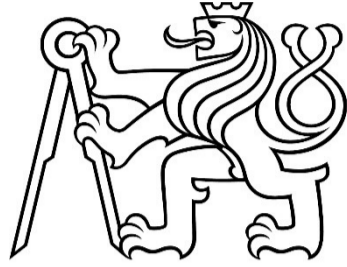


ČESKÉ VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V PRAZE
FAKULTA STROJNÍ
ÚSTAV MATERIÁLOVÉHO INŽENÝRSTVÍ



DIPLOMOVÁ PRÁCE

Návrh a verifikace parametrů procesu plasmové nitridace u nástrojové oceli

X37CrMoV5-1

Design and verification of plasma nitriding process parameters for the tool

steel X37CrMoV5-1

AUTOR: Bc. Pavla Kubaská

STUDIJNÍ PROGRAM: Výrobní a materiálové inženýrství

VEDOUCÍ PRÁCE: Prof. Dr. Ing. Libor Beneš, IWE

2021

I. OSOBNÍ A STUDIJNÍ ÚDAJE

Příjmení:	Kubaská	Jméno:	Pavla	Osobní číslo:	437076
Fakulta/ústav:	Fakulta strojní				
Zadávací katedra/ústav:	Ústav materiálového inženýrství				
Studijní program:	Strojní inženýrství				
Studijní obor:	Výrobní a materiálové inženýrství				

II. ÚDAJE K DIPLOMOVÉ PRÁCI

Název diplomové práce:
Návrh a verifikace parametrů procesu plazmové nitrace u nástrojové oceli X37CrMoV5-1

Název diplomové práce anglicky:
Design and verification of plasma nitriding process parameters for the tool steel X37CrMoV5-1

Pokyny pro vypracování:
Navrhněte, zdůvodněte a experimentálně verifikujte, na dodaných vzorcích z nástrojové oceli X37CrMoV5-1, parametry procesu plazmové nitrace. Cílem je získat požadovanou tloušťku difúzní vrstvy 0,25 mm, bez přítomnosti tzv. bílé vrstvy (ϵ -fáze), na nástrojích pro lisování profilů z hliníkových slitin. Tepelné zpracování vzorků před plazmovou nitrací je: kalení (1020°C/40 minut - olej) a popouštění (610°C/2 hodiny - vzduch). Požadovaná výsledná tvrdost, po takto provedeném chemicko-tepelném zpracování, je 48 HRC.

Seznam doporučené literatury:
[1] Öztürk O. et al. Microstructural, Mechanical, and Corrosion Characterisation of Plasma-Nitrided Plastic Injection Mould Steel. *Surface & Coatings Technology*, 2005, Vol. 196, p. 341-348.
[2] Pokorný Z. et al. Influence of Alloying Elements on Gas Nitriding Process of High-Stressed Machine Parts of Weapons. *Kovové Materiály*, 2018, Vol. 56, p. 97-103.
[3] Yang M. Nitriding-Fundamentals, Modeling, and Process Optimization. Worcester Polytechnic Institute, April 2012. PhD Thesis.
[4] Gabčová M. Chemicko tepelné spracovanie vnútorných povrchov vybranej ocele PO 209. VŠB Technická univerzita Ostrava, FMFI, 2014. Doktorská dizertačná práca.

Jméno a pracoviště vedoucí(ho) diplomové práce:
prof. Dr. Ing. Libor Beneš, ústav materiálového inženýrství FS

Jméno a pracoviště druhého(ho) vedoucí(ho) nebo konzultanta(ky) diplomové práce:

Datum zadání diplomové práce: **02.02.2021** Termín odevzdání diplomové práce: **30.05.2021**

Plátnost zadání diplomové práce: _____

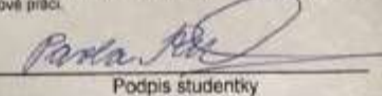
 _____
prof. Dr. Ing. Libor Beneš podpis vedoucí(ho) práce

 _____
prof. RNDr. Petr Špatenka, C.Sc. podpis vedoucí(ho) ústavu/katedry

 _____
prof. Ing. Michael Valášek, Dr.Sc. podpis (konzultant)

III. PŘEVZETÍ ZADÁNÍ

Diplomantka bere na vědomí, že je povinna vypracovat diplomovou práci samostatně, bez cizí pomoci, s výjimkou poskytnutých konzultací. Seznam použité literatury, jiných pramenů a jmen konzultantů je třeba uvést v diplomové práci.

12.2.2021 
Datum převzetí zadání Podpis studentky

Prohlášení

Prohlašuji, že jsem tuto práci vypracovala samostatně, a to výhradně s použitím pramenů a literatury, uvedených v seznamu citovaných zdrojů.

V Praze dne:

.....

podpis

Poděkování

Děkuji panu Prof. Dr. Ing. Liboru Benešovi, IWE za odborné vedení, rady, trpělivost a ochotu, které mi v průběhu zpracování diplomové práce věnoval.

Anotace

Předložená diplomová práce se zabývá návrhem parametrů procesu plazmové nitridace u nástrojové oceli X37CrMoV5-1, tak aby při procesu plazmové nitridace nevznikala v difuzní vrstvě tzv. bílá ϵ fáze, a byl splněn požadavek na hloubku difuzní vrstvy 0,25 mm. Hloubka a charakter difuzní vrstvy byly vyhodnoceny na základě hodnot získaných zkouškami mikrotvrdosti dle Vickerse. Absence tzv. bílé ϵ fáze v plazmově nitridovaných vzorcích byla poté ověřena pomocí světelné mikroskopie na vybraných vzorcích.

