

ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI

FAKULTA STROJNÍ

Studijní program: N2301 Strojní inženýrství
Studijní obor: 3911T016 Materiálové inženýrství a strojírenská metalurgie

DIPLOMOVÁ PRÁCE

Kontrola a charakteristika kalčích médií

Autor: **Bc. Žaneta Dlouhá**

Vedoucí práce: **Ing. Jiří Hájek, Ph.D.**

Akademický rok 2019/2020

Prohlášení o autorství

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

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

V Plzni dne:

.....

podpis autora

ANOTAČNÍ LIST DIPLOMOVÉ PRÁCE

AUTOR	Příjmení Dlouhá	Jméno Žaneta	
STUDIJNÍ OBOR	3911T016 „Materiálové inženýrství a strojírenská metalurgie“		
VEDOUcí PRÁCE	Příjmení (včetně titulů) Ing. Hájek, Ph.D.	Jméno Jiří	
PRACOVÍŠTĚ	ZČU - FST - KMM		
DRUH PRÁCE	DIPLOMOVÁ	BAKALÁŘSKÁ	Nehodící se škrtněte
NÁZEV PRÁCE	Kontrola a charakteristika kalících médií		

FAKULTA	Strojní	KATEDRA	KMM	ROK ODEVZD.	2020
----------------	---------	----------------	-----	--------------------	------

POČET STRAN (A4 a ekvivalentů A4)

CELKEM	101	TEXTOVÁ ČÁST	101	GRAFICKÁ ČÁST	0
---------------	-----	---------------------	-----	----------------------	---

STRUČNÝ POPIS (MAX 10 ŘÁDEK) ZAMĚŘENÍ, TÉMA, CÍL POZNATKY A PŘÍNOSY	Diplomová práce se věnuje problematice výběru vhodného kalícího média a vyhodnocení parametrů, pomocí kterých lze takový výběr provést. Cílem práce je stanovit parametr, který nejlépe vystihuje kalící schopnosti oleje.
KLÍČOVÁ SLOVA ZPRAVIDLA JEDNOSLOVNÉ POJMY, KTERÉ VYSTIHUJÍ PODSTATU PRÁCE	Kalící média, kalící oleje, křivky ochlazování, tvrdost, kalení, tepelné zpracování

SUMMARY OF DIPLOMA SHEET

AUTHOR	Surname Dlouhá	Name Žaneta
FIELD OF STUDY	3911T016 “Materials Engineering and Engineering Metallurgy“	
SUPERVISOR	Surname (Inclusive of Degrees) Ing. Hájek, Ph.D.	Name Jiří
INSTITUTION	ZČU - FST - KMM	
TYPE OF WORK	DIPLOMA	BACHELOR Delete when not applicable
TITLE OF THE WORK	Control and characteristics of quenching media	

FACULTY	Mechanical Engineering	DEPARTMENT	KMM	SUBMITTED IN	2020
----------------	------------------------	-------------------	-----	---------------------	------

NUMBER OF PAGES (A4 and eq. A4)

TOTALLY	101	TEXT PART	101	GRAPHICAL PART	0
----------------	-----	------------------	-----	-----------------------	---

BRIEF DESCRIPTION TOPIC, GOAL, RESULTS AND CONTRIBUTIONS	This diploma thesis is focused on the selection of a suitable quenching media and the evaluation of parameters by which this selection can be made. The target of the work is to determine parameter which best describes the quenching ability of the oil.
KEY WORDS	Quenching media, quenching oils, cooling curves, hardness, quenching, heat treatment

Poděkování

Ráda bych touto cestou poděkovala vedoucímu práce Ing. Jiřímu Hájkovi, Ph. D. za odborné vedení, podnětné rady, trpělivost a zapůjčenou literaturu. Dále děkuji svým rodičům za jejich velkou podporu během celého mého studia.

Obsah

Seznam použitých symbolů a zkratk	1
Úvod	2
1. Prostředí pro ochlazování	3
1.1 Voda	3
1.1.1 Ochlazování v roztocích solí	6
1.1.2 Ochlazování v roztocích louhů	7
1.1.3 Ochlazování s emulzích a suspenzích	7
1.2 Olej	8
1.2.1 Rychlost ochlazování	9
1.2.2 Provozní teplota	11
1.2.3 Snadnost likvidace	12
1.2.4 Výběr oleje	12
1.2.5 Degradace olejů	15
1.3 Roztoky polymerů	16
1.3.1 Údržba a kontrola roztoků polymerů	17
1.3.2 Polyalkylenglykol (PAG)	17
1.3.3 Akrylátové roztoky polymerů (ACR):	19
1.3.4 Polyvinylpyrrolidon (PVP)	19
1.3.5 Polyetyl oxazolin (PEO)	20
1.4 Solné lázně	21
1.4.1 Solné lázně obsahující ledek	22
1.4.2 Alkalické solné lázně	23
1.4.3 Bezpečnostní opatření	24
1.5 Plyny	25
1.5.1 Vzduch	26
1.5.2 Vakuové pece	27
2. Charakteristiky olejů	28

2.1	Ochlazovací vlastnosti	28
2.2	Viskozita	29
2.3	Bod vzplanutí a hoření	30
2.4	Obsah vody	31
2.5	Rychlost kalení	32
2.5.1	Metoda Nickel ball	32
2.6	Neutralizace, pH	33
2.7	Číslo saponifikace	34
2.8	Precipitační číslo	35
2.9	Obsah kalu a popelu	35
3.	Nové trendy	36
3.1	Roztok glycerolu jako potenciální nové kalící médium	36
3.2	Roztok kukuřičného škrobu	39
EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST		40
4.	Srovnání průmyslových kalících olejů dle reprezentativních kritérií	42
4.1	Kontrola tvrdosti a mikrostruktury v řezu válce	42
4.1.1	Zkušební oleje	42
4.1.2	Použité vzorky	44
4.1.3	Použitá zařízení	45
4.1.4	Postup měření	47
4.1.5	Příprava vzorků	48
4.1.6	Měření tvrdosti	49
4.1.7	Výstup z měření	50
4.2	Křivky ochlazování	56
4.2.1	Použitá zařízení	56
4.2.2	Postup měření	58
4.2.3	Výstup z měření	59

4.3	Hardening Power	60
4.3.1	Výstup z měření	61
4.4	Plocha pod křivkou rychlosti ochlazování v závislosti na teplotě.....	63
4.4.1	Použitý software	64
4.4.2	Výstup z měření	66
4.5	Hodnota V	69
4.5.1	Vlastnosti ocelí z použitých CCT (ARA) diagramů	72
4.5.2	Výstup z měření	75
5.	Vliv obsahu vody na ochlazovací schopnost kalícího oleje	77
5.1	Použitá zařízení	78
5.2	Postup měření.....	78
5.3	Výstup z měření	79
6.	Vliv provozní teploty na ochlazovací schopnost kalících olejů.....	80
6.1	Použitá zařízení	80
6.2	Postup měření.....	81
6.3	Výstup z měření	81
7.	Kontrola stárnutí oleje v zakázkových kalárnách	87
7.1	Zkušební oleje.....	88
7.2	Použitá zařízení	88
7.3	Postup měření.....	89
7.4	Výstup z měření	89
8.	Měření bodu vzplanutí, resp. hoření kalících olejů	90
8.1	Použitá zařízení	90
8.2	Postup měření.....	92
8.3	Výstup z měření	93
9.	Diskuze výsledků	93
	Závěr.....	102
	Použitá literatura	103

Seznam použitých symbolů a zkratek

CR_{max} – maximální rychlost ochlazování [$^{\circ}C/s$]

T_{VP} – teplota přechodu mezi parní fází a fází varu [$^{\circ}C$]

T_{CP} – teplota přechodu mezi fází varu a konvekční fází [$^{\circ}C$]

CR – rychlost ochlazování při $550^{\circ}C$ [$^{\circ}C/s$]

HP – kalící výkon oleje (tzv. hardening power)

Úvod

Neustálá modernizace a snaha o dosažení co nejnáročnějších strojů a zařízení kladou stále vyšší nároky i na vlastnosti samotného materiálu. Jedním ze způsobů zlepšování těchto vlastností je tepelné zpracování. Díky vhodně zvolenému tepelnému zpracování lze docílit optimálních požadovaných vlastností materiálu. Zadané téma diplomové práce se zabývá kalením, resp. kalíciemi médií a způsoby jejich charakterizace a kontroly. První kapitola teoretické části práce je zaměřena na popis, charakterizaci a výhody a nevýhody různých kalíciích prostředí. Obsahuje i porovnání těchto prostředí z hlediska jejich ochlazovacích schopností. Podstatou této kapitoly je seznámení s různými ochlazovacími prostředími a jejich vlastnostmi. Druhá kapitola řešební části práce se věnuje základním charakteristikám kalíciích olejů. Měření některých z těchto vlastností jsou poté blíže rozepsány v experimentální části práce (například bod vzplanutí, resp. hoření). Tato část práce slouží k porozumění základních vlastností kalíciích olejů a popisuje i způsob měření těchto vlastností. Poslední kapitola teoretické části je věnována novým trendům v oblasti kalíciích médií. Součástí této kapitoly je popis různých alternativních kalíciích prostředí.

Experimentální část práce je zaměřena na možnosti kontroly kalíciích médií a jejich vyhodnocení podle parametrů, které lze kvantifikovat dle běžných testů. Pro tyto účely bylo vybráno pět různých kalíciích olejů běžně používaných v praxi. Na těchto olejích byla provedena měření základních vlastností kalíciích olejů, jako jsou křivky ochlazování, tzv. hardening power, plocha pod křivkou rychlosti ochlazování, hodnota V , tvrdost, vliv stárnutí oleje a bod vzplanutí, resp. hoření. Dále byl posuzován vliv teploty na vlastnosti kalíciího oleje. Velmi často dochází k degradaci kalícií schopnosti vlivem zvýšeného obsahu vody. Z tohoto důvodu je v práci uvedena rovněž kapitola věnující se vlivu obsahu vody na kalícií schopnost oleje. Všechna tato měření byla prováděna dle příslušných norem a s použitím zařízení, která splňují potřebné požadavky. Cílem práce je představit parametr, který nejvíce charakterizuje schopnost oleje zakalit ocel na požadovanou tvrdost. Součástí práce je i zhodnocení jednotlivých parametrů a porovnání jejich důležitosti.

1. Prostředí pro ochlazování

1.1 Voda

Voda jako kalící médium je hojně používána pro součásti jednoduchých tvarů, u kterých nehrozí velké riziko praskání. Často se také používá pro uhlíkové, nízkolegované oceli s nízkou prokalitelností. Obvykle se používá z řadu (nijak neupravována) a o pokojové teplotě, tedy 20–25 °C. Jednou z výhod tohoto kalícího média je velká stálost chemického složení při ohřevu i ochlazování. Jedna z nejvíce charakteristických vlastností vody je její mimořádně vysoký kalící výkon (koeficient přestupu tepla) v důsledku vysokého specifického výparného tepla a vysoké měrné tepelné kapacity vody. Mezi další specifické vlastnosti vody lze zařadit: [1] [5] [17]

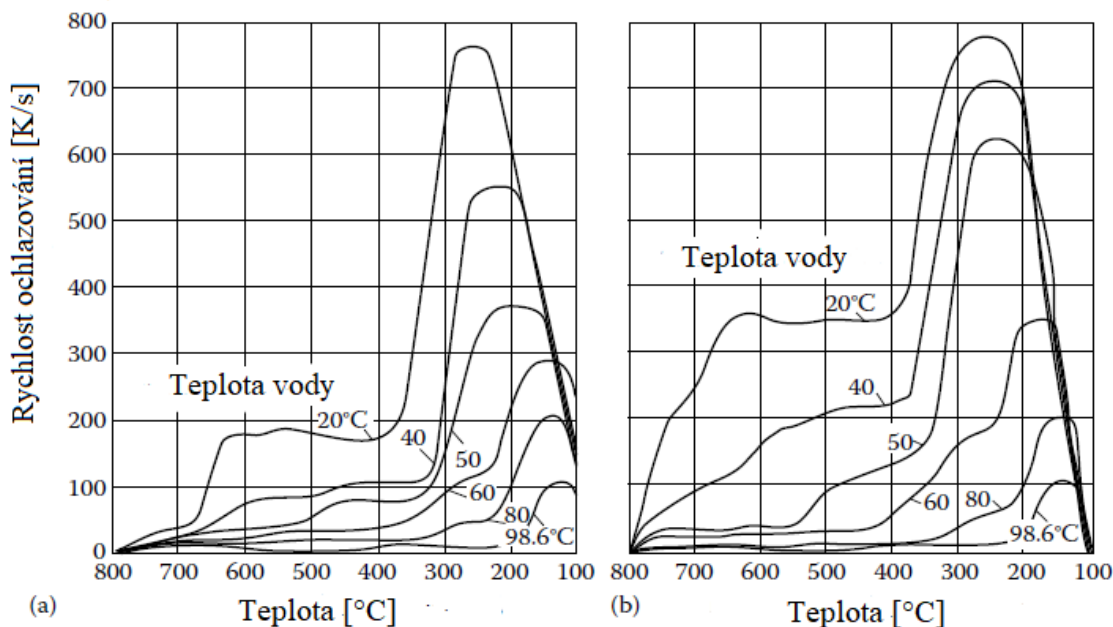
- vysoký koeficient přestupu tepla
- vysoké hodnoty skupenského tepla při vypařování
- nízké hodnoty tepelné vodivosti, které jsou v porovnání s kovy velmi malé
- schopnost vytvářet anorganické roztoky (soli, alkálie, kyseliny), organické sloučeniny, plyny
- vytváření korozních produktů

Mezi výhody vody jako kalícího média lze zahrnout: [1]

- nehořlavost
- nízká cena
- zdravotní nezávadnost
- snadná dostupnost
- schopnost neprodukovat kouř ani výpary
- snadné odstranění vodního kamene
- snadná ekologická likvidace

Naopak mezi nevýhody lze zařadit: [1]

- nelze výrazně ovlivnit rychlost ochlazování v oblasti perlitické a bainitické přeměny
- vysoké strukturní pnutí a distorze, které mohou vést k praskání
- možný delší lokální výskyt parního polštáře, který může způsobit měkká místa
- závislost intenzity chlazení na teplotě, proudění a nečistotách obsažených ve vodě



Obr. 1 Rychlost ochlazování stříbrné koule o $\varnothing 20$ mm v klidné vodě (a) a v proudu vody o rychlosti 0,25 m/s (b) [17]

V klidné vodě při teplotě 20 °C probíhá fáze parního polštáře v rozmezí teplot 800–380 °C a rychlost ochlazování je relativně vysoká. V důsledku zvýšení teploty vody (blíží se teplotě varu) dochází ke vzniku parního polštáře přibližně při 200 °C. V oblasti parního polštáře a v oblasti varu rychlost ochlazování rychle klesá. Vlivem zvyšující se teploty vody klesá rychlost ochlazování a tepelné namáhání, ale naopak strukturní napětí se zvyšuje. Spolu s nestabilitou parního polštáře to může vést k praskání součástí. Z porovnání obrázků č. 1 (a) a 1 (b) je zřejmé, že pokud je voda promíchávána v době oblasti parního polštáře, zvyšuje se rychlost ochlazování a proces kalení probíhá rovnoměrněji. Tento účinek odpovídá zvýšené rychlosti kondenzace par, což má za následek ztenčení parního polštáře. [17]

Pokud voda v nádrži cirkuluje a není-li zajištěna rovnoměrnost proudění, lze očekávat vznik měkkých míst a distorzí. Parní polštář vznikající při teplotách nad bodem varu je velmi nestabilní. Pára přetrvává v dírách, dutinách a rozích součástí, i když teplota lázně klesá. V případě, že má součást složitý tvar a drsný povrch může se teplota vody v blízkosti takového povrchu zvýšit až na teplotu do 100 °C. Z tohoto důvodu by voda neměla být používána pro kalení složitých tvarů součástí. Intenzita ochlazování může být regulována přidáváním dalších látek. Přidáním louhů a solí (maximálně 15 % roztok) lze zvýšit intenzitu ochlazování. Naopak

přidáním glycerinu, mýdla či různých emulzí lze intenzitu ochlazování snížit. Přidáním těchto látek však může dojít ke znehodnocení kaliciho média. Již nepatrné množství přísad má podstatný vliv na ochlazovací schopnost vody. Podle vlivu na stabilitu parního polštáře lze přísady rozdělit na dvě skupiny: [1] [5] [17]

- přísady, které zvyšují stabilitu parního polštáře
- přísady, které snižují stabilitu parního polštáře

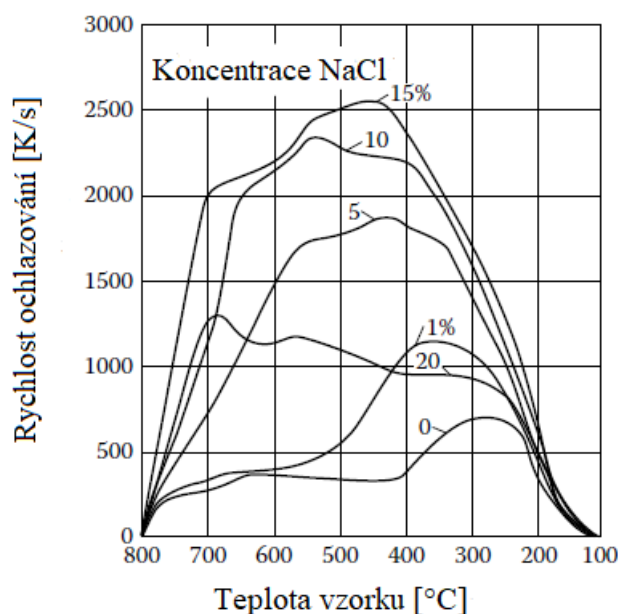
Mezi látky zvyšující stabilitu parního polštáře lze zařadit většinu tuhých a kapalných látek, které jsou málo rozpustné nebo nerozpustné ve vodě. Při smísení s vodou vytvářejí suspenze a emulze. Také do této skupiny patří plyny a vzduch. Tyto látky vytvářejí na povrchu množství center páry, urychlují její vznik a zpomalují její kondenzaci. Tím vzrůstá stabilita parního polštáře a ochlazovací schopnost vody prudce klesá. Znečištění vody (například olejem) snižuje její ochlazovací schopnost, způsobuje pokles prokalení výrobků a vznik měkkých míst. Z tohoto důvodu je nutné vodu v kalicích nádržích chránit před nežádoucími příměsemi. Látky, které způsobují snížení stability parního polštáře jsou ve vodě rozpustné látky, které s ní tvoří roztoky (soli, louhy a kyseliny). Přidáním těchto látek do vody se zvyšuje její teplota varu a mění se fyzikální vlastnosti. Nejrychlejší porušení parního polštáře nastává při kalení do vody u výrobků, které byly ohřáty v solích nebo louzích. [5]

Stabilita parní fáze závisí také na povrchové úpravě součástí. Vytvořený parní film je velmi stálý na rovných hladkých površích. Snadno se rozpadá v ostrých rozích, na drsných površích nebo vadách. Nerovnoměrnost tohoto filmu způsobuje odlišné rychlosti ochlazování napříč součásti, což může vést k praskání. Podstatný vliv má i teplota. Zvyšováním teploty dochází k prodloužení doby parního polštáře a rychlost ochlazování prudce klesá. To může mít za následek vznik měkkých míst a nedostatečnou tvrdost výrobků. Nepříznivé účinky teplotní závislosti lze minimalizovat pomocí následujících faktorů: [2]

- udržováním nízké teploty vody prostřednictvím účinného chlazení
- intenzivním mícháním a rozptylováním parního polštáře
- přidáním anorganické soli, která pomáhá při rozpadu parního polštáře

1.1.1 Ochlazování v roztocích solí

Nejčastěji používaným roztokem je roztok kuchyňské soli (NaCl). Vliv soli na ochlazovací schopnost vody se neprojevuje přímo, ale nepřímo jejím působením na stabilitu parního polštáře. Nejrychlejší porušení parního polštáře nastává při použití 15 % roztoku, který způsobuje i větší rychlost ochlazování. Při dalším zvýšení koncentrace (nad 15 %) dochází ke snížení rychlosti ochlazování a ke zúžení intervalu rychlého ochlazování. To je způsobeno velkým zvýšením viskozity. [5]



Obr. 2 Vliv koncentrace NaCl ve vodném roztoku na rychlost ochlazování stříbrné koule o $\varnothing 20$ mm jako funkce teploty [17]

Hlavním rozdílem ochlazovací účinnosti roztoků solí v porovnání s vodou je výrazné zvýšení rychlosti ochlazování při vysokých teplotách, které vzniká vlivem porušení parního polštáře. Z tohoto důvodu je prokalitelnost ocelí v roztocích solí lepší než ve vodě. Odstranění parního polštáře přísadou soli zvyšuje rovnoměrnost ochlazování i tepelných pnutí. Doporučené koncentrace vodných roztoků kuchyňské soli jsou 5–15 %. Tyto roztoky se vyznačují uspokojivou stálostí složení. Hlavní výhody roztoků solí jsou: [1] [5]

- roztoky nejsou tolik ovlivnitelné teplotou jako voda

- nedochází tak často ke vzniku měkkých míst, distorzí a praskání
- roztoky nejsou tolik ovlivněné prouděním jako voda

Mezi nevýhody lze zařadit:

- nádrže a ostatní zařízení jsou vystaveny agresivnímu prostředí
- vyšší cena
- některé roztoky mohou být toxické

1.1.2 Ochlazování v roztocích louhů

Nejčastěji se používají vodné roztoky hydroxidu sodného (NaOH). Přísada louhů má na odvádění tepla hlavně nepřímý vliv, protože působí na stabilitu parního polštáře. Použitím 5 % roztoku hydroxidu sodného dochází téměř okamžitě k porušení parního polštáře. Se zvyšováním koncentrace se ochlazování při nízkých teplotách stále zpomaluje. Po překročení 30 % koncentrace se vlivem rostoucí viskozity snižuje rychlost ochlazování v celém intervalu teplot. Vodné roztoky hydroxidu sodného vytvářejí vysokou a stejnoměrnou tvrdost na povrchu výrobků, snižují výskyt trhlin a deformací při kalení. Nevýhodou oproti vodě je jejich vyšší chemická agresivita, která vyžaduje zvláštní bezpečnostní opatření (například ventilaci k odsávání par). Navíc tyto roztoky mění své složení pohlcováním kyslíčnicku uhličitého, a proto vyžadují systematickou kontrolu a včasnou výměnu. [5]

1.1.3 Ochlazování s emulzích a suspenzích

Emulzí se nazývá směs oleje a vody. Olej je ve vodě nerozpustný, proto se jejich smísení dosahuje dlouhodobým promícháváním. Jemně rozdělené částice oleje se rozptylují ve vodě, která je emulzním prostředím. Pro zvýšení stálosti emulzí lze přidat menší množství stabilizátorů. Emulze ochlazují rychle při nízkých teplotách, podobně jako voda. Se zvyšováním obsahu oleje v emulzích (3–20 %) se ochlazovací schopnost při nízkých teplotách nejdříve zvyšuje a potom snižuje. Při vysokých teplotách platí, že rychlosti ochlazování jsou tím nižší, čím vyšší je koncentrace oleje v emulzi. Ve srovnání s vodou mají emulze vyšší

nerovnoměrnost ochlazování a jejich ochlazovací účinek je více závislý na teplotě. V současné době jsou emulze nahrazovány roztoky polymerů. [5]

1.2 Olej

Kalící oleje jsou podobné ostatním produktům vyráběným z ropy, jako jsou například motorové oleje nebo průmyslové mazací oleje. Oleje pro kalení jsou ale upraveny pro specifické aplikace. Složení kalících olejů výrazně ovlivňuje průběh kalení. Různé oleje vykazují široký rozsah kalících rychlostí. Minerální oleje jsou směsi mnoha organických sloučenin. Z tohoto důvodu nemají konstantní teplotu varu. Tato teplota se liší v určitém rozmezí v závislosti na několika faktorech. Poloha a šířka tohoto rozmezí pro daný olej značně ovlivňuje jeho vlastnosti a závisí na původu a způsobu rafinace ropy, ze které byl olej vyroben. Hlavní faktory, které ovlivňují intenzitu kalení jsou: [4] [17]

- Poměr podílových frakcí, které tvoří základní olej
- Látky přidané za účelem zlepšení charakteristik oleje

Charakteristickou vlastností olejů je, že jejich ochlazovací schopnost nezávisí na teplotě oleje. Tato charakteristická vlastnost je jasně odlišuje od vody a kalících médií na bázi vody, pro které je teplota jedním z nejdůležitějších parametrů. Přesto se teplota kalících olejů udržuje obvykle v rozmezí 50–90 °C kvůli zpomalení martenzitické transformace. [17]

Oleje pro kalení by měly splňovat několik důležitých vlastností: [4]

- přijatelný bod vzplanutí a hoření
- nízkou tvorbu kalu
- eliminaci zbarvování součásti během kalení
- vhodné vlastnosti z hlediska odvádění tepla

Během kalení nesmí dojít ke vzplanutí oleje. Indikátorem teploty, při které dochází ke vzplanutí par nad hladinou oleje je bod vzplanutí. Čím vyšší je jeho hodnota, tím menší je riziko vzniku ohně. Teplotu bodu vzplanutí lze snížit zvýšením obsahu nafty v oleji. [4]

Tvorba kalu snižuje účinnost přenosu tepla, což může vést k nedostatečné tvrdosti některých částí. Tvorba kalu také snižuje tok oleje přes výměníky tepla, které se používají k ochlazování oleje během kalení. [4]

V ideálním případě by nemělo docházet k obarvení součástí během kalení. Vysoce kvalitní parafínové oleje předávají kaleným součástem světle šedou barvu. Také některé přísady používané pro zvýšení rychlosti kalení mohou zapříčinit zbarvení součástí. [4]

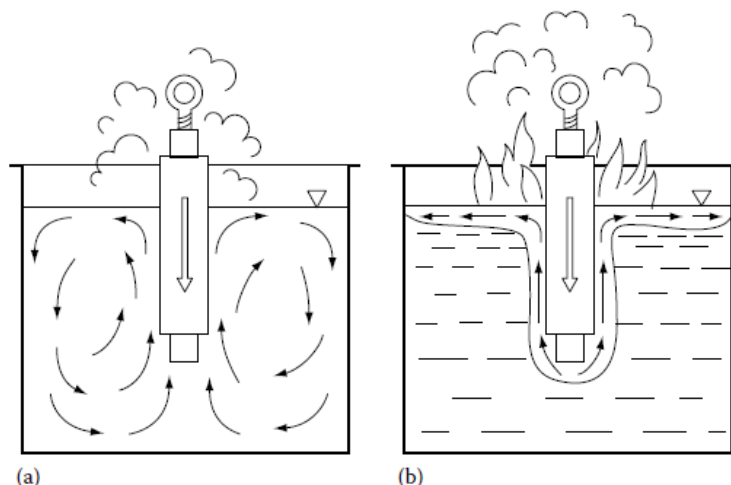
1.2.1 Rychlost ochlazování

Velmi důležitým provozním požadavkem kalících olejů je rychlost ochlazování. Ta ovlivňuje tvrdost a hloubku prokalení. Z hlediska vlastností souvisejících s odvodem tepla lze kalící oleje rozdělit na: [2] [4]

- Konvenční oleje (vyznačují se normální rychlostí kalení)
- Rychlé oleje (vyznačují se střední rychlostí kalení)
- Vysokorychlostní oleje (používají se pro martempering – přerušované kalení při teplotě těsně nad teplotou M_s)

Konvenční oleje jsou minerální oleje, které mohou obsahovat antioxidační látky ke zpomalení oxidační a tepelné degradace. Naopak neobsahují žádné přísady ke zvýšení rychlosti ochlazování. Vyznačují se relativně nízkými rychlostmi ochlazování. Z tohoto důvodu se používají pro materiály s dostatečně vysokou kalitelností, aby bylo možné dosáhnout požadovaných mechanických vlastností i při pomalém ochlazování. Typickým příkladem takových materiálů jsou vysoce legované a nástrojové oceli. [2] [4]

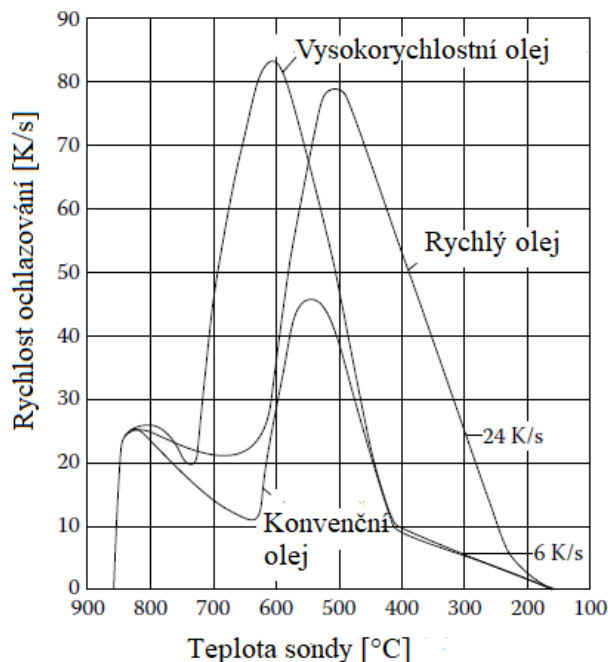
Rychlé kalící oleje jsou vyráběny z minerálních olejů a obsahují jednu nebo více přísad pro zvýšení rychlosti ochlazování. Tyto oleje se používají pro dosažení středních až vysokých hodnot tvrdostí a také tam, kde jsou vyžadovány konzistentní metalurgické vlastnosti. Povrchy součástí, které jsou kaleny v těchto olejích obvykle během kalení ztmavnou. Přestože mají obvykle nižší bod vzplanutí než jiné typy olejů, nebezpečí požáru se nezvyšuje, ale dokonce snižuje. Nebezpečí požáru totiž silně závisí i na viskozitě oleje. V rychlém oleji s nízkou viskozitou a nízkým bodem vzplanutí není zvýšení teploty v blízkosti kalené součásti tak velké, protože olej může snadno cirkulovat a téměř celý objem lázně se podílí na přenosu tepla. Naopak u oleje s vysokou viskozitou se během počáteční fáze kalení tohoto procesu účastní jen velmi malá část olejové lázně a hrozí tak vznik požáru. [2] [4] [17]



Obr. 3 Vliv viskozity a bodu vzplanutí na nebezpečí požáru – nízká viskozita a nízký bod vzplanutí (a); vysoká viskozita a vysoký bod vzplanutí (b) [17]

Vysokorychlostní kalící oleje mají využití u materiálů, u kterých je pro dosažení maximálních mechanických vlastností nutné zajistit velmi vysokou rychlost ochlazování. Jedná se například o součásti velkých průřezů ze středně vytvrditelné oceli nebo nitrocementované součásti. [2]

Oleje pro martempering se používají při teplotách 95–230 °C. Obvykle obsahují velmi vysoký podíl parafinových složek kvůli optimalizaci tepelné a oxidační stability. Z důvodu vysokých teplot se tyto oleje často používají v ochranných neoxidujících prostředích, což vede k použití teplot, které jsou mnohem blíže bodu vzplanutí, než dovolují podmínky na vzduchu. [4]



Obr. 4 Porovnání rychlosti ochlazování konvenčního oleje, rychlého oleje a vysokorychlostního oleje pomocí zkušební sondy (\varnothing 12,5 mm x 60 mm) z materiálu Inconel 600 [17]

1.2.2 Provozní teplota

Další důležitou vlastností je pro kalící oleje také provozní teplota. Provozní teplota kalících olejů má vliv na následující faktory: [2]

- životnost oleje
- rychlost kalení
- viskozita
- deformace součásti

Oleje pro nízké teploty kalení se používají při teplotách až 80 °C. Jejich využití je především tam, kde vzniklé deformace během kalení nejsou problémem. Naopak vysokoteplotní kalící oleje jsou určeny pro teploty až 200 °C a deformace vznikající během kalení lze ovlivnit. Kalení do vysokoteplotních olejů spočívá v procesu kalení v médiu se zvýšenou teplotou (obvykle 100–200 °C). Povrch součásti se obvykle ochladí rychleji než její střed, což znamená, že ve

chvíli, kdy se povrch ochladí na teplotu M_s , je v jádru ještě mnohem vyšší teplota a stále zůstává v austenitickém stavu. Z tohoto důvodu, když střed součásti dosáhne teploty M_s , je obklopen skořepinou z tvrdého a křehkého martenzitu. Přeměna austenitu na martenzit je doprovázena zvýšením objemu, ale při přeměně jádra součásti je toto rozšíření objemu omezeno martenzitovou skořepinou. Tím je způsobeno výrazné pnutí v povrchu součásti, které může vést k deformacím nebo k praskání. Vysokoteplotní oleje jsou vyráběny s vysokou tepelnou stabilitou a odolností vůči oxidaci. Obecně lze říct, že se vyznačují vysokými body vzplanutí a viskozitou. Jejich antioxidační účinky jim zajišťují dlouhou životnost při náročných provozních podmínkách. [2]

1.2.3 Snadnost likvidace

Kromě rychlosti ochlazování a provozní teploty je důležitým faktorem také jednoduchost odstranění kalícího oleje. Výhodné mohou být vodou omyvatelné kalící oleje. Tyto oleje umožňují rychlé oplachování ve studené vodě. Lze tak eliminovat potřebu alkalických čisticích prostředků a odmašťovadel, které jsou potřebné k odstranění ostatních druhů kalících olejů. Nevhodná údržba kalícího oleje může mít za následek znečištění součástí. [2]

1.2.4 Výběr oleje

Výběr vhodného kalícího oleje je rozhodující pro správné provedení tepelného zpracování. Vybrané kalící médium musí zajistit konzistentní kalení poprvé i po celou dobu životnosti kalícího média. Špatný výběr kalícího oleje může způsobit měkká místa v součásti a také krátkou životnost kalícího oleje. Vysoce kvalitní kalící oleje jsou vyráběny s vysokou teplotní stabilitou. Pro dosažení specifických vlastností jsou do olejů přidávána smáčedla a urychlovače kalení. Přidáním antioxidačních látek lze zajistit dlouhodobost používání zejména při zvýšených teplotách. Dále je možné přidat emulgátory pro usnadnění čištění součástí po kalení. Při výběru vhodného kalícího oleje by měla být zohledněna následující kritéria: [3] [4]

- u součástí s velkým průřezem by měl být použit olej s nízkou rychlostí ochlazování

- minimální teplota bodu vzplanutí by měla být o 90 °C vyšší než teplota, při které je olej používán

Chemické složení oceli, tloušťka součásti a typ kalícího média mají hlavní vliv na vlastnosti získané tepelným zpracováním. Výběr kalícího oleje závisí také na typu součásti, druhu pece a nákladech. Materiál součásti musí být vhodně zvolen, aby bylo možné dosáhnout požadované tvrdosti a mechanických vlastností. Důležitá je také geometrie součásti, která ovlivňuje stav zbytkového napětí a deformace. Nerovnoměrné velikosti průřezů, ostré hrany a složité tvary mohou vést k deformacím a praskání součásti. Olej musí být zvolen tak, aby bylo možné minimalizovat riziko deformací a popraskání součásti. Je vhodné volit kalící médium i s ohledem na druh pece. Volba kalícího oleje může být ovlivněna i stupněm míchání v nádrži (pokud je míchání nedostačující, je vhodnější zvolit rychlý kalící olej). V neposlední řadě je důležité zvážit také cenu kalícího média. Měly by být brány v úvahu nejen počáteční náklady, ale i provozní náklady a náklady na likvidaci a životní prostředí. K výběru vhodného kalícího oleje lze použít několik způsobů: [3]

- Srovnávání křivek chladnutí
- Porovnání kalícího výkonu
- Grossmanova H – hodnota intenzity ochlazovacího prostředí

