. U žihání na měkko se vytvořily větší částice, naopak v případě ASR je cementit rozdělen do menších sferoidizovaných částic, které jsou hustěji rozmístěny ve feritické matici. Po ASR bylo dosaženo vyšší tvrdosti než po žihání na měkko. Tvrdost zrychleně vyžíhané struktury (po ASR) byla 224 ± 5 HV10, po dlouhodobém žihání (ZM) byla 207 ± 1 HV10. Obě sferoidizační zpracování splňují technické dodací podmínky oceli 54SiCr6 pro žihání na globulární cementit.



Obr. 38 Žihání na měkko 770 °C / 5 h,
ochlazování 5 °C/h, 207 HV10



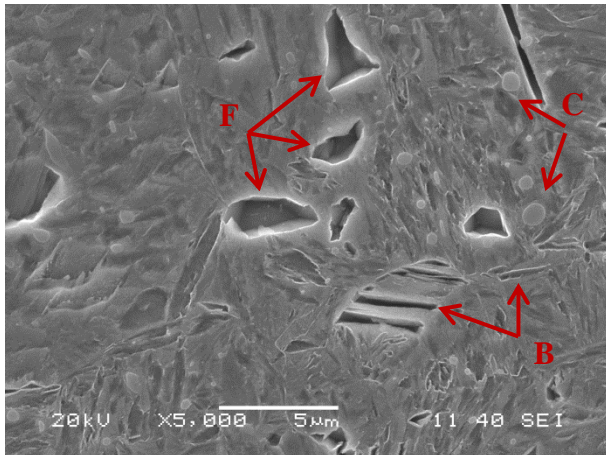
Obr. 39 Zrychlené žihání ASR
3x820°C/15s + 725°C/5,5,10 min, 224 HV10

3.4.3 Kalení a popouštění

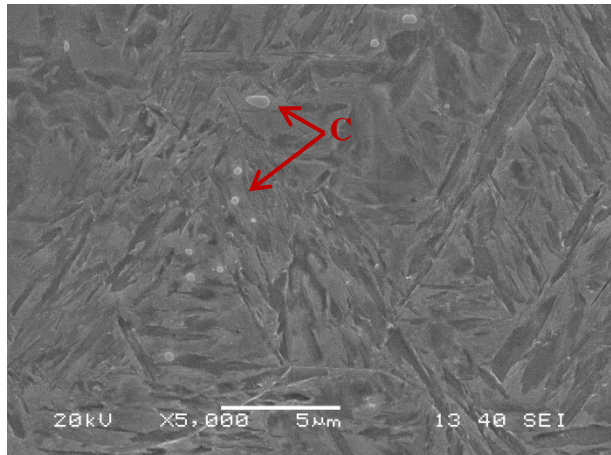
Kalení proběhlo z teplot 810, 830, 850, 870 a 890 °C a doba austenitizace byla 20 a 40 minut po vyrovnání teploty. Výchozí stavy před kalením byly po žihání na měkko (ZM), ASR a po válcování za tepla (VS = lamelární perlitická struktura). Cílem kalení bylo dosáhnout plně martenzitické struktury. Avšak ve všech případech kalení i po prodloužení výdrže se ojediněle objevovaly v mikrostruktuře izolované bainitické útvary (zachyceno na Obr. 40 a Obr. 42). Dle vizuálních odhadů méně než 1 % objemu. Pro získání pouze martenzitické struktury by bylo potřeba zrychlit ochlazování a kalit např. do vody.

Po kalení vzorků žíhaných na měkko z teplot 810, 830 a 850 °C/ 20 min bylo možné pozorovat kromě martenzitu a nerozpuštěného cementitu i neaustenitizovaná feritická zrna, viz Obr. 40. Se zvyšující se teplotou jejich množství ubývalo. V případě kalení z teploty 850 °C/ 20 min byla feritická zrna nalezena jen v malém množství. Při vyšších teplotách byla matrice pouze martenzitická. Množství nerozpuštěného cementitu také s rostoucí teplotou a prodloužením výdrže ubývalo (Obr. 41). Nerozpuštěné globulární útvary cementitu byly však pozorovány i při teplotě kalení 890 °C. Maximální velikost nerozpuštěných karbidů po žihání na měkko byla cca 1000 nm. Tyto velké nerozpuštěné karbidy bylo možné pozorovat i při vyšších teplotách kalení. Rozpuštění podléhaly rychleji ty menší z nich.

Delší výdrž podpořila i větší rozpouštění cementitu, ale přesto byly nerozpuštěné cementitické částice pozorovány při teplotě kalení 890 °C.



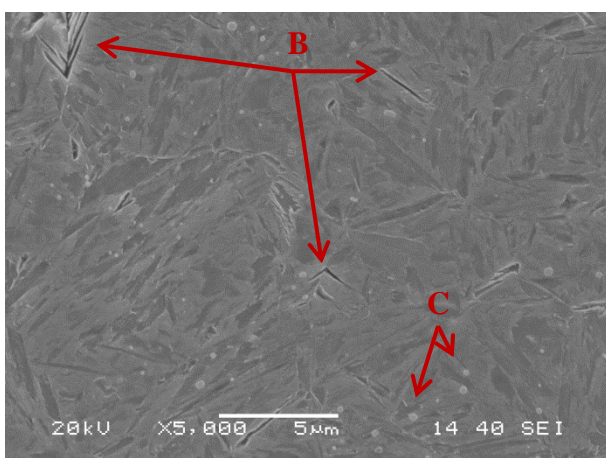
Obr. 40 Vzorek ZM830/20K, 667 HV10
(B – bainit, F – ferit, C – nerozpuštěný cementit)



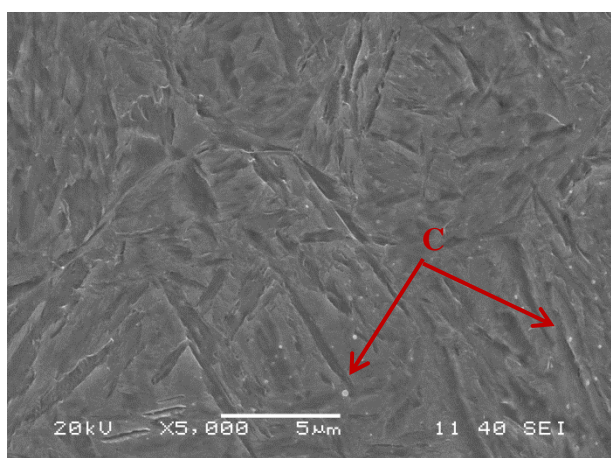
Obr. 41 Vzorek ZM870/40K, 731 HV10
(C – nerozpuštěný cementit)

Po kalení vzorků po ASR byl pozorován ferit jen při kalicí teplotě 810 °C v případě obou výdrží 20 a 40 min. Při 830 °C/ 20 min se mikrostruktura skládala jen z nerozpuštěných karbidů v martenzitické matrici (Obr. 42). Jemnější sferoidizované karbidy podléhaly rozpouštění mnohem rychleji. Velikost největších nerozpuštěných karbidů po ASR byla 300 nm. Při kalicí teplotě 870 °C/ 20 min se nerozpuštěné karbidy objevovaly ojediněle a při 890 °C/ 20 min byl již všechn cementit rozpuštěn. Při delších 40 minutových výdržích byl všechn cementit rozpuštěn již při kalicí teplotě 870 °C.

Kalení stavu po válcování za tepla mělo obdobný průběh. Perlitická struktura prokázala ještě rychlejší austenitizaci než struktura po ASR. Zbytek feritických zrn bylo možné pozorovat jen z kalicí teploty 810 °C. Při výdrži 20 minut bylo množství feritu asi poloviční ve srovnání s kalením stejného režimu po ASR. A po výdrži 40 minut nebyl ve struktuře téměř žádný ferit. Maximální velikost nerozpuštěných karbidů v martenzitické matrici byla 200 nm. I když austenitizace stavu po válcování za tepla probíhala rychleji než po ASR, trend byl stejný, viz Tab. 13.