Klíčová slova

plazmová nitridace, nástrojová ocel X37CrMoV5-1, návrh parametrů plazmové nitridace

Annotation

The presented diploma thesis is focused on design of the plasma nitriding process parameters for the tool steel X37CrMoV5-1. The aim was to obtain the required thickness of the diffusion layer 0,25 mm without the presence of the white layer (ϵ -phase). The depth of the diffusion layer was evaluated based on values obtained by Vickers microhardness tests. The absence of the white ϵ phase was verified on selected samples by metallographic analysis.

Key words

plasma nitriding process, tool steel X37CrMoV5-1, design of the plasma nitriding process

Seznam symbolů, zkratk a veličin

Značka	Jednotka	Veličina
A ₁	[°C]	eutektoidní teplota
A ₃	[°C]	teplota překrytalizace
A _{c1}	[°C]	teplota eutektoidní přeměny
A _{cm}	[°C]	křivka oblasti stability austenitu
ARA		anizotermický rozpad austenitu
B		bor
C		uhlík
Co		kobalt
Cr		chrom
FCC		plošně středěná krystalová mřížka
Fe		železo
HCP		hexagonální těsně uspořádaná kryst. mřížka
HV		tvrdost dle Vickerse
HSS		rychlořezná ocel
IRA		Izotermický rozpad austenitu
Kn		nitridační potenciál
Mf	[°C]	martenzit finiš
Mn		mangan
Mo		molybden
Ms	[°C]	martenzit start
N		dusík
NH ₃		čpavek
Ni		nikl
O		kyslík
P		fosfor
HRC		tvrdost dle Rockwella
Si		křemík
S		síra
Ti		titan
V		vanad
W		wolfram

ÚVOD	9
1. CÍL PRÁCE.....	11
2. TEORETICKÁ ČÁST	12
2.1. NÁSTROJOVÉ OCELI	12
2.1.1. ROZDĚLENÍ NÁSTROJOVÝCH OCELÍ	13
2.1.1.1. ROZDĚLNÍ NÁSTROJOVÝCH OCELÍ DLE ČSN EN-10027-1.....	13
2.1.1.2. ROZDĚLNÍ NÁSTROJOVÝCH OCELÍ DLE ČSN EN ISO 4957	16
2.1.2. TEPELNÉ ZPRACOVÁNÍ NÁSTROJOVÝCH OCELÍ	18
2.1.2.1. KALENÍ	20
2.1.2.2. POPOUŠTĚNÍ	25
2.2. POVRCHOVÉ ÚPRAVY NÁSTROJOVÝCH OCELÍ.....	26
2.2.1. CHEMICKO-TEPELNÉ ZPRACOVÁNÍ	26
2.2.1.1. CEMENTOVÁNÍ	27
2.2.1.2. NITRIDOVÁNÍ.....	28
2.2.2. PLAZMOVÁ NITRIDACE.....	34
2.3. MĚŘENÍ MIKROTVRDOSTI U TENKÝCH VRSTEV.....	40

3.	EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST	46
3.1.	NÁSTROJOVÁ OCEL X37CRMOV5-1.....	46
3.2.	EXPERIMENTÁLNÍ METODY ZKOUMÁNÍ NITRIDOVANÝCH VRSTEV.....	47
3.3.	MATERIÁLOVÉ ANALÝZY DODANÝCH VZORKŮ	51
4.	VÝSLEDKY A JEJICH DISKUSE.....	55
5.	ZÁVĚRY.....	61
	Seznam obrázků	62
	Seznam tabulek	64
	Použitá literatura.....	64

ÚVOD

V rámci celosvětového měřítky se odhaduje, že v roce 2018 bylo vyrobeno více než 3 miliony tun výrobků z nástrojových ocelí, největším celosvětovým dodavatelem je Čína, v Evropě je to Německo. Hlavní spotřebitelé nástrojových ocelí pochází hlavně z automobilového a leteckého průmyslu, oba tyto průmysly kladou velmi vysoké požadavky na kvalitu ocelových nástrojů, tedy i nástrojů z nástrojových ocelí a konstrukčních součástek [1].

Velký tlak na kvalitu nástrojů způsobuje, že firmy jsou ochotny investovat do oblasti vývoje a výzkumu nových materiálů velké prostředky. Vysoké požadavky jsou například kladeny na stupeň čistoty a rovnoměrnosti struktury prvotního materiálu, čehož je možné dosáhnout jen speciálními výrobními postupy ocelí, jako jsou elektrostruskové přetavování, vakuová metalurgie a nejvyšší stupeň – prášková metalurgie [2] [3].

Stejně tak jako je důležitá správná technologie výroby oceli, tak je i důležité její následné tepelné zpracování, kde je při požadavku na vysokou kvalitu doporučováno použití vakuových pecí [4]. Tento fakt si uvědomily i severoamerické automobilky, mezi které patřil i Ford, který začal vyžadovat certifikaci dodaných součástek z nástrojové oceli pro práci za tepla a standardizoval parametry tepelného zpracování ve vakuu [5].

Pokud klasické tepelné zpracování, mezi které patří kalení