Srovnávání křivek chladnutí

Křivku chladnutí lze měřit pomocí několika různých metod (tabulka 1). Jedná se o nejběžnější způsob porovnávání a výběru kalícího oleje. Je důležité zmínit, že různé metody měření chladící křivky nejsou přímo srovnatelné. Tato metoda je nejjednodušší a lze z ní odvodit podobnost nebo rozdílnost mezi jednotlivými kalícími médii. [3]

Proměnná	Metoda				
	ISO 9950	AFNOR NFT- 60778	JIS K2242	Z8 E 45003	ASTM D6200
Země	Mezinárodní	Francie	Japonsko	Čína	USA
Materiál sondy	Inconel 600	Stříbro 99,999 %	Stříbro 99,999 %	Stříbro 99,999 %	Inconel 600
Rozměry sondy [mm]	12,5 x 60	16 x 48	10 x 30	10 x 30	12,5 x 60
Objem oleje [ml]	2000	800	250	250	2000
Teplota oleje [°C]	40 ± 2	50 ± 2	80, 120, 160	80 ± 2	40 ± 2
Teplota sondy [°C]	850 ± 5	800 ± 5	810 ± 5	810 ± 5	850 ± 5

Tab. 1 Metody měření ochlazovacích křivek [3]

Kalící výkon

Pomocí metody popsané v normě ISO 9950 jsou změřeny tři charakteristické body ochlazovací křivky. Tyto body se dále používají ve vzorci odvozeném regresní analýzou, která popisuje kalící výkon kalícího oleje. [3]

$$HP = 91,5 + 1,34 T_{VP} + 10,88 CR - 3,85 T_{CP}$$

T_{VP} ... teplota přechodu mezi parní fází a fází varu

CR ... rychlost chlazení při 550 °C

T_{CP} ... teplota přechodu mezi fází varu a konvekční fází

Tato metoda umožňuje výběr kalícího oleje pomocí porovnání relativní vytvrzovací schopnosti každého z olejů. Pokud je kalící výkon porovnávaných kalících olejů v rozmezí 25 %, je možné považovat tyto kalící oleje za ekvivalentní. Tato metoda je rozšířením zkoušky křivek ochlazování. [3]

Grossmanova H – hodnota

Grossmanova H – hodnota se experimentálně stanovuje kalením řady kulatých tyčí. Po kalení jsou tyče nařezány, vyleštěny a naleptány. Stanovuje se tvrdost odpovídající 50 % martenzitu. Tato metoda je zaměřena pouze na schopnost kalícího média docílit určité tvrdosti a nezpůsobit deformace. Jedná se o rychlou metodu určování tvrdosti pro různé velikosti tyčí. Tato metoda ale nedává žádné informace o mikrostruktuře materiálu. [3]

Výpočet přenosu tepla

Výpočet spočívá v určení koeficientů přenosu tepla jako funkcí povrchové teploty pomocí inverzní metody. Tato metoda je přesnější, protože zahrnuje celý průběh kalení kalícího média. Nicméně podobné fyzikální a kalící vlastnosti neznamení, že olej bude v průběhu času působit stejným způsobem. [3]

1.2.5 Degradace olejů

Vlivem ponořování ohřátých součástí do oleje dochází v průběhu jeho životnosti k procesům, které významně mění jeho vlastnosti: [5]

- tepelný rozklad těžkých uhlovodíků, oxidace některých sloučenin
- u parafinových olejů vede stárnutí ke zvýšení intenzity ochlazování
- kontaminace, chemické procesy

Degradační reakce, které v oleji nastávají, závisí na mezifázové teplotě, množství přítomného kyslíku, složení oleje a koncentraci přísad sloužících ke zvýšení rychlosti ochlazování. Následkem těchto procesů vznikají sloučeniny, které mohou zlepšit smáčecí vlastnosti olejů. V důsledku rostoucí oxidace dochází ke zvyšování ochlazovací rychlosti oleje. Z toho důvodu není výjimkou, že má „čerstvý“ olej nižší intenzitu ochlazování než olej použitý. Tento jev je dále ovlivněn částečným snížením viskozity použitého oleje a nahromaděním vody, která často doprovází oxidaci oleje. Známkou degradace kalícího oleje může být zvýšení viskozity, obsahu kalu nebo bodu tečení. Také se může projevit neschopností dosáhnout požadované tvrdosti po kalení anebo zvýšeným výskytem deformací a praskání součástí. Obecně není životnost oleje nijak omezená, záleží především na kontaminaci a chemických procesech. [4] [5]

1.3 Roztoky polymerů

Roztoky polymerů jsou tvořeny organickými polymery. Obsahují korozní inhibitory a další přísady. Na rozdíl od kalících olejů jsou nehořlavé. Největší nevýhodou roztoků polymerů je jejich údržba a péče o ně, která spočívá v každodenních kontrolách. Nejčastěji se používají následující typy polymerů: [2]

- Polyalkylenglykol (PAG)
- Polyakrylát sodný (ACR)
- Polyvinylpyrrolidon (PVP)
- Polyetyl oxazolin (PEO)

Různé typy kalících roztoků polymerů mají velmi odlišné vlastnosti. Vhodným výběrem typu polymeru, koncentrace a teploty lázně lze dosáhnout velké flexibility kalících vlastností. Úspěšné použití roztoků polymerů závisí na prokalitelnosti materiálu, povrchové úpravě, typu pece a požadovaných fyzikálních vlastnostech. Díky tomu, že jsou roztoky polymerů nehořlavé, přinášejí řadu environmentálních výhod: [2]

- minimalizace potřeby ochranných zařízení
- čistší a bezpečnější pracovní prostředí
- během kalení nedochází ke vzniku kouře

Kromě environmentálních výhod poskytují i technické a výrobní výhody: [2]

- flexibilní rychlost kalení – změnou koncentrace a teploty je možné dosáhnout různých rychlostí kalení, což umožňuje zpracování široké škály materiálů a komponent
- odstranění vzniku měkkých míst díky vytvořenému polymernímu filmu kolem součástí
- úbytek výskytu deformací – polymerní film snižuje tepelné gradienty a zbytková pnutí
- tolerance ke kontaminaci vodou
- snížení nákladů
- snadnější čištění – zbytkový polymerní film se při vysokých teplotách úplně rozloží za vzniku vodní páry a oxidů uhlíku
- snížení teploty během kalení

1.3.1 Údržba a kontrola roztoků polymerů

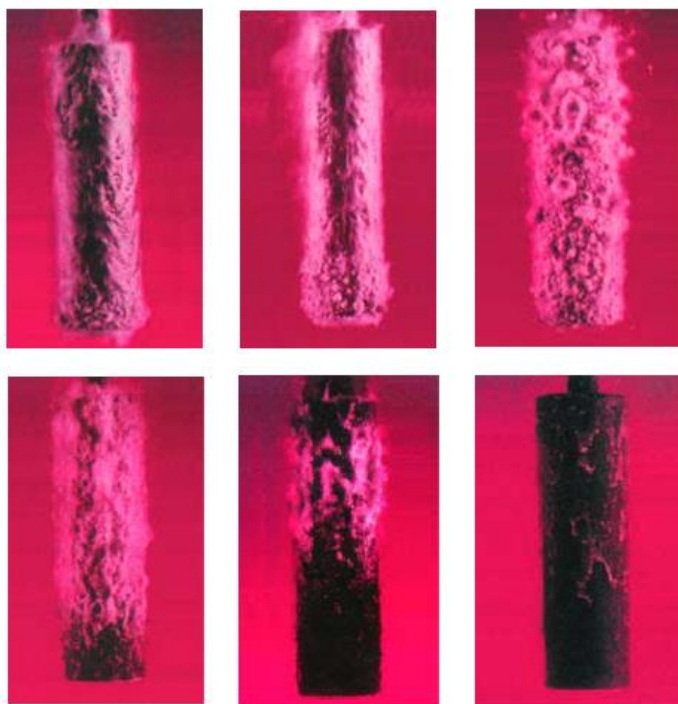
Kalící systémy a nádrže by měly být důkladně vyčištěny, aby došlo k odstranění usazenin a zbytků, které by mohly kontaminovat polymer. Během plnění se doporučuje míchání nebo cirkulace tekutiny. Chladicí nádrže by měly být natřené fenolovými nebo pryskyřičnými barvami. Charakteristiky všech typů polymerů jsou ovlivněny převážně stupněm víření. Obecně lze říct, že je žádoucí intenzivní turbulentní víření, aby bylo možné minimalizovat parní fázi a udržovat jednotné vlastnosti kalení a teplotu. [2]

Kontaminace roztoků polymerů může zkrátit jejich životnost nebo také snížit kalící schopnosti. Kontaminace pevnými částicemi, jako jsou například saze, má jen malý vliv na rychlost kalení. Tyto částice ale mohou ovlivňovat čistotu kalených komponent. Kontaminace tekutinami, ochrannými prostředky proti rzi nebo hydraulickými oleji může zapříčinit biologický růst mikroorganismů a také prodloužení oblasti parního polštáře během kalení. Stejně jako ostatní média na bázi vody jsou roztoky polymerů citlivé na mikrobiologickou kontaminaci. Vzniklé bakterie mohou způsobit vyčerpání inhibitorů koroze. Dále může dojít k zablokování filtrů a trysek kalícího zařízení, čímž může být narušena účinnost ochlazovacích systémů. Jedním z preventivních opatření proti růstu mikroorganismů je udržení nepřetržité cirkulace kalícího média nebo občasné přidání biocidu. [2]

1.3.2 Polyalkylenglykol (PAG)

Polymerní roztoky na bázi PAG jsou jedním z nejpoužívanějších typů roztoků. Používají se především na indukční kalení, kalení vodní mlhou a pro tepelné zpracování hliníkových slitin. Tyto roztoky obsahují přísady pro zvýšení výkonu v provozu, jako jsou například inhibitory koroze. Zvláštní charakteristikou polyalkylenglykolů je, že vykazují inverzní rozpustnost ve vodě. To znamená, že v určitém rozmezí teplot jsou nerozpustné. Inverzní teplota rozpustnosti se může pohybovat od 60 °C do 90 °C v závislosti na chemickém složení. Ve chvíli, kdy se horký kov ponoří do roztoku PAG polymeru, dojde k oddělení polymeru od roztoku. Oddělený

polymer pokryje horký kov a vytvoří se film, který výrazně ovlivňuje přestup tepla. Jakmile teplota klesne pod teplotu této separace, polymer se opět rozpustí. [2]



Obr. 5 Průběh kalení při použití polymeru na bázi PAG [2]

Na rychlost ochlazování v roztoku na bázi PAG má největší vliv koncentrace, teplota a stupeň víření. Koncentrace polymeru ovlivňuje tloušťku vytvořeného polymerního filmu, který se během kalení vytváří na povrchu součásti. Čím vyšší je koncentrace, tím nižší je maximální rychlost ochlazování: [2]

- 5 % roztoky zlepšují smáčivost na povrchu součásti, což napomáhá k rovnoměrnějšímu kalení.
- 10 % až 20 % roztoky vykazují takové kalící vlastnosti, které se blíží vlastnostem rychlých olejů. Jsou vhodné především pro nízko prokalitelné oceli.
- 20 % až 30 % roztoky jsou vhodné pro více prokalitelné oceli.

Obecně platí, že maximální rychlost ochlazování klesá s rostoucí teplotou. Maximální teplota by měla být zvolena s ohledem na inverzní teplotu rozpustnosti. Obvykle je doporučena maximální provozní teplota přibližně 55 °C. Během víření nemá teplota velký vliv na oblast parního polštáře. [2]

Proces víření má velký vliv na kalicí charakteristiku všech polymerů. Zajišťuje rovnoměrné rozložení teploty uvnitř lázně a ovlivňuje také rychlost ochlazování. Čím vyšší je stupeň víření, tím kratší je oblast parního polštáře a dochází ke zvýšení rychlosti ochlazování. [2]

1.3.3 Akrylátové roztoky polymerů (ACR):

Roztoky polymerů na bázi ACR mají vlastnosti, které se velmi podobají vlastnostem olejů. Tyto vlastnosti umožňují zpracování širokého spektra legovaných ocelí a materiálů s vyšší prokalitelností. Na rozdíl od PAG polymerů nevykazují polymery na bázi ACR inverzní rozpustnost. Produkují vrstvy s vysokou viskozitou, které jsou účinné při snižování rychlosti kalení během konvekční fáze. Díky tomu a dalším fyzikálním vlastnostem je oblast parního polštáře značně stabilní. Roztoky polymerů na bázi ACR se obvykle používají tam, kde kalení probíhá přímo z tvářecích teplot (například u pružin a cementovaných ozubených kol). Stejně jako v předchozím případě je jejich ochlazovací účinek závislý na koncentraci, teplotě a víření. [2]

Při koncentraci vyšší než 10 % mají roztoky polymerů na bázi ACR mnohem vyšší viskozitu než minerální oleje. Obvykle se používají roztoky s koncentrací 15 % až 25 %, což zaručuje polymerům podobné kalicí vlastnosti, jako mají středně rychlé kalicí oleje. [2]

Čím vyšší je teplota, tím více se prodlužuje oblast parního polštáře a klesá maximální rychlost ochlazování. Obvykle se doporučuje maximální provozní teplota přibližně 60 °C, aby bylo možné minimalizovat ztráty odpařováním. [2]

Stejně jako v předchozím případě má velký vliv proces víření. Bez víření dochází k tvorbě výrazného parního polštáře. Víření může také výrazně snížit oblast stabilního parního polštáře. [2]

1.3.4 Polyvinylpyrrolidon (PVP)

Hlavní výhodou těchto polymerních roztoků oproti roztokům polymerů na bázi PAG je, že jejich ochlazovací rychlost je při vyšších teplotách vyšší, zatímco při nižších teplotách je pomalejší. Svým průběhem se podobají rychlým olejům, a dokonce při koncentraci 15 % až

20 % je možná plná záměna za olej. PVP roztoky polymerů se používají především na hřídele a materiály s vysokou prokalitelností. Také kalicí charakteristiky roztoků polymerů na bázi PVP jsou ovlivněny koncentrací, teplotou a vířením. [2]

Obvykle se polymery na bázi PVP používají při koncentracích 15 % až 25 %. Jak už bylo řečeno výše, při této koncentraci jsou jejich kalicí vlastnosti velmi podobné kalicím vlastnostem olejů. [2]

S rostoucí teplotou dochází u těchto polymerů k prodlužování oblasti parního polštáře a k poklesu maximální rychlosti ochlazování. Stejně jako u akrylátových roztoků polymerů se doporučuje provozní teplota přibližně 60 °C, aby se minimalizovalo riziko ztrát způsobených odpařováním. [2]

Parní fáze je u PVP roztoků polymerů méně stabilní než u polymerů na bázi ACR. Z tohoto důvodu je důležité zajistit víření k dosažení jednotných vlastností kalení a k rozložení teplot v lázni. [2]

1.3.5 Polyetyl oxazolin (PEO)

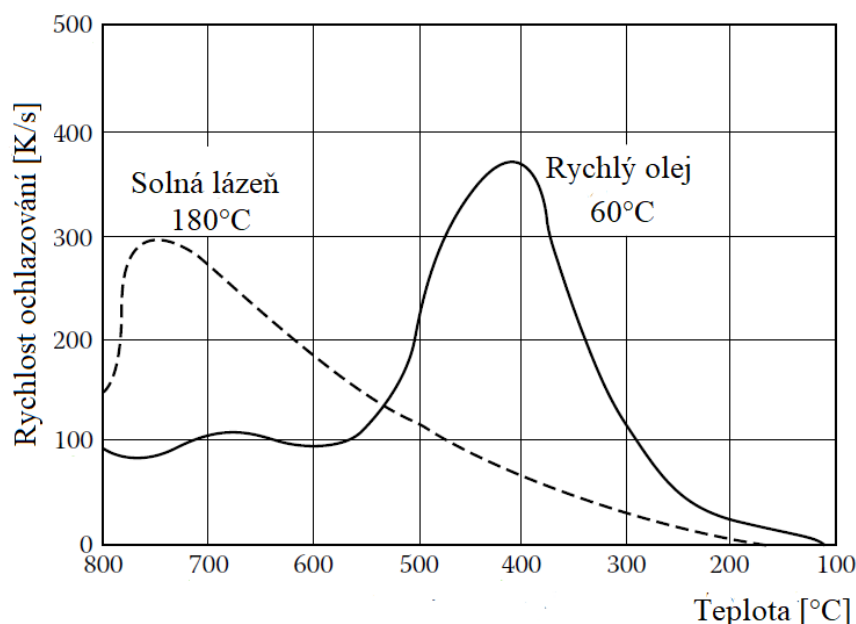
Roztoky polymerů na bázi PEO mají ze všech polymerů nejvíce podobné kalicí vlastnosti jako oleje. Požadované vlastnosti se získávají při nízkých koncentracích polymeru. Stejně jako roztoky polymerů na bázi PAG vykazují inverzní rozpustnost. Teplota inverzní rozpustnosti je 60–65 °C. Z tohoto důvodu je jejich kalicí mechanismus podobný mechanismu polyalkylen glykolu. Vlastnosti tohoto typu polymerních roztoků závisí na stejných faktorech jako vlastnosti ostatních polymerů (koncentrace, teplota, víření). [2]

Roztoky polymerů na bázi PEO lze používat v širokém rozsahu koncentrací (5 % až 25 %) v závislosti na aplikaci. Velký význam má nízká rychlost ochlazování v konvekční fázi, ve které při koncentracích 15 % až 25 % dosahuje rychlost kalení téměř stejné rychlosti jako u kalicích olejů. Díky tomu lze PEO polymery používat i pro vysoce legované oceli. [2]

Vzhledem k inverzní rozpustnosti polymerů na bázi PEO při teplotě přibližně 63 °C je důležité zajistit účinné chladicí systémy. Stejně jako u ostatních typů polymerů závisí ochlazovací účinek na stupni víření. U polymerních roztoků na bázi PEO se parní fáze snadno rozkládá a může i zcela zmizet s turbulencí míchání. To je obzvláště důležité pro kalení nízko prokalitelných materiálů. [2]

1.4 Solné lázně

V případě solných lázní je mechanismus přenosu tepla zcela odlišný. Podle Newtonova zákona je hustota tepelného toku i rychlost ochlazování úměrná gradientu povrchové teploty. Z tohoto důvodu dochází k nejvyšší rychlosti ochlazování v počáteční fázi kalení při 800–700 °C a ne v oblasti perlitické transformace. Rychlost ochlazování solných lázní lze zvýšit přidáním vody, cirkulací anebo kombinací těchto dvou faktorů. [1] [17]



Obr. 6 Rychlost ochlazování stříbrné kuličky o \varnothing 20 mm v solné lázni a rychlém oleji [17]

Každý typ solné lázně (alkalické, lázně obsahující ledek) mají specifický rozsah aplikačních teplot. Běžně se tyto teploty pohybují mezi 160–500 °C, u alkalických lázní přibližně 350–600°C. Povrch po kalení v solných lázních je charakteristický mírným zoxidováním a zabarvením. V případě alkalických lázní je povrch čistší a světle šedý. [1] [17]

1.4.1 Solné lázně obsahující ledek

Tento typ solných lázní má relativně nízkou teplotu tání. Přesná hodnota teploty závisí na konkrétním složení lázně. Přidáním vody dojde ke snížení viskozity směsi a tím i ke snížení rychlosti ochlazování. [17]

Chemické složení [%]	Teplota tání [°C]	Aplikační teplota [°C]
NaNO ₃	308	320–550
KNO ₃	334	350–550
NaNO ₂	284	323–550
KNO ₂	387	–
45 % NaNO ₃ + 55 % KNO ₃	120	230–550
50 % NaNO ₃ + 50 % KNO ₂	150	160–550
50 % NaNO ₂ + 50 % KNO ₃	225	280–550
25 % KNO ₃ + 75 % NaNO ₃	240	380–540
50 % NaNO ₃ + 50 % NaNO ₂	205	260–600

Tab. 2 Chemické složení a rozsah aplikačních teplot běžně používaných solných lázní [17]

Přidáním vody dochází ke zvýšení intenzity a snížení teploty tání solné lázně. Solné lázně ochlazují relativně pomalu a stejnoměrně. Následující faktory mohou být použity k úpravě rychlosti ochlazování: [17]

- teplota solné lázně
- viskozita
- míra cirkulace
- přídavek vody

Přidávání vody k roztaveným solím by mělo probíhat velmi opatrně, aby se zabránilo rozstříkávání. Poté by měla být lázeň silně promíchána. Obsah vody v solné lázni lze odhadnout pozorováním intenzity odpařování při ponořování součástí pro kalení. Další možností, jak

vyhodnotit obsah vody je odebrání a zvážení vzorku solné lázně. Tento vzorek se poté zahřeje na teplotu 400 °C, aby se odpařila voda a poté se vzorek znovu zváží. [17]

1.4.2 Alkalické solné lázně

Taveniny NaOH a KOH jsou obecně bezpečnější než solné lázně obsahující ledek. Také v tomto případě nedochází k zoxidování povrchu kalené součásti. Teploty tání NaOH a KOH jsou 328 °C a 360 °C, ale přidáním vody dochází ke snížení těchto teplot. Čím nižší je teplota tání oproti teplotě lázně, tím nižší je viskozita lázně. Snížením viskozity lázně dochází ke zvýšení ochlazovací schopnosti alkalické solné lázně. Vliv chemického složení a teploty tání na intenzitu kalení je však u alkalických solných lázní mnohem menší než u solných lázní obsahujících ledek. Rychlost ochlazování alkalické solné lázně výrazně ovlivňuje její teplota. [17]

Chemické složení [%]	Teplota tání [°C]	Aplikační teplota [°C]
NaOH	328	350–700
KOH	360	400–650
37 % NaOH + 63 % KOH	160	180–350

Tab. 3 Chemické složení a rozsah aplikačních teplot běžně používaných alkalických lázní [17]

Stejně jako v předchozím případě je nejúčinnějším faktorem zvyšujícím rychlost ochlazování alkalických solných lázní voda. Ta by se ale neměla přidávat do lázní, jejichž provozní teplota je vyšší než 250 °C. Kalené součásti z alkalických lázní nemusí být po kalení otryskány, ale je nutné pečlivě odstranit zbytky alkálií z povrchu. V opačném případě dochází vlivem alkálií ke zvýšení náchylnosti povrchu k atmosférické korozi. Z tohoto důvodu jsou někdy součásti kalené v alkalických lázních pasivovány. Přidáním Na_3PO_4 do lázně lze zvýšit odolnost kalené součásti proti korozi. [1] [17]

Adsorpcí oxidu uhličitého ze vzduchu dochází k vytváření uhličitánů uvnitř alkalické lázně. Tyto uhličitany ve spojení s oxidem kovu ovlivňují kalící vlastnosti lázně. V takovém případě

je doporučeno odstranit vzniklé sraženiny, doplnit lázeň novými alkáliemi a deoxidovat ji přidáním $K_4Fe(CN)_6$, boraxu nebo směsí obou. [17]

1.4.3 Bezpečnostní opatření

Základní nevýhodou solných lázní je, že vytvářejí exotermické reakce s hořlavými materiály, které mohou vést k požáru nebo výbuchu. Z bezpečnostních důvodů je proto nutné, aby byla dodržována příslušná bezpečnostní opatření. Mezi taková opatření lze zařadit: [1]

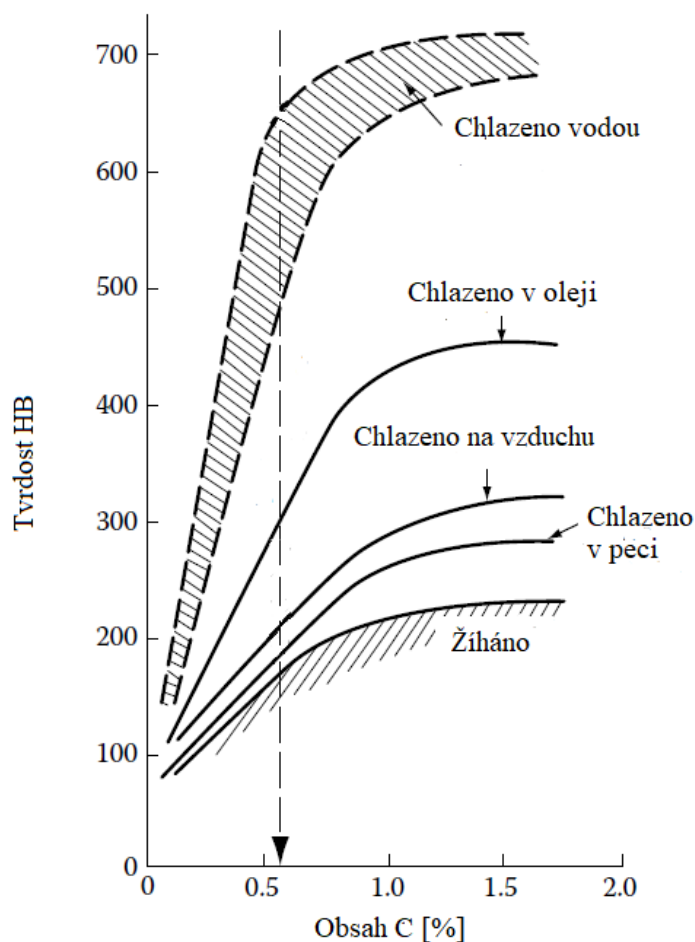
- Dodržování čistých stěn kalících nádob a topných elementů
- Kontroly nádoby kvůli lokálnímu poškození
- Kontroly přívodu elektřiny a měřících obvodů
- Ohřev na správnou teplotu a následná kontrola regulátorů teploty
- Velmi dobrá ventilace provozní haly
- Oddělená zařízení v hale
- Přítomnost hlásičů na detekci CO_2
- Používání ochranných rukavic

Dále je potřeba dodržovat, aby hořlavé materiály (dřevo, olej, papír) nebyly skladovány v blízkosti chladicí nádrže a v žádném případě nepřišly do kontaktu se solí. Případný požár lze hasit hasícími přístroji na bázi oxidu uhličitého nebo suchého písku. Naopak se k tomuto účelu nikdy nesmí použít voda. Všechny nástroje a nádoby pokryté ztuhlou solí je potřeba pečlivě očistit. V neposlední řadě je důležité pravidelně odstraňovat kal usazený na dně nádrže. [17]

Navzdory těmto podstatným nevýhodám (především možnost exotermických reakcí a nebezpečí výbuchu) jsou solné lázně dále používány, protože se jedná o nejvhodnější kalící médium pro teploty 250–550 °C. Jejich použití je ale omezeno. Nedají se použít pro oceli s vyšší austenitizační teplotou než 950 °C a pro průřezy přesahující 15–20 mm. [1]

1.5 Plyny

Stejně jako u jiných kalících médií je ochlazování v plynu závislé na průtokové rychlosti. Přestože zvýšení rychlosti proudění zvyšuje rychlost ochlazování, pro vytvoření martenzitické struktury nemusí být tato rychlost pro některé oceli dostatečná. Z obrázku č. 7 lze vidět, že schopnost vzduchu zakalit uhlíkovou ocel silně závisí na zvyšujícím se obsahu uhlíku v oceli: [17]



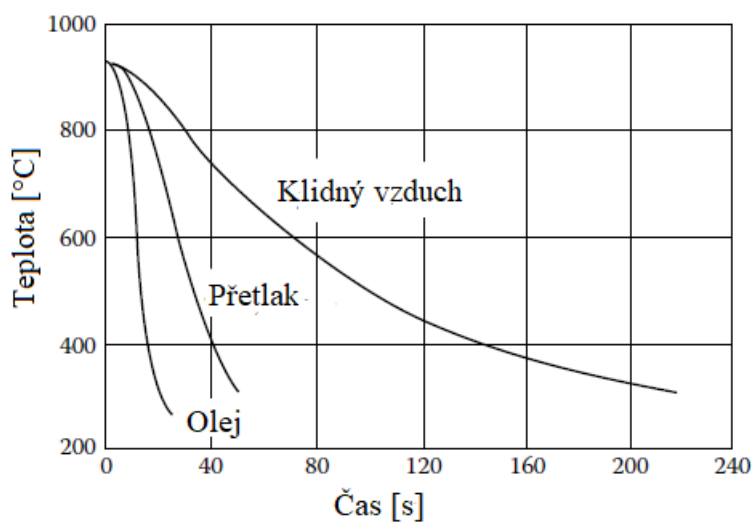
Obr. 7 Hodnoty tvrdosti kalené uhlíkové oceli s různým obsahem uhlíku [17]

Významnou výhodou kalení v plynu je, že dochází k eliminaci oduhličení povrchu součásti, čímž se snižují výrobní náklady. Díky těsnosti vakuových pecí je umožněna větší kontrola povrchové chemie a také omezení povrchové oxidace výrobku. [17]

1.5.1 Vzduch

Kalení na vzduchu je vhodné pro samokalitelné oceli a součásti s menšími průřezy. Protože koeficient přestupu tepla klidného vzduchu je o hodně menší než koeficient přestupu tepla jiných kalících médií, nedojde u většiny konstrukčních a nástrojových ocelí k vytvoření požadované martenzitické struktury během kalení. Obvykle po ochlazení z teploty austenitizace dochází k vytvoření perlitické struktury. V takovém případě se jedná o normalizační žihání. [1] [17]

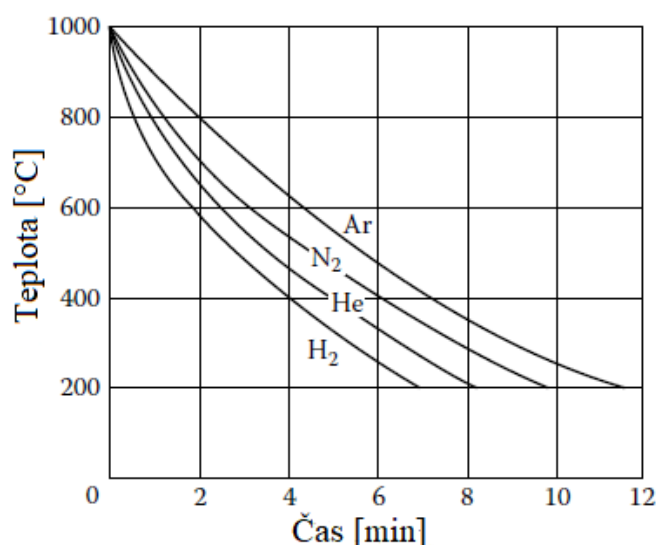
Rychlost ochlazování přetlakem je vyšší než rychlost ochlazování klidného vzduchu, ale není dostatečná pro většinu aplikací. Ochlazování přetlakem lze použít pro kalení součástí s malým průřezem, jako jsou například tenkostěnné trubky, plechové výrobky a tenké dráty vyrobené z ocelí s dostatečně vysokou vytvrditelností. V některých případech lze ochlazování přetlakem vzduchu použít i na velké a těžké součásti z ocelí s vysokou kalitelností, protože kalení v oleji může u takových součástí vyvolat vysoké tepelné a strukturní pnutí. Pro zvýšení rychlosti ochlazování lze do proudu vzduchu přidat vodní mlhu. Pomocí přetlaku lze dosáhnout střední rychlosti ochlazování mezi klidným vzduchem a olejem. [17]



Obr. 8 Ochlazovací křivky získané při kalení trubek z oceli 25CrMo4 (∅ 31,7 x 1,6 mm) v oleji, přetlaku a na klidném vzduchu [17]

1.5.2 Vakuové pece

Mezi nejčastěji používané plyny ve vakuových pecích patří dusík, argon, helium a vodík. Nejrozšířenějším plynem je dusík, přestože vodík i helium mají větší intenzitu ochlazování. Nevýhodou helia je ale jeho vysoká cena a omezená dostupnost. V případě vodíku je nevýhodou jeho výbušnost a možnost oduhličování součástí při teplotách nad 1000 °C. Z těchto důvodů se vodík používal pouze ve zvláštních případech jako přísada pro zvýšení rychlosti ochlazování dusíku a jeho koncentrace nepřekročila 10 %. V současné době však existují bezpečnější způsoby zvýšení rychlosti ochlazování a vodík se už jako přísada nepoužívá. [1] [17]



Obr. 9 Křivky ochlazování ocelového vzorku (2 % C, 13,5 % Cr) o rozměrech 38 x 38 x 38 mm v různých plynech při tlaku 933 hPa [17]

Pomocí termodynamické teorie byla určena závislost koeficientu přestupu tepla na tlaku a rychlosti proudění plynu. Pro tuto závislost platí vztah: [17]

$$\alpha = (w \times p)^m \text{ [Wm}^{-2}\text{K}^{-1}\text{]}$$

w... průtok plynu

p... tlak plynu

m... exponent zjištěný empiricky (0,6 – 0,8)

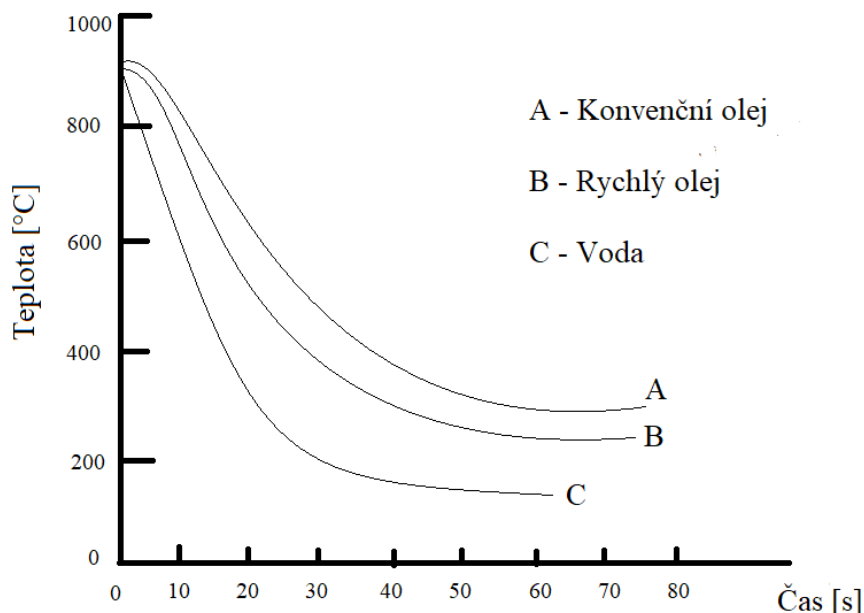
Z tohoto vztahu lze odvodit, že s rostoucí rychlostí průtoku a tlaku plynu se hodnota koeficientu přestupu tepla zvyšuje, čímž se zvyšuje i rychlost ochlazování. Se zvyšujícím se tlakem a průtokem plynu dochází ke zvýšení počtu částic, které přicházejí do kontaktu s povrchem kalené součásti. Dále lze z této rovnice odvodit, že rychlost ochlazování plynů se nezvyšuje úměrně s jejich tlakem, například při zvýšení tlaku z jedné atmosféry na šest se intenzita ochlazování zvýší 3,5×. Rychlost ochlazování však nezávisí pouze na tlaku a průtoku plynu, ale také na dalších faktorech. Mezi takové faktory lze zařadit například konstrukci, uspořádání a tvar (poměr povrchové plochy k hmotnosti zatížení) zařízení dodávajícího plyn. [1] [17]

Pomocí kalení ve vakuových pecích lze dosáhnout požadované tvrdosti součásti, minimalizace distorzí a také čistého povrchu po kalení. Ve většině případů tedy není po kalení ve vakuové peci nutné další ošetření povrchu. Pro dosažení takového výkonu a rychlosti ochlazování je nezbytné, aby ochlazování v plynu bylo rovnoměrné. Dále je nutné zajistit nízký obsah kyslíku a vlhkosti v plynu, aby nedošlo k překročení přípustných stanovených hodnot. Při kalení vysoce legovaných ocelí by obsah kyslíku a vlhkosti neměl překročit 5 ppm. V případě nízkolegovaných ocelí jsou tolerovány o něco vyšší hodnoty. [17]