Obr. 42 Vzorek ASR830/20K, 756 HV10
(B – bainit, C – nerozpuštěný cementit)



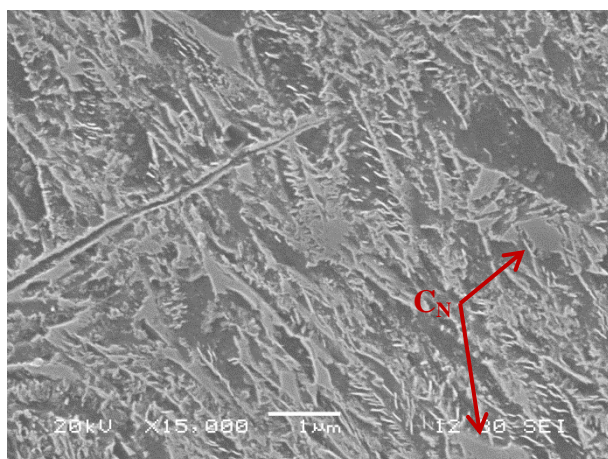
Obr. 43 Vzorek VS830/20K, 753 HV10
(C – nerozpuštěný cementit)

Tab. 13 Postup austenitizace (Přehled nejvyšších kalicích teplot, při kterých je ještě možné nalézt ve struktuře oceli 54SiCr6 danou fázi)

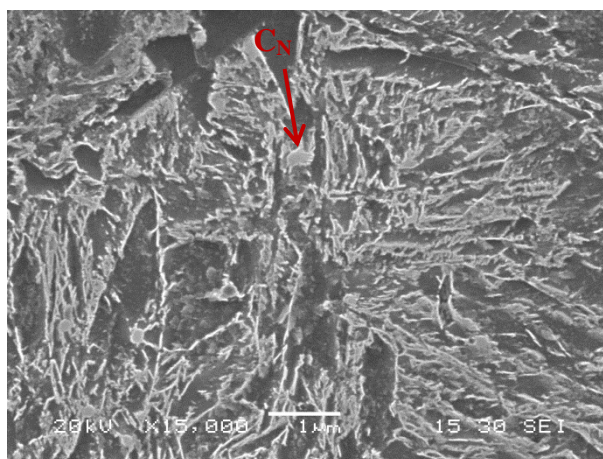
	Stav před kalením					
	Žiháno na měkko (ZM)		Zrychlené žihání (ASR)		Po válcování za tepla (VS)	
Doba výdrže [min]	20	40	20	40	20	40
Ferit	850 °C	830 °C	810 °C	810 °C	810 °C	810 °C
Nerozpuštěný cementit	890 °C	890 °C	870 °C	850 °C	870 °C	850 °C

Při srovnání martenzitické matrice po žihání na měkko, ASR a stavu po válcování za tepla nebyly pozorovány rozdíly (Obr. 41, Obr. 42 a Obr. 43).

Při popouštění vyprecipitovaly karbidy uvnitř i po hranicích martenzitických desek. Na Obr. 44 je zušlechtný materiál po žihání na měkko (870 °C/ 40 min) a na Obr. 45 po válcování za tepla (830 °C/ 20 min). V obou mikrostrukturách lze pozorovat i nerozpuštěné částice cementitu. Kromě velikosti nerozpuštěného cementitu nebyl v popouštěných mikrostrukturách shledán rozdíl, ani při srovnání se stavem po ASR.



Obr. 44 Vzorek ZM870/40P, 550 HV10
(C_N – nerozpuštěný cementit)



Obr. 45 Vzorek VS830/20P, 553 HV10
(C_N – nerozpuštěný cementit)

Při porovnání mikrostruktur různých stavů je patrné, že největší nerozpuštěné karbidy byly po žihání na měkko. Naopak po válcování za tepla během austenitizace téměř žádný cementit nezůstává. Rychlost rozpouštění karbidů po ASR je jen o málo nižší než u perliticko-feritické struktury po válcování za tepla. Úplná austenitizace feritu byla nejpomalejší u struktury po žihání na měkko. Cementit byl sferoidizován do velkých globulí a tím byla velká oblast kolem ochuzena o uhlík. Právě pomalejší rozpouštění velkých částic a difúze uhlíku do větších vzdáleností zvyšuje nároky na austenitizaci před kalením.

Tvrdot

Měření tvrdosti proběhlo na každém vzorku uprostřed v podélném řezu. Výsledné hodnoty tvrdosti jsou aritmetickým průměrem ze tří měření. Výsledné tvrdosti při 20 minutové výdrží na kalicí teplotě jsou v Tab. 14, pro 40 minutovou výdrž jsou v Tab. 15. Pro přehledné porovnání hodnot byly vytvořeny grafy tvrdosti se závislostí na kalicí teplotě, viz Obr. 46 a Obr. 47.

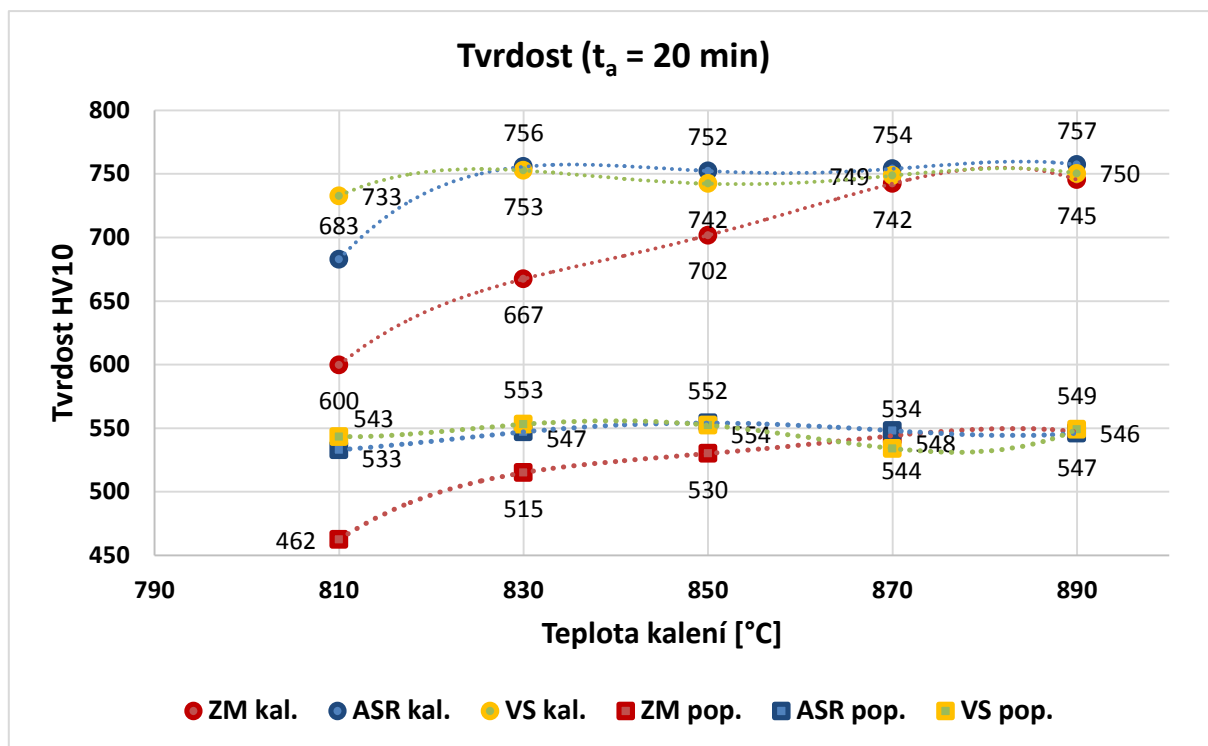
Tab. 14 Tvrdot po 20 minutové austenitizaci

Kalicí teplota [°C]	Tvrdot HV10					
	Po kalení			Po popouštění		
	ZM	ASR	V	ZM	ASR	V
810	600 ± 11	683 ± 2	733 ± 2	462 ± 2	533 ± 1	543 ± 6
830	667 ± 7	756 ± 4	753 ± 2	515 ± 3	547 ± 2	553 ± 2
850	702 ± 11	752 ± 5	742 ± 6	530 ± 4	554 ± 1	552 ± 2
870	742 ± 4	754 ± 6	749 ± 9	544 ± 2	548 ± 6	534 ± 7
890	745 ± 4	757 ± 4	750 ± 7	547 ± 4	546 ± 4	549 ± 1

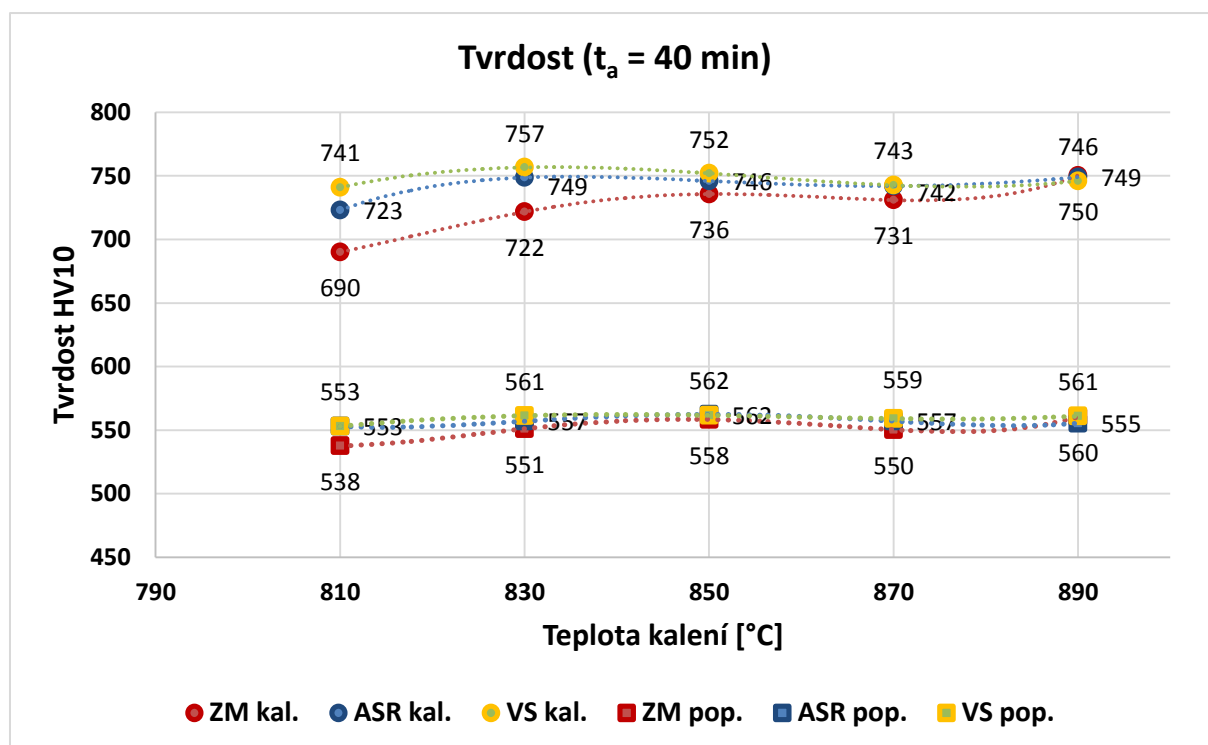
Tab. 15 Tvrdot po 40 minutové austenitizaci