2. Charakteristiky olejů

2.1 Ochlazovací vlastnosti

Obecně je u kalících olejů žádoucí, aby během počátečních fází kalení dosahovaly relativně vysoké rychlosti ochlazování. Díky tomu dochází k minimalizaci tvorby produktů perlitu, které mají za následek snižování tvrdosti. Obrázek č. 10 znázorňuje rozdíl mezi křivkami ochlazování rychlého oleje, konvenčního oleje a vody. Je zřejmé, že v tomto případě je nejrychlejším kalícím médiem voda. Konvenční olej vykazuje nejpomalejší rychlosti ochlazování. Křivka chladnutí rychlého oleje se nachází mezi dvěma předchozími křivkami. Křivka ochlazování vody je nejstrmější a má nejkratší počáteční fázi ochlazování. V případě konvenčního oleje je počáteční fáze ochlazování nejdelší a nastává riziko, že se počáteční ochlazovací fáze rozšíří do oblasti perlitické transformace. Z tohoto důvodu může být obtížné dosáhnout optimální tvrdosti ocelí s nižší prokalitelností. [4]

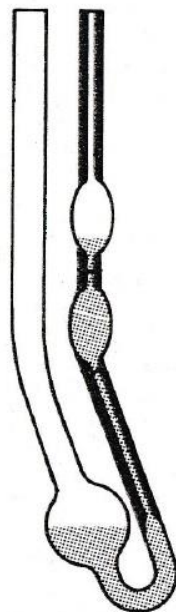


Obr. 10 Ochlazovací křivky různých typů kalících médií

2.2 Viskozita

Výkon kalícího oleje silně závisí na jeho viskozitě, která se mění s teplotou a způsobem použití oleje. Změnou teploty dochází ke kolísání viskozity oleje, což ovlivňuje rychlost přenosu tepla během procesu kalení. Účinek teploty na viskozitu se u různých olejů liší. Pro kvantitativní vyhodnocení tohoto jevu byl zaveden index viskozity. Hodnota tohoto indexu se stanovuje porovnáním křivek viskozita – teplota zkoumaného oleje s podobnými křivkami dvou referenčních olejů. Tyto oleje jsou zvoleny tak, aby se jejich viskozita a teplotní charakteristiky od sebe radikálně lišily. Index viskozity referenčního oleje, který vykazuje nejmenší odchylky viskozity nabývá hodnoty 100. Index viskozity oleje, který vykazuje největší odchylky viskozity nabývá hodnoty 0. Viskozita oleje s vyšším indexem viskozity se s teplotou mění méně než viskozita oleje s nižším indexem viskozity. Změny viskozity kalícího oleje mohou značit oxidaci, tepelnou degradaci nebo přítomnost kontaminujících látek. Obecně lze říct, že viskozita roste s degradací oleje, což může vést ke změnám v rychlosti kalení. Obvykle vede zvýšení viskozity oleje ke snížení přenosu tepla. Nejčastěji se používá koncept kinematické viskozity, který je definovaný jako poměr dynamické viskozity k hustotě. Viskozita olejů se obvykle vyjadřuje v mm^2/s . [2] [4] [17]

Norma ASTM D 445 předepisuje pro měření kinematické viskozity kalibrovaný skleněný kapilární viskozimetr a lázeň s konstantní teplotou. Během zkoušky je zaznamenán čas (počet sekund), kdy objem tekutiny protéká kapilární částí viskozimetru udržovaného při konstantní teplotě. Kinematická viskozita je stanovena vynásobením změřeného času průtoku viskozimetrovou konstantou. [4]



Obr. 11 Viskozimetr pro měření kinematické viskozity [15]

2.3 Bod vzplanutí a hoření

Bod vzplanutí kalícího oleje odpovídá nejnižší teplotě, při které vnější zápalný zdroj vyvolá dočasné vzplanutí par nad hladinou kapaliny. Bod vzplanutí je velmi důležitý, protože souvisí s maximální bezpečnou pracovní teplotou. Obecně se uvádí, že maximální teplota oleje by měla být 40–50 °C pod bodem vzplanutí oleje. Lze rozlišovat bod vzplanutí v otevřeném a uzavřeném kelímku. Hromadění stop hořlavých látek s nízkou teplotou varu v parní fázi vede k relativně nízkému bodu vzplanutí. Body vzplanutí v uzavřeném kelímku mívají nižší teplotu než body vzplanutí v otevřeném kelímku. Změny teploty bodu vzplanutí obvykle naznačují kontaminaci oleje, přítomnost rozpuštěných plynů nebo degradaci oleje. [2] [4]

Bod hoření je teplota, při které zahříváná látka vyvine tolik par, že jejich směs se vzduchem vzplane a pokračuje v hoření po vystavení zdroji iniciačního plamene. Teplota bodu hoření je vždy vyšší než teplota bodu vzplanutí. V případě pouze částečného ponoření součásti do kalícího oleje, se olej v kontaktu s horkým kovem může zahřát nad teplotu bodu hoření. Horký kov poté působí jako zdroj vzplanutí a může mít za následek požár. [4]

Norma ČSN EN ISO 2592 definuje bod vzplanutí jako nejnižší teplotu zkušební podílu, přepočtenou na standardní atmosférický tlak 101,3 kPa, při které aplikace zkušební plamene způsobí, že páry zkušební podílu vzplanou za určených podmínek zkoušky. Podstata zkoušky spočívá v naplnění zkušební kelímku zkušebním podílem do určené výšky. Nejprve se teplota zkušební podílu smí prudce zvýšit a poté se zvyšuje pomalu konstantní rychlostí (5 °C/min až 6 °C/min) až do dosažení bodu vzplanutí. Ve stanovených teplotních intervalech se přejíždí malým zkušebním plamenem přes zkušební kelímek. Nejnižší teplota, při které aplikace zkušební plamene způsobí zapálení par nad hladinou kapaliny, se považuje za bod vzplanutí při okolním atmosférickém tlaku. Pro stanovení bodu hoření se ve zkoušce pokračuje, až aplikace plamene způsobí, že se páry nad zkušebním podílem zapálí a hoří nejméně 5 vteřin. [18]

2.4 Obsah vody

Přítomnost vody v oleji, která může vzniknout degradací oleje nebo vnější kontaminací, je velmi nežádoucí. Kontaminaci kalících olejů vodou je proto nutné se za každou cenu vyhnout. Už velmi malé množství vody (0,05 %) může ovlivnit vlastnosti oleje při kalení – mohou vznikat měkká místa, deformace nebo může dojít k praskání součástí. Dalším příznakem vody v oleji jsou změny v rychlostech ochlazování. Zvyšující se koncentrace vody v oleji s normální rychlostí ochlazování vede k odpovídajícímu zvýšení rychlosti ochlazování. Naopak u rychlých olejů způsobuje vyšší koncentrace vody nižší rychlost ochlazování. Při koncentraci vody 0,5 % a více může docházet k pění během kalení, což může vést k požárům a výbuchům. Při dostatečném množství vody v kalící lázni může dojít i k explozi způsobené tvorbou páry. [2]
[4]

Obsah vody v oleji lze měřit titrační metodou Karla Fischera. Metoda používá coulormetrickou nebo objemovou titraci ke stanovení zbytkového obsahu vody ve vzorku. Objemová titrace je

založena na rozpuštění vzorku v rozpouštědle na bázi alkoholu a následné reakci s činidlem Karl Fischera (rozpouštědlo je složeno z jódu, oxidu siřičitého a báze). Obsah vlhkosti vzorku je stanoven z objemu tohoto spotřebovaného činidla. [16]

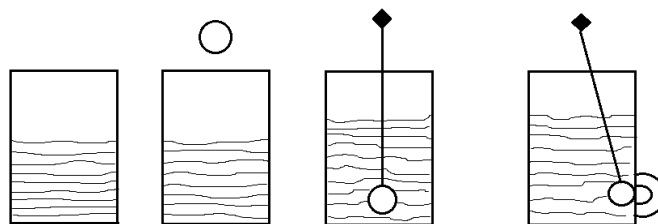
Metoda coulometrické titrace spočívá v rozpuštění vzorku v rozpouštědle (rozpouštědlo je tvořeno alkoholem, oxidem siřičitým, bází a ionty jódu) a následné změně iontů jódu na elektroneutrální jód. Tato změna se provádí elektrolytickou oxidací. Obsah vlhkosti ve vzorku je určen z množství náboje (coulomb) požadovaným při elektrolytické oxidaci. [16]

2.5 Rychlost kalení

Rychlost kalení je kritická výkonnostní charakteristika kalících olejů. Z tohoto důvodu je kontrola rychlosti kalení a analýza křivky chladnutí nejdůležitější kontrolou pro všechna kalící média. Existuje celá řada metod pro měření rychlosti kalení (například metoda Nickel ball). [2]

2.5.1 Metoda Nickel ball

Detailní popis zkoušky se nachází v ASTM Standard D 3520. Zkouška spočívá v zahřátí niklové kuličky o průměru 22 mm na teplotu 885 °C. Poté se kulička vloží do drátěného koše, který obsahuje 200 ml kalícího oleje o teplotě 21–27 °C. Magnet je umístěn z vnější strany koše co nejbližší niklové kuličce. Časovač se spustí při průchodu kuličky fotoelektrickým senzorem. Kulička se ochlazováním dostane přes hranici Curieho bodu (354 °C), což je teplota, při které se stává magnetickou. To má za následek přitažení kuličky magnetem a zastavení časovače. Doba ochlazování potřebná k dosažení Curieho teploty se někdy označuje jako rychlost extrakce tepla. Takto získané výsledky se dále používají k rozdělení kalících olejů na rychlé, střední a pomalé. [4]



Obr. 12 Schéma metody Nickel ball [4]

2.6 Neutralizace, pH

Touto vlastností lze zjistit míru oxidace v kalícím oleji. Zoxidovaný olej může vytvářet organické kyseliny, které mají za následek zvyšování hodnoty pH. Tyto kyseliny dále výrazně ovlivňují viskozitu oleje a tím také jeho kalící vlastnosti. Oxidační složky v oleji snižují stabilitu plynné fáze a zároveň zvyšují maximální rychlost ochlazování, čímž se zvyšuje riziko vzniku deformací a praskání součástí. Stupeň oxidace oleje lze zjistit sledováním změn neutralizačního čísla. Obecně platí, že s rostoucím neutralizačním číslem roste i množství kalu v oleji. [2]

Měření neutralizačního čísla může být použito ve spojení s dalšími měřeními, například s viskozitou a obsahem vody v oleji. Spojení těchto měření je vhodné pro stanovení chemických změn vyskytujících se v kalícím oleji. Měření neutralizačního čísla se provádí rozpuštěním vzorku ve směsi isopropanolu a toluenu a titrací standardním roztokem hydroxidu draselného v alkoholu. Koncový bod může být stanoven kolorimetrickou metodou pomocí indikátoru citlivého na pH. Neutralizační číslo se stanoví v jednotkách miligramů KOH na gram vzorku. Pro zpřesnění přesnosti měření se provádí tzv. slepý pokus¹. [4]

¹ Analytický pracovní postup identický s postupem, který se používá pro analýzu normálního vzorku, jež se provádí bez přidání srovnávacího vzorku. [14]

$$\text{Neutralizační číslo} = \frac{(A - B) * N * 56,12}{W}$$

A... roztok KOH potřebný pro titraci vzorku [ml]

B... roztok KOH potřebný pro titraci slepého pokusu [ml]

N... chemická normalita [počet chemických ekvivalentů v 1 litru roztoku]

W...hmotnost vzorku [g]

2.7 Číslo saponifikace

Číslo saponifikace určuje přítomnost nestabilních nebo nenasycených uhlovodíků, esterů nebo mastných materiálů v oleji, které mohou oxidovat a vytvářet kal. Stejně jako neutralizační číslo určuje také míru oxidace kalícího oleje. [2]

Číslo saponifikace lze stanovit zahrátím známé hmotnosti vzorku oleje pomocí stechiometrického přebytku alkoholického KOH v rozpouštědle. Saponifikační reakce spotřebovává část KOH a přebytek KOH se titruje. Číslo saponifikace je určeno jako rozdíl mezi původně přidaným množstvím KOH a titrovaným množstvím KOH. Nárůst saponifikačního čísla obvykle indikuje zvýšení náchylnosti oleje k tvorbě kalu. [4]

$$\text{Saponifikační číslo} = \frac{56,1 * N * (V - V_1)}{W}$$

N... chemická normalita HCl [počet chemických ekvivalentů v 1 litru roztoku]

V... objem kyseliny použité při titraci vzorku [ml]

V₁... objem kyseliny použité při titraci slepého pokusu [ml]

W... hmotnost vzorku [g]

56,1... molární hmotnost KOH [g/mol]

2.8 Precipitační číslo

Precipitační číslo udává přítomnost sloučenin, které mohou za provozních podmínek vytvářet kal. U produktů s vysokým precipitačním číslem může docházet k nežádoucímu zabarvení kalených součástí. Zvyšující se tvorba kalu obvykle značí zvýšenou oxidaci oleje. V přítomnosti kalu může docházet k nerovnoměrnému přenosu tepla během kalení, což má za následek vysoké teplotní gradienty, které mohou vést k praskání nebo distorzím součástí. Tvorba kalu je také známkou významných chemických změn v oleji. Dochází ke snižování bodů vzplanutí a mění se i viskozita kalící lázně. Množství kalu v oleji lze určit přidáním rozpouštědla nafty do vzorku oleje a následným stanovením objemu sraženiny (kalu) po odstředění. [2] [4]

2.9 Obsah kalu a popelu

Kal je výsledkem procesu oxidace a polymerace oleje. Může negativně ovlivnit ochlazovací vlastnosti kalícího oleje a také může zapříčinit znečištění kalených součástí. Popel je známkou přítomnosti nehořlavého materiálu v oleji. Zatímco minerální olej by měl být téměř bez obsahu popelu, některé kalící oleje obsahují kovové přísady, které po spalování zanechávají popel. Měření obsahu popela v oleji je vhodné sledovat v průběhu času. Obsah popela se určuje zahříváním oleje při podmínkách, které spalují organické složky a zachovávají kovové částice, jako jsou oxidy a hydroxidy kovů. Během měření dochází k zapálení a spálení vzorku ve zvážené nádobě a následnému zahřátí v peci s muflí na teplotu 775 °C. Obsah popela ve vzorku se vypočítá podle vztahu: [2] [4]

$$\text{Popel [\%]} = \frac{w}{W} * 100$$

w... hmotnost popela [g]

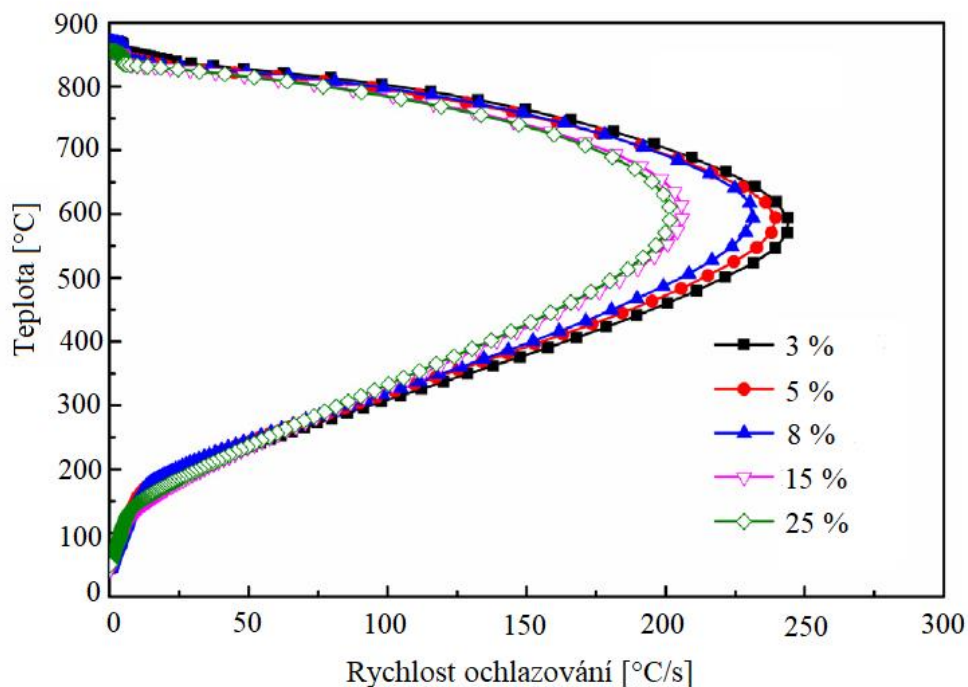
W... hmotnost vzorku [g]

3. Nové trendy

3.1 Roztok glycerolu jako potenciální nové kalící médium

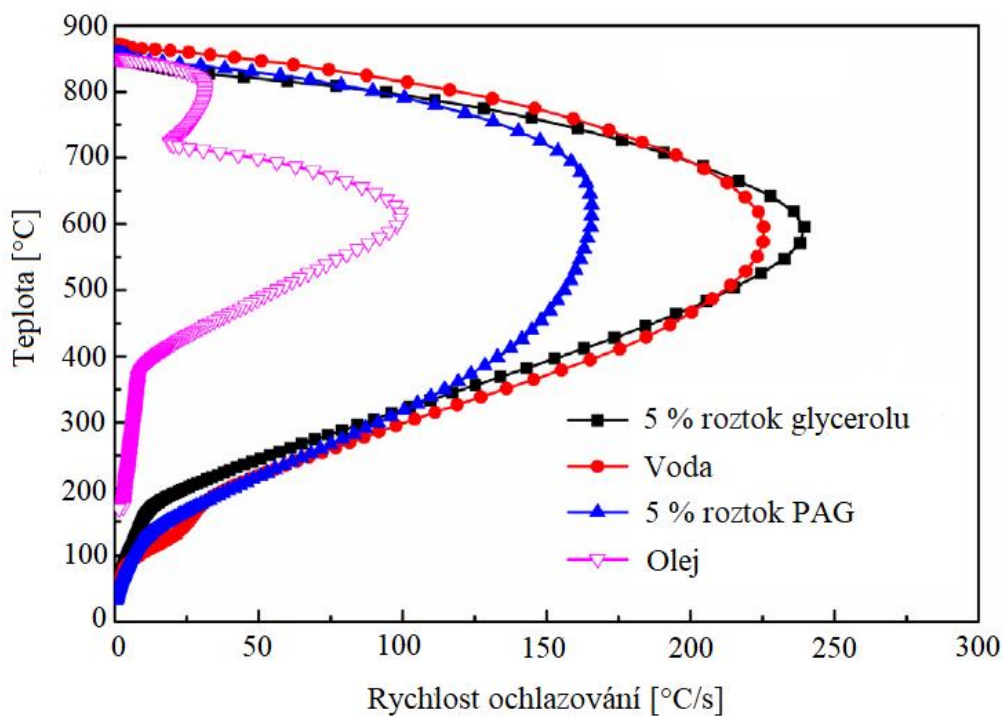
Jako jednoduchá organická sloučenina je glycerol rozpustný ve vodě. Oproti některým jiným kalícím médiím je netoxický a lze ho získávat z četných zdrojů. Ochlazovací schopnosti roztoku glycerolu byly vyhodnocovány porovnáním s tradičními kalícími prostředky na bázi vody, oleje a polymeru (PAG). Mezi hodnocené vlastnosti byly zařazeny křivky ochlazování, intenzita kalení a odolnost proti praskání. Výsledky později ukázaly, že ochlazovací vlastnosti roztoku glycerolu do značné míry závisí na jeho koncentraci. Roztok, který obsahuje 5 % (hmot.) glycerolu se vyznačuje vysokou intenzitou kalení a kombinuje výhody vody a PAG polymeru. Dosahuje vysoké maximální rychlosti ochlazování (CR_{max}) a nízké rychlosti ochlazování při teplotě 300 °C (CR_{300}). Tyto příznivé ochlazovací vlastnosti 5 % (hmot.) roztoku glycerolu jsou způsobené jeho vysokým koeficientem přestupu tepla v oblasti vyšších teplot a nízkého koeficientu přestupu tepla v oblasti nižších teplot. V procesu kalení by dále mohly být užitečné vlastnosti glycerolu jako jsou speciální tepelná vodivost a odolnost proti odpařování. Inspirací pro použití glycerolu byla jeho aplikace v automobilové nemrznoucí směsi. [20]

K otestování byly použity roztoky glycerolu různých koncentrací (3 %, 5 %, 8 %, 15 % a 25 %). Jako porovnávací kalící média byly použity nejběžnější kalící prostředky (voda, minerální kalící olej, PAG polymer).



Obr. 13 Křivky rychlosti ochlazování různých koncentrací roztoků glycerolu [20]

Z obrázku č. 13 lze pozorovat vliv koncentrace roztoku glycerolu na jeho rychlosti ochlazování při různých teplotách. Roztoky glycerolu s koncentrací 3 – 8 % vykazují vysokou rychlost ochlazování v rozmezí teplot 700 – 500 °C, čímž splňují jeden z požadavků na ideální kalící médium. Při vyšších koncentracích (15 % a 25 %) dochází v této oblasti teplot k poklesu rychlosti ochlazování. Tento pokles má za následek zhoršení kalících vlastností média. Při teplotě nižší než 300 °C jsou ochlazovací křivky všech koncentrací roztoků glycerolu téměř shodné. Z těchto důvodů lze říct, že nejvýhodnější koncentrace roztoku glycerolu jsou do 8 % (hmot.). [20]



Obr. 14 Křivky rychlosti ochlazování 5 % roztoku glycerolu, vody, 5% roztoku PAG

Z obrázku č. 14 je patrné, že při poklesu teploty pod 300 °C dosahuje 5 % roztok glycerolu nižší rychlost ochlazování než voda a 5 % roztok PAG. Všechna tato kalící média jsou (na rozdíl od oleje) prostředky na bázi vody. Z tohoto důvodu se ochlazovací křivka oleje velmi liší. [20]

Kalící médium	CR _{max} [°C/s]	CR ₃₀₀ [°C/s]
5 % roztok glycerolu	239,6	81,6
Voda	225,7	100,9
5 % roztok PAG	165,6	89,3

Tab. 4 Rychlosti ochlazování různých kalících médií [20]

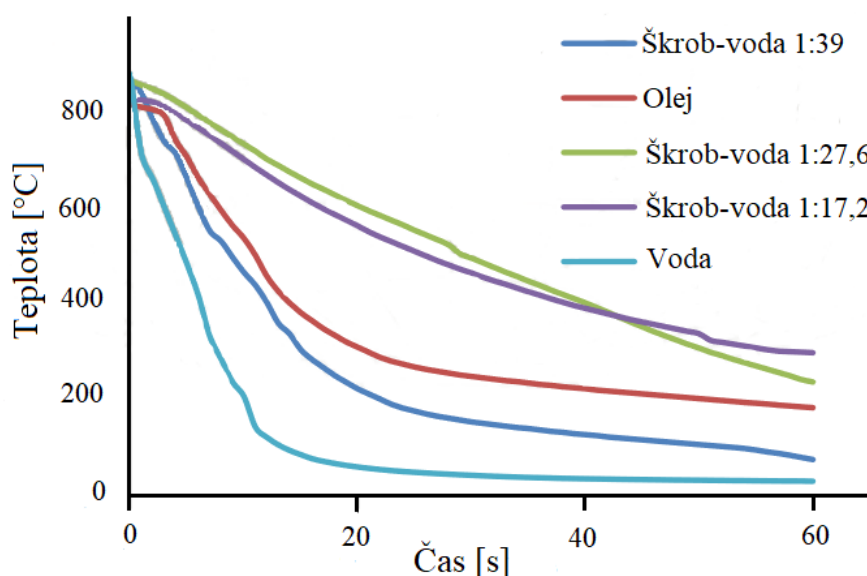
Tabulka č. 4 znázorňuje rychlosti ochlazování tří různých kalících médií. Nejvyšší rychlosti ochlazování dosahuje 5 % roztok glycerolu. Naopak při teplotě 300 °C dosahuje nejnižší rychlosti ochlazování, což může vést ke snížení rizika distorzí a praskání součástí. Lze tedy říct,

že 5 % roztok glycerolu kombinuje výhody vody a roztoku PAG, především díky vysoké maximální rychlosti ochlazování a nízké rychlosti ochlazování při nižších teplotách. Z tohoto důvodu dosahuje roztok glycerolu lepšího kalíčního výkonu než roztok PAG a vyšší odolnosti proti praskání než voda. [20]

3.2 Roztok kukuřičného škrobu

Roztok kukuřičného škrobu byl testován jako potenciální ochlazovací médium pro vysoce uhlíkové oceli (0,62 % C). Přidáním různého množství vody bylo dosaženo roztoků s poměry škrobu k vodě 1:39; 1:27,6 a 1:17,2. Všechny tyto roztoky kukuřičného škrobu odpovídaly různým hodnotám viskozity. Jako porovnávací vzorek byl použit motorový olej, přičemž viskozita roztoku s poměrem 1:27,6 vyšla stejná jako u oleje. [21]

Křivky ochlazování roztoků byly naměřeny podle normy ASTM D6200. Zkušební vzorek byl ohřát v peci na teplotu 800 °C, přičemž výdrž na teplotě byla 40 minut. Poté byl vzorek ochlazen v roztoku kukuřičného škrobu. Ze získaných dat byly sestaveny ochlazovací křivky. Stejná metoda byla použita pro všechny roztoky kukuřičného škrobu, vodu a olej. [21]



Obr. 15 Křivky ochlazování roztoků škrobu, oleje a vody [21]

Ve všech testovaných vzorcích byla pozorována martenzitická struktura. Z obrázku č. 15 je dále patrné, že roztoky kukuřičného škrobu s poměry 1:27,6 a 1:17,2 dosáhly nižší intenzity kalení než motorový olej. Naopak roztok s poměrem 1:39 se svou rychlostí ochlazování blíží rychlosti ochlazování motorového oleje. Z dalších výsledků bylo zjištěno, že vzorek kalený v roztoku kukuřičného škrobu s poměrem 1:39 vykazoval nejvyšší tvrdost a nejnižší hodnoty rázové houževnatosti. Z křivek ochlazování bylo dále zjištěno, že velký vliv na extrakci tepla má viskozita. Čím nižší je viskozita, tím vyšší je schopnost odvádění tepla. Výsledky ukázaly, že vzorek kalený v roztoku kukuřičného škrobu s poměrem 1:39 dosáhl podobné hodnotě tvrdosti jako při použití motorového oleje. Z tohoto důvodu by mohl být tento roztok použit jako alternativní kalící médium. [21]

EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

Experimentální část reaguje na současný stav kontroly ochlazovací schopnosti kalících olejů v průmyslové praxi. Velice často dochází k tomu, že kalírna požaduje protokol průběhu ochlazování kalícího oleje. Nicméně interpretace získaných výsledků je již velmi problematická.

Práce je zaměřená na kritéria kalících olejů a jejich důležitost pro správný výběr optimálního kalícího oleje. Hlavním cílem experimentální části je vyhodnocení a porovnání důležitosti jednotlivých parametrů pro hodnocení kalících olejů. Z těchto kritérií pak představit průmyslové praxi ta, která jsou zásadní pro provoz v kalárnách. Dalšími dílčími cíly jsou:

- Kontrola změny vlastností kalícího oleje v průběhu provozu zakázkové kalírny.
- Vliv teploty kalícího oleje na ochlazovací schopnost kalícího oleje.
- Vliv obsahu vody na vybrané parametry schopnosti ochlazování vybraného oleje.

Z výše uvedených důvodů je experimentální část rozdělena do následujících kapitol:

Srovnání průmyslových kalících olejů dle reprezentativních kritérií

V této kapitole budou porovnávána tato kritéria (při jedné zvolené teplotě):

- Kontrola tvrdosti a mikrostruktury v řezu válce z oceli ČSN EN C35 daného oleje.
- Křivky ochlazování (včetně rychlostí ochlazování, času dosažení příslušných teplot) dle ISO 9950.

- Tzv. Hardening Power oleje.
- Plocha pod křivkou rychlosti ochlazování v závislosti na teplotě (množství odebraného tepla v oblasti nosu ARA křivky).
- Hodnota V vycházející z práce Tamury, která bere v potaz konkrétní typ oceli resp. její ARA křivky

Výstupem této kapitoly bude doporučení parametru posuzujícího vhodnost kalícího oleje pro konkrétní oceli a velikost výrobků.

Vliv obsahu vody na ochlazovací schopnost kalícího oleje

Obsah vody v kalícím oleji je jednou z nejčastěji debatovaných problémů běžného kalírenského provozu. V navrženém experimentu byly posuzovány tyto obsahy vody v oleji: 0 %; 0,01 %; 0,1 %; 0,5 % a 1 %. Z bezpečnostních důvodů nebylo provedeno měření s vyšším obsahem vody než 1 %. Výstupem této kapitoly je definovat změnu vlastností kalícího prostředí v závislosti na zvyšujícím se obsahu vody.

Vliv provozní teploty na ochlazovací schopnost kalících olejů

Pro realizaci tohoto experimentu bylo vybráno 5 nejpoužívanějších kalících olejů v průmyslu. Jelikož se teplota použití v zakázkových kalárnách může pohybovat od 20 °C do 100 °C bylo provedeno měření dle normy ISO 9950 v celém rozsahu používaných teplot. Výstupem této kapitoly bude potvrzení a nebo vyvrácení obecného pravidla o prakticky nulovém vlivu provozní teploty kalícího oleje na jeho ochlazovací účinky.

Kontrola stárnutí oleje v zakázkových kalárnách

V průběhu téměř 24 měsíců byly odebírány vzorky kalícího oleje v zakázkové kalárně a měřeny jejich kalící charakteristiky. Cílem tohoto experimentu je odpověď na otázku, zda průběžné doplňování středně viskózního kalícího oleje do kalící nádrže z důvodu výnosů, je dostatečné pro dodržení požadovaných kalících charakteristik.

Měření bodu vzplanutí, resp. hoření kalících olejů

Kalící oleje zmíněné výše byly podrobeny experimentu dle normy ČSN EN ISO 2592. Pro bezpečný povoz kalírny je hodnota hoření kalících olejů s ohledem na možné následky prakticky tou nejdůležitější. Výstupem je přehled těchto teplot v závislosti na typu kalícího oleje.

4. Srovnání průmyslových kalících olejů dle reprezentativních kritérií

4.1 Kontrola tvrdosti a mikrostruktury v řezu válce

Měření kontroly tvrdosti a mikrostruktury bylo provedeno na válcových vzorcích z oceli C35E (ČSN 12040). Vzorky byly nejdříve ohřáty v peci a po výdrži na teplotě následovalo kalení do pěti různých typů běžně používaných kalících olejů (Paramo TK 22, Paramo TK 46, CS Noro MO 46, Houghto Quench C 120, Durixol W72). Následné měření tvrdosti probíhalo v příčném řezu vzorků ve vzdálenosti 25 mm od čela.

4.1.1 Zkušební oleje

Houghto Quench C120

Jedná se o vysoce výkonný středně rychlý kalící olej. Tento olej je vhodný pro použití pro teploty do 100 °C. Obsahuje aditiva, která slouží ke zkrácení doby parního polštáře a zároveň mírně zrychlují ochlazovací vlastnosti oleje. Olej Houghto Quench C120 se vyznačuje vynikající oxidační odolností a tepelnou stabilitou. Díky střední rychlosti oleje je umožněno dosažení vysoké pevnosti a tvrdosti s minimálními deformacemi u nízkolegovaných ocelí i ocelí s horší kvalitou. Tento typ oleje lze použít ve všech typech ochlazovacích zařízení, včetně otevřených chladících nádrží a uzavřených kalících pecí. Je doporučeno ho používat

zejména pro aplikace, kde by mělo dojít k minimalizaci zbarvení komponent během kalení.

Mezi výhody tohoto oleje lze zařadit: [6]

- zlepšená životnost oleje díky vynikající oxidační schopnosti a tepelné stabilitě
- konzistentní výkon za náročných podmínek
- jednotné vlastnosti kalení v celém rozsahu provozních teplot

Paramo TK 22

Paramo TK 22 je vysoce výkonný kalicí olej určený pro rychlejší kalení. Kaleným dílům zajišťuje výborné mechanické vlastnosti. Je vhodný především pro kalení menších součástí. Mezi výhody tohoto oleje patří minimalizace vnitřních pnutí a deformací. Olej Paramo TK 22 zaručuje čistý povrch součástí. Olej je koncipovaný především pro použití v uzavřených pecích. Je vhodný zejména pro kalení nelegovaných ocelí a menších součástí. Mezi jeho další výhody lze zařadit vysokou ochlazovací rychlost a široký rozsah použití. [7] [8]

Paramo TK 46

Tento typ oleje patří mezi středně rychlé kalicí oleje. Olej Paramo TK 46 je středně viskózní kalicí olej určený pro široký rozsah kalení za dodržení dlouhodobých konstantních podmínek. Je vhodný především pro termální kalení (do 120 °C). Jeho výhodou je minimalizace vnitřních pnutí a deformací. Olej obsahuje přísady pro zvýšení rychlosti ochlazování, tepelné a termooxidační stability. Mezi další výhody lze zařadit především vysoký bod vzplanutí (230 °C) a bod hoření, malou odparnost a velmi malý sklon k tvorbě kalů. Tyto oleje zajišťují stejnou prokalitelnost kalených součástí. Olej je vhodný pro středně rychlé kalení malých až středně velkých součástí. [9] [10]

CS Noro MO 46

Jedná se o olej, který lze využívat i jako strojní mazání (takzvaný ložiskový olej). Vyznačuje se vysokou oxidační stabilitou díky obsaženým aditivům. Bod vzplanutí je stejný jako u oleje Paramo TK 22 (230 °C). CS Noro Mo 46 patří mezi rychlé kalicí oleje. Tento olej lze použít také jako pracovní médium hydrostatických soustav s nenáročnými požadavky na

termooxidační stabilitu. Typické použití oleje CS Noro MO 46 jsou ložiska a převody strojů s nenáročným namáháním, hydrostatické systémy a kalící lázně. [11]

Durixol W72

Durixol W72 patří mezi vysoce výkonné kalící oleje s velkou odolností proti odpařování. Je určen především pro kalení součástek uspořádaných do vsázek v otevřených i uzavřených zařízeních pro tepelné zpracování. Díky nízké viskozitě zaručuje malý výnos oleje z kalící nádrže a snadnou omyvatelnost komponent. Olej Durixol W72 zaručuje neobvyklou teplotní a oxidační stálost. Díky tomu mají kalící lázně téměř neomezenou životnost. Jedná se o olej, který umožňuje pracovat při trvalé pracovní teplotě až 130 °C. Olej je používán pro ochlazování vsázek středně legovaných, případně nelegovaných cementačních ocelí a ocelí ke zušlechťování. Také je vhodný pro kalení náročných převodů a nástrojů. Proces kalení probíhá za vzniku minimálních pnutí a deformací. [12] [13]

4.1.2 Použité vzorky

Materiálem vzorků použitých pro tento experiment je ocel C35E. Jedná se o nelegovanou ušlechtilou ocel k zušlechťování. Obvykle se používá pro méně namáhané strojní díly, které nemusí být při zušlechťování prokaleny v celém průřezu. Teplota kalení se pohybuje v rozmezí v závislosti na geometrii součásti a volbě kalícího média. Spodní hranice je doporučena pro kalení do vody a horní hranice pro kalení do oleje. Jako kalící médium lze použít i emulze ze syntetických polymerů. Z hlediska obrobitelnosti vykazuje lepší vlastnosti ocel C35R se zvýšeným obsahem síry. Ocel C35 je stříhatelná za studena i ve stavu po válcování. Dodané vzorky byly ve tvaru válečků o průměru 30 mm a nominální výšce 50 mm. [27]

C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni	Cu+Mo+Ni
0,32– 0,39	max. 0,4	0,5-0,8	max. 0,035	max. 0,035	max. 0,4	max. 0,1	max. 0,4	max. 0,63

Tab. 5 Rozbor tavby oceli C35E v hmot. % [27]

Normalizační žíhání	Žíhání na měkko	Izotermické žíhání	Kalení	Popouštění	Zkouška kalením čela
860–900 °C	640–690 °C	840–950 °C	840–880 °C	550–660 °C	870 ± 5 °C

Tab. 6 Doporučené teploty tepelných zpracování pro ocel C35E [27]



Obr. 16 Válcové vzorky z oceli C35E

4.1.3 Použitá zařízení

Pec pro ohřev

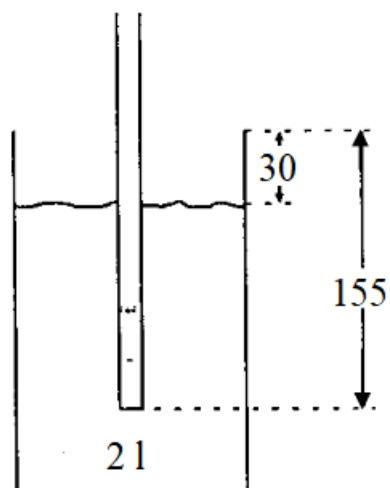
Pro ohřev válcových vzorků byla použita pec značky Linn High Therm (model LM – 512). Pec LM – 512 má objem 18,4 litrů a její rozměry jsou 200×400×230 mm (šířka×hloubka×výška). Tento typ pece dosahuje maximální teploty 1340 °C a výkonu 6,4 kW. Skříň i dveře pece jsou vyrobeny z ocelového plechu. Jako ochrana proti korozi slouží strukturální lak. Díky vláknitým izolačním materiálům, které jsou umístěny kolem mufle, je dosaženo vysoké tepelné energie při nízké spotřebě energie. [28]



Obr. 17 Pec LM – 512 Linn High Therm

Testovací nádoba

Před kalením vzorků byl olej nalit do testovací nádoby o objemu 2000 ml. Tato nádoba je vybavena také vlastním topným článkem, který slouží pro ohřátí zkušebního oleje. [29]



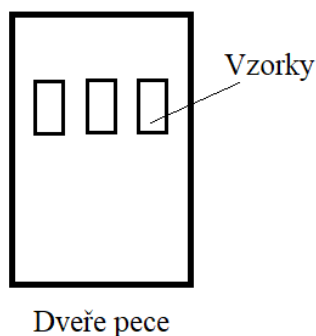
Obr. 18 Schéma testovací nádoby [29]



Obr. 19 Testovací nádoba

4.1.4 Postup měření

Příprava vzorků spočívala v jejich očištění a odmaštění. Mezitím byla pec ohřata na požadovanou teplotu 870 °C. Po dosažení této teploty došlo k umístění vzorků do pece. Vzorky byly v peci umístěny vždy po třech, naležato, vedle sebe a na stejná místa. Výdrž na teplotě byla 35 minut. Během tohoto času byl zkušební olej nalit do testovací nádoby a ohřát na teplotu 40 °C. Po uplynutí doby výdrže na teplotě byly vzorky po jednom co nejrychleji vyndány a ponořeny do testovací nádoby s olejem na 2 minuty.