Kalicí teplota [°C]	Tvrdot HV10					
	Po kalení			Po popouštění		
	ZM	ASR	V	ZM	ASR	V
810	690 ± 1	723 ± 4	741 ± 4	538 ± 2	553 ± 6	553 ± 5
830	722 ± 4	749 ± 5	757 ± 2	551 ± 6	557 ± 4	561 ± 3
850	736 ± 8	746 ± 4	752 ± 5	558 ± 6	562 ± 5	562 ± 3
870	731 ± 4	742 ± 2	743 ± 2	550 ± 2	557 ± 4	559 ± 1
890	750 ± 4	749 ± 9	746 ± 1	560 ± 4	555 ± 8	561 ± 1

Průběh tvrdosti kopíruje stav mikrostruktury. Při nedostatečné austenitizaci (obsah feritu v mikrostruktuře) jednotlivých stavů je vidět pokles hodnot tvrdostí. Stavy po válcování za tepla a po ASR byly zakaleny již při kalicích teplotách 830 °C, po žhání na měkko to bylo až při 870 - 890 °C. Rozpouštění zbylého cementitu nepřispívá k výraznému nárůstu celkové tvrdosti. Po zaustenitizování feritu se tvrdost jeví jako téměř konstantní. Maximální dosažené tvrdosti jsou pro všechny výchozí stavy stejné. Při vhodném zakalení se pohybuje tvrdost kolem 750 HV10 a po popouštění v rozsahu 550 až 560 HV10.



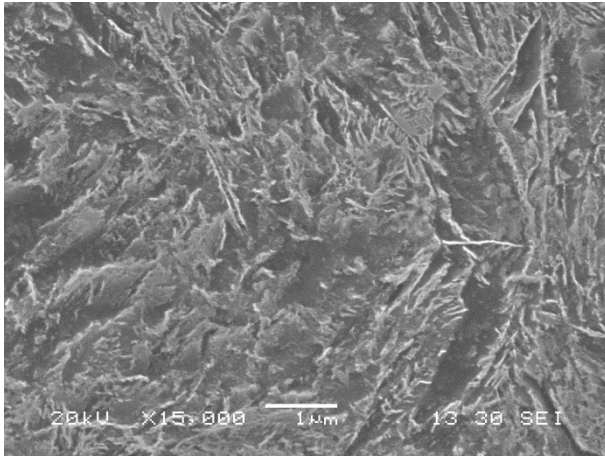
Obr. 46 Tvrdość kalených a popuštěných stavů při $t_a = 20 \text{ min}$



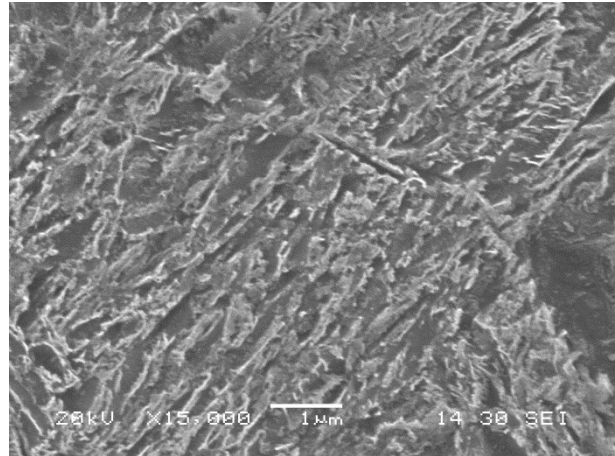
Obr. 47 Tvrdość kalených a popuštěných stavů při $t_a = 40 \text{ min}$

3.4.4 Kryogenní zpracování

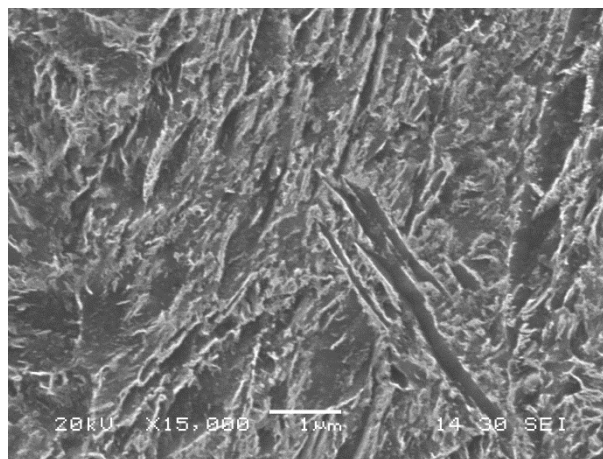
Metalografická analýza byla provedena i na kryogenně zpracovávaných vzorcích. Materiál po válcování za tepla a ASR byl kalen při 830 °C/ 20 min do oleje, následně proběhlo zmrazování na -160 °C/ 20 h a poté popouštění 450 °C/ 2 h. Po žihání na měkko proběhlo kalení při 870 °C/ 20 min, jinak byl postup tepelného zpracování stejný.



Obr. 48 Vzorek ZM870/20KZ, 566 HV10



Obr. 49 Vzorek ASR830/20KZ, 567 HV10



Obr. 50 Vzorek VS830/20KZ, 575 HV10

Všechny tři vzorky byly tvořeny popuštěným martenzitem s malým množstvím nerozpuštěného cementitu (Obr. 48 až Obr. 50). Na řádkovacím elektronovém mikroskopu nebylo možné vysledovat odlišnosti od předchozích popuštěných mikrostruktur bez kryogenního zpracování.

Naměřené hodnoty tvrdosti však vykazovaly nárůst, viz Tab. 17. Tvrdost stoupla o cca 20 HV10 v popuštěných stavech. Tvrdost pouze po kalení a KZ nebyla měřena. Nejvyšší tvrdosti bylo docíleno po kalení výchozího stavu po válcování za tepla (perliticko-feritické struktury) a to 575 ± 3 HV10.

Tab. 16 Tvrdost po kryogenním zpracování

Výchozí stav před kalením	Režim tepelného zpracování			Tvrdost HV10	Tvrdost HV10 bez KZ
	Kalení	KZ	Popouštění		
ZM	870 °C/ 20 min	-160 °C/ 20 h	400 °C/ 2 h	566 ± 2	544 ± 2
ASR	830 °C/ 20 min			567 ± 4	547 ± 2
VS	830 °C/ 20 min			575 ± 3	553 ± 2

3.4.5 Mechanické vlastnosti

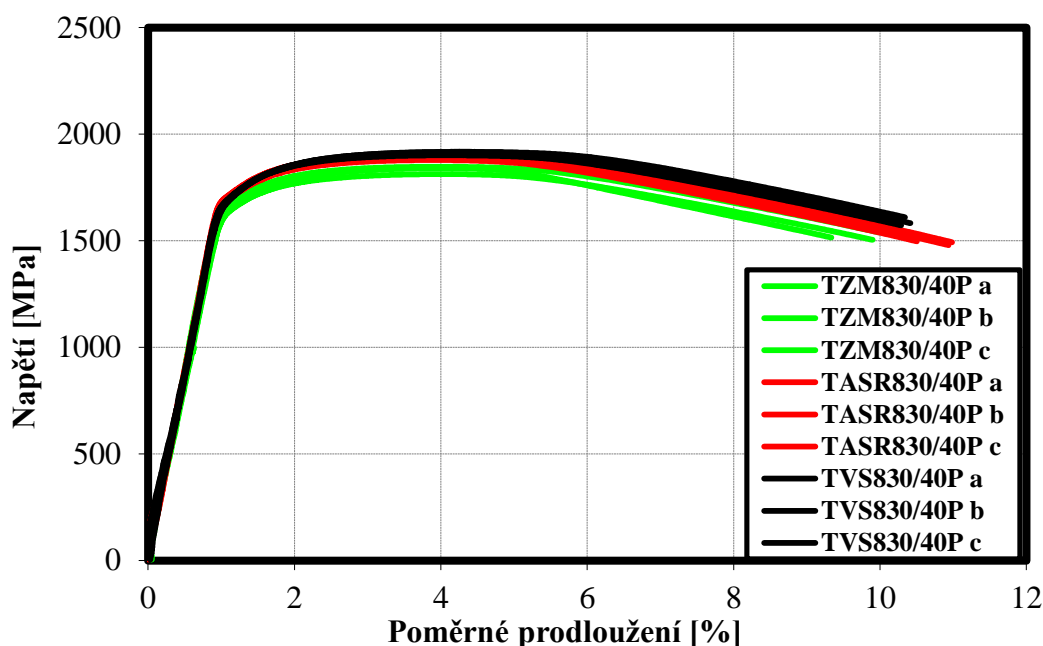
Zkoušky tahem

Tahové zkoušky probíhaly při pokojové teplotě. Zkoušeny byly popuštěné stavy materiálu. Každým vybraným režimem byly zpracovány tři zkušební vzorky a výsledné hodnoty jsou jejich aritmetickým průměrem, viz Tab. 17. Vybrány byly režimy s teplotou kalení 830 a 870 °C. Tučně zvýrazněné režimy v tabulce byly navíc provedeny s kryogenním zpracováním. Výsledky těchto tahových zkoušek jsou v Tab. 18. Průběhy všech zkoušek tahem byly obdobné. Mez kluzu byla stanovena smluvně jako $R_{p0,2}$. Ukázka naměřených smluvních tahových diagramů je na Obr. 51, zobrazeny jsou průběhy zkušebních vzorků s režimem 830 °C/ 40 min pro všechny výchozí stavy materiálu.