Obr. 20 Schéma umístění vzorků v peci (pohled shora)

4.1.5 Příprava vzorků

Pro měření tvrdosti bylo potřeba jednotlivé vzorky rozřezat a poté brousit. Všechny vzorky byly rozříznuty v polovině své výšky (25 mm). K následnému broušení a měření tvrdosti byly použity spodní poloviny vzorků (vzhledem ke směru průběhu kalení). Broušení probíhalo na brusných kotoučích hodnoty 220, 500 a 1200.

Metalografická pila Struers Discotom-6

K rozřezání vzorků byla použita univerzální automatická pila Struers Discotom-6. Pila je konstruována pro řezné kotouče o průměru 250 mm. Řezací stůl je vyroben z korozi-vzdorného hliníku a na povrchu je opatřen pásy z nerezové oceli. Rozměry řezacího stolu jsou 225 x 386 mm. Rychlost posuvu lze nastavit v rozmezí 0,1 – 2,5 mm/s. Důležitým konstrukčním prvkem jsou chladicí trubice, které jsou umístěny do krytu řezného kotouče. Chladicí emulze je na řezný kotouč aplikována pod vysokým tlakem a pravým úhlem. Díky tomu dochází k vynikajícímu chlazení oblasti řezu. [35]



Obr. 21 Metalografická pila Struers Discotom-6

Metalografická bruska Struers Tegamin-20

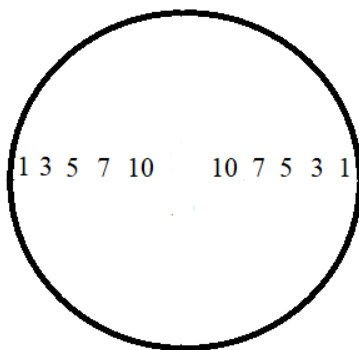
Všechny vzorky byly broušeny na automatické metalografické brusce Struers Tegamin-20. Bruska je konstruována pro použití brusných kotoučů o průměru 200 mm. Rychlost kotouče je variabilní v rozsahu 40–600 otáček za minutu. Na tomto typu brusky je možné připravovat až 4 vzorky najednou. Základna brusky je vyrobena ze slitiny AlSiMg s vysokou mechanickou pevností a chemickou odolností. [36]



Obr. 22 Metalografická bruska Struers Tegramin-20

4.1.6 Měření tvrdosti

Měření tvrdosti probíhalo na tvrdoměru DuraScan značky Struers. Byla použita metoda dle Vickerse se zvoleným zatížením HV1. U každého vzorku byl naměřen průběh tvrdosti v průřezu vzorku pomocí dvou stejných řad vtisků jdoucích proti sobě. První vtisk byl změřen ve vzdálenosti 1 mm od kraje, dále pak 3, 5, 7 a 10 mm. V následujícím období (srpen–září) je naplánováno provedení tohoto experimentu s dalšími oceli s vyšší prokalitelností.



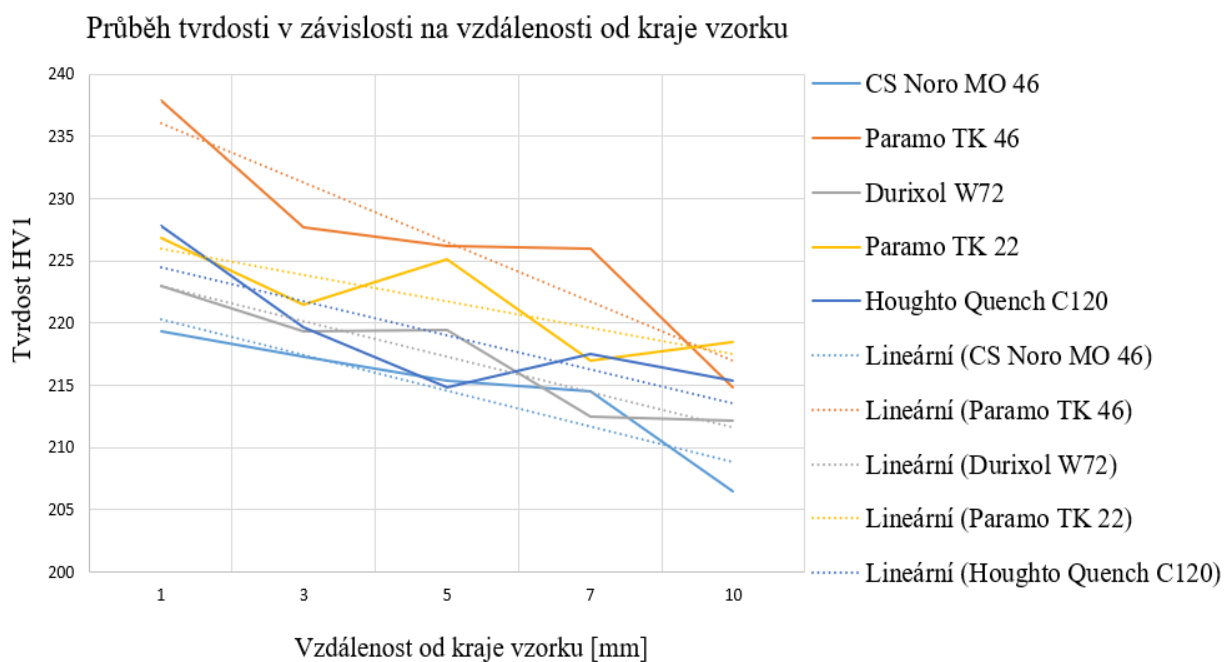
Obr. 23 Schéma měření průběhu tvrdosti

Po naměření tvrdosti byly vybrané vzorky leštěny na metalografické brusce Struers Tegramin-20 a poté leptány v 1 % nitalu po dobu několika sekund.

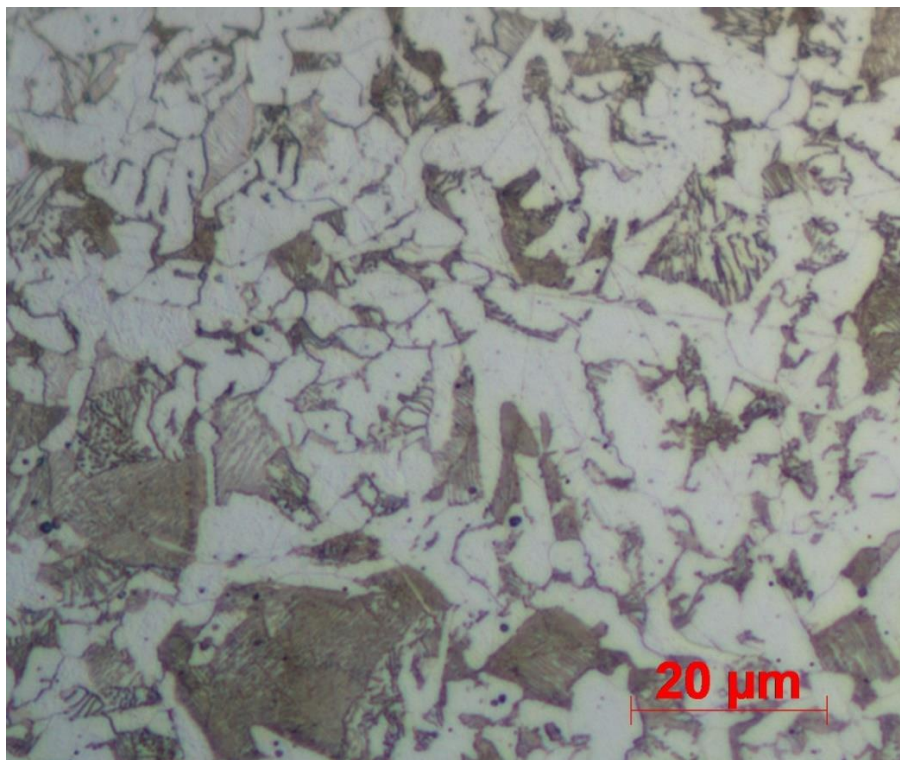
4.1.7 Výstup z měření

	Olej				
Vzdálenost od kraje vzorku [mm]	CS Noro MO 46	Paramo TK 46	Durixol W72	Paramo TK 22	Houghto Quench C120
1	219	238	223	227	228
3	217	228	219	222	220
5	215	226	219	225	215
7	214	226	213	217	218
10	207	215	212	218	215

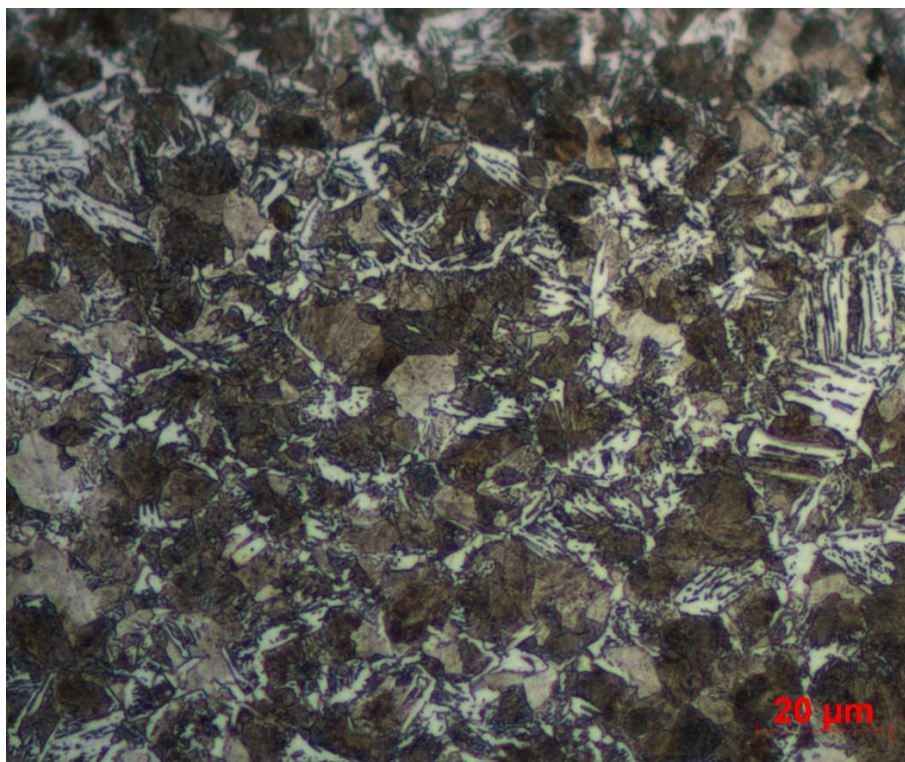
Tab. 7 Aritmetický průměr z naměřených hodnot tvrdosti (HV1)



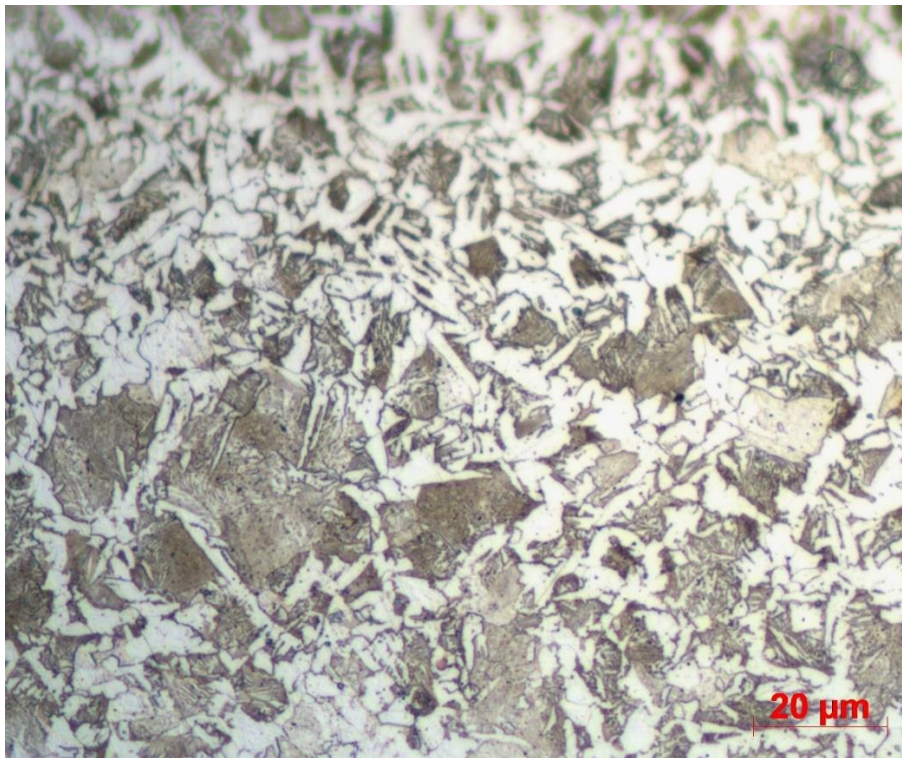
Obr. 24 Graf naměřených hodnot tvrdosti (HV1)



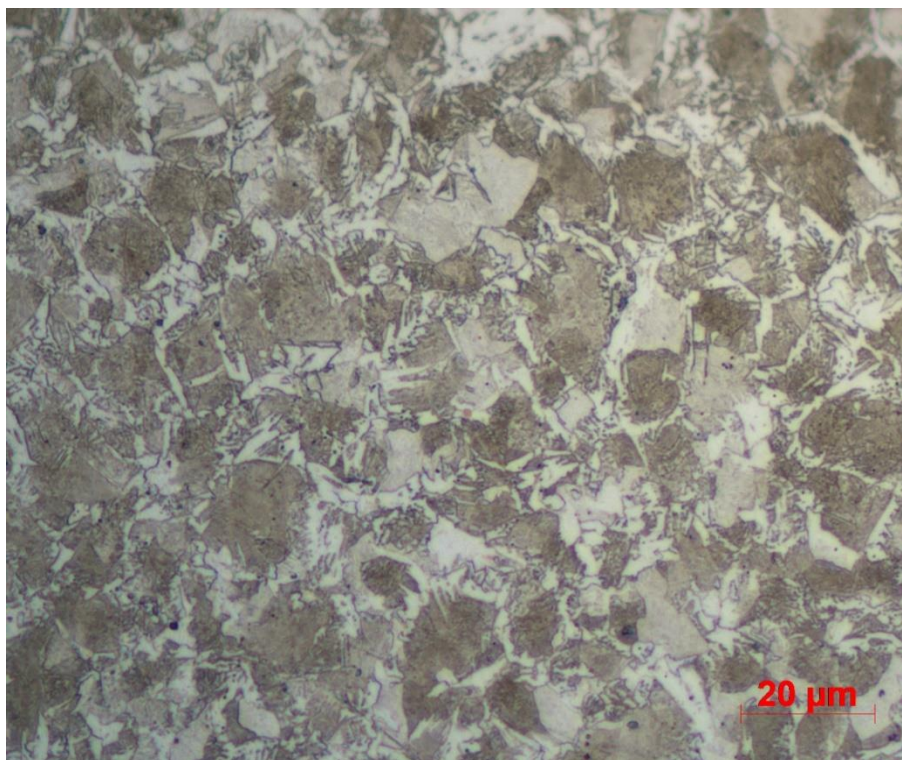
Obr. 25 Povrch vzorku z oceli C35E kaleného do oleje CS Noro MO 46 1000x zvětšený



Obr. 26 Povrch vzorku z oceli C35E kaleného do oleje Paramo TK 46 1000x zvětšený



Obr. 27 Povrch vzorku z oceli C35E kaleného do oleje Houghto Quench C120 1000x zvětšený



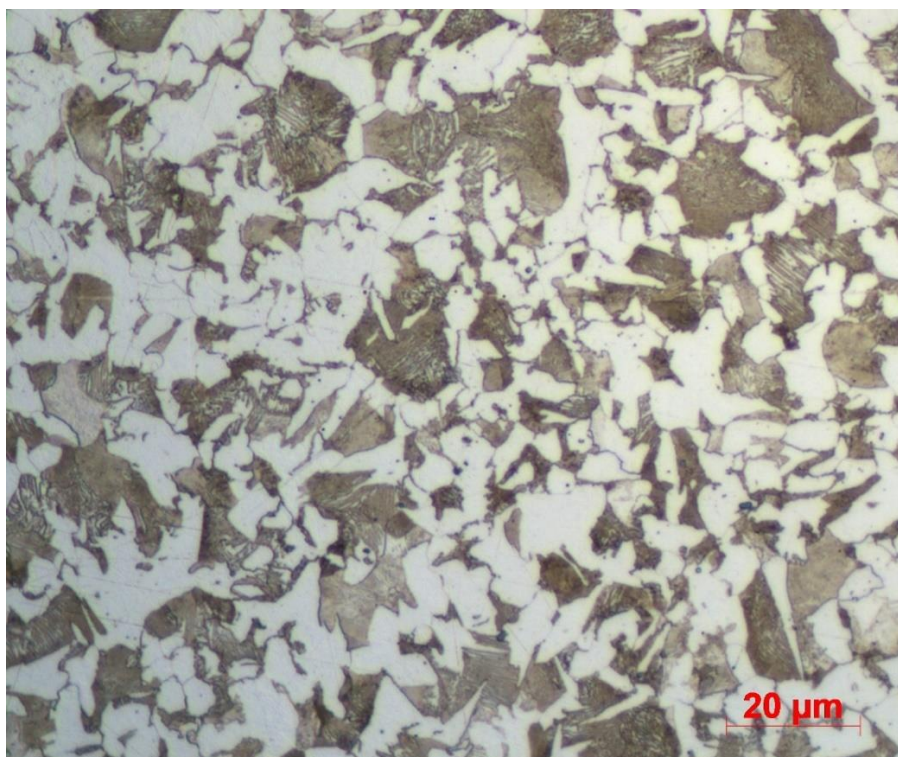
Obr. 28 Povrch vzorku z oceli C35E kaleného do oleje Durixol W72 1000x zvětšený

Povrch vzorku kaleného do oleje CS Noro MO 46 vykazuje feriticko – perlitickou strukturu (obr. 25). Při tomto zvětšení lze pozorovat masivní zrna proeutektoidního feritu a jemný perlit.

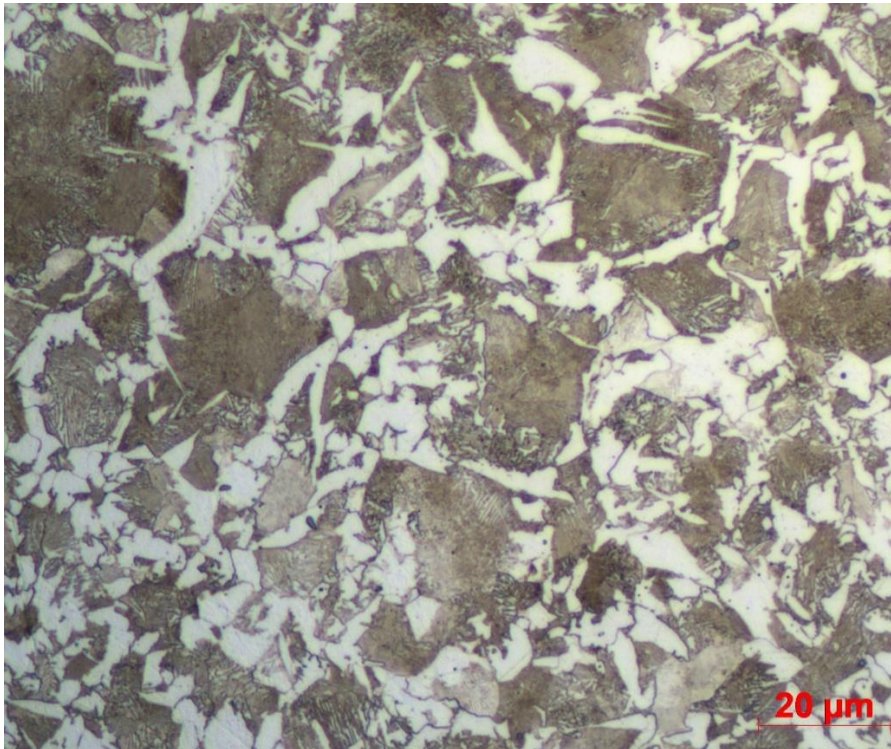
Struktura na povrchu vzniklá po kalení vzorku z oceli C35E do oleje Paramo TK 46 je perliticko – feritická (obr. 26). Ve struktuře je možné pozorovat velmi jemný perlit a proeutektoidní ferit ve formě Widmanstättenových morfologií. Ferit se v tomto případě vyskytuje také ve formě síťoví na hranicích původních austenitických zrn.

Povrchová struktura vzorku z oceli C35E po zakalení do oleje Houghto Quench C120 je feriticko – perlitická (obr. 27). Na hranicích původních austenitických zrn lze pozorovat zřetelné feritické síťoví. Dále struktura vykazuje velmi jemný perlit a místy masivní zrna feritu i acikulární ferit.

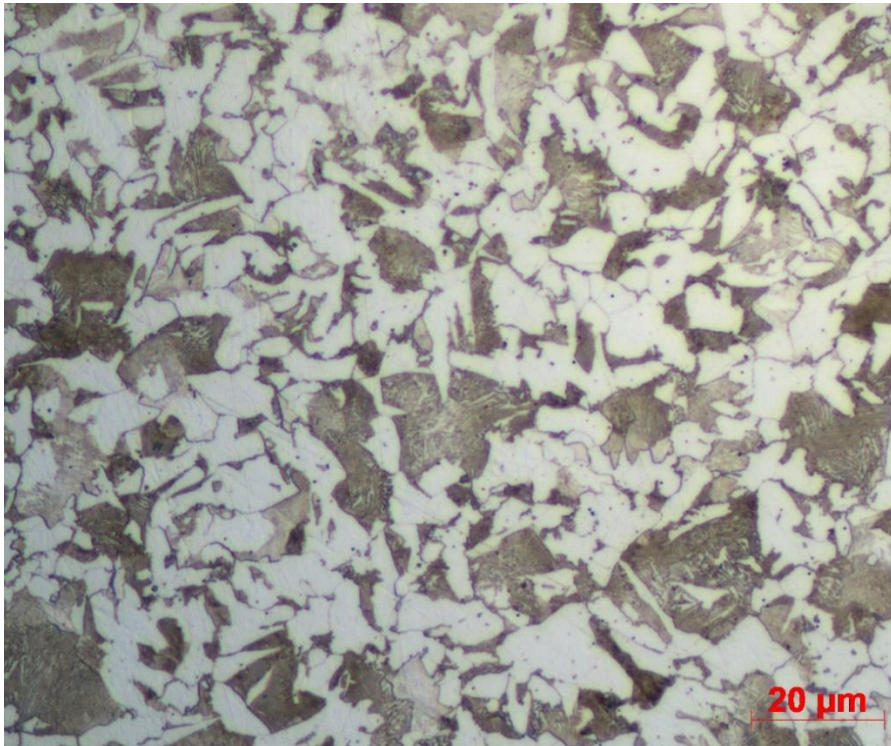
Kalení do oleje Durixol W72 způsobilo u vzorku z oceli C35E vznik perliticko – feritické struktury (obr. 28). Ferit se zde vyskytuje pouze jako síťoví, prakticky bez masivních zrn feritu. Vzniklý perlit je v tomto případě velmi jemný.



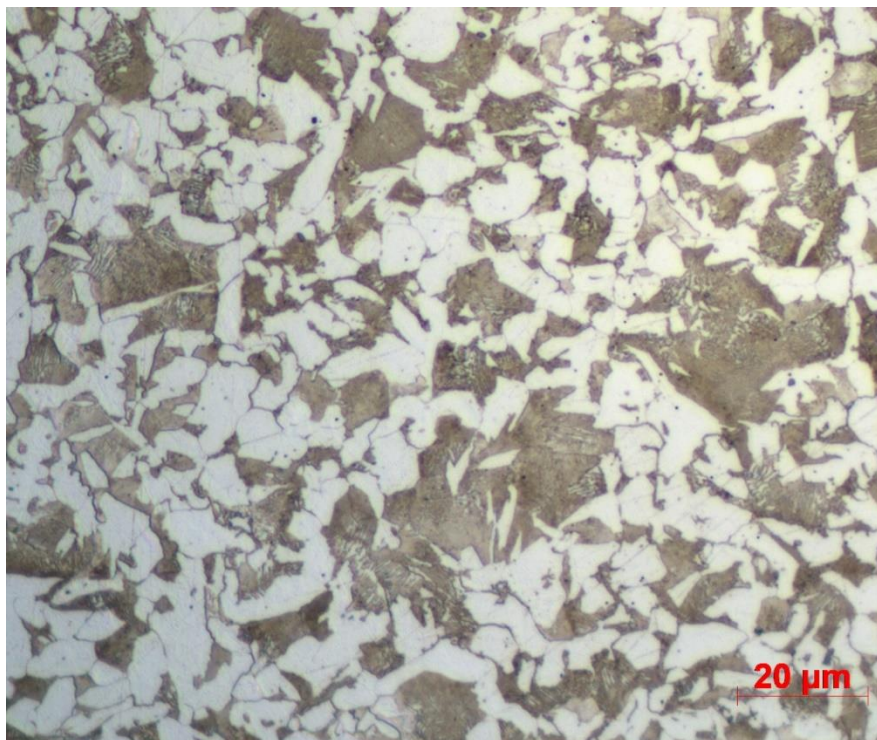
Obr. 29 Střed vzorku z oceli C35E kaleného do oleje CS Noro MO 46 1000x zvětšený



Obr. 30 Střed vzorku z oceli C35E kaleného do oleje Paramo TK 46 1000x zvětšený



Obr. 31 Střed vzorku z oceli C35E kaleného do oleje Houghto Quench C120 1000x zvětšený



Obr. 32 Střed vzorku z oceli C35E kaleného do oleje Durixol W72 1000x zvětšený

Následkem kalení vzorku z oceli C35E do oleje CS Noro MO 46 došlo ve středu vzorku ke vzniku feriticko – perlitické struktury (obr. 29). Proeutektoidní ferit se vyskytuje ve formě masivních zrn. V tomto případě je perlit poněkud hrubší. Lze identifikovat lamely cementitu.

Struktura ve středu vzorku z oceli C35E je po kalení do oleje Paramo TK 46 perliticko – feritická (obr. 30). Proeutektoidní ferit se zde vyskytuje především ve formě síťoví, ale lze pozorovat i malý podíl masivních zrn feritu.

Kalením vzorků z oceli C35E do olejů Houghto Quench C120 a Durixol W72 vznikly ve středech vzorků velmi podobné struktury (obr. 31 a 32). Obě jsou feriticko – perlitické s masivními zrny proeutektoidního feritu. V obou případech se vyskytuje jemný perlit.

4.2 Křivky ochlazování

Pro měření a následné porovnání křivek ochlazování byly použity stejné oleje jako v přechozí kapitole. Měření byla provedena dle normy ISO 9950 pomocí testovací sondy, nádoby a dalších zařízení. Teplota olejů během měření byla 50 °C.

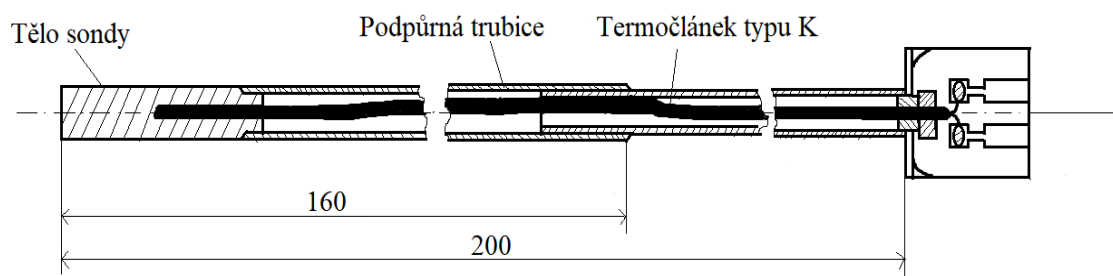
4.2.1 Použitá zařízení

Testovací sonda

K měření křivek ochlazování byla použita válcová sonda z materiálu Inconel 600 o rozměrech \varnothing 12,5 x 60 mm. Ve středu této testovací sondy se nachází termočlánek z materiálů nikl – chrom/ nikl – hliník (chromel/alumel). Pro dlouhodobé používání je obor měřitelných teplot tohoto termočláneku -200 až 1000 °C. Při krátkodobém používání dosahuje horní mezní teplota 1300 °C. Norma ISO 9950 předepisuje vnější průměr termočláneku 1,5 mm. Termočlánek musí být opatřen vnějším pláštěm ze slitiny Inconel 600. Dle normy ISO 9950 musí být celková délka sondy a podpůrné trubice termočláneku dohromady minimálně 200 mm (obvykle dosahují délky 355 mm). [19]

Ni	Cr	Fe	C	Mn	S	Si	Cu
72	14–17	6–10	max. 0,15	max. 1	max. 0,015	max. 0,5	max. 0,5

Tab. 8 Chemické složení slitiny Inconel 600 v hmot. % [19]



Obr. 33 Schéma testovací sondy [19]



Obr. 34 Testovací sonda

Pec pro ohřev sondy

Pro ohřátí testovací sondy byla použita elektrická pec VMK–22 značky Linn High Therm. Jedná se o menší model pece (objem 2,2 litrů) o rozměrech 130×170×100 mm (šířka×hloubka×výška). Pec VMK–22 dosahuje maximální teploty 1200 °C a výkonu 0,9 kW. Pro zabránění korozi je pec instalována v pouzdře z nerezové oceli. Pod dveřmi pece je police z nerezové oceli, která chrání ovládací prvky před tepelným a mechanickým poškozením. Pecní komora je tvořena blokem keramických vláken. Pomocí toho lze dosáhnout vysokých hodnot izolace, což má za následek značné snížení tloušťky stěny a hmotnosti při nízkém energeticky úsporném objemu. Do muflle jsou zabudovány topné články typu Kanthal A1. Díky ohřevu ze tří stran dochází k rovnoměrnému rozložení teploty v komoře pece. [26]



Obr. 35 Pec VMK–22 Linn High Therm

Testovací nádoba na olej

K měření byla použita stejná testovací nádoba jako v kapitole 4.1.3.

Přijímací jednotka, PC a kabely



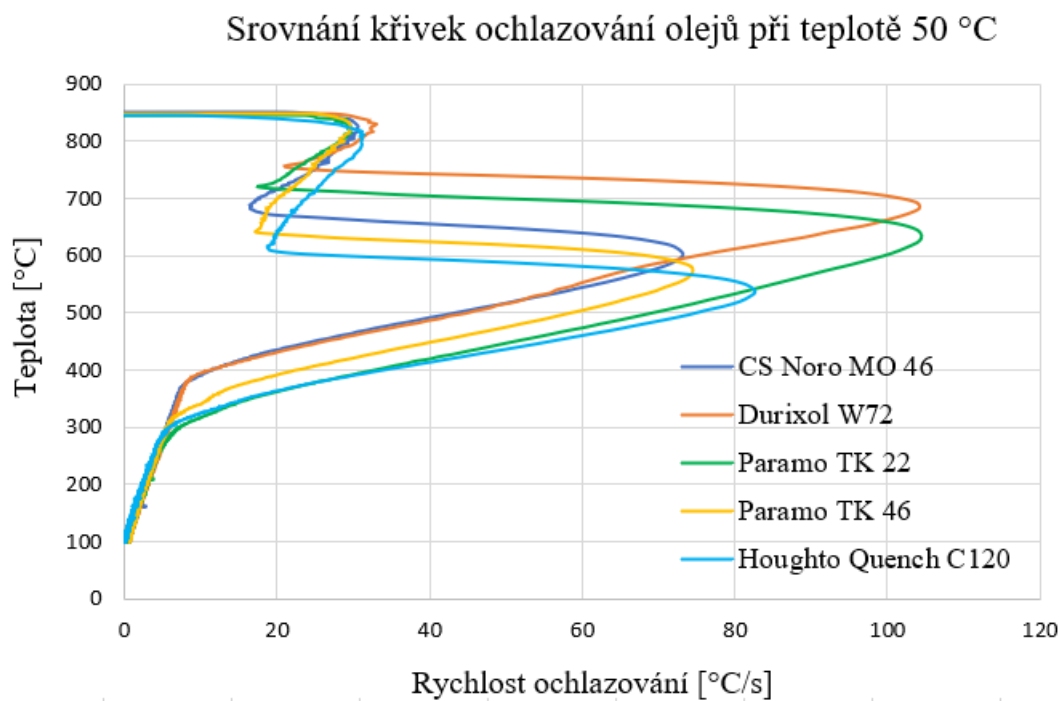
Obr. 36 Ostatní použitá zařízení

4.2.2 Postup měření

Prvním krokem měření byl ohřev elektrické pece VMK–22 na teplotu 870 °C. Mezitím byl zkušební olej nalit do testovací nádoby a ohřát na teplotu 50 °C. Před každým použitím testovací sondy bylo nutné očištění jejího povrchu pomocí brusného papíru hodnoty 800 a odmaštění. Po dosažení požadované teploty v peci byla sonda pomocí kabelu připojena k přijímací jednotce a ta k PC, ve kterém byl otevřen program. Sonda byla poté vložena do komínku pece a ohřáta na teplotu 855 °C (aktuální teplota sondy byla zobrazována v programu). Po dosažení požadované teploty sondy byl spuštěn program a sonda byla co nejrychleji vložena do zkušební oleje, aby nedošlo ke zkreslení údajů. Po spuštění dochází k zaznamenávání teploty po 0,1 sekundy až do doby ukončení měření. Po skončení měření byla sonda vyjmuta z oleje, odpojena od přijímací jednotky, očištěna a odmaštěna.

4.2.3 Výstup z měření

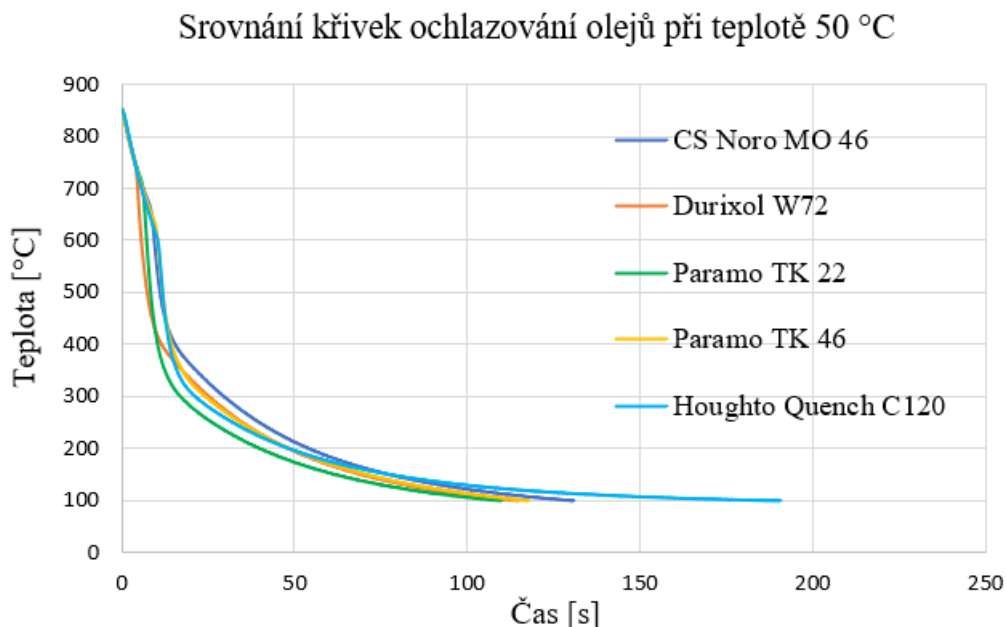
Výstupem z měření je textový soubor zaznamenávající čas, teplotu a rychlost ochlazování. Z těchto dat byly poté vytvořeny grafy ochlazovacích křivek (teplota – čas a teplota – rychlost ochlazování).



Obr. 37 Křivky ochlazování (teplota – rychlost ochlazování) jednotlivých olejů při teplotě olejů 50 °C

Olej	CR _{max} [°C/s]	Teplota dosažení CR _{max} [°C]
CS Noro Mo 46	73	603
Durixol W72	104	681
Paramo TK 22	104,5	636
Paramo TK 46	74	574
Houghto Quench C120	83	537

Tab. 9 Naměřené hodnoty CR_{max} a teploty, při kterých bylo těchto hodnot dosaženo



Obr. 38 Křivky ochlazování (teplota – čas) jednotlivých olejů při teplotě olejů 50 °C

Z naměřených hodnot je zřejmé, že všechny oleje patří mezi středně rychlé až rychlé oleje. Navíc se jedná o tzv. studené oleje pracující ideálně v rozsahu teplot 50–70 °C. Jako nejrychlejší a s maximální ochlazovací rychlostí je možné považovat oleje Paramo TK 22 a Durixol W72, jejichž maximální ochlazovací rychlost přesahuje 100 °C/s. Oba tyto velmi rychlé oleje mají CR_{max} nad teplotou 600 °C, což je z hlediska kalení nelegovaných ocelí (EN C45, C35) přijatelné. Špička nosu odpovídá teplotě přibližně 550 °C. To dokonale splňuje olej Houghto Quench C120. Údobí stabilního parního polštáře má nejkratší olej Durixol W72. Stejný olej má rovněž nejdelší údobí tzv. konvekce (společně s olejem CS Noro MO 46).

4.3 Hardening Power

Tzv. Hardening Power oleje byla více popsána v kapitole 1.2.4 (kalící výkon oleje). Určení kalícího výkonu lze použít jako jednu z metod pro výběr vhodného kalícího oleje. Metoda

spočívá v určení tří přechodových parametrů z křivky rychlosti ochlazování kalícího oleje a následném dosazení do vzorce: [2] [3]

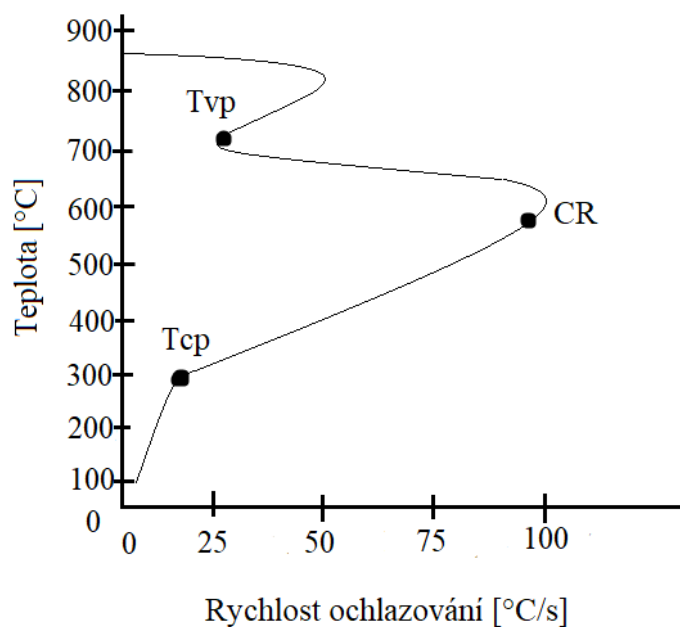
$$HP = 91,5 + 1,34 T_{VP} + 10,88 CR - 3,85 T_{CP}$$

T_{VP} ... teplota přechodu mezi parní fází a fází varu

CR ... rychlost chlazení při 550 °C

T_{CP} ... teplota přechodu mezi fází varu a konvekční fází

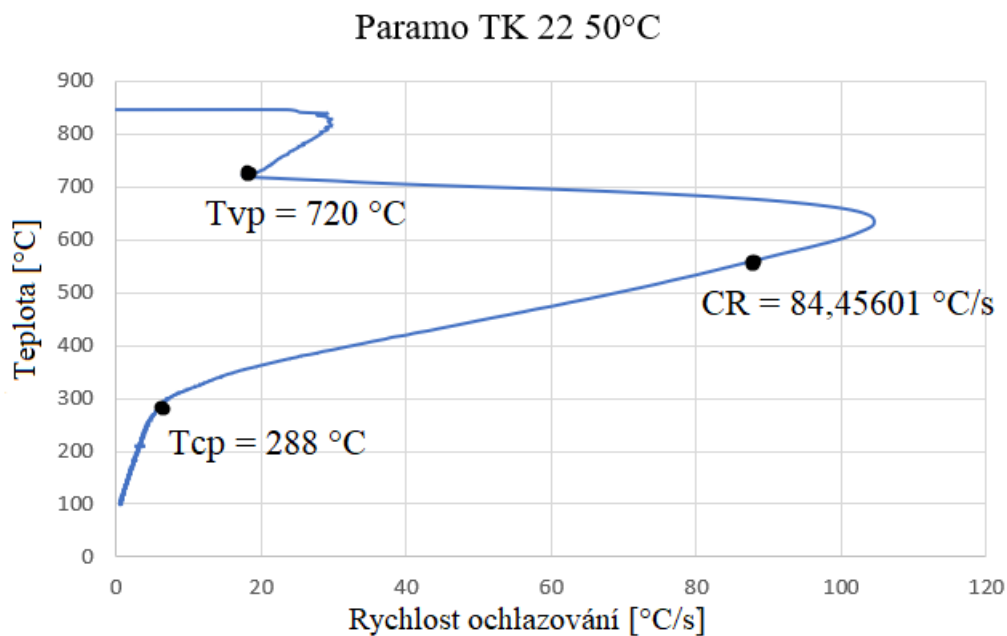
Tento postup byl úspěšně použit k ohodnocení intenzity kalení širokého spektra kalících olejů. Algoritmus byl vyvinut speciálně pro oleje, pro ostatní kalící média (na bázi vody nebo polymerů) ho nelze použít. [2]



Obr. 39 Určení přechodových parametrů z křivky rychlosti ochlazování kalícího

4.3.1 Výstup z měření

Nejvyšší hodnoty tzv. hardening power dosáhl olej Paramo TK 22. Všechny vypočtené hodnoty jednotlivých olejů jsou uvedeny v tabulce č. 10.



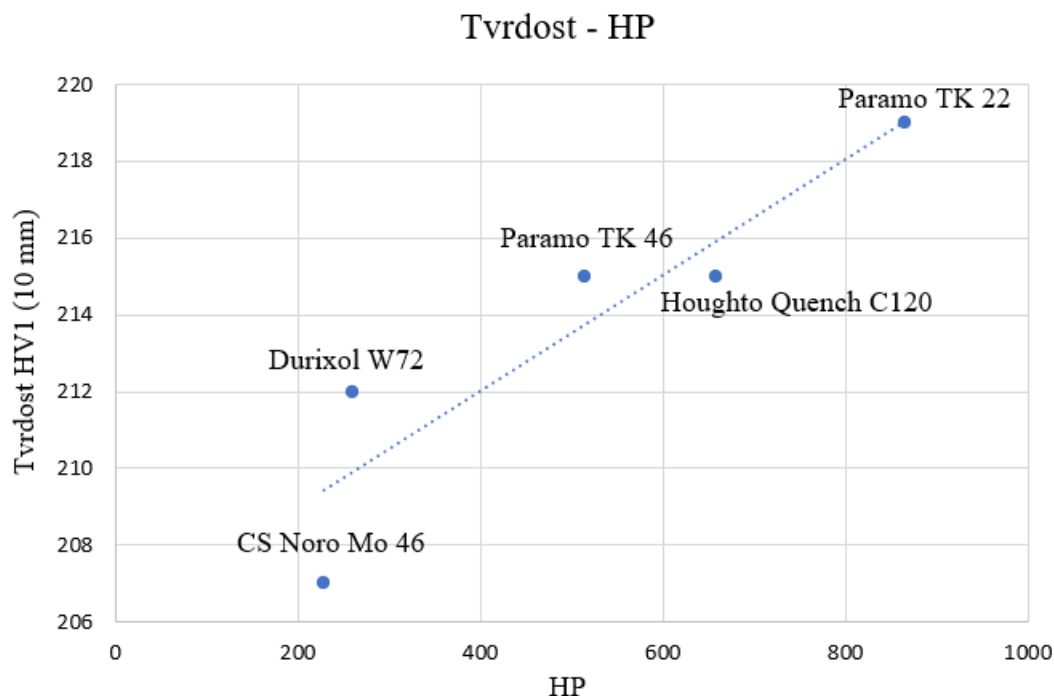
Obr. 40 Výsledné parametry určené z křivky rychlosti ochlazování oleje
Paramo TK 22

$$HP = 91,5 + 1,34 * T_{vp} + 10,88 * CR - 3,85 * T_{cp} =$$

$$= 91,5 + 1,34 * 720 + 10,88 * 84,45601 - 3,85 * 288 = 866$$

Olej	Hardening power
Houghto Quench C120	659
CS Noro MO 46	229
Durixol W72	260
Paramo TK 22	866
Paramo TK 46	515

Tab. 10 Výsledné hodnoty tzv. hardening power jednotlivých olejů



Obr. 41 Porovnání parametrů tvrdosti a hardening power

Z výsledků je patrná přímá úměra mezi tzv. hardening power a tvrdostí kalené oceli C35 v jádře vzorků. Jako nejvýkonnější je možné považovat olej Paramo TK 22. Výše uvedená rovnice je ideální pro výpočet kalícího výkonu při kalení oceli C45. V tomto případě byla využita ocel s mírně nižší prokalitelností (a předpokládanou vyšší citlivostí vůči změně ochlazovací schopnosti) C35. Zcela klíčový se jeví faktor maximální ochlazovací rychlosti. A to jak hodnota CR_{max} , tak zároveň teplota, při které je této hodnoty dosaženo. Pro ocel C35 to znamená přibližně 550 °C. Tento parametr se jeví jako velmi vhodný pro charakteristiku kalícího oleje.

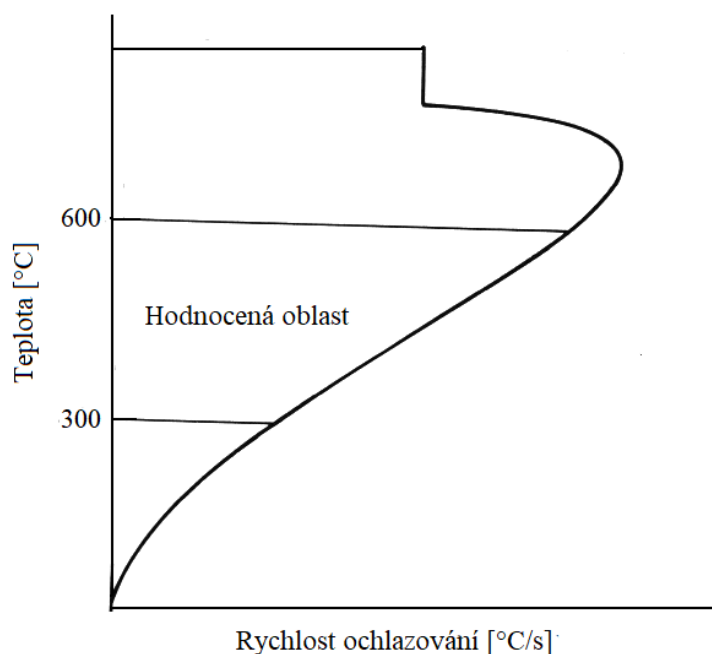
4.4 Plocha pod křivkou rychlosti ochlazování v závislosti na teplotě

Tato metoda spočívá v integraci určité oblasti pod křivkou rychlosti ochlazování. Cílem metody je stanovení jediného charakterizujícího parametru, který by mohl poskytnout odpovídající shrnutí procesu ochlazování (korelaci mezi rychlostí ochlazování a tvrdostí po kalení). Je však velmi obtížné předpovědět průběh kalení pouze pomocí jednoho parametru ochlazovací křivky. Z tohoto důvodu je vhodné přenos tepla modelovat po celou dobu periody kalení. Božidar

Liščíć demonstroval, že jeden ze způsobů, jak získat užitečnou korelaci mezi rychlostí ochlazování během kalení a tvrdostí je integrovat oblast pod křivkami rychlosti ochlazování.

[4] [22]

Podobnou metodu popsal K. E. Thelning, který uvedl, že integrovaná oblast se nachází pod křivkou rychlosti ochlazování mezi dvěma kritickými teplotami T_1 a T_2 . Tyto kritické teploty závisí na chemickém složení oceli. Pomocí této metody bylo zjištěno, že plocha pod křivkou se zvyšuje s průměrnou rychlostí kalení. K. E. Thelning také uvedl, že nejlepší obecný teplotní rozsah závisí na konkrétním chemickém složení oceli. [4] [22]



Obr. 42 Hodnocená oblast pod křivkou rychlosti ochlazování v teplotním rozsahu 600–300 °C [22]

4.4.1 Použitý software

Pro výpočet integrace oblasti pod křivkou ochlazování byl použit program Wolfram Mathematica. Jedná se o moderní technický výpočetní systém, který pokrývá většinu oblastí technických výpočtů (včetně zpracování obrazu, geometrie, vizualizace a dalších). Grafy byly v tomto programu vytvořeny pomocí programovacího jazyka Wolfram Language.

Wolfram Language zdůrazňuje symbolické výpočty a funkční programování a může používat libovolné struktury a data. Zahrnuje také vestavěné funkce pro generování, manipulaci s maticemi a řešení diferenciálních rovnic. [23]

```

ochlazovacicharakteristiky = Import["C:\\Users\\zdlouha\\Desktop\\OchlazovaciCharakteristiky.xlsx", {"Data"}];
(*Nacteni ceheho souboru s daty z mereni. Dulezita je cesta k souboru, musi odpovidat tomu, kde soubor .xlsx s daty je.*)

ochlazovacicharakteristiky = Table[DeleteDuplicatesBy[ochlazovacicharakteristiky[[n]], First], {n, 1, 20}];
(*Odstrani ze vstupnich dat ta, které jsou duplicitní.*)

iochlazovacicharakteristiky = Table[Interpolation[Transpose@{ochlazovacicharakteristiky[[n, 4 ;; -2, 1]],
ochlazovacicharakteristiky[[n, 4 ;; -2, 5]]}], {n, 1, 20}];
[(*Vybere ze vstupnich dat ta, které jsou nutná pro získání potřebných grafů.*)

```

Obr. 43 Vložení a úprava dat v programu Wolfram Mathematica [24]

```

StringForm["Ochlazovací křivky možno vykreslovat pouze v intervalu od `` °C do `` °C.",
Round[Max[iochlazovacicharakteristiky[[All, 1, 1, 1]]] + 1, Round[Min[iochlazovacicharakteristiky[[All, 1, 1, 2]]]]]
(*Informace o tom v jakém maximálním rozmezí lze ochlazovací křivky vykreslovat.*)

od = 13; (*Zde zadat "od" pro rozmezi oleju pro graf*)

do = 16; (*Zde zadat "do" pro rozmezi oleju pro graf*)

mint = 300; (*Zde zadat od jaké teploty se má počítat integrál*)

maxt = 600; (*Zde zadat do jaké teploty se má počítat integrál*)

```

Obr. 44 Nastavení rozmezí dat a teplot pro vykreslení grafů v programu Wolfram Mathematica [24]

```

intiochlazovacicharakteristiky = Round[Table[Integrate[iochlazovacicharakteristiky[[n]][x], {x, mint, maxt}],
{n, 1, 20}]; (*Vypočte integrály pro všechny oleje ve zvoleném teplotním rozsahu*)

legenda = Table[StringForm["", S="``", ochlazovacicharakteristiky[[n, 1, 1]], intiochlazovacicharakteristiky[[n]], {n, od, do}]
(*Vytvoří napln legendy, spojí název oleje s výsledkem integrálu*)

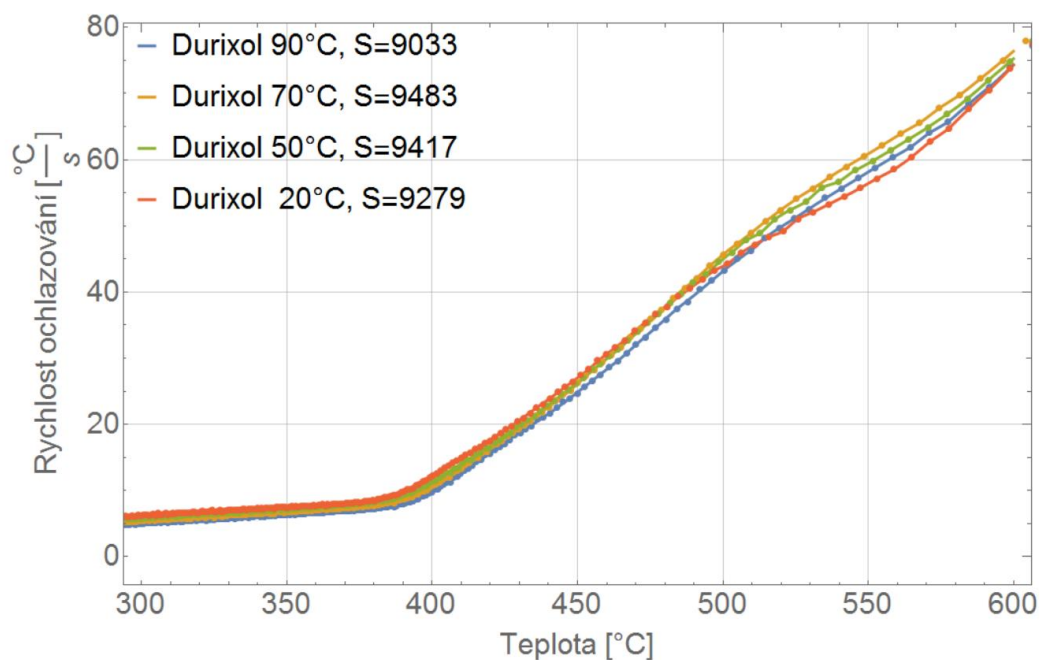
expo = Show[Plot[Evaluate@Table[iochlazovacicharakteristiky[[n]][x], {n, od, do}], {x, mint, maxt}, PlotLegends -> Placed[legenda,
{Left, Top}], Frame -> True, FrameLabel -> {{Rychlost ochlazování [ $\frac{^{\circ}\text{C}}{\text{s}}$ ], ""}, {Teplota [ $^{\circ}\text{C}$ ], ""}}, ImageSize -> {1080},
LabelStyle -> {FontSize -> 30}, LabelingSize -> 200, PlotStyle -> AbsoluteThickness[3]}, ListPlot[iochlazovacicharakteristiky[[od ;; do]],
PlotRange -> All, PlotStyle -> Directive[PointSize[Large]], GridLines -> Automatic]
(*Vykreslí graf pro vybrané oleje ve zvoleném teplotním rozsahu*)

```

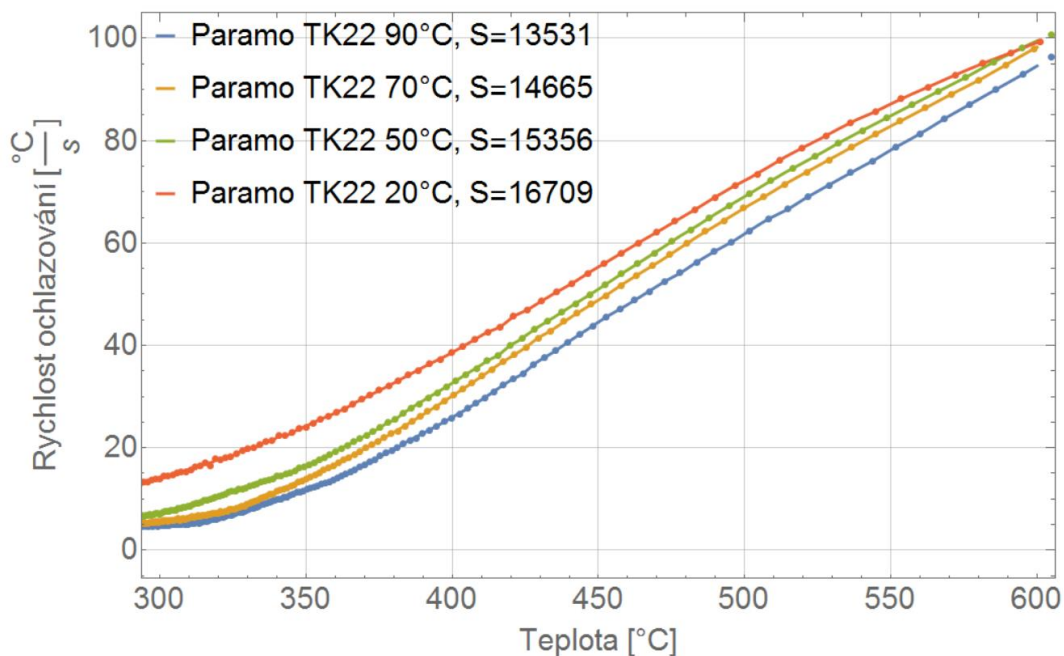
Obr. 45 Výpočet integrálu a nastavení grafických parametrů legendy v programu Wolfram Mathematica [24]

4.4.2 Výstup z měření

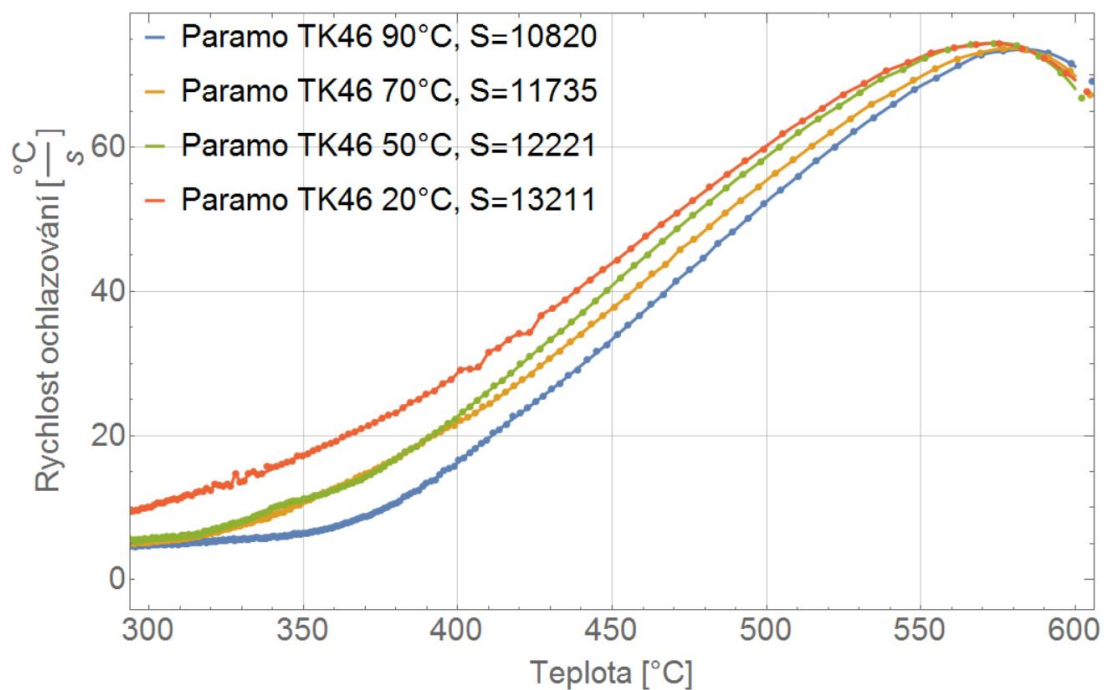
Pomocí programu Wolfram Mathematica byly vykresleny oblasti grafů ochlazovacích křivek v rozmezí 300–600 °C. Do legendy grafu byly zaznamenány hodnoty integrálů oblastí pod křivkou pro různé teploty oleje.



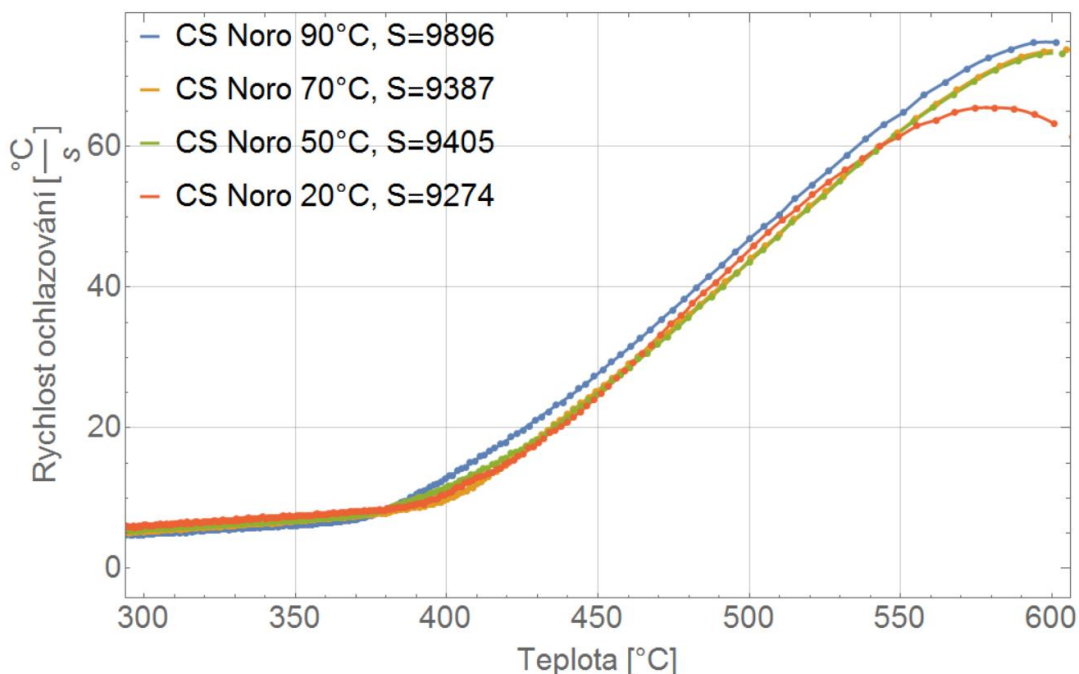
Obr. 46 Výsledky integrace oblastí pod křivkou rychlostí ochlazování v rozmezí teplot 300–600 °C při různých teplotách oleje Durixol W72



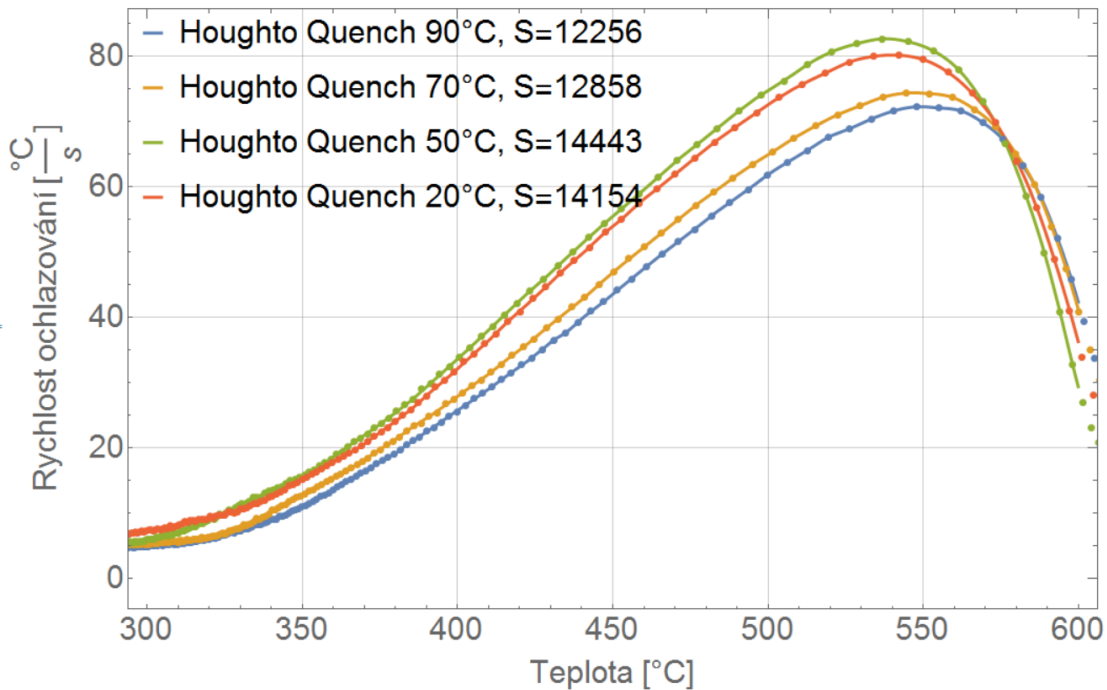
Obr. 47 Výsledky integrace oblastí pod křivkou rychlostí ochlazování v rozmezí teplot 300–600 $^{\circ}\text{C}$ při různých teplotách oleje Paramo TK 22



Obr. 48 Výsledky integrace oblastí pod křivkou rychlostí ochlazování v rozmezí teplot 300–600 $^{\circ}\text{C}$ při různých teplotách oleje Paramo TK 46



Obr. 49 Výsledky integrace oblastí pod křivkou rychlostí ochlazování v rozmezí teplot 300–600 °C při různých teplotách oleje CS Noro MO46



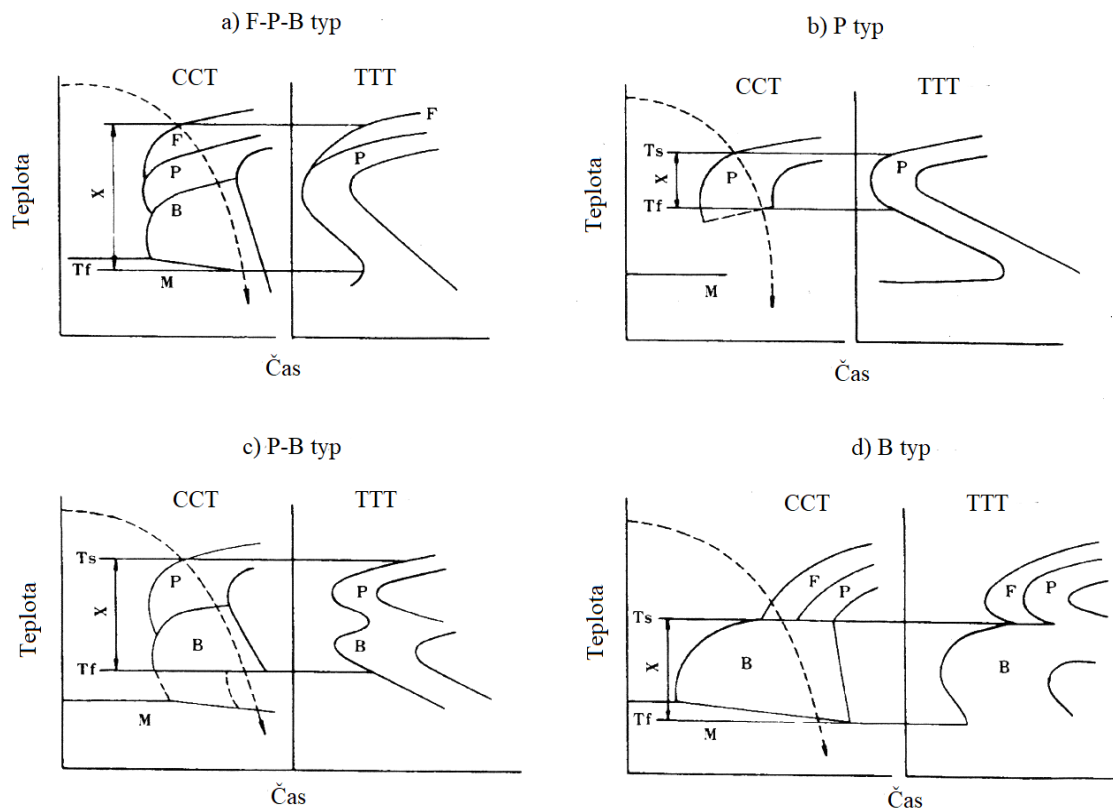
Obr. 50 Výsledky integrace oblastí pod křivkou rychlostí ochlazování v rozmezí teplot 300–600 °C při různých teplotách oleje Houghto Quench C120

Plocha pod křivkou naznačuje množství odvedeného tepla ze strojní součásti. Většina laboratoří sleduje plochu mezi teplotami 600 °C a 300 °C. Nejvyšší množství odebraného tepla představuje olej Paramo TK 22, resp. Houghto Quench C120. Naopak nejméně tepla odeberou oleje Durixol W72 a CS Noro MO 46. Zcela zřetelně je pak vidět korelace mezi množstvím odebraného tepla a hodnotou tvrdosti v jádře válečku z oceli C35E. Pokud je vyhodnocována ochlazovací schopnost pomocí tohoto parametru, jsou také zřejmé odlišnosti mezi jednotlivými teplotami kalících lázní. Ochlazovací schopnost klesá se zvyšující se teplotou média. Výjimku tvoří oleje Durixol W72 a CS Noro MO 46.