Tab. 17 Výsledné hodnoty tahových zkoušek

Režim tepelného zpracování	$R_{p0,2}$	R_m	A_g	A_5	Z
	[MPa]	[MPa]	[%]	[%]	[%]
ZM 830 °C/ 20 min	1592 ± 4	1766 ± 5	3,1 ± 0,1	8,1 ± 1,0	15,3 ± 2,5
ZM 830 °C/ 40 min	1661 ± 15	1834 ± 15	3,0 ± 0,1	8,2 ± 0,5	17,3 ± 0,3
ZM 870 °C/ 20 min	1635 ± 7	1834 ± 12	3,4 ± 0,1	8,9 ± 0,2	16,5 ± 0,5
ZM 870 °C/ 40 min	1684 ± 5	1882 ± 3	3,3 ± 0,1	9,2 ± 0,1	18,0 ± 0,5
ASR 830 °C/ 20 min	1701 ± 17	1877 ± 16	3,1 ± 0,1	8,1 ± 0,9	16,4 ± 2,7
ASR 830 °C/ 40 min	1725 ± 6	1891 ± 10	2,8 ± 0,1	9,0 ± 0,4	20,4 ± 0,4
ASR 870 °C/ 20 min	1694 ± 22	1875 ± 13	3,1 ± 0,1	9,7 ± 0,2	22,0 ± 0,5
ASR 870 °C/ 40 min	1700 ± 5	1890 ± 6	3,1 ± 0,1	9,6 ± 0,4	20,8 ± 0,3
VS 830 °C/ 20 min	1719 ± 3	1908 ± 7	3,1 ± 0,1	8,9 ± 0,3	17,5 ± 1,1
VS 830 °C/ 40 min	1721 ± 3	1912 ± 7	3,1 ± 0,1	8,8 ± 0,1	16,9 ± 0,8
VS 870 °C/ 20 min	1666 ± 9	1867 ± 6	3,2 ± 0,2	8,6 ± 0,8	15,9 ± 0,4
VS 870 °C/ 40 min	1680 ± 10	1886 ± 3	3,2 ± 0,1	8,0 ± 0,3	15,8 ± 0,7

Po žihání na měkko nebyly naměřeny nejlepší výsledky a to kvůli příliš nízké austenitizaci při teplotě kalení 830 °C. Při kalení z 870 °C/ 20 min je v mikrostruktuře stále velký podíl nerozpuštěného cementitu a to se projevilo na mechanických vlastnostech. Při delší austenitizaci (870 °C/ 40 min) bylo rozpuštěno více cementitu a proto bylo dosaženo meze pevnosti 1882 MPa a kluzu 1684 MPa.



Obr. 51 Průběh zkoušek tahem pro všechny tři výchozí stavy, režim 830 °C/ 40 min + popuštěno 400 °C/ 2 h

Volba režimů na mechanické vlastnosti po ASR neměla tak výrazný vliv jako po žíhání na měkko nebo po válcování za tepla. Ze zvolených režimů vychází nejlépe režim 830 °C/ 40 min, kdy byla naměřena mez kluzu 1725 MPa. Po ASR bylo dosahováno většího prodloužení a jako jediný stav překračoval hodnoty kontrakce přes 20 %. Jen při 830 °C/ 20 min je kontrakce 16,4 %. Nejvyšších pevnostních charakteristik však dosáhlo zušlechtění ihned po válcování za tepla. Při teplotách kalení 830 °C (20 i 40 minut) dosahuje mez pevnosti cca 1910 MPa a mez kluzu cca 1720 MPa. Tažnost ve srovnání se stejnými režimy po ASR je stejná, avšak kontrakce se pohybuje jen kolem 17 %. Při vyšší teplotě kalení 870 °C došlo k mírnému poklesu hodnot. Poměr $R_{p0,2}$ a R_m byl u všech režimů přibližně $0,90 \pm 0,01$.

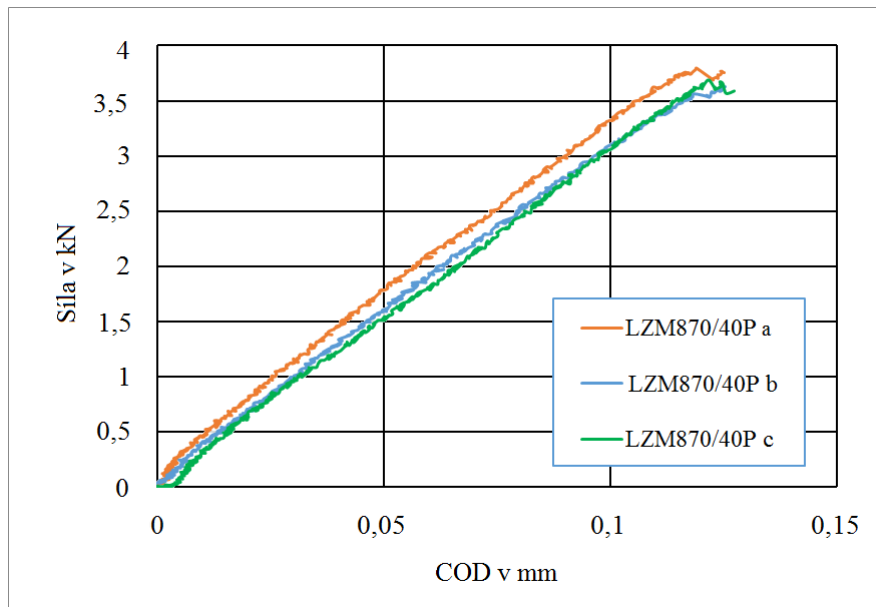
Tab. 18 Výsledné hodnoty tahových zkoušek po kryogenním zpracování

Režim tepelného zpracování	$R_{p0,2}$	R_m	A_g	A_5	Z
	[MPa]	[MPa]	[%]	[%]	[%]
ZM 870 °C/ 20 min + Kryo	1764 ± 23	1943 ± 19	2,6 ± 0,1	8,0 ± 0,1	30,5 ± 0,6
ASR 830 °C/ 20 min + Kryo	1786 ± 10	1957 ± 9	2,5 ± 0,1	8,4 ± 0,1	35,8 ± 0,6
VS 830 °C/ 20 min + Kryo	1771 ± 11	1951 ± 12	2,4 ± 0,1	7,0 ± 1,1	28,0 ± 3,7

Po kryogenním zpracování bylo získáno vyšší meze pevnosti a kluzu. Nárůst na mezi kluzu by u ZM cca 129 MPa, u ASR cca 85 MPa a u VS cca 52 MPa. Tím se částečně vykompenzovaly rozdíly v pevnostních charakteristikách (Tab. 18). Mez pevnosti a kluzu po ASR byly nepatrně vyšší. Odlišné vlastnosti výchozích stavů zůstaly zachovány v tažnosti a kontrakci. Kontrakce po žíhání na měkko a válcování za tepla jsou vyrovnané. Po ASR je vidět mírný nárůst, o cca 6 % vyšší. Ve srovnání k původním režimům bez kryogenního zpracování se kontrakce přibližně zdvojnásobila. U tažnosti je pozorován opačný trend, po kryogenním zpracování došlo k mírnému snížení.

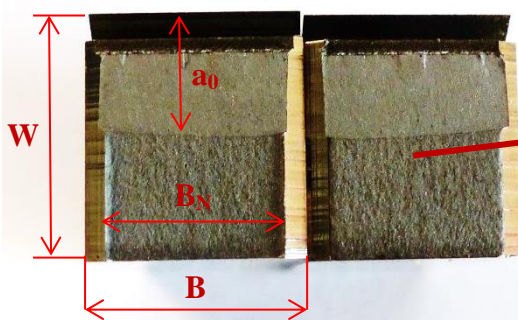
Zkoušky lomové houževnatosti

Zkoušky lomové houževnatosti probíhaly při pokojové teplotě. Zkoušeny byly zušlechtěné stavy materiálu po žihání na měkko a ASR. Každým vybraným režimem byly zpracovány tři zkušební vzorky. U všech vzorků bylo zaznamenáno náhlé porušení, bez stabilního růstu trhliny. Ukázka průběhu síly je na Obr. 52.

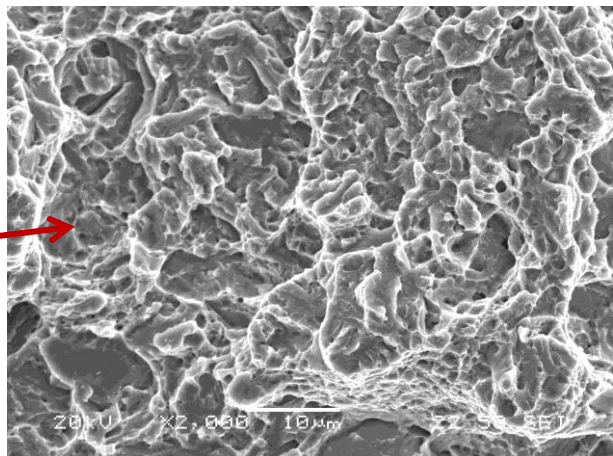


Obr. 52 Záznam síly na posunutí u vzorků s režimem ZM870/40P

Všechny lomy byly křehké. Lomová plocha vzorku LASR870/20P je na Obr. 53, kde je možné rozlišit počáteční únavovou trhlinu a_0 a křehkou oblast šíření trhliny. U všech vzorků vykazovala konečná lomová plocha identické délky (Obr. 54).



Obr. 53 Lomová plocha vzorku LASR870/20P c



Obr. 54 Vzorek LASR870/20P c

Výsledkem zkoušek bylo z naměřených hodnot stanovení limitní hodnoty lomové houževnatosti K_{IC} . Vyhodnocení je v Tab. 19. Výsledné zprůměrované hodnoty lomové houževnatosti K_{IC} jsou v následující Tab. 20.

Tab. 19 Vyhodnocení lomové houževnatosti

Vzorek	W [mm]	B [mm]	B _n [mm]	a ₀ [mm]	F _m [kN]	K _{IC} [MPa.m ^{1/2}]
LZM830/20P a	10,00	10,02	8,00	5,75	2,66	40,85
LZM830/20P b	10,01	10,01	8,02	5,82	3,28	51,49
LZM830/20P c	10,00	10,00	7,98	5,85	2,66	42,46
LZM830/40P a	10,02	10,00	7,99	5,36	3,24	43,17
LZM830/40P b	10,01	10,00	8,02	5,43	3,13	42,70
LZM830/40P c	10,02	10,01	7,98	5,18	3,50	43,97
LZM870/20P a	10,03	10,00	7,98	5,21	3,43	43,37
LZM870/20P b	10,03	10,01	8,04	5,38	3,28	43,72
LZM870/20P c	10,02	10,00	8,00	5,70	2,83	42,33
LZM870/40P a	10,01	10,01	8,11	5,53	3,29	46,20
LZM870/40P b	10,01	10,01	8,09	5,44	3,33	45,51
LZM870/40P c	10,00	10,05	8,11	5,36	3,36	44,63
LASR830/20P a	10,04	10,00	7,99	5,19	3,76	47,05
LASR830/20P b	10,02	10,01	8,00	5,03	3,29	39,33
LASR830/20P c	10,04	9,99	7,96	5,73	2,95	44,41
LASR830/40P a	10,02	10,01	8,00	4,82	4,26	47,64
LASR830/40P b	10,02	10,00	7,98	6,17	3,71	66,51
LASR830/40P c	10,01	9,99	7,98	5,08	2,62	31,95
LASR870/20P a	10,00	10,00	7,98	6,24	2,80	51,97
LASR870/20P b	10,01	10,01	8,00	3,76	5,97	49,43
LASR870/20P c	10,01	10,00	7,99	4,98	5,33	62,86
LASR870/40P a	10,01	10,00	8,02	5,48	3,80	52,79
LASR870/40P b	10,01	10,00	8,04	5,53	3,63	51,21
LASR870/40P c	10,01	10,01	7,99	5,53	3,69	52,16

Kde	W	Výška vzorku
	B	Šířka vzorku
	B _n	Šířka vzorku mezi bočními vruby
	a ₀	Délka trhliny
	F _m	Maximální dosažená síla
	K _{IC}	Výsledná hodnota lomové houževnatosti

Tab. 20 Výsledné hodnoty lomové houževnatosti

Lomová houževnatost K_{IC}		
Kalení	ZM	ASR
830 °C/ 20 min	44,9 ± 4,7	43,6 ± 3,2
830 °C/ 40 min	43,3 ± 0,5	48,7 ± 14,3
870 °C/ 20 min	43,1 ± 0,6	54,8 ± 5,8
870 °C/ 40 min	45,4 ± 0,6	52,1 ± 0,7

Výsledné hodnoty lomové houževnatosti po žíhání na měkko jsou obdobné pro všechny zkoušené režimy. Stejně K_{IC} má i ASR při režimu 830 °C/ 20 min. Při prodloužení doby austenitizace a zvýšení kalicí teploty byl naměřen nárůst lomové houževnatosti. U režimu ASR 830 °C/ 40 min došlo k velkému rozptylu hodnot, kdy nejmenší a největší hodnota K_{IC} byla 31,95 a 66,51 MPa.m^{1/2}. Nejlepším zpracováním vyplývající ze zkoušek lomové houževnatosti je po ASR 870 °C/ 20 minut, kdy bylo dosaženo lomové houževnatosti K_{IC} 54,8 MPa.m^{1/2}. Na druhou stranu výsledné hodnoty se od sebe výrazně neliší a všechna porušení byla křehká bez viditelných rozdílů.

Zkoušky únavy

Režimy ZM 870 °C/ 20 min (ZM870/20P) a ASR 830 °C/ 20 min (ASR830/20P) byly porovnávány pomocí únavových zkoušek. Pro každý vybraný režim byly k dispozici 20 zpracovaných zkušebních vzorků. Cílem bylo vyhodnotit chování takto zpracovaných materiálů za dynamického namáhání a posoudit zda mohou být daná tepelná zpracování zaměnitelná. Zatěžování bylo střídavé s asymetrií cyklu $R = -1$ ($\sigma_{stř} = 0$ MPa). Pro porovnání byly sestaveny Wöhlerovy křivky (Obr. 55) a stanovena mez únavy. Vyhodnocená data potřebná k sestavení Wöhlerovy křivky jsou v Tab. 21 a Tab. 22.

Tab. 21 Vyhodnocení zkoušek únavy pro materiál po ASR

Vzorek	D_0 [mm]	σ_a [MPa]	Počet cyklů	Lom
UASR830/20P 1	4,99	800	171 769	ano
UASR830/20P 2	5,00	770	420 485	ano
UASR830/20P 3	4,99	740	331 617	ano
UASR830/20P 4	4,99	700	290 390	ano
UASR830/20P 15	5,00	740	127 086	ano
UASR830/20P 11	5,00	740	776 862	ano
UASR830/20P 12	5,00	685	3 395 188	ano
UASR830/20P 13	5,00	670	1 488 609	ano
UASR830/20P 14	5,00	655	1 285 261	ano
UASR830/20P 5	5,00	655	10 000 000	ne
UASR830/20P 6	5,00	670	10 000 000	ne
UASR830/20P 7	4,99	685	10 000 000	ne
UASR830/20P 8	5,00	685	10 000 000	ne
UASR830/20P 9	5,00	700	10 000 000	ne

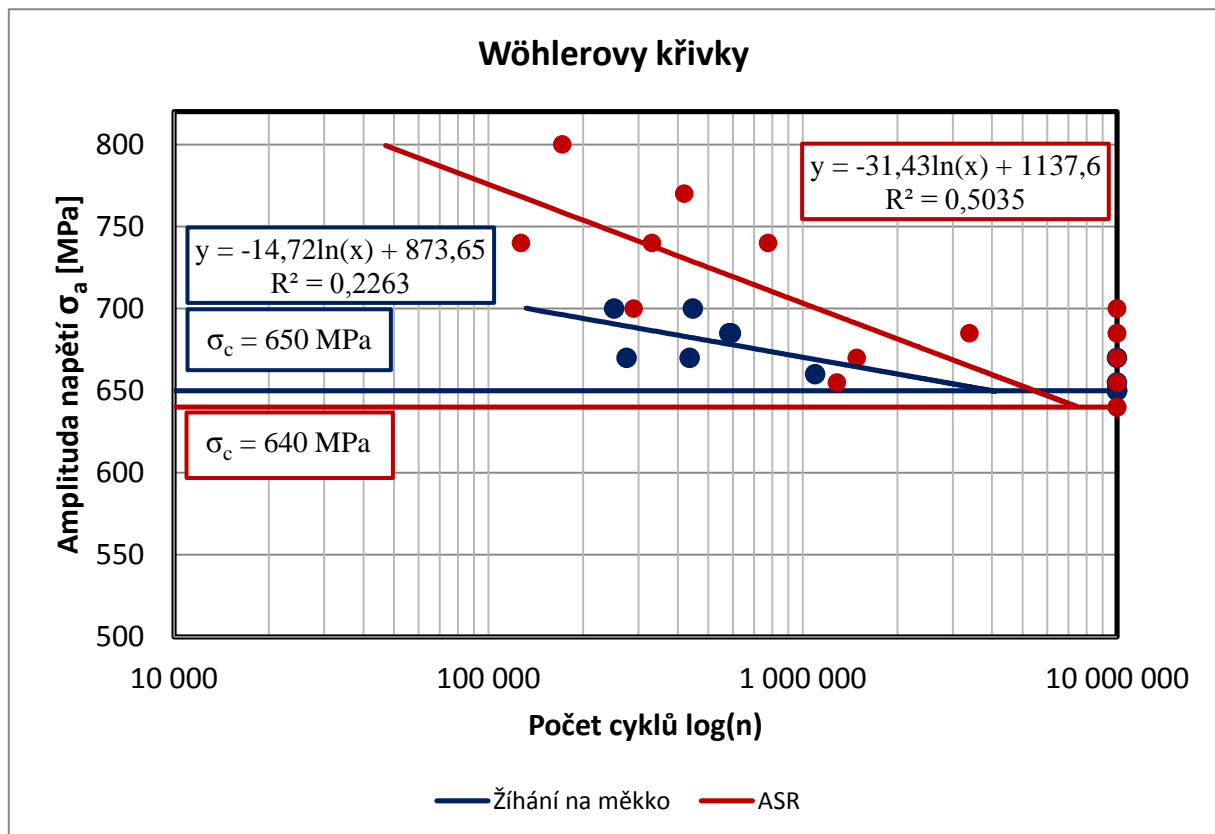
Tab. 21 Vyhodnocení zkoušek únavy pro materiál po ASR - pokračování