4.5 Hodnota V

Pro zjednodušení interpretace ochlazovacích křivek, zavedl I. Tamura parametr zvaný hodnota V, který charakterizuje schopnost kalícího média zakalit ocel. I. Tamura provedl srovnání CCT a TTT křivek různých slitin oceli a zjistil, že by mohly být charakterizovány jednou z následujících čtyř kategorií: [25]

- a) Typ ferit – perlit – bainit (F–P–B typ)
- b) Typ perlit (P typ)
- c) Typ perlit – bainit (P–B typ)
- d) Typ bainit (B typ)



Obr. 51 Tamurův klasifikační systém pro různé typy ocelí [25]

Hodnota V je definována jako poměr fáze varu ochlazovací křivky oleje k teplotnímu rozsahu transformací oceli, který vyžaduje nejrychlejší ochlazení. Lze ji vypočítat pomocí dat ochlazovací křivky a odpovídajícího CCT diagramu: [4]

$$V = \frac{T_c - T_d}{T_s - T_f}$$

$T_c - T_d$... fáze varu ochlazovací křivky

$T_s - T_f$... teplotní rozsah vyžadující rychlé ochlazení oceli

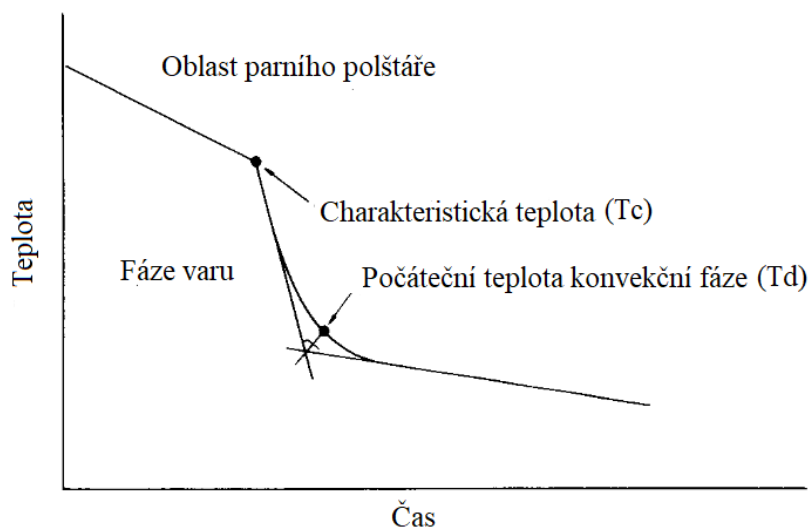
Parametr X na obrázku č. 51 označuje teplotní rozsah, ve kterém je vyžadováno rychlé ochlazení, aby bylo dosaženo požadované mikrostruktury a vlastností. Hodnotu X lze stanovit ze vztahu: [25]

$$X = T_s - T_f$$

T_s ... teplota na začátku transformace austenit \rightarrow perlit (ferit)

T_f ... teplota martenzit start

Pro výpočet hodnoty V je dále potřeba určit charakteristickou teplotu T_c a počáteční teplotu konvekční fáze T_d .



Obr. 52 Metoda určení počáteční teploty konvekční fáze [4]

Tamura dále uvádí, že porovnáním výše zmíněných teplot (charakteristické teploty a počáteční teploty konvekční fáze s teplotním rozsahem vyžadujícím rychlé ochlazení) mohou nastat čtyři různé případy: [25]

$T_s > T_c$	$T_d > T_f$		$V = \frac{T_c - T_d}{X}$
$T_s > T_c$	$T_d < T_f$		$V = \frac{T_c - T_f}{X}$
$T_s < T_c$	$T_d > T_f$		$V = \frac{T_s - T_d}{X}$
$T_s < T_c$	$T_d < T_f$		$V = \frac{T_s - T_f}{X} = \frac{T_s - T_f}{T_s - T_f} = 1$

Obr. 53 Metodika výpočtu hodnot V z různých klasifikací oceli [25]

Charakteristická teplota a počáteční teplota konvekční fáze je odlišná pro různé oleje, ale rychlost ochlazování v jednotlivých fázích se neliší (zejména rychlost ochlazování ve fázi varu). Z tohoto důvodu je určení hodnoty V u olejů poměrně snadné. V případě vodných roztoků polymerů dochází ke změnám charakteristické teploty a tím i k výrazným změnám rychlosti ochlazování v každé fázi. Proto je určení hodnoty V pro polymerní roztoky daleko obtížnější. [25]

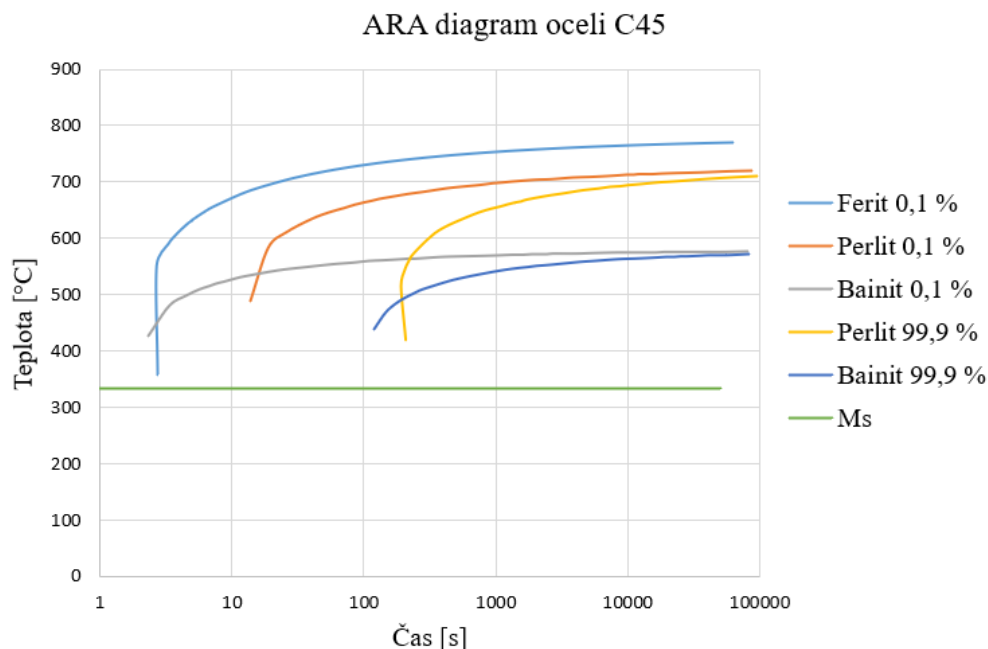
4.5.1 Vlastnosti ocelí z použitých CCT (ARA) diagramů

Podle Tamurova klasifikačního systému ocelí (obr. 51) byly ke každému typu zvoleny odpovídající oceli:

- a) ocel C45
- b) ocel C80
- c) ocel 100Cr6
- d) 25CrMo4

Ocel C45 (ČSN 12050)

Jedná se o uhlíkovou ocel k zušlechťování a povrchovému kalení. Používá se pro výrobu méně namáhaných strojních dílů ve stavu zušlechtěném nebo normalizačně žíhaném. Optimálních mechanických hodnot dosahuje v zakaleném a následně popuštěném stavu. U tvarově složitějších dílů se pro zamezení vzniku trhlin upřednostňuje kalení do oleje. Ocel C45 je vhodná i k povrchovému kalení plamenem nebo indukci. [31]

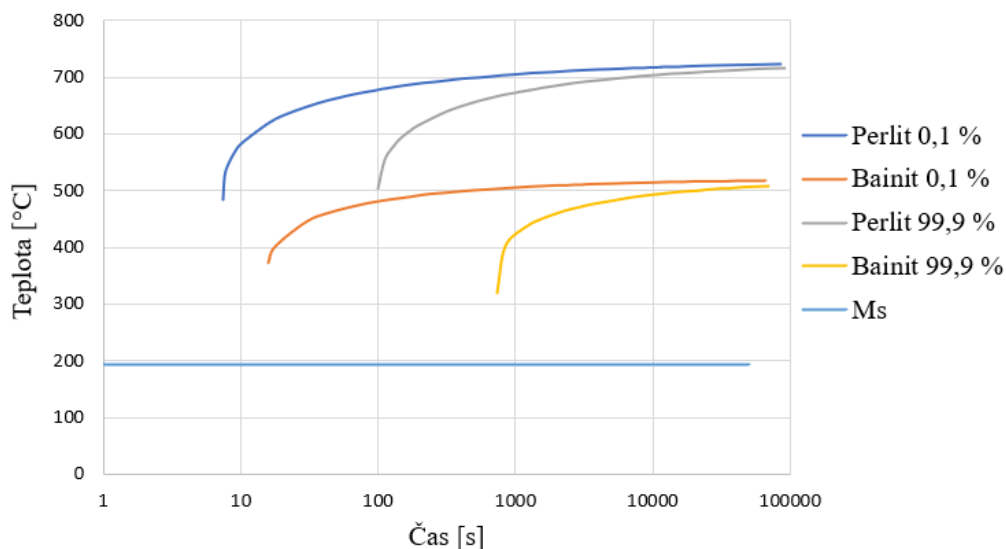


Obr. 54 ARA diagram oceli C45

Ocel C80 (ČSN 19152)

Ocel ČSN 19152 patří mezi nelegované nástrojové oceli pro práci za studena. Tyto uhlíkové oceli se vyznačují nízkou prokalitelností. Z toho důvodu se většinou pro dosažení požadovaných vlastností kalí do vody. Při kalení do oleje je potřeba počítat s nižší tvrdostí zakalené vrstvy. Uhlíkové nástrojové oceli se obvykle používají na méně namáhané nástroje s nižšími nároky na jejich životnost (například nástroje pro obrábění dřeva nebo barevných kovů). [32]

ARA diagram oceli C80

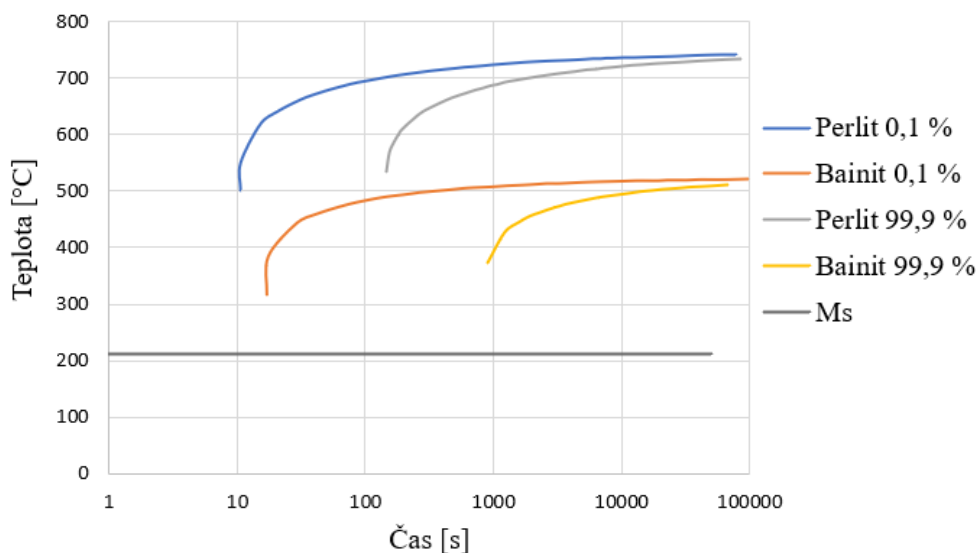


Obr. 55 ARA diagram oceli C80

Ocel 100Cr6 (ČSN 14109)

Tato ocel je dobře tvářitelná za tepla a je vhodná k přímému kalení. Je otěruvzdorná a kalitelná v oleji s nízkou prokalitelností. Ve stavu žíhaném na měkko je dobře obrobitelná. Ocel 100Cr6 je vhodná pro součásti s velmi tvrdým povrchem odolným proti opotřeбенí. Lze ji použít i pro výrobu závitníků, vrtáků nebo válců pro válcování za studena. [33]

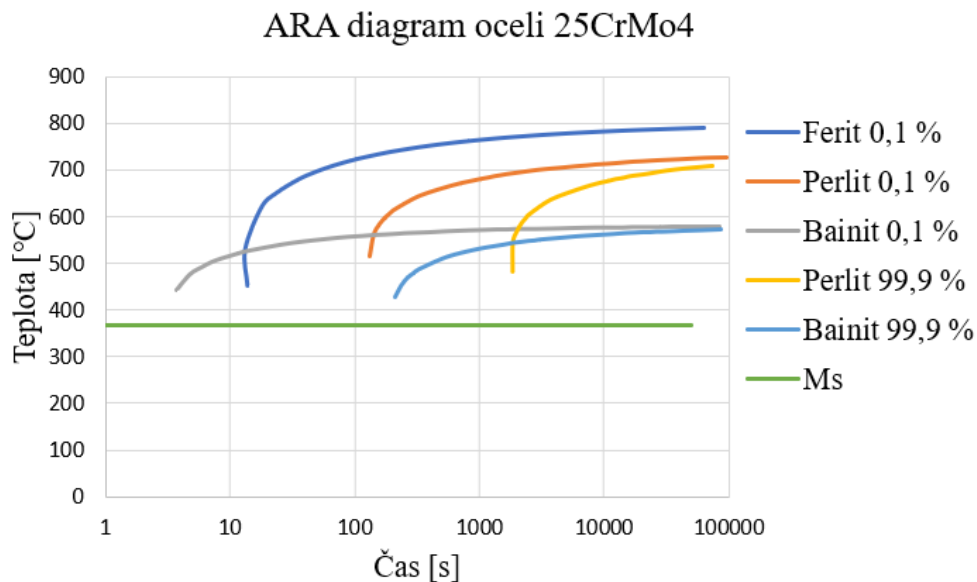
ARA diagram oceli 100Cr6



Obr. 56 ARA diagram oceli 100Cr6

Ocel 25CrMo4 (ČSN 15130)

Jedná se o nízkoлегovanou ušlechtilou chrom – molybdenovou ocel k zušlechtování. Tato ocel je vhodná pro středně namáhané strojní díly. Je svařitelná a vyznačuje se nižší prokalitelností. V zušlechtěném stavu dosahuje středních hodnot pevnosti a meze kluzu při relativně vysoké houževnatosti. Není náchylná ke vzniku popouštěcí křehkosti. [34]

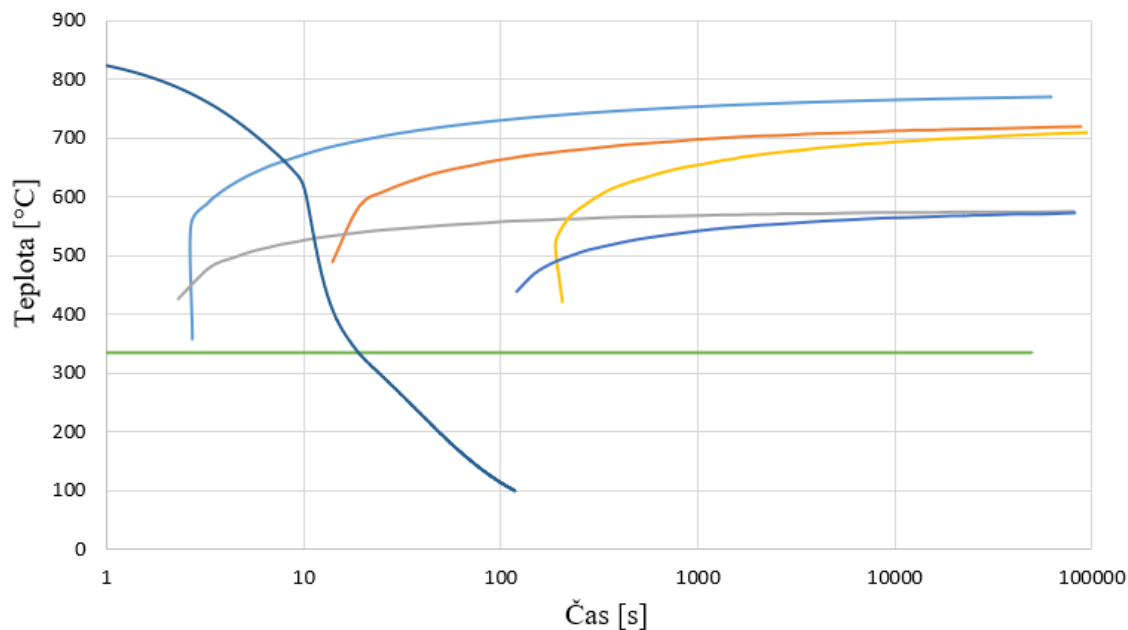


Obr. 57 ARA diagram oceli 25CrMo4

4.5.2 Výstup z měření

Pomocí CCT diagramů ocelí z kapitoly 4.5.1 a ochlazovacích křivek kalících olejů (CS Noro Mo 46, Durixol W72, Paramo TK 22, Paramo TK 46 a Houghto Quench C120) naměřených při teplotě 50 °C byly vytvořeny grafy. Z těchto grafů byly poté odečteny teploty potřebné pro výpočet hodnoty V . Porovnáním těchto teplot lze podle obrázku č. 53 odvodit správný vzorec pro výpočet. V případě oceli 100Cr6 a olejů Durixol W72 a Paramo TK 22 nedošlo k protnutí CCT diagramu křivkou ochlazování. Z tohoto důvodu byla teplota T_s odečtena z vrcholu perlitického nosu CCT diagramu. CCT diagramy byly vytvořeny pro konkrétní chemické složení oceli a konkrétní kalící teploty.

ARA diagram oceli C45 a křivka ochlazování oleje
Paramo TK 46 při 50 °C



Obr. 58 Křivka ochlazování oleje Paramo TK 46 (měřená při teplotě 50 °C)
vložená do ARA diagramu oceli C45

Z grafu na obrázku č. 58 byly odečteny následující teploty:

$$T_c = 639 \text{ °C}$$

$$T_s = 657 \text{ °C}$$

$$T_f = 523 \text{ °C}$$

$$T_d = 317 \text{ °C}$$

Z metodiky klasifikace ocelí podle Tamury vyplývá, že tento průběh odpovídá případu 2 (viz obr. 53). Pomocí následujícího vzorce byla vypočtena hodnota V :

$$V = \frac{T_c - T_f}{X} = \frac{T_c - T_f}{T_s - T_f} = \frac{639 - 523}{657 - 523} = 0,866$$

	Ocel			
Olej	C45	C80	100Cr6	25CrMo4
CS Noro MO 46	1	1	0,976	0,964
Durixol W72	1	0,797	0,811	0,856
Paramo TK 22	1	0,728	0,774	1
Paramo TK 46	0,866	1	1	1
Houghto Quench C120	0,683	0,738	1	1

Tab. 11 Vypočtené hodnoty V příslušných ocelí a olejů

Jako srovnávací parametr byl brán v potaz parametr platný pro ocel C45, která se svými charakteristikami velmi blíží oceli C35. Je zřejmé, že tento parametr nekoresponduje s dosaženou tvrdostí. Klíčové pro využití tohoto parametru je využití válečku, na kterém se měří průběh teploty o stejném chemickém složení jako je složení pro výpočet CCT diagramu. Pokud se využívá univerzální inconelové sondy, tak jako v tomto případě, nejsou data relevantní. Navíc by bylo vhodné vždy využít geometrii odpovídající geometrii výrobku. Pak je možné určit vhodnost daného oleje s vysokou relevancí.

5. Vliv obsahu vody na ochlazovací schopnost kalícího oleje

Voda v kalícím oleji je pravděpodobně jedním z nejčastějších případů ovlivnění kalící schopnosti olejů. Voda je v oleji prakticky vždy přítomná. Obecně pochopitelně hrozí větší nebezpečí, pokud koncentrace překročí hranici maximální rozpustnosti. Toto množství může v tekutině vytvořit zákal. Obecně lze říct, že čím větší množství, tím více mléčný vzhled. Platí nepsané pravidlo o maximálním množství vody v oleji – cca 50 % nasycení při provozní teplotě. Tzv. volná voda může způsobit korozi nádrže. Nadměrné množství vody může také ovlivnit vyčerpání aditiv a následnou změnu vlastností kalícího oleje. [37]

Vliv obsahu vody v oleji na ochlazovací křivky teplota – čas a teplota – rychlost ochlazování byl měřen u oleje Houghto Quench C120. Měření těchto křivek proběhlo při množstvích vody 0 %; 0,01 %; 0,1 %; 0,5 % a 1 %. Z bezpečnostních důvodů nebylo provedeno měření s vyšším obsahem vody než 1 %. Podle normy ISO 9950 byla teplota oleje během měření 40 °C.

5.1 Použitá zařízení

Stejně jako v případě měření křivek ochlazování byla použita následující zařízení:

Testovací sonda

Pece pro ohřev sondy

Testovací nádoba na olej

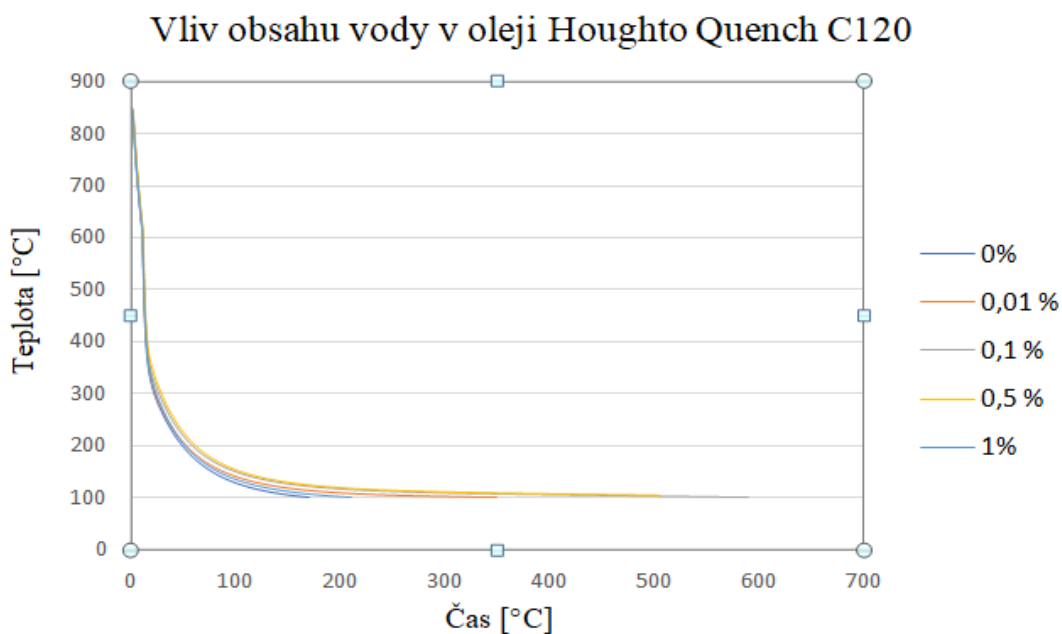
Přijímací jednotka, PC a kabely

5.2 Postup měření

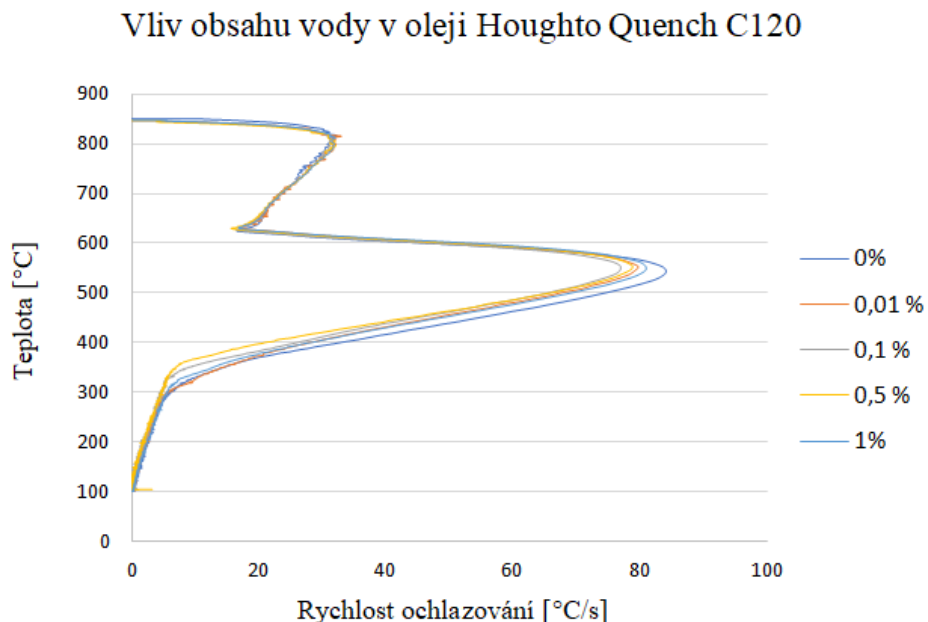
Během ohřívání elektrické pece VMK–22 na teplotu 870 °C byl do testovací nádoby nalit olej Houghto Quench C120 (2000 ml). Do oleje byla postupně přidávána voda, aby bylo dosaženo obsahů vody 0,01 %; 0,1 %; 0,5 % a 1 %. Testovací sonda byla před vložením do komínku pece očištěna brusným papírem, odmaštěna a připojena k přijímací jednotce a ta k PC. Během jejího ohřívání na teplotu 860 °C bylo zapnuto topné zařízení na testovací nádobě a olej byl ohřát na teplotu 40 °C. Po dosažení požadované teploty sondy byl spuštěn program a sonda byla co nejrychleji vložena do oleje. Opět docházelo k zaznamenávání teploty po 0,1 sekundy až do doby ukončení měření. Poté byla sonda vyjmuta z oleje, odpojena od přijímací jednotky, očištěna a odmaštěna. Za účelem porovnání ochlazovacích křivek a vlivu obsahu vody bylo provedeno i měření s nulovým obsahem vody.

5.3 Výstup z měření

Z každého měření byly vytvořeny grafy se dvěma typy ochlazovacích křivek (teplota – čas a teplota – rychlost ochlazení).



Obr. 59 Vliv obsahu vody v oleji Houghto Quench C120 (křivka teplota – čas)



Obr. 60 Vliv obsahu vody v oleji Houghto Quench C120 (křivka teplota – rychlost ochlazování)

6. Vliv provozní teploty na ochlazovací schopnost kalících olejů

Pro měření křivek ochlazování bylo použito 5 typů olejů (stejných jako v kapitole 4). Všechna měření byla provedena pomocí sondy ze slitiny Inconel 600 o $\varnothing 12,5$ mm a délce 60 mm. Předepsaný objem zkoušeného oleje je 2000 ml. Každý typ oleje byl měřen při teplotách 20 °C, 50 °C, 70 °C a 90 °C. Sonda byla před začátkem měření ohřáta v peci na předepsanou teplotu 850 ± 5 °C.

6.1 Použitá zařízení

Použitá zařízení byla stejná jako v případě měření křivek ochlazování a měření vlivu obsahu vody v kalícím oleji.

Testovací sonda

Pec pro ohřev sondy

Testovací nádoba na olej

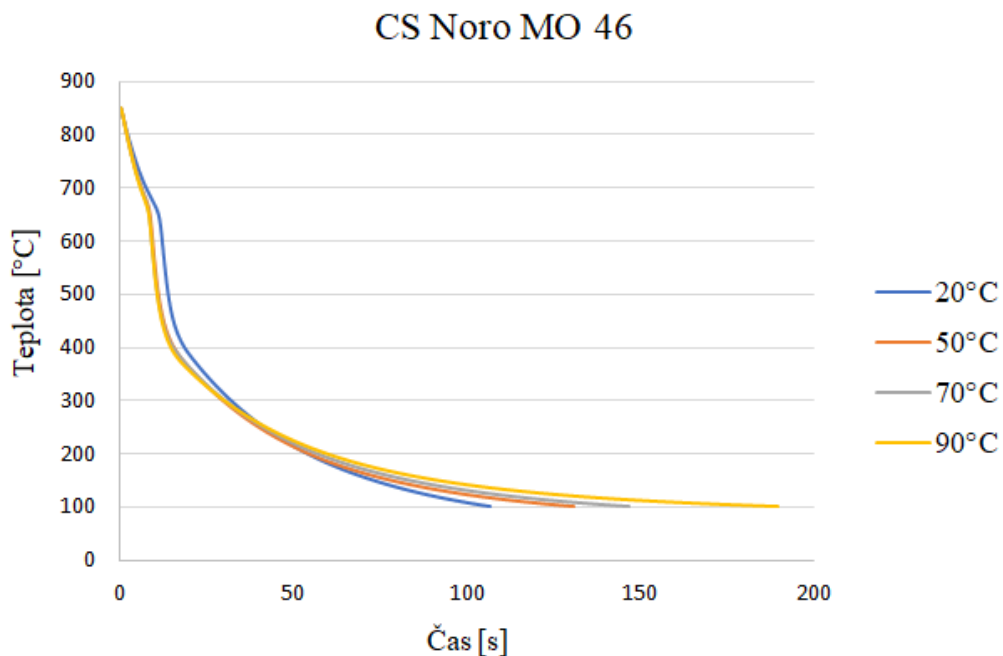
Přijímací jednotka, PC a kabely

6.2 Postup měření

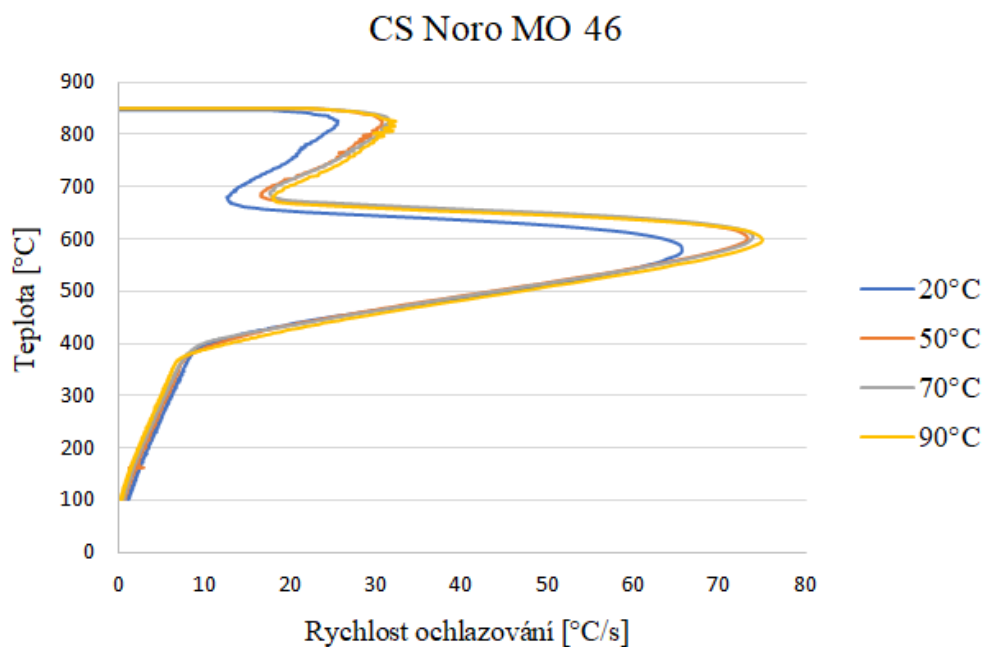
Postup měření byl obdobný jako v případě měření křivek ochlazování. Pec byla ohřata na teplotu 870 °C. Zkušební olej byl nalit do testovací nádoby a pro každé měření byl ohřát na požadovanou teplotu (20 °C, 50 °C, 70 °C a 90 °C). Testovací sonda byla před každým měřením očištěna a odmaštěna a poté došlo k jejímu umístění do pece a ohřevu na teplotu 855 °C. Po dosažení této teploty došlo ke spuštění programu a sonda byla co nejrychleji umístěna do testovací nádoby s olejem. Po ukončení měření následovalo vyjmutí sondy z oleje, její očištění a odmaštění.

6.3 Výstup z měření

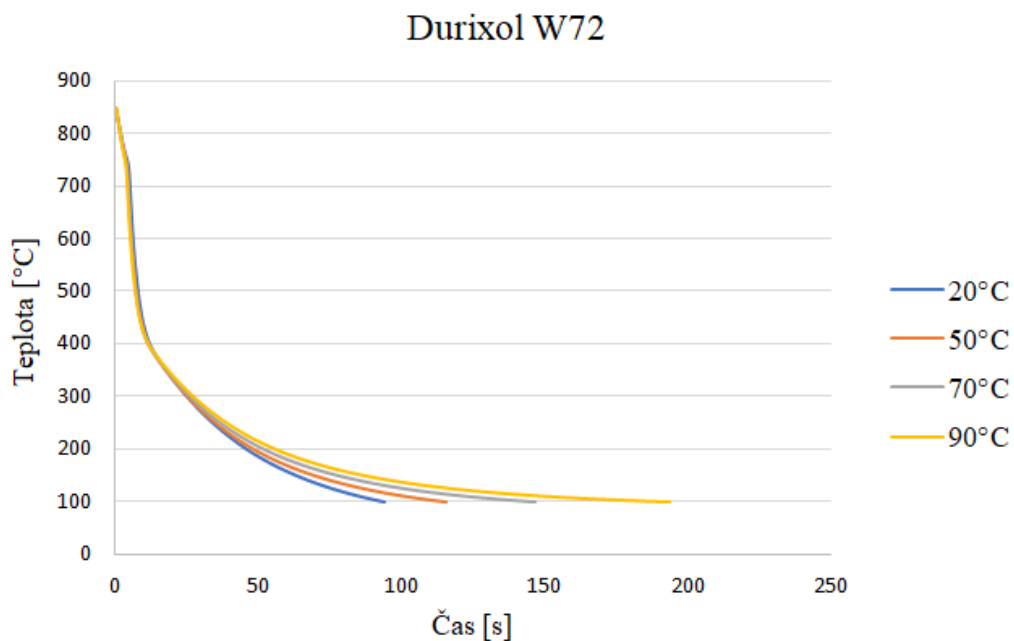
Výsledkem měření byly opět textové soubory sloužící k vytvoření grafů ochlazovacích křivek jednotlivých olejů při zadaných teplotách.



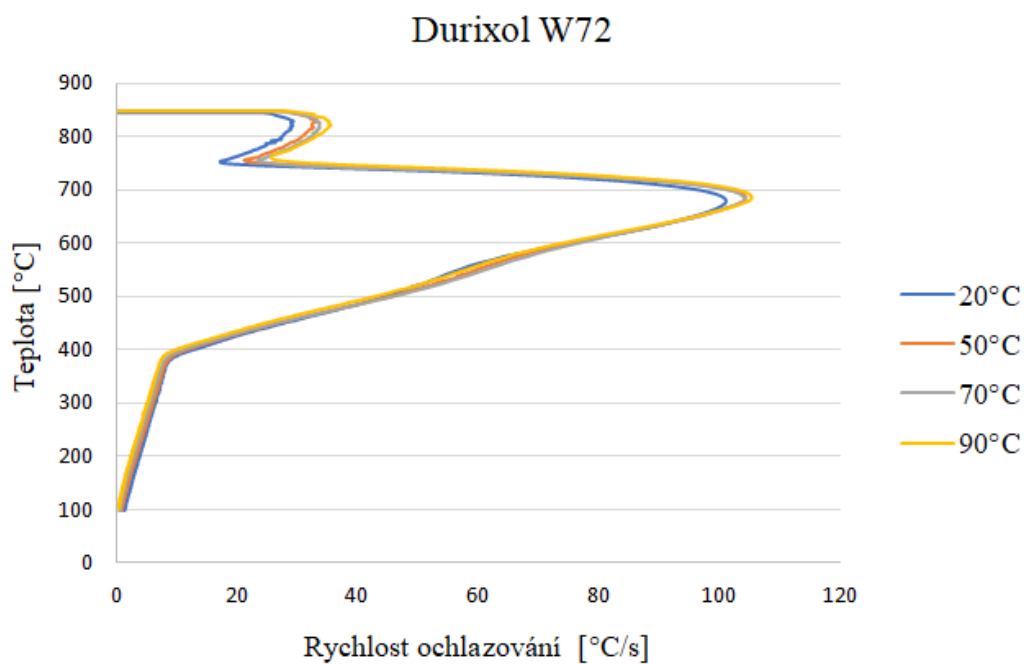
Obr. 61 Křivky ochlazování teplota – čas oleje CS Noro MO 46 při měřených teplotách



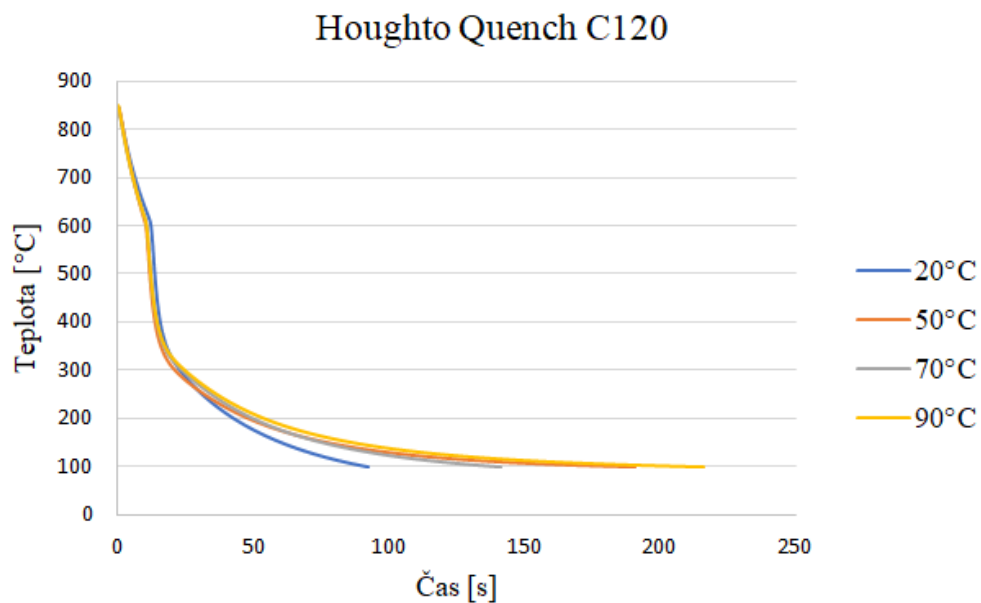
Obr. 62 Křivky ochlazování teplota – rychlost ochlazování oleje CS Noro MO 46 při měřených teplotách



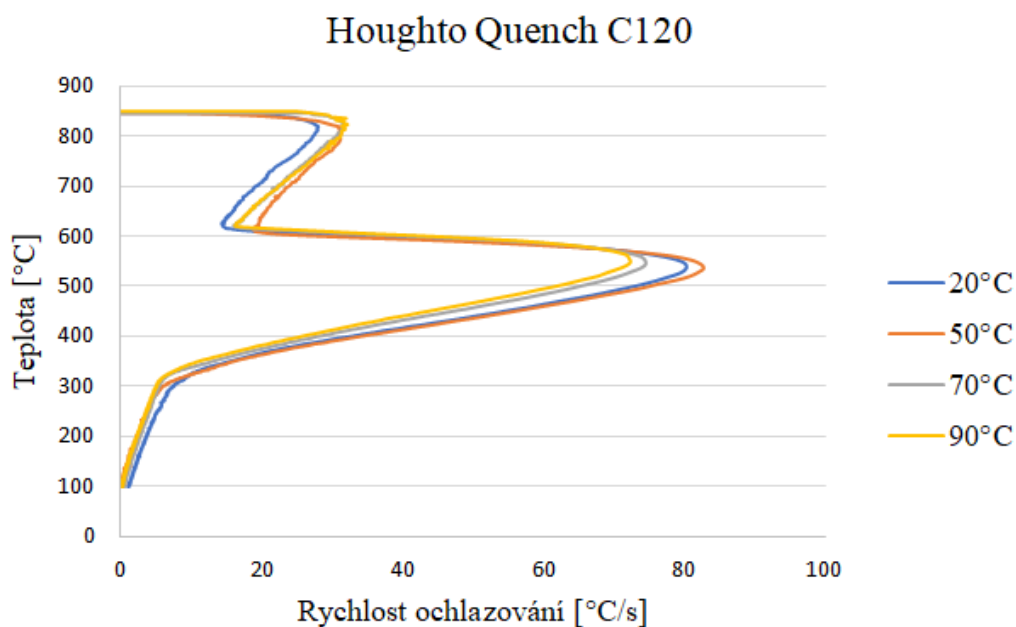
Obr. 63 Křivky ochlazování teplota – čas oleje Durixol W72 při měřených teplotách



Obr. 64 Křivky ochlazování teplota – rychlost ochlazování oleje Durixol W72 při měřených teplotách

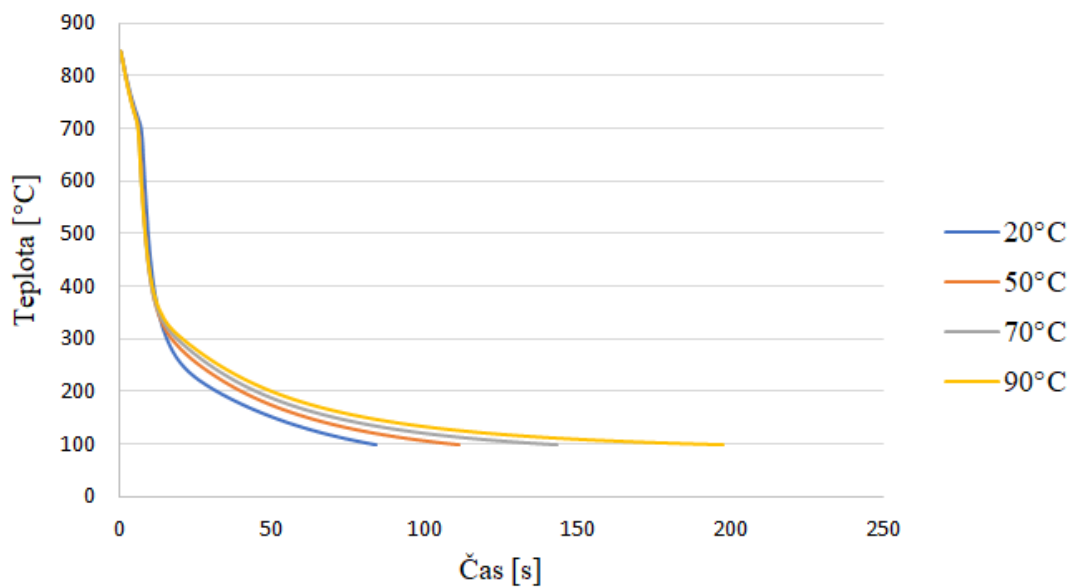


Obr. 65 Křivky ochlazování teplota – čas oleje Houghto Quench C120 při měřených teplotách



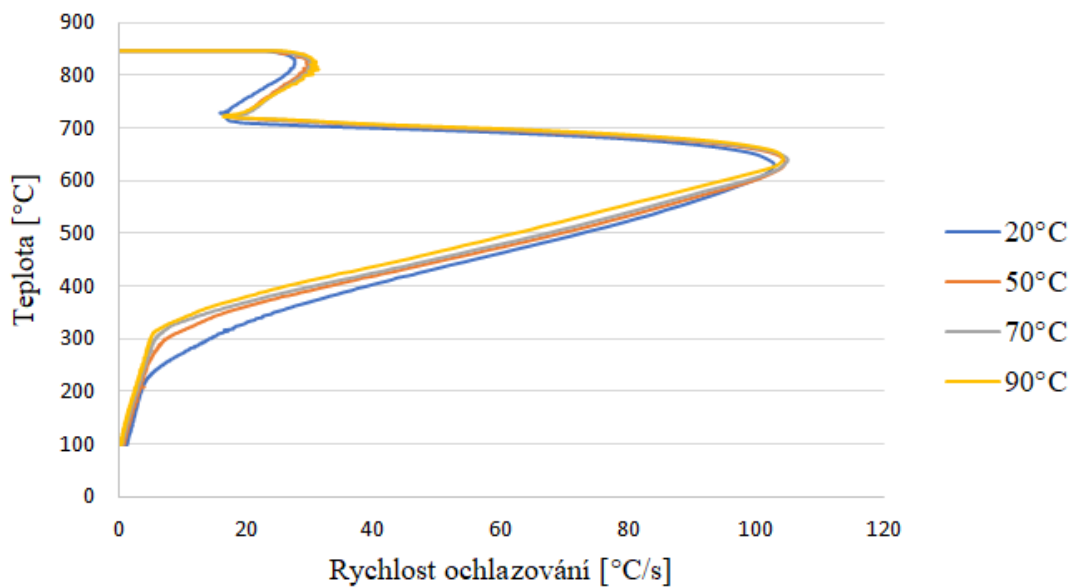
Obr. 66 Křivky ochlazování teplota – rychlost ochlazování oleje Houghto Quench C120 při měřených teplotách

Paramo TK 22



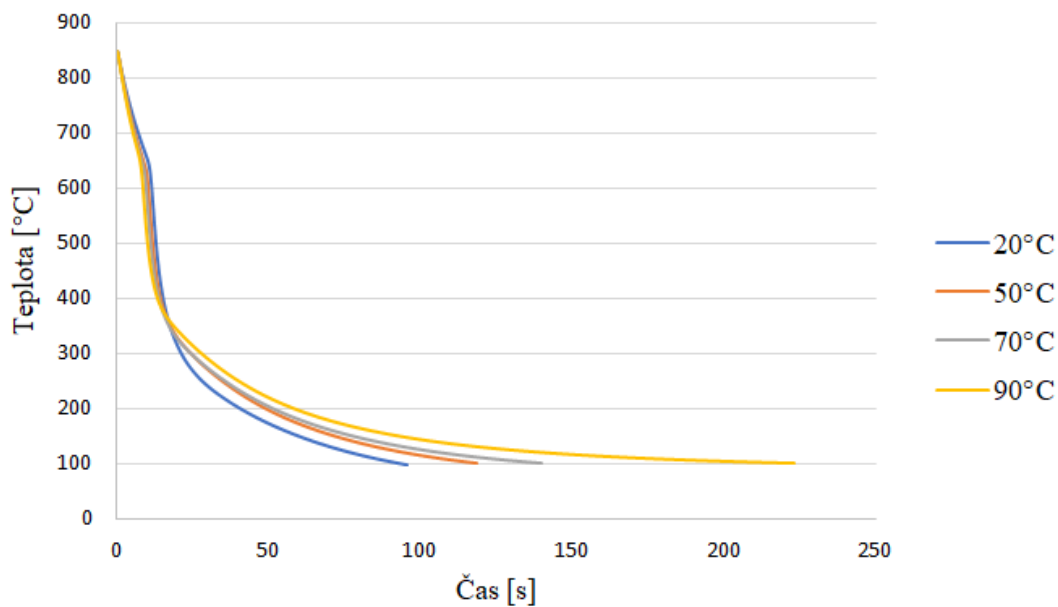
Obr. 67 Křivky ochlazování teplota – čas oleje Paramo TK 22 při měřených teplotách

Paramo TK 22



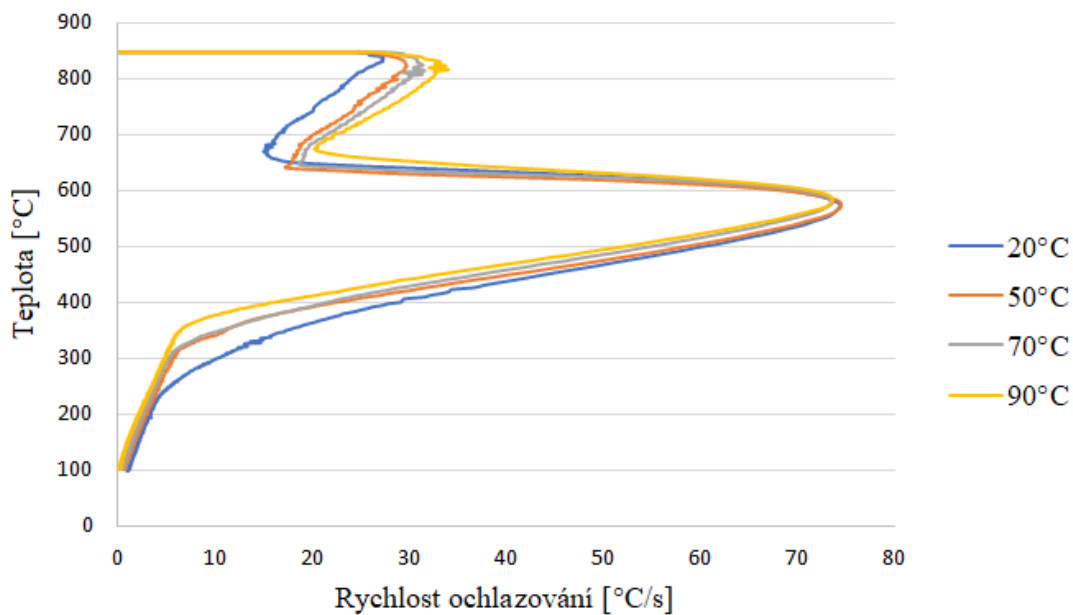
Obr. 68 Křivky ochlazování teplota – rychlost ochlazování oleje Paramo TK 22 při měřených teplotách

Paramo TK 46



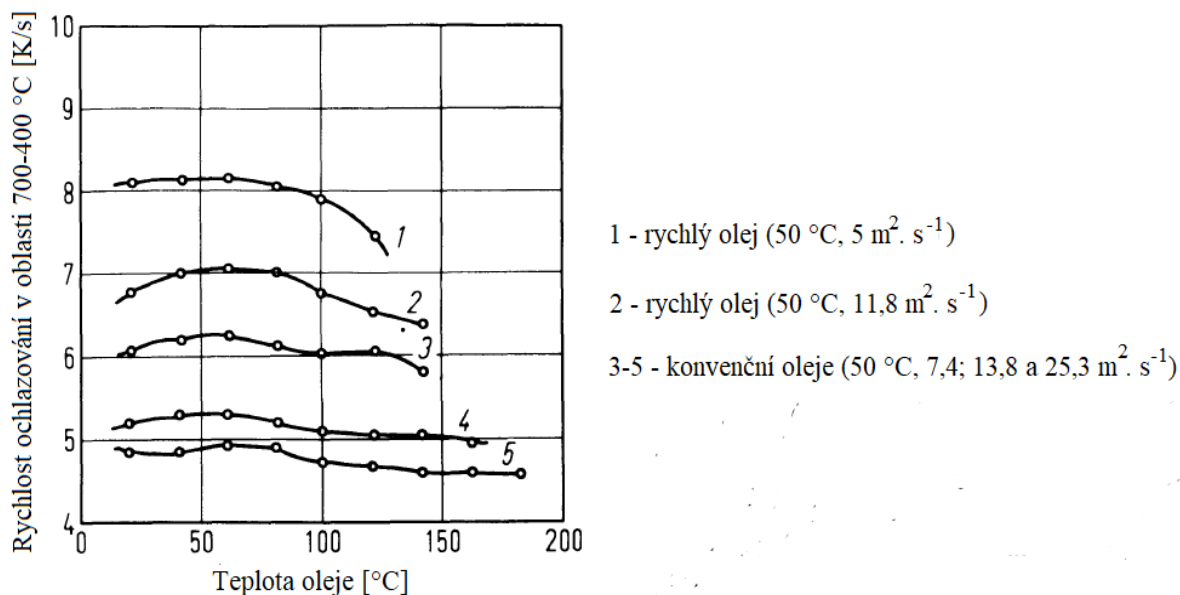
Obr. 69 Křivky ochlazování teplota – čas oleje Paramo TK 46 při měřených teplotách

Paramo TK 46



Obr. 70 Křivky ochlazování teplota – rychlost ochlazování oleje Paramo TK 46 při měřených teplotách

Vliv teploty na rychlost ochlazování se pochopitelně liší dle různých olejů. Obecně je možné říct, že u rychlých olejů je běžné, že po překročení teploty cca 70–80 °C dochází k mírnému poklesu rychlosti ochlazování kalícího média. Z analýz je rovněž patrné, že je zde markantní vliv viskozity. Se snižující se viskozitou dochází ke zvýšení kalící schopnosti. V praxi je obvykle používána teplota 50–70 °C, která prakticky neovlivní kalící výkon. Souhlas s tímto provedeným měřením dokládají studie.



Obr. 71 Vliv teploty oleje na rychlost ochlazování ocelového vzorku o \varnothing 55 mm v rozmezí 700–400 °C [4]

7. Kontrola stárnutí oleje v zakázkových kalárnách

Průběh stárnutí oleje byl měřen pouze u oleje CS Noro MO 46 a Thermisol QH 25. I v tomto případě šlo vyhodnocování křivek ochlazování teplota – čas a teplota – rychlost ochlazování. Celkem bylo změřeno 10 vzorků oleje CS Noro MO 46 a dva vzorky oleje Thermisol QH 25 různého stáří. Nejstarším vzorkem byl olej CS Noro MO 46 odebrán 30.10.2015. Nejnovějším pak olej Thermisol QH 25 odebrán 9.4.2020.

7.1 Zkušební oleje

CS Noro MO 46

Tento typ oleje je podrobněji popsán v kapitole 4.1.1.

Thermisol QH 25

Olej Thermisol QH 25 je vysoce výkonný tepelně stabilní kalící olej. Vyniká extrémně prudkými ochlazovacími účinky, vysokým bodem vzplanutí (196 °C), poměrně nízkou viskozitou a odpovídající stálostí vůči odpařování. Díky nízké viskozitě tohoto oleje jsou ztráty vynášením jen velmi malé. Díky svým prudkým ochlazovacím vlastnostem a příznivému vlivu na deformace výrobků se olej používá při zpracování legovaných a nelegovaných cementačních ocelí, ocelí k zušlechťování, nástrojových ocelí a v mnoha dalších oblastech použití. Thermisol QH 25 lze používat ve víceúčelových komorových pecích, retortových a průběžných pecích. Zpravidla se tento olej používá do teploty 100 °C (v uzavřených zařízeních maximálně do 130 °C). Olej se chová neutrálně, proto není narušován při kalení výrobků ze solných lázní. [30]

7.2 Použitá zařízení

Stejně jako v předchozích případech byly vyhodnocovány křivky ochlazování. Z tohoto důvodu byla použita stejná zařízení.

Testovací sonda

Pec pro ohřev sondy

Testovací nádoba na olej

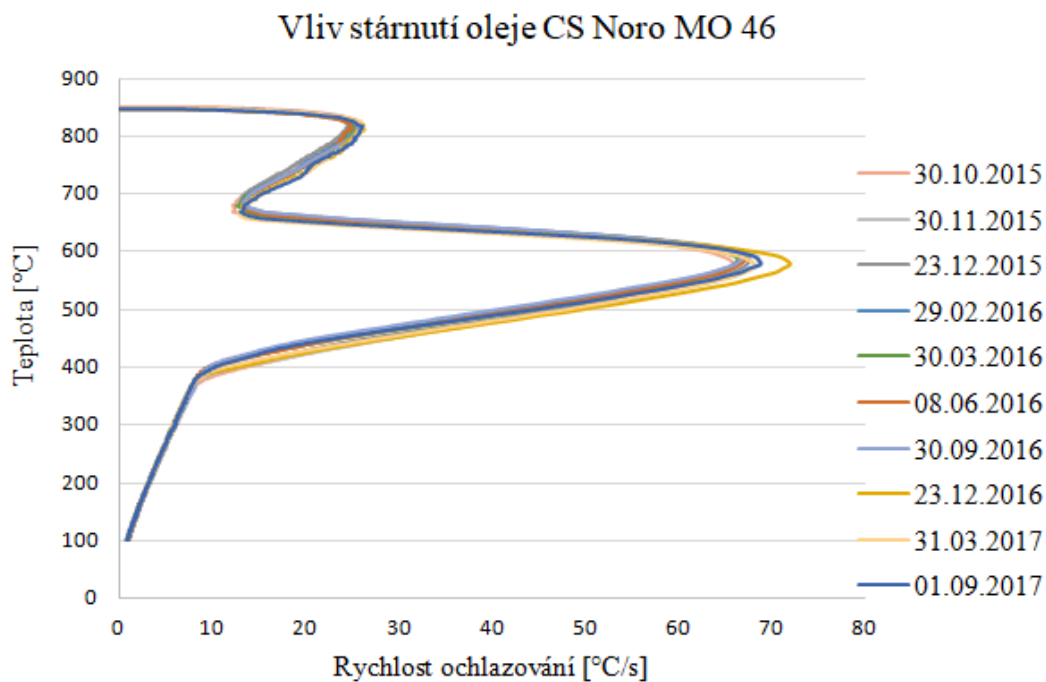
Přijímací jednotka, PC a kabely

7.3 Postup měření

Nejdříve byla pec ohřata na požadovanou teplotu 870°C. Do připravené testovací nádoby byl nalit vzorek oleje (2000 ml). Měření probíhalo při teplotě oleje 20 °C, protože v provozu je tento olej používán při pokojové teplotě. Testovací sonda byla nejdříve očištěna a odmaštěna. Po připojení sondy k přijímací jednotce a k PC byla sonda vložena do komínku pece a ohřata na teplotu 860 °C. Při dosažení této teploty byl spuštěn program a sonda byla co nejrychleji vložena do zkušebního vzorku oleje. Opět docházelo k zaznamenávání údajů o teplotě po 0,1 sekundy až do doby ukončení měření. Poté byla sonda vyjmuta z oleje, odpojena, očištěna a odmaštěna.

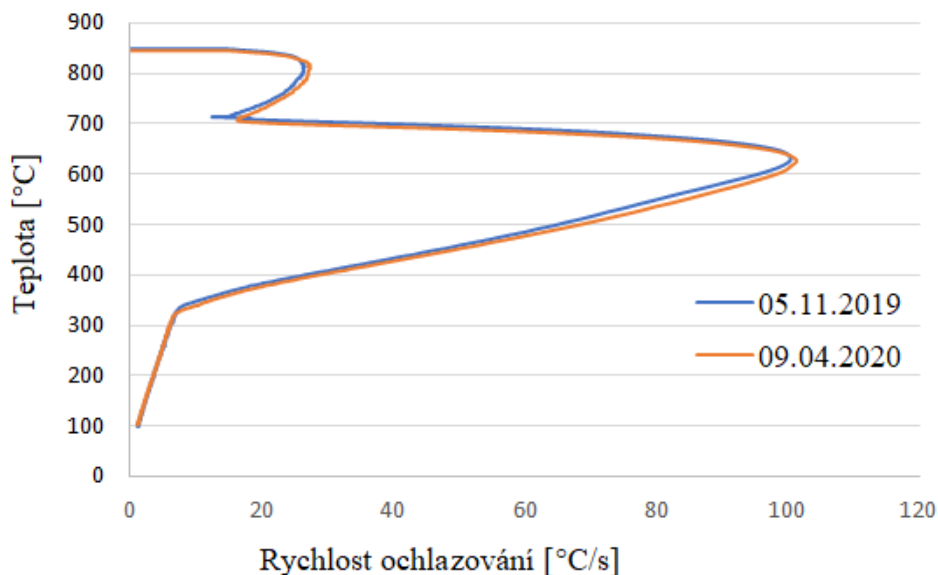
7.4 Výstup z měření

Výstupem z tohoto měření jsou opět údaje o teplotě, času a rychlosti ochlazování ve formě textových souborů. Tyto údaje slouží k vytvoření požadovaných grafů (křivek ochlazování teplota – čas a teplota – rychlost ochlazování).



Obr. 72 Stárnutí oleje CS Noro MO 46

Vliv stárnutí oleje Thermisol QH25



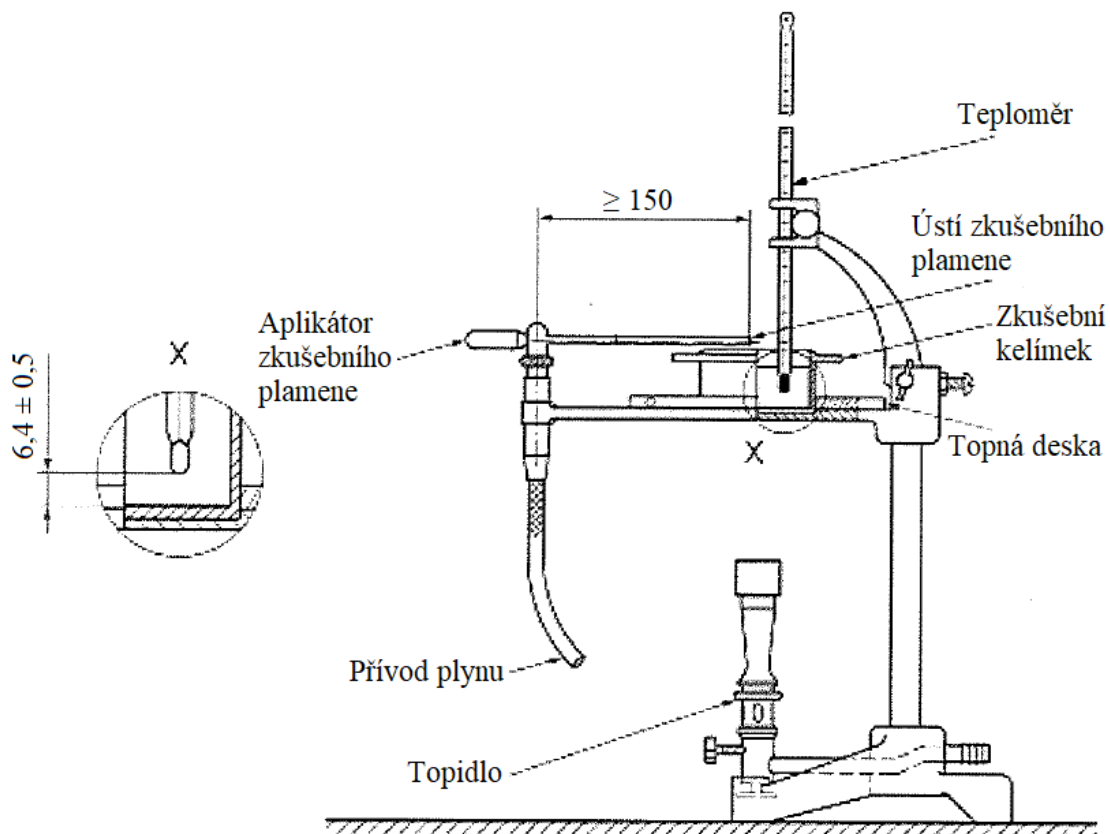
Obr. 73 Stárnutí oleje Thermisol QH25

8. Měření bodu vzplanutí, resp. hoření kalících olejů

Měření bodů vzplanutí a hoření byla provedena u pěti olejů, které byly již dříve popsány v kapitole 4. Měření probíhalo podle normy ČSN EN ISO 2592 (Metoda otevřeného kelímku podle Clevelanda).

8.1 Použitá zařízení

Ke stanovení bodů vzplanutí, resp. hoření bylo použito zařízení uzpůsobené pro měření metodou otevřeného kelímku podle Clevelanda. Dále byly použity stopky pro zaznamenávání teploty v pravidelných intervalech a teploměr.



Obr. 74 Schéma měřícího přístroje bodů vzplanutí, resp. hoření [18]

Zkušební kelímek musí být vyroben z mosazi nebo jiného korozivzdorného kovu ekvivalentní tepelné vodivosti a musí vyhovovat rozměrovým požadavkům dle normy. Také topná deska musí být z vhodného materiálu a vhodných rozměrů, aby bylo zajištěno, že zahřívání zkušebního kelímku působí pouze na jeho dno. [18]



Obr. 75 Zařízení na měření bodů vzplanutí, resp. hoření

8.2 Postup měření

Nejdříve byl zkušební kelímek naplněn zkoušeným olejem do předem určené výšky hladiny. Poté byl do držáku umístěn teploměr do předepsané výšky (viz obr. 74). Následně byl zažehnut plamínek tak, aby jeho velikost byla 3 mm. V okamžiku zapnutí ohřevu kelímku byly zapnuty i stopky. První teplota byla zaznamenána v čase 0 (pokojová teplota). Další teplota byla zapsána po 10 minutách a poté po dalších 5 minutách. Od 15 minuty byla teplota zaznamenávána každou minutu až do určení bodů vzplanutí a hoření. Během měření byla regulována rychlost ohřevu zkoušeného oleje podle normy ČSN EN ISO 2592, která předepisuje rychlost 5–6 °C/s. Přibližně 20 °C před předpokládaným bodem vzplanutí bylo pohybováno plamenem nad zkušebním kelímek. Nejnižší teplota, při které působení plamene způsobí zapálení par nad hladinou oleje byla zapsána jako bod vzplanutí. Ke stanovení bodu hoření bylo ve zkoušce pokračováno až do doby, kdy plamen způsobil zapálení par nad hladinou oleje a jejich hoření nejméně 5 sekund.

8.3 Výstup z měření

Následující tabulka uvádí výsledné naměřené hodnoty jednotlivých olejů.

Olej	Bod vzplanutí [°C]	Bod hoření [°C]
CS Noro MO 46	220	242
Paramo TK 22	191	214
Paramo TK 46	216	259
Durixol W72	216	252
Houghto Quench C120	196	222

Tab. 12 Naměřené body vzplanutí, resp. hoření zkoušených olejů

Z hlediska bezpečnosti není důležitějších hodnot než teploty vzplanutí, resp. hoření. Body vzplanutí se pohybují od 191 °C do 220 °C. Tyto hodnoty jsou zcela standardní pro běžné tzv. studené oleje, jejich provozní teplota se pohybuje od 50 °C do 80 °C a při správně navrženém olejovém hospodářství nepřesahuje 120 °C. Doporučený obvyklý poměr pro velikost olejové nádrže vůči objemu výrobku je 8 až 10:1.

9. Diskuze výsledků

Tvrдост

Měření profilu tvrdosti bylo zvoleno z důvodu možnosti kvantifikace kalící schopnosti oleje, která je podstatná pro průmyslovou praxi. Za měřítko ochlazovací schopnosti byla zvolena tvrdost kalených vzorků 10 mm od kraje. Z výsledků je patrné, že vhodnější by bylo zvolit ocel s vyšší prokalitelností, například ocel 42CrMo4. Nevýhodou této oceli je, že například parametr kalícího výkonu HP je počítán pro oceli uhlíkové (s obsahem uhlíku 0,3 – 0,55 %). Při všech srovnáních bylo vycházeno z jednoduchého předpokladu – čím vyšší tvrdost v jádře daného válečku, tím vyšší kalící schopnost oleje v jádře.

Ochlazovací křivky kalícího oleje

Z ochlazovacích křivek je patrné, že ve všech případech se jedná o oleje, které jsou středně až vysoce rychlé. Z grafů křivek ochlazování je možné pozorovat jednotlivé oblasti tvorby parního polštáře a jeho odtrhávání. Pro porovnání jednotlivých křivek ochlazování byla zvolena hodnota CR_{max} (maximální rychlost ochlazování). Z tabulky 9 je zřejmé, že nejvyšší rychlosti ochlazování bylo dosaženo u olejů Paramo TK 22 a Durixol W72, jejichž maximální ochlazovací rychlost přesáhla 100 °C/s ($104,5\text{ °C/s}$ a 104 °C/s). V obou případech bylo této rychlosti dosaženo při teplotě nad 600 °C (636 °C a 681 °C).

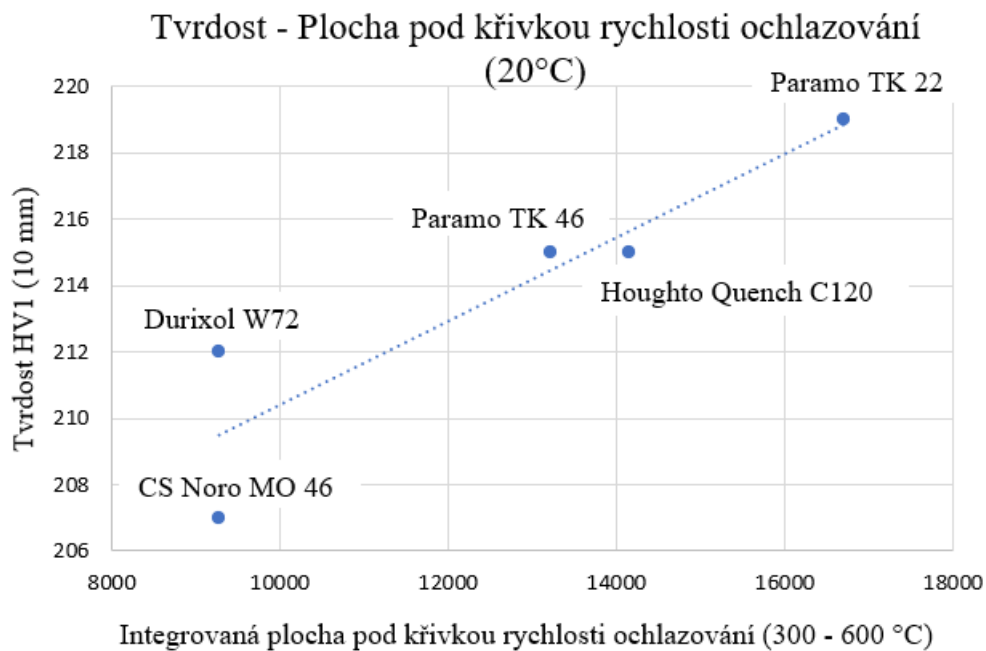
Hardening power

Z vypočtených výsledků tzv. hardening power je patrná přímá úměra mezi HP a tvrdostí kalení oceli C35 v jádře vzorků. Jako nejvýkonnější olej je možné považovat olej Paramo TK 22, který dosáhl nejvyšší hodnoty HP (866). Druhá nejvyšší hodnota HP (656) byla vypočtena u oleje Houghto Quench C120. Naopak nejnižší hodnoty HP (229) bylo dosaženo u oleje CS Noro MO 46. Jak již bylo zdůrazněno výše, z grafu na obr. 41 je zřejmá přímá úměra mezi tzv. hardening power a tvrdostí kalených vzorků z oceli C35. Jako další důležitý faktor lze uvést maximální rychlost ochlazování a teplotu, při které bylo této rychlosti dosaženo. Tomuto odpovídají i naměřené výsledky, kdy olej Paramo TK 22 dosahuje nejvyšší hodnoty HP a zároveň i nejvyšší maximální rychlosti ochlazování.