Vzorek	D_0 [mm]	σ_a [MPa]	Počet cyklů	Lom
UASR830/20P 10	5,00	700	10 000 000	ne
UASR830/20P 16	5,00	640	10 000 000	ne
UASR830/20P 17	5,00	640	10 000 000	ne
UASR830/20P 18	5,00	640	10 000 000	ne
UASR830/20P 19	5,00	640	10 000 000	ne

Tab. 22 Vyhodnocení zkoušek únavy pro materiál po žhání na měkko

Vzorek	D_0 [mm]	σ_a [MPa]	Počet cyklů	Lom
UZM830/20P 2	5,00	700	448 075	ano
UZM830/20P 4	5,00	685	592 075	ano
UZM830/20P 9	5,00	670	436 861	ano
UZM830/20P 10	5,00	660	1 095 755	ano
UZM830/20P 13	5,00	670	275 442	ano
UZM830/20P 14	5,00	685	584 341	ano
UZM830/20P 15	5,00	700	251 706	ano
UZM830/20P 5	5,00	670	10 000 000	ne
UZM830/20P 8	5,00	655	10 000 000	ne
UZM830/20P 3	5,00	650	10 000 000	ne
UZM830/20P 11	5,00	650	10 000 000	ne
UZM830/20P 12	5,00	650	10 000 000	ne

Kde D_0 = průměr tělíčka zkušební vzorku [mm], σ_a = amplituda napětí [MPa].



Obr. 55 Wöhlerovy křivky pro Z7IP a A3IP

Na Obr. 55 jsou sestaveny Wöhlerovy křivky pro dané režimy. Meze únavy jsou téměř shodné. Po žihání na měkko je σ_c 650 MPa a po ASR o 10 MPa nižší. Nepatrný rozdíl je sledován v oblasti časované mezi únavy, kdy naopak se jeví o něco lepší zpracování po ASR. Vzhledem k velkému rozptylu naměřených hodnot nejsou tak malé rozdíly průkazné a výsledek obou režimů tepelného zpracování lze považovat za shodný. Tepelné zpracování zkoušených režimů z hlediska odolnosti proti únavě je zaměnitelné bez omezení.

4 Diskuze

Při kalení stavu žíhaného na měkko docházelo k výrazně pomalejší austenitizaci ve srovnání s ostatními výchozími stavy, tedy po ASR a válcování za tepla. Minimální doba austenitizace v doporučeném rozsahu kalících teplot je přibližně 1 hodina, protože ani při 40-ti minutové austenitizaci na dolní hranici doporučené kalící teploty (830 °C) nedošlo k plné austenitizaci. Je možné, že pružinová ocel 54SiCr6 se často používá vyžíhaná na měkko s malým stupněm sferoidizace karbidů. To by znamenalo převažující poměr lamelárního cementitu nad sferoidizovaným a tím i rychlejší rozpouštění při následném kalení. Ze získaných výsledků zušlechťování lamelárního perlitu, lze tvrdit, že rozsah doporučených kalících teplot odpovídá. Navíc u vinutých ocelových pružin se žíhání na měkko zpravidla nezařazuje. Na druhou stranu ve stejném materiálovém listu [39] je doporučeno žíhání na měkko pro mechanické obrábění a žíhání až na globulární cementit pro tváření za studena. Vyšší stupeň sferoidizace znamená nižší pevnost/tvrdoost a tudíž lepší obrobiteľnosť. Ocel 54SiCr6 se běžně používá pro tváření za studena, typickým zpracováním je tažení drátů za studena. I zde je vhodný vyšší stupeň sferoidizace. Pro takové aplikace je sferoidizační žíhání žádané, avšak v případě následného kalení je nutno počítat s vyššími teplotami nebo výrazně delšími časy austenitizace. To je svázané s hrubnutím struktury a potenciálním poklesem mechanických vlastností. Výhodnou cestou mezi sferoidizací a rychlým rozpouštěním může být zrychlené sferoidizační žíhání ASR. Z výsledků experimentu je patrné, že jemnější výchozí mikrostruktura má pozitivní dopad na vlastnosti po zušlechťení. Zmínit je možné např. kontrakci, která popisuje chování materiálu v reálné třísové napjatosti, nebo výsledky lomové houževnatosti.

Při měření tvrdosti dosahovaly výchozí stavy s lamelárním cementitem po válcování za tepla a sferoidizovaným cementitem po ASR maximálních hodnot (± 750 HV10 po kalení a ± 550 HV10 po popouštění) již při kalení z 830 °C. Při dalším zvyšování kalící teploty nebo prodloužení doby výdrže nedocházelo k výraznému nárůstu tvrdosti a zůstala s malými odchylkami stejná. Z metalografické analýzy byl zjištěn postupný úbytek nerozpuštěného cementitu. V obou případech se nejednalo o velké množství nerozpuštěných částic cementitu. Při tomto množství byl nárůst přesycení martenzitu a tím tvrdosti zřejmě malý. A mohl být částečně kompenzován poklesem tvrdosti od daného úbytku rozpuštěného cementitu. Tak se celková tvrdost jeví konstantní. Postupný nárůst tvrdosti po zušlechťení po žíhání na měkko způsobila neúplná austenitizace (do 850 °C/ 20 min nebo 830 °C/ 40 min). V případě dalších režimů s vyšší kalící teplotou docházelo k postupnému nárůstu tvrdosti. Maximálních tvrdostí srovnatelných se stavy po ASR a válcování za tepla bylo dosaženo až při teplotě kalení 890 °C. Důsledek je v pomalé austenitizaci. V nerozpuštěných velkých částicích cementitu bylo navázáno stále výrazné množství uhlíku, který chyběl v přesyceném tuhém roztoku feritu. Nižší obsah uhlíku v martenzitu se projevil snížením tvrdosti. A maximální tvrdosti bylo dosaženo až při výraznějším rozpuštění zbylého cementitu. To nastalo při mnohem vyšších teplotách, až o 60 °C výše než po ASR a válcování za tepla.

Experimenty s tepelným zpracováním na pružinové oceli 51CrV4 [25], která obsahuje karbidotvorný vanad a má vyšší obsah chromu, prokázaly postupný nárůst tvrdosti vlivem rozpouštění cementitu při austenitizaci po žíhání na měkko i po ASR. V pružinové oceli 54SiCr6 se tak nestalo. Bylo dosaženo jemnější mikrostruktury ve srovnání s ocelí 51CrV4. To společně s menším obsahem karbidotvorných prvků, které zvyšují teplotní stabilitu cementitu, zapříčinilo rychlý průběh austenitizace po ASR a válcování za tepla. Proto sledovaná tvrdost při různých teplotách kalení dosáhla vrcholu okamžitě na dolní doporučené kalící teplotě podle materiálového listu a dál se jevila jako konstantní.

Experimenty s kryogenním zpracováním na pružinové oceli 54SiCr6 prováděl již Smith [30]. V jeho práci však nebyl prokázán žádný účinek na vlastnosti. Jaký vliv má technologický postup je otázkou (Smith – KZ po zušlechtnění, tato diplomová práce aplikovala KZ mezi kalením a popouštěním). Některé z budoucích experimentů na této oceli se budou věnovat porovnání těchto způsobů.

U oceli 54SiCr6 je podle chemického složení i jiných provedených experimentů [30] předpoklad velmi nízkého množství zbytkového austenitu. Lze předpokládat, že ho obsahuje zanedbatelné množství. Kryogenní zpracování přineslo i tak výrazné zlepšení vlastností – tvrdosti, meze pevnosti a kluzu i kontrakce. Tento vliv lze pravděpodobně přisuzovat precipitaci velmi jemných eta karbidů v oceli. Pro zviditelnění tohoto jevu by bylo nutné zařadit transmisní elektronovou mikroskopii. Kryogenní zpracování vyrovnalo pevnosti různých stavů před zušlechtněním, avšak zanechalo rozdílné hodnoty kontrakce. Možným vysvětlení je, že srovnání pevnostních charakteristik mají za následek velmi jemné vyprecipitované karbidy. Tyto husté překážky pro dislokace znamenají velmi časté zastavování, ale nejsou pro ně nepřekonatelnou překážkou. Nehrozí tudíž iniciace porušení a průchod dislokací je jen značně zpomalován. Tento efekt zastíní rozdíl martenzitické struktury po různých výchozích stavech (jemnost mikrostruktury). Naopak jemnost v případě velikosti původního austenitického zrna může mít vliv na výslednou kontrakci.

Při zrychlené sferoidizaci ASR nestačí austenitická zrna zhrubnout. To nelze tvrdit u dlouhodobého konvenčního žihání na měkko. Původní austenitická zrna u výchozího stavu bez sferoidizačního žihání jsou odkázána na průběh válcování za tepla. V případě kalení lamelárního perlitu lze uvažovat o výraznějším růstu austenitického zrna při kalení. Byla prokázána rychlá austenitizace a při vyšších teplotách nebo výdrži než je nezbytné k tomu bude docházet. To je patrně dokázáno na výsledcích tahových zkoušek, kdy po ASR bylo dosaženo nejvyšší kontrakce a po ZM a VS byly hodnoty obdobné. Kontrakce zušlechtněných vzorků po žihání na měkko byla nepatrně vyšší. Tento trend byl sledován i po kryogenním zpracování.

Vliv jemnější mikrostruktury byl patrně pozorován i na zkouškách lomové houževnatosti. Houževnatost zušlechtněného stavu po žihání na měkko dosahovala K_{IC} až $45 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$, po ASR až $55 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$.

Z výsledků zkoušek únavy lze konstatovat, že rozdíl mezi únavy po žihání na měkko a ASR zkoušených režimů nebyl pozorován. Mez únavy byla stanovena 650 MPa pro ZM 870 °C/ 20 min, popuštěno 400 °C/ 2 h a 640 MPa pro ASR 830 °C/ 20 min, popuštěno 400 °C/ 2 h. Zkoušení doprovázel velký rozptyl získaných hodnot. Možná příčina může být vliv přítomnosti vměstků TiN v oceli. Rozptyl hodnot se výrazně projevil i na některých vzorkách při zkouškách tahem a lomové houževnatosti.

Ze všech provedených měření a analýz vykazovaly nejlepší vlastnosti tyto režimy kalení:

pro žihání na měkko 870 °C/ 40 min

pro ASR 830 °C/ 40 min

pro lamelární perlit (VS) 830 °C/ 20 min

Při použití zrychleného žihání ASR za konvenčního žihání na měkko lze ušetřit 40 °C (až 60 °C) na teplotě kalení a stále dosahovat stejných nebo lepších vlastností oceli. Další výhodou je, že o něco vyšší teploty kalení nepřinášejí žádné negativní vlivy. Při kalení bez předchozího sferoidizačního žihání (lamelárního perlitu) je naopak nutné kontrolovat opačnou „hranici“ austenitizace, kdy při teplotě kalení 870 °C již byl pozorován mírný pokles mechanických vlastností vyhodnocených z tahových zkoušek.

5 Závěr

Pružinová ocel 54SiCr6 byla odlita ve firmě COMTES FHT a.s., poté tvářena a obrobena na požadované polotovary Ø20 x 130 mm a následně podrobena různým druhům tepelného zpracování. Byl porovnáván druh sferoidizačního žihání před zušlechťováním, které bylo provedeno konvenční cestou dlouhodobého žihání na měkko anebo zrychlenou sferoidizací ASR (Accelerated Spheroidisation and Refinement), dosažené pomocí indukčního ohřevu. Proces žihání na měkko trval přibližně 26 hodin a ASR 32 minut (oba režimy počítány od začátku ohřevu do ochlazení na 500 °C). Oba stavy po sferoidizačním žihání byly následně kaleny a popuštěny. Byly též porovnávány se zušlechtěným výchozím stavem po válcování za tepla. Porovnávány byly mikrostruktury a tvrdost. Z mechanických zkoušek byly provedeny zkoušky tahem, lomové houževnatosti a únavy.

Mikrostruktury po obou typech sferoidizačního žihání obsahovaly globulární cementit ve feritické matici. Odlišnosti byly ve velikosti a rozmístění karbidů. Po žihání na měkko bylo dosaženo sferoidizovaných karbidů o velikosti až 1000 nm. Po ASR bylo dosaženo značně jemnějších karbidů, které byly hustě rozmístěné v matici. Jejich maximální velikost byla 300 nm. Rozdíl byl také patrný v tvrdosti. Po žihání na měkko byla tvrdost 207 HV10. Po ASR byla o něco vyšší a to 224 HV10.

Při kalení z různých teplot (810 až 890 °C) a výdrží (20 a 40 min) bylo pozorováno rozdílné chování jemných a velkých sferoidizovaných částic cementitu a lamelární morfologie cementitu. Karbidy po ASR podléhaly rozpouštění do austenitu téměř tak rychle jako u lamelárního perlitu. V případě žihání na měkko byla austenitizace velmi zbrzděna. Požadovaných vlastností bylo dosahováno až při kalících teplotách 870 °C a vyšších. Naopak po válcování za tepla (lamelární perlit) a po ASR postačovaly teploty 830 °C.

Mikrostruktury po kalení obsahovaly nerozpuštěné karbidy v martenzitické matici, v případě nedostatečné austenitizace byl přítomen i ferit. Po ASR a válcování za tepla byl veškerý cementit rozpuštěn při kalící teplotě 890 °C a výdrží 20 min nebo v případě 870 °C a výdrží 40 min. Po žihání na měkko byly částice nerozpuštěného cementitu pozorovány i při teplotách 890 °C a výdrží 40 min. Po žihání na měkko byly nerozpuštěné karbidy o velikosti cca 1 µm pozorovány i po zakalení z 870 °C. Se zvyšující se teplotou kalení se rozpouštěly přednostně malé karbidy.

Mikrostruktury po popouštění byly tvořeny popuštěným martenzitem. Na skenovacím elektronovém mikroskopu (SEM) nebyly pozorovány rozdíly popuštěného martenzitu od jednotlivých režimů. Nebyly rovněž pozorovány změny po kryogenním zpracování. Pro podrobnější analýzu by bylo nutné použít transmisní elektronovou mikroskopii.

Trend průběhu rozpouštění odlišných mikrostruktur do austenitu potvrdila tvrdost jednotlivých režimů. Po ASR a válcování za tepla byla dostatečná teplota kalení 830 °C a bylo dosaženo maximální tvrdosti – cca 750 HV10. Při zvyšování kalících teplot byla tvrdost, až na malé výchyly, obdobná. Po žihání na měkko tvrdost se zvyšující se teplotou kalení narůstala a maximálních hodnot (750 HV) dosáhla až při kalící teplotě 890 °C. Maximální tvrdosti po popouštění (400 °C/ 2 h) bylo dosahováno 550 až 560 HV10. Po kryogenním zpracování bylo dosaženo nárůstu tvrdosti v popuštěných stavech o 20 HV10 u všech výchozích struktur. Nejvyšší tvrdost vykazoval stav po válcování za tepla, a to 575 HV10.

Provedené tahové zkoušky režimů s teplotou kalení 830 a 870 °C také prokázaly nedostatečnou austenitizaci po žihání na měkko. Srovnatelné vlastnosti se stavy po ASR a po válcování za tepla byly dosaženy při kalení z 870 °C a 40 minutové výdrž. Bylo dosaženo $R_{p0,2}$ 1684 MPa a Z 18 %. Po ASR byly hodnoty po kalení z 830 a 870 °C a obou výdrží podobné. Nejlepší hodnoty vykazoval režim s kalením 830 °C/ 40 min, kde bylo dosaženo $R_{p0,2}$ 1725 MPa a Z 20,4 %. Díky jemnější mikrostruktúře se po ASR docílovalo vyšších hodnot kontrakce. Tahové zkoušky zušlechtěného materiálu po válcování za tepla ukázaly pokles hodnot při teplotách kalení 870 °C. V mikrostruktúře byl rozpuštěn veškerý cementit a mikrostruktúra začínala již nepatrně hrubnout. Při 830 °C/ 20 min bylo získáno $R_{p0,2}$ 1719 MPa a Z 17,5 %. Po kryogenním zpracování bylo dosaženo zvýšení meze kluzu, pevnosti a kontrakce. Po žihání na měkko (870 °C/ 20 min) narostly hodnoty $R_{p0,2}$ na 1764 MPa a Z 30,5 %, po ASR (830 °C/ 20 min) $R_{p0,2}$ na 1786 MPa a Z 35,8 % a po válcování za tepla $R_{p0,2}$ na 1771 MPa a Z 28 %. Kontrakce byla navýšena téměř na dvojnásobek oproti režimům bez kryogenního zpracování. Došlo pouze k mírnému poklesu tažnosti.

V technických dodacích podmínkách [39] jsou uvedeny informativní hodnoty mechanických vlastností pro zušlechtěný stav, který byl popuštěn při vyšší teplotě (450 °C) než v námi zvoleném případě. Doporučený rozsah je $R_{p0,2}$ min. 1300 MPa, R_m 1450 až 1750 MPa, A_5 min. 6 % a Z min. 25 %. V experimentu této práce byla ocel 54SiCr6 zušlechtována na vyšší pevnosti, avšak podmínky tažnosti byly taktéž splněny. Pro zlepšení chování v třísosé napjatosti (docílení zvýšení kontrakce) je možnost provést kryogenní zpracování.