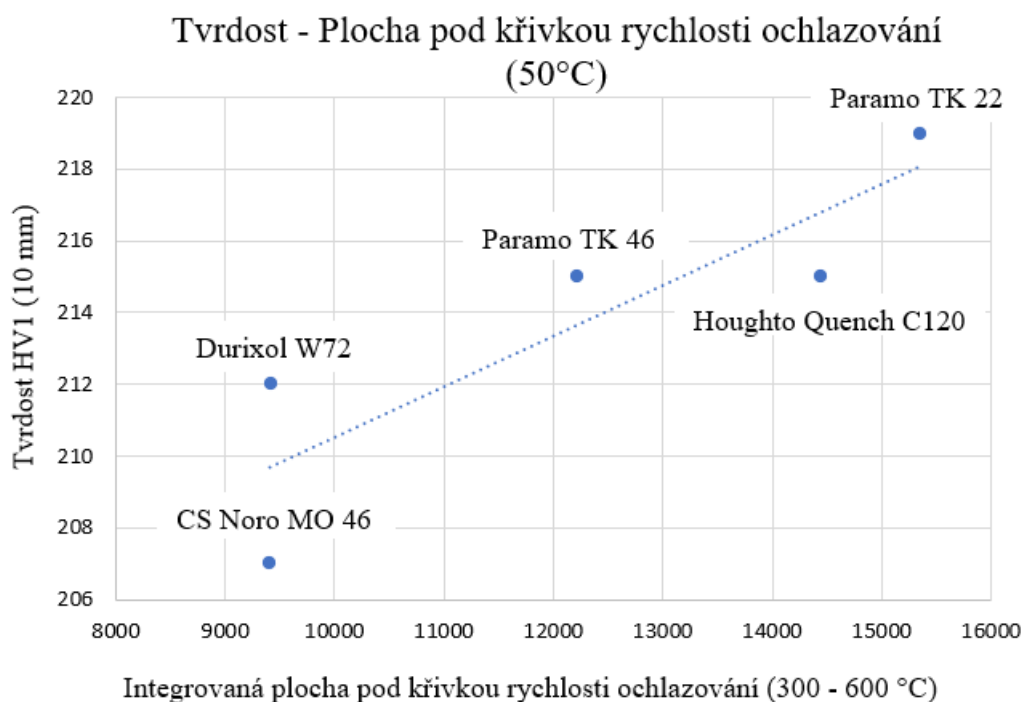
Plocha pod křivkou ochlazování

Vyhodnocením tohoto parametru lze získat informace o množství odvedeného tepla ze strojní součásti. Také je patrná korelace mezi tímto množstvím odebraného tepla a hodnotou tvrdosti kalených válečků z oceli C35. Další výhodou tohoto parametru je, že jeho vyhodnocením lze přehledně sledovat vliv teploty na kalící schopnost olejů. Z těchto důvodů lze o tomto parametru mluvit jako o nejvíce vypovídajícím a doporučit ho jako nejvhodnější pro vyjádření kalící schopnosti. Základním faktorem u tohoto parametru je vhodně zvolený interval teplot, mezi kterými plochu pod křivkou vyhodnocujeme. Tento teplotní interval by měl být zvolen s ohledem na CCT diagram oceli. Měřením tohoto parametru bylo zjištěno, že největší množství odebraného tepla bylo dosaženo u oleje Paramo TK 22 při teplotě oleje 20 °C

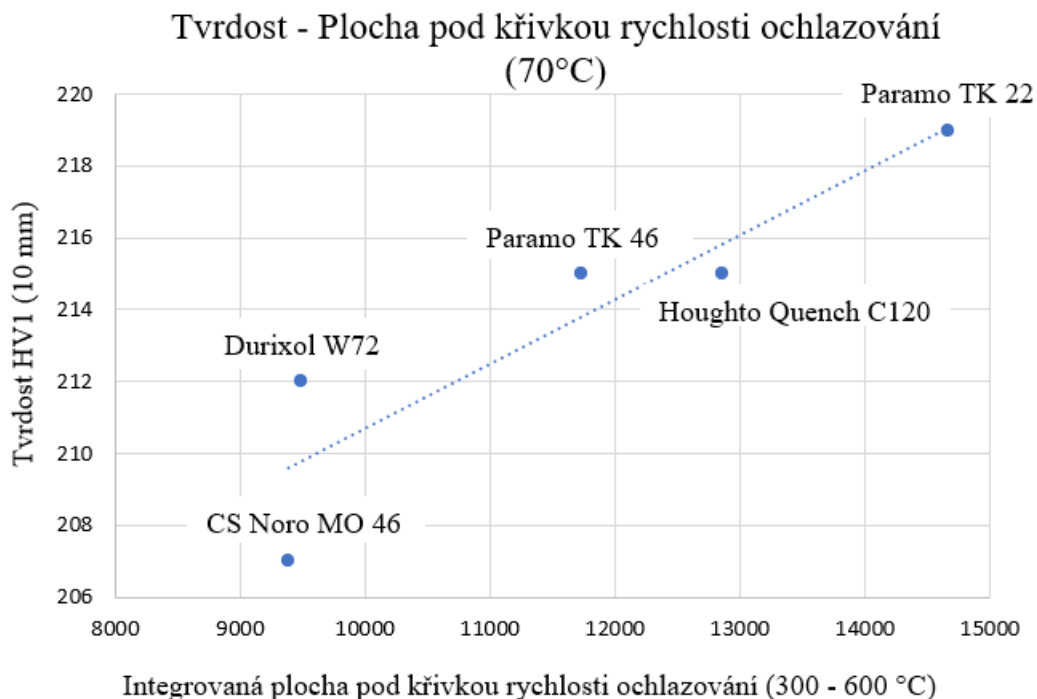
(16 709 s⁻¹). Naopak nejnižší hodnoty bylo dosaženo u oleje Durixol W72 při teplotě oleje 90 °C (9033 s⁻¹) a oleje CS Noro MO 46 při teplotě 20 °C (9274 s⁻¹).



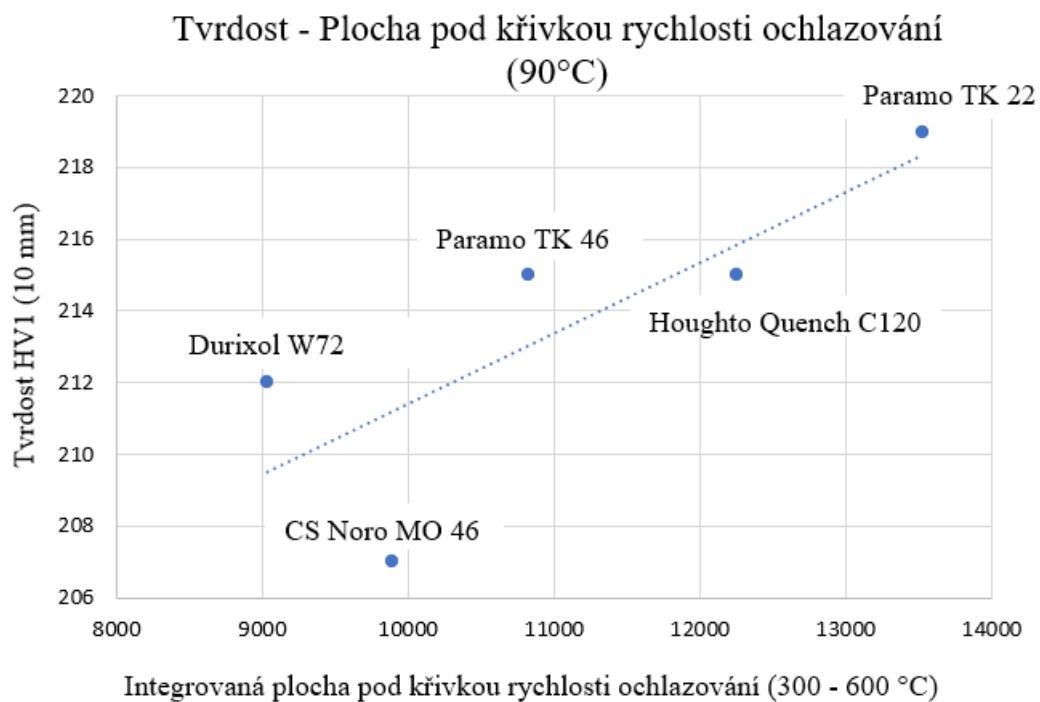
Obr. 76 Porovnání tvrdosti a plochy pod křivkou při teplotě olejů 20 °C



Obr. 77 Porovnání tvrdosti a plochy pod křivkou při teplotě olejů 50 °C



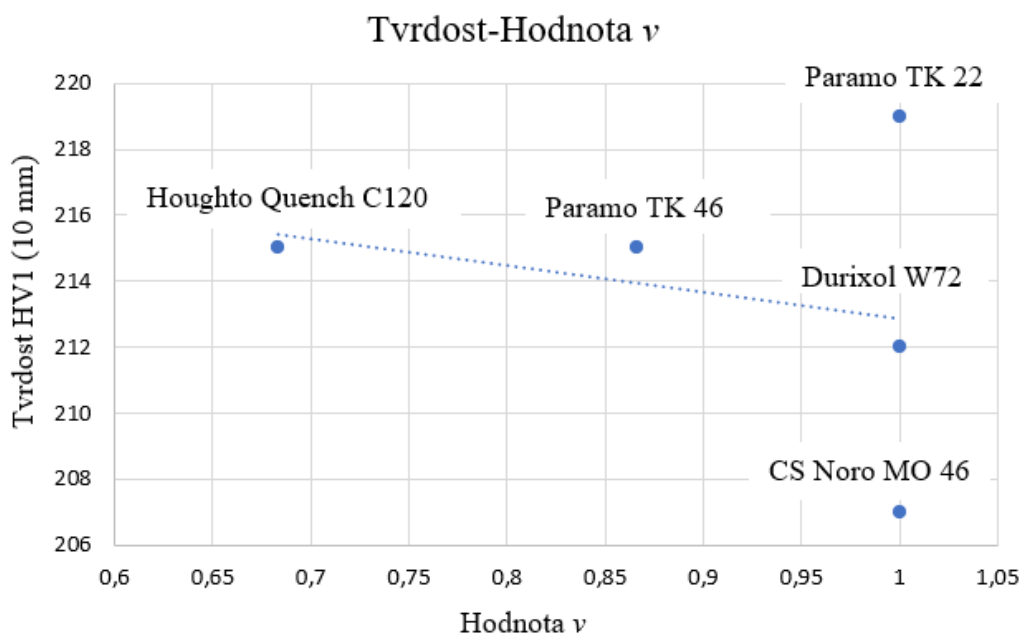
Obr. 78 Porovnání tvrdosti a plochy pod křivkou při teplotě olejů 70 °C



Obr. 79 Porovnání tvrdosti a plochy pod křivkou při teplotě olejů 90 °C

Hodnota V

Výsledky z tohoto měření nekorrespondují s hodnotami dosažené tvrdosti. Problémem této metody je její univerzálnost. Pro dosažení validních informací je vždy nutné přizpůsobit měření dané konkrétní oceli (zhotovit vzorky o daném chemickém složení) a dané geometrii. Dále by bylo vhodné každý z těchto vzorků osadit termočlánky. Hodnoty získané tímto způsobem by pochopitelně měly mnohem vyšší validitu. Další nevýhodou této metody je poněkud složitější určování teplot pro dosazení do vzorce, jejichž hodnoty samozřejmě mají velký vliv na výslednou hodnotu V.



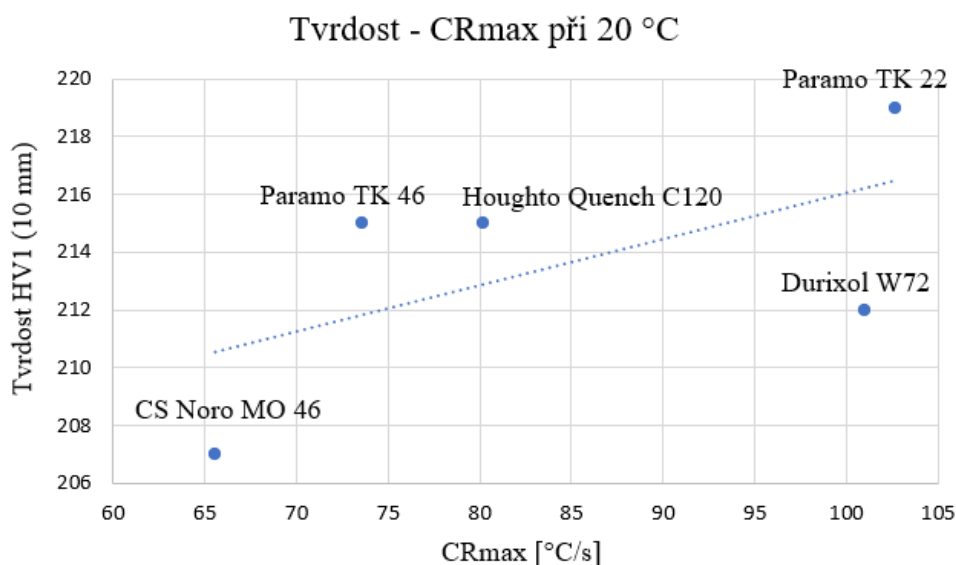
Obr. 80 Porovnání tvrdosti a hodnoty V

Vliv obsahu vody

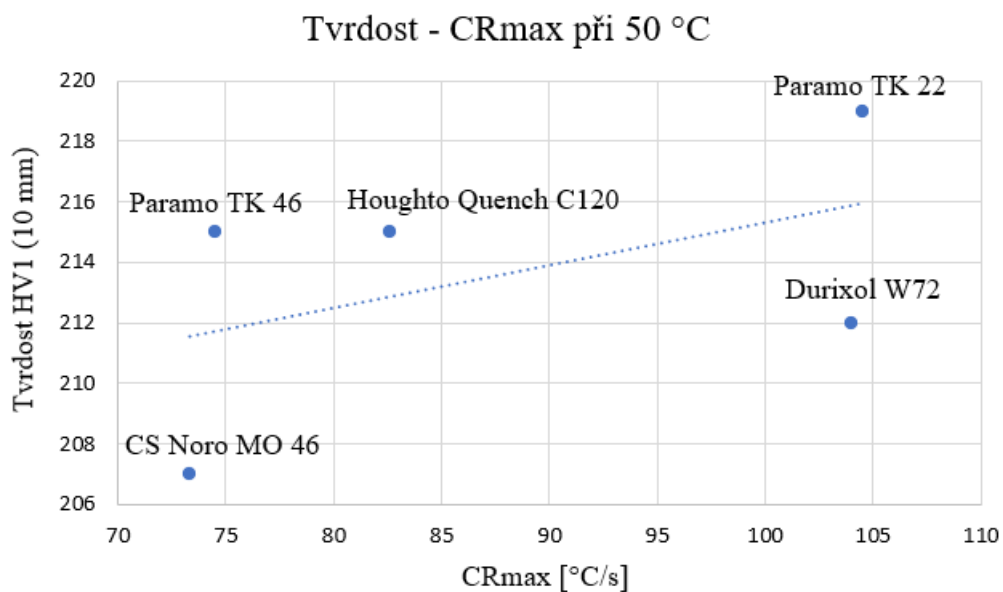
Jak již bylo zmíněno v kapitole 5, voda je v oleji prakticky vždy přítomná. Obecně lze říct, že hrozí větší nebezpečí v případě, že koncentrace překročí hranici maximální rozpustnosti. Při tomto měření byla nevýhodou neznalost závislosti maximální rozpustnosti na teplotě pro daný olej. To, že voda nemá významnější vliv na ochlazovací rychlosti oleje ještě nemusí znamenat, že je vše v pořádku. Velmi negativní je působení volné vody a to z hlediska koroze, tak i nebezpečí vzniku vzplanutí.

Vliv provozní teploty

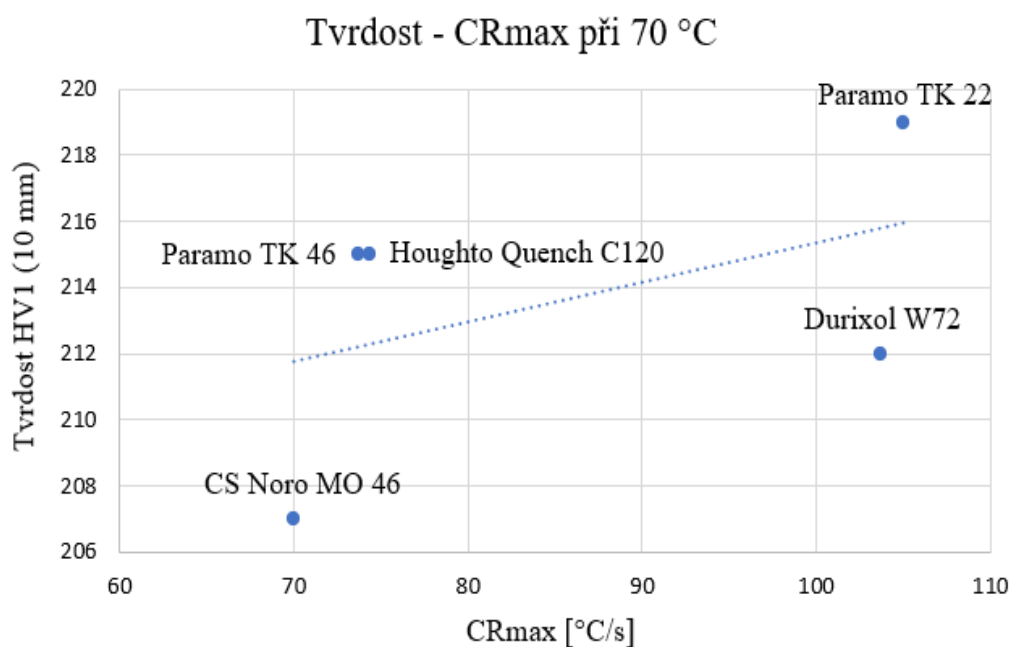
Velikost vlivu teploty na rychlost ochlazování závisí nejen na druhu oleje, ale také na jeho viskozitě. Z analýz vyplývá, že se snižující se viskozitou roste kalící schopnost oleje. V případě tohoto měření byl zjištěn největší rozdíl v maximální rychlosti ochlazování u olejů CS Noro MO 46 a Houghto Quench C120. Olej CS Noro MO 46 dosáhl při teplotě 20 °C hodnoty CR_{max} 65,6 °C/s. Po ohřátí na teplotu 90 °C dosáhla hodnota CR_{max} 74,7 °C/s. Naopak olej Houghto Quench C120 dosáhl nejvyšší CR_{max} při teplotě 20 °C (80,2 °C/s) a nejnižší CR_{max} při teplotě 90 °C (72,3 °C/s). V kapitole 6.3 však bylo zmíněno, že v praxi je obvykle používána teplota oleje 50 – 70 °C, která prakticky neovlivňuje kalící výkon.



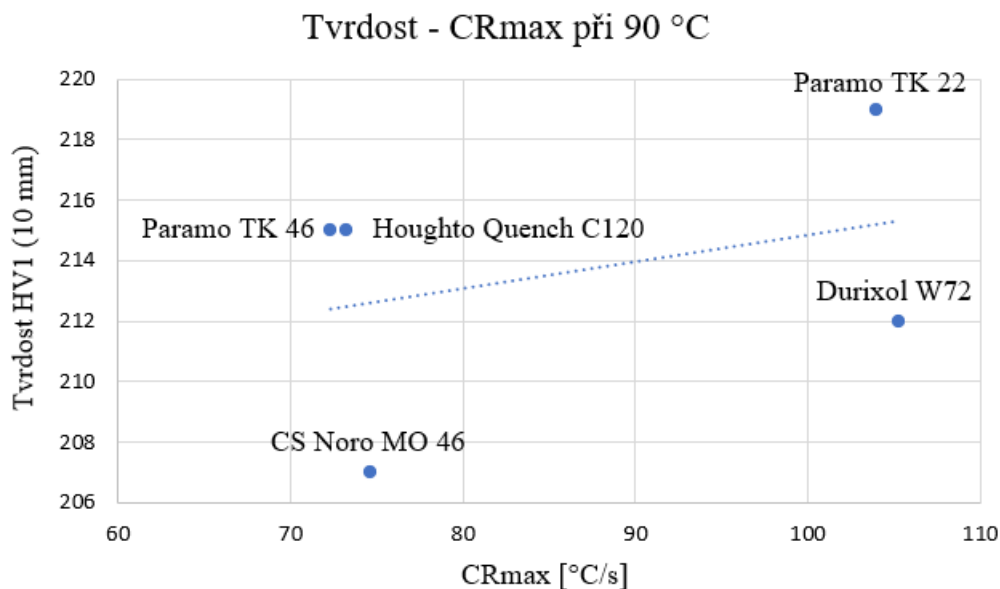
Obr. 81 Porovnání tvrdosti a maximální rychlosti ochlazování při teplotě olejů 20 °C



Obr. 82 Porovnání tvrdosti a maximální rychlosti ochlazování při teplotě olejů 50 °C



Obr. 83 Porovnání tvrdosti a maximální rychlosti ochlazování při teplotě olejů 70 °C



Obr. 84 Porovnání tvrdosti a maximální rychlosti ochlazování při teplotě olejů 90 °C

Kontrola stárnutí oleje

Kontrola tohoto parametru je důležitá především v případě, že dochází k malým výnosům oleje a tím k doplňování oleje do nádrže. Je podstatné doplnit tuto analýzu měřením obsahu vody v oleji titrací podle Karl Fischera a především měřením bodu vzplanutí a hoření. Při kontrole stárnutí oleje CS Noro MO 46 byly porovnávány hodnoty CR_{max} a teploty, při kterých bylo těchto hodnot dosaženo. Rozptyl hodnot CR_{max} se pohyboval od 66 °C/s do 72 °C/s. Teploty, při kterých bylo těchto hodnot dosaženo, se pohybovaly v rozmezí 577 °C až 591 °C. Z hlediska stability parního polštáře a oblasti konvekční fáze nedošlo k výrazným změnám. V případě kontroly oleje Thermisol QH 25 byl rozdíl mezi naměřenými CR_{max} pouze 1 °C/s. Naměřený rozdíl teplot dosáhl hodnoty 5,5 °C.

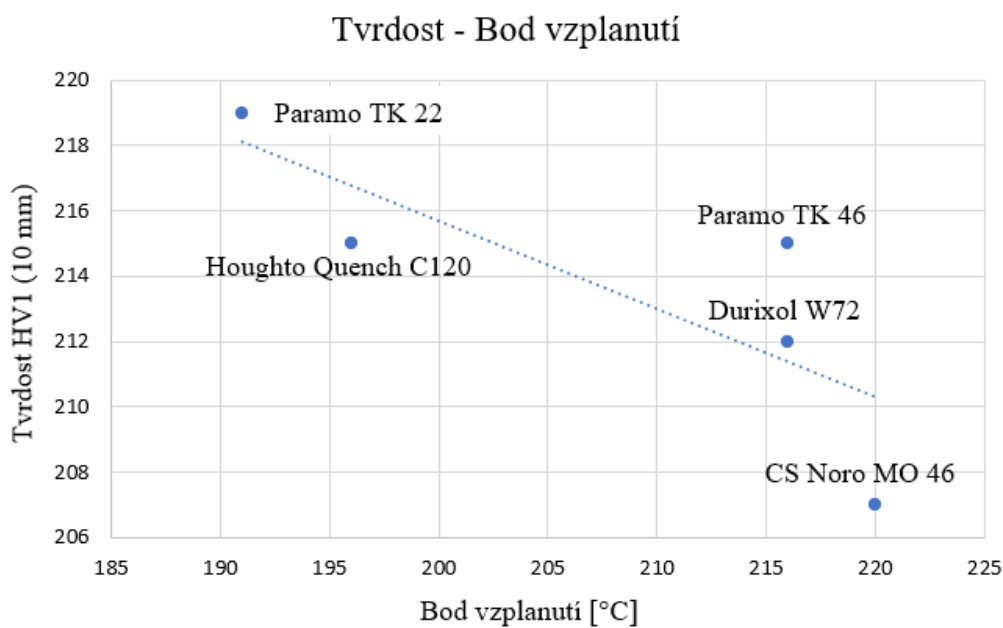
Bod vzplanutí a hoření

Všechny naměřené hodnoty bodů vzplanutí a hoření odpovídají standardním hodnotám pro tzv. studené oleje. Nejnižší hodnota bodu vzplanutí byla naměřena u oleje Paramo TK 22 (191 °C). Naopak nejvyšší a tedy i nejbezpečnější hodnota byla změřena u oleje CS Noro MO 46 (220 °C). Nejnižší bod hoření byl naměřen opět u oleje Paramo TK 22 (214 °C). Nejvyšší hodnoty pak dosáhl olej Paramo TK 46 (259 °C). Tabulka č. 13 obsahuje porovnání bodů

vzplanutí měřených olejů s hydraulickým olejem Paramo OTHP 3, motorovým olejem TRYSK SPEED 5W – 40 a syntetickým olejem SYNABOL 240.

Olej	Bod vzplanutí [°C]
CS Noro MO 46	220
Paramo TK 22	191
Paramo TK 46	216
Durixol W72	216
Houghto Quench C120	196
Paramo OTHP 3	nad 180
TRYSK SPEED 5W - 40	nad 200
SYNABOL 240	245

Tab. 13 Porovnání bodů vzplanutí kalícího, hydraulického, motorového a syntetického oleje



Obr. 85 Porovnání tvrdosti a bodu vzplanutí

Závěr

Vzhledem k významnosti tepelného zpracování je jeho neodmyslitelnou součástí snaha o neustálé zlepšování samotného procesu. S rostoucím množstvím druhů kalících olejů je potřeba klást větší důraz na výběr optimálního média pro dosažení požadovaných vlastností materiálu. Tato práce se zaměřuje na vyhodnocení a porovnání parametrů kalících olejů, podle kterých lze vhodné kalící médium zvolit. Pro tato měření bylo použito 5 různých kalících olejů, které jsou běžně využívány v praxi.

Ze všech provedených měření se jako nejvíce vypovídající jeví parametr „plocha pod křivkou ochlazování“, pomocí kterého lze sledovat množství odebraného tepla ze strojní součásti. Tento parametr vykázal jednoznačně nejvyšší hodnotu korelace mezi tímto parametrem a hodnotou tvrdosti kalených vzorků. Tato metoda velmi průkazně poskytla také informace o vlivu teploty na kalící schopnosti olejů. Pomocí parametru plochy pod křivkou ochlazování je možné vyhodnotit více vlivů a lze tedy tento parametr doporučit jako nejvhodnější pro vyjádření kalící schopnosti olejů. Zároveň je možné doporučit jako uživatelsky přívětivý software pro vyhodnocení plochy pod křivkou „WOLFRAM MATHEMATICA.“

Jako další velmi vhodný parametr pro charakteristiku kalícího oleje lze použít tzv. hardening power. U tohoto parametru lze také pozorovat přímou úměru mezi naměřenými výsledky a tvrdostí kalených vzorků. Parametr vykazoval nižší citlivost v porovnání s plochami pod ochlazovací křivkou.

Nejméně vhodným parametrem pro posouzení kalících olejů se jeví hodnota V , u které výsledky z měření neodpovídají hodnotám tvrdosti. Velkou nevýhodou této metody je její malá univerzálnost a potřeba přizpůsobení měření konkrétní oceli. Také postup určování teplot pro dosažení do rovnice je pracný.

Použitá literatura

- [1] HÁJEK, Jiří. *Tepelné zdroje a přenosová prostředí* [přednáška]. Plzeň: ZČU v Plzni, 21. října 2019
- [2] HOUGHTON. *Houghton on Quenching* [pdf]. [cit. 8.10.2019]
- [3] MACKENZIE, D. Scott. *Selection of oil quenchants for heat-treating processes: Discussing the various methods — as well as the pros and cons — of selecting a quench oil for various applications.*, 21-24.
- [4] TOTTEN, George E., C. E. BATES a N. A. CLINTON. *Handbook of quenchants and quenching technology*. Materials Park, OH: ASM International, ©1993., 1993. ISBN 0-87170-448-X.
- [5] PETRAŠ, L. V. *Kalici prostředí pro tepelné zpracování kovů*. Praha: Státní nakladatelství technické literatury, 1962.
- [6] Buy Houghton Houghto-Quench C 120 - Cold Quenching Oil - 51120 - Kernow Oils. *Kernow Oils – Kernow Oils* [online]. [cit. 04.12.2019] Dostupné z: <https://www.kernow-oils.co.uk/shop-by-brand/houghton/quenching-fluids/neat-quench-oils/houghton-houghto-quench-c-120-cold-quenching-oil-51120/c-st-51120/>
- [7] *Autodily PEMA s.r.o.* [online]. ©2010 [cit. 04.12.2019] Dostupné z: https://www.oleje-pema.cz/kalici-olej-paramo-tk-22-10l_166962.html
- [8] PARAMO TK 22 | Oleje Veselý s.r.o. *Oleje Veselý Znojmo | Oleje Veselý s.r.o.* [online]. © 2012 [cit. 04.12.2019]. Dostupné z: <http://www.vesely-znojmo.com/obrabeci-technologie-konzervacni-prostredky/oleje-pro-tepelne-zpracovani-kovu/paramo-tk-22>
- [9] *Paramo, a.s.* [online]. © 2014 [cit. 04.12.2019] Dostupné z: <https://eshop.paramo.cz/produkty/KatalogovyList.aspx?kodproduktu=V032709>
- [10] *VK LOŽISKA s.r.o.* [online] [cit. 04.12.2019] Dostupné z: <https://www.dimensor.cz/produkty/plasticka-maziva-a-oleje/oleje/paramo-tk-46--k10-030-000571.html>
- [11] *Hazmioil* [online] [cit. 04.12.2019] Dostupné z: http://www.hazmioil.cz/CS_line_oil/CS_NORO_MO_03EP_10_22_32_46_68_100_%20PS.pdf
- [12] Speciální kalici oleje | Ecosond. *Ecosond* [online]. © 2019 Ecosond s.r.o. [cit. 04.12.2019]. Dostupné z: <http://www.ecosond.cz/cs/kalici-prostredky/specialni-kalici-oleje.html>
- [13] *Ecosond s.r.o.* [online]. © 2019 [cit. 04.12.2019]. Dostupné z: http://www.ecosond.cz/upload/documents/TL_Durixol_W72.pdf
- [14] KOCOUREK, Vladimír. *Výklad pojmů v managementu kvality v analytických laboratořích*. [online]. [cit. 6.4.2020]. Dostupné z: https://web.vscht.cz/~kocourev/files/SlovQA_03.pdf
- [15] Lauda viskozimetry – PVS a iVisc - Cente. *Centec* [online]. [cit. 16.4.2020] Dostupné z: <https://www.centec.cz/clanky-viskozimetry.html>
- [16] *Efektivní laboratoř* [online]. [cit. 16.4.2020]. Dostupné z: <https://www.efektivni-laborator.cz/karl-fischer-titrace>
- [17] BOŽIDAR, Liščić, Hans M. TENSI, Laura líce C. F. CANALE a George E. TOTTEN.

Quenching theory and technology. Second edition. Taylor and Francis Group, 2010. ISBN 978-0-8493-9279-5.

[18] ČSN EN ISO 2592. *Ropa a ropné výrobky-Stanovení bodu vzplanutí a bodu hoření-metoda otevřeného kelímku podle Clevelanda*. Úřad pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví, 2018.

[19] ISO 9950:1995 (E). *Industrial quenching oils — Determination of cooling characteristics — Nickel-alloy probe test method*. 1995.

[20] CHEN, Xiongfei, Liuyan ZHANG, Xiaohua JIE, Ying LI a Xiaoye HUANG. *Quenching characteristics of glycerol solution as a potential new quenchant*. Guangdong University of Technology, 2017, 209-214.

[21] DODO, R. M., T. AUSE, U. SHEHU, S. ABDULHAMID a K. K. ONOJA. *STUDY OF MAIZE STARCH SOLUTION AS QUENCHING MEDIA FOR 0.62 % C HIGH CARBON STEEL*. *Annals of the Faculty of Engineering Hunedoara*. 2017, (4), 63-68.

[22] COMTES FHT. *Výběr kalící křivky* [pdf]. [cit. 12.4.2020]

[23] Wolfram Mathematica: Modern Technical Computing. *Wolfram: Computation Meets Knowledge* [online]. [cit. 8.4.2020]. Dostupné z: <https://www.wolfram.com/mathematica/>

[24] WOLFRAM. *Mathematica* [software].

[25] TAMURA, Imao, Nobuyoshi SHIMIZU a Toshio OKADA. *A method to judge the quench-hardening of steel from cooling curves of quenching oils*. *Journal of Heat Treating*. 1984, 3, 335-343.

[26] *Linn High Therm*. [online] © 2020 [cit. 19.5.2020]. Dostupné z: <https://www.linn-high-therm.de/products/details/vmk-model.html?setLang=1&cHash=557fed7bceb3f88e499252f9e3b07a9c>

[27] Bolzano | Přehled vlastností ocelí C35. *Bolzano | Úvod* [online]. Copyright © 2020 Bohdan Bolzano, s.r.o. [cit. 22.5.2020]. Dostupné z: https://bbolzano.cz/cz/technicka-podpora/technicka-prirucka/tycove-oceli-uhlikove-konstrukcni-a-legovane/oceli-k-zuslechtovani-podle-en-10083-1/prehled-vlastnosti-oceli-c35?fbclid=IwAR069MC_tQgww0B1of68EQYUhYZd3EPmN1pIAtdv6287v_M38OYv1ESY_48

[28] *Linn High Therm*. [online] © 2020 [cit. 22.5.2020]. Dostupné z: <https://www.linn-high-therm.de/products/details/lm-model.html>

[29] *Ivf smart quench: User's Manual*. IVF Industrial R&D Corporation, 2007

[30] THERMISOL QH 25 - 1000L. *Combinata s.r.o. - prodej olejů a maziv pro osobní i nákladní automobily a zemědělskou techniku* [online]. [cit. 23.5.2020] Dostupné z: http://combinata.cz/index.php?route=product/product&product_id=3704

[31] Bolzano | Přehled vlastností ocelí C45. *Bolzano | Úvod* [online]. Copyright © 2020 Bohdan Bolzano, s.r.o. [cit. 23.5.2020]. Dostupné z: <https://bbolzano.cz/cz/technicka-podpora/technicka-prirucka/tycove-oceli-uhlikove-konstrukcni-a-legovane/oceli-k-zuslechtovani-podle-en-10083-1/prehled-vlastnosti-oceli-c45>

[32] Bolzano | Přehled značek a charakteristika uhlíkových ocelí pro práci za studena. *Bolzano | Úvod* [online]. Copyright © 2020 Bohdan Bolzano, s.r.o. [cit. 28.5.2020]. Dostupné z: <https://bbolzano.cz/cz/technicka-podpora/technicka-prirucka/nastrojove-oceli/nastrojove-oceli-pro-praci-za-studena/uhlikove-nastrojove-oceli-pro-praci-za-studena/prehled-znacek-a->

charakteristika-uhlikovych-oceli-pro-praci-za-studena

[33] 1.2067 / 102Cr6 / 100Cr6 – Specialisté na nástrojovou ocel | ToolSteel.cz. *Specialisté na nástrojovou ocel | ToolSteel.cz – Nástrojové oceli a speciální materiály* [online]. Copyright © 2019 ToolSteel.cz [cit. 5.6.2020]. Dostupné z: <http://toolsteel.cz/1-2067-102cr6-100cr6/>

[34] Bolzano | Přehled vlastností ocelí 25CrMo4. *Bolzano | Úvod* [online]. Copyright © 2020 Bohdan Bolzano, s.r.o. [cit. 10.6.2020]. Dostupné z: <https://bbolzano.cz/cz/technicka-podpora/technicka-prirucka/tycove-oceli-uhlikove-konstrukcni-a-legovane/oceli-k-zuslechtovani-podle-en-10083-1/prehled-vlastnosti-oceli-25crmo4>

[35] *Struers, Discotom-6: Versatile automatic and manual cut-off machine in one* [online]. [cit. 14.6.2020]. Dostupné z: http://www.priniotakis.gr/catalog2/manuals/Discotom_6BrochureEnglish.pdf

[36] *Üdvözljük a Metallográfia – CS80 Kft. megújult oldalán!* [online]. [cit. 13.6.2020]. Dostupné z: http://metallografia.hu/katalogusok/Tegramin_brochure_English.pdf

[37] *Water in oil* – RMF Systems - BSF Filtertechnik BV. [online]. Copyright © 2020 [cit. 30.06.2020]. Dostupné z: <https://bsf-filtertechnik.com/en/contamination-types/water-in-oil/>