Lomová houževnatost K_{IC} zušlechtěných vzorků po ASR byla mírně vyšší než po žihání na měkko. Pro žihání na měkko 870 °C/ 40 min byla lomová houževnatost 45,4 MPa.m^{1/2} a pro ASR 870 °C/ 20 min 54,8 MPa.m^{1/2}. Při srovnání režimů žihání na měkko 870 °C/ 20 min a ASR 830 °C/ 20 min byla zjištěna přibližně stejná lomová houževnatost K_{IC} 43 MPa.m^{1/2}. Rozdíly nejsou velké a všechny lomy byly křehké. Rozdíl v lomových plochách nebyl pozorován.

Únavové zkoušky byly vyhodnoceny pro režimy žihání na měkko 870 °C/ 20 min a ASR 830 °C/ 20 min a bylo dosaženo obdobných výsledků. Mez únavy po žihání na měkko byla 650 MPa a po ASR 640 MPa.

Cílem této diplomové práce bylo zjistit vhodnost použití nekonvenčního zrychleného žihání ASR v oblasti pružinových ocelí. Proces zrychlené sferoidizace ASR byl porovnáván s konvenčním žiháním na měkko. Z hlediska dosažených mechanických vlastností lze zaměnit daná sferoidizační žihání bez omezení. Upřednostnění procesu ASR sebou přináší zlepšení vlastností plynoucích z jemnější mikrostruktury. Navíc ASR je vhodné pro kontinuální výrobu a sferoidizované struktury je obvykle dosahováno během několika minut. Umožňuje zkrácení doby a snížení teploty austenitizace.

6 Literatura

- [1] Yamada, Y., *Materials for springs*, 2007, ISBN 978-3-540-73811-4.
- [2] COMTES FHT a.s., Dobřany. Způsob žihání ocelového polotovaru, tvůrce vynálezu: Hauserová, D., Nový, Z., Dlouhý, J., Česká Republika, Patentový spis: 302676, 2011.
- [3] 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.
- [4] Hosnedl, S., a kol., *Obecné strojní části 1, 2.* vydání, 2015, ISBN 978-80-261-0261-8.
- [5] Jelínek, M., *Pružiny*, [online], [vid. 19. května 2018], dostupné z <http://slideplayer.cz/slide/3035299/>.
- [6] Chen, F., *What are the factors affecting young modulus of elasticity?*, [online], 2017, [vid. 19. května 2018], dostupné z <https://www.quora.com/What-are-the-factors-affecting-young-modulus-of-elasticity?>
- [7] Ledbetter, H. M., Reed, R. P., *Elastic Properties of Metals and Alloys*, 1. Iron, Nickel, and Iron-Nickel alloys, *Journal of Physical and Chemical Reference Data*, Vol. 2, No. 3, 1973.
- [8] Pastuchovová, Ž. P., Rachštadt, A. G., *Pružinové slitiny mědi*, 1986.
- [9] Fugazza, D., *Shape-memory alloy devices in earthquake engineering: mechanical properties, constitutive modelling and numerical simulations*, [online], Pavia, 2003, Disertační práce, Università degli Studi di Pavia, Vedoucí práce F. Auricchio, [vid. 19. května 2018], dostupné z <http://www-2.unipv.it/compmech/dissertations/fugazzamsc.pdf>.
- [10] *Ušlechtilé uhlíkové konstrukční oceli třídy 12, jejich složení a tepelné zpracování*, [online], [vid. 19. května 2018], dostupné z <http://www.tumlikovo.cz/uslechtilé-uhlíkové-konstrukční-oceli-tridy-12-jejich-složení-a-tepelné-zpracování/>.
- [11] Hamerník, J., *Základy tepelného zpracování kovů*, [online], [vid. 19. května 2018], dostupné z http://jhamernik.sweb.cz/tepelne_zpracovani.htm.
- [12] *Technické dodací podmínky: Pružinová ocel pro zušlechťené pružiny podle ČSN EN 10089 : 2006*, [online], [vid. 19. května 2018], dostupné z http://www.bolzano.cz/assets/files/TP/MOP_%20Tycova_ocel/EN%2010089/MOP_TDP_EN10089.pdf.
- [13] Feron a.s., *Materiálové normy*, [online], [vid. 19. května 2018], dostupné z <https://online.ferona.cz/materialove-normy/>.
- [14] *Informace o materiálech*, [online], [vid. 19. května 2018], dostupné z https://www.federnshop.com/cz/service_information/materi%c3%a1ly_pe%c5%99%c3%ad.html.
- [15] *Legované nástrojové oceli třídy 19, jejich složení a tepelné zpracování*, [online], [vid. 19. května 2018], dostupné z <http://www.tumlikovo.cz/rubriky/materialy/nastrojovematerialy/legovane-nastrojove-oceli/>.
- [16] Krauss, G., *Steels: Processing, Structure, and Performance*, 2005, pp. 197-216.
- [17] *Vliv legovacích prvků na vlastnosti ocelí*, [online], [vid. 19. května 2018], dostupné z <http://svanda.webz.cz/vyuka/legury.htm>.
- [18] Masuda, T., *High Tensile Valve Spring Steel in Kobe Steel*, *8th international congress of spring industry*, [online], [vid. 19. května 2018], dostupné z http://www.esf-springs.com/wp-content/uploads/2015/09/4_Mazuda_Kobe-Steel_High_Tensile_Valve_Spring_steel.pdf.
- [19] Enghag, P., *Steel Wire Technology*, 3. vydání, 2003, ISBN 91-631-1962-5.
- [20] Jech, J., *Tepelné zpracování oceli*, Metalografická příručka, 1983.

- [21] Kraus, V., Tepelné zpracování a slinování, 1999, ISBN 80-7082-582-0.
- [22] Ptáček, L. a kolektiv, Nauka o materiálu II, 2002, ISBN 80-7204-248-3.
- [23] 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.
- [24] 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.
- [25] Hauserová, D., Dlouhý, J., Kotous, J., Structure Refinement of Spring Steel 51CrV4 after Accelerated Spheroidisation, *Archives of Metallurgy and Materials*, 2017, Vol. 62, pp. 1473-1477.
- [26] Tian, Y. L. and Kraft, R. W., Mechanisms of Pearlite Spheroidization, *Metallurgical Transactions*, 1987, vol. 18A, pp. 1403-1414.
- [27] Hauserová, D. Zrychlené mikrostrukturní děje při nových procesech tepelného a termomechanického zpracování. Plzeň, 2014. Disertační práce. Západočeská univerzita, Fakulta strojí. Vedoucí práce Z. Nový.
- [28] 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.
- [29] ASM Handbook, Vol. 4, *Heat treating*, ASM International, 1991.
- [30] Smith, D. L., The Effect of Cryogenic Treatment on the Fatigue Life of Chrome Silicon Steel Compression Springs, Milwaukee, 2009, Disertační práce, Marquette University, Faculty of the Graduate School, Vedoucí práce R. Weber.
- [31] Povrchové úpravy, [online], [vid. 19. května 2018], dostupné z <http://www.martis.cz/sluzby/povrchovky.php>.
- [32] Informace o povrchových úpravách, [online], [vid. 19. května 2018], dostupné z https://www.federnshop.com/cz/service_information/informace_o_povrchov%C3%BDch_%C3%BAprav%C3%A1ch.html.
- [33] Ptáček, L. a kolektiv, Nauka o materiálu I, 2003, ISBN 80-7204-283-1.
- [34] Vlk M., Florian Z., Mezní stavy a spolehlivost, Brno, 2007.
- [35] ČSN EN ISO 12737, Kovové materiály: Stanovení lomové houževnatosti při rovinné deformaci, Praha: Český normalizační institut, 2006.
- [36] Urychlené korozní a klimatické zkoušky, [online], [vid. 19. května 2018], dostupné z <https://www.technopark-kralupy.cz/urychlene-korozni-zkousky>.
- [37] Koutský, J., Degradáční procesy a predikce životnosti, 1. vyd., Plzeň, 1995, ISBN 80-7082-177-9.
- [38] Relaxace a tečení materiálu, [online], [vid. 19. května 2018], dostupné z <https://www.mubea.com/cz/products-technologies/industry/products/disc-springs/standard-disc-springs/theory/relaxation-and-creep/>.
- [39] Přehled vlastností oceli 54SiCr6, [online], [vid. 19. května 2018], dostupné z <https://www.bolzano.cz/cz/technicka-podpora/technicka-prirucka/tycove-oceli-uhlikove-konstrukcni-a-legovane/pruzinove-oceli-pro-zuslechtovani-podle-csn-en-10089/prehled-vlastnosti-oceli-54sicr6>.
- [40] Voort, G. F. V., Revealing Prior-Austenite Grain Boundaries in Heat Treated Steels (Article), [online], [vid. 19. května 2018], dostupné z <http://www.georgevandervoort.com/metallography/specific/iron-and-steel-specific/20001306-revealing-prior-austenite-grain-boundaries-in-heat-treated-steels-article.html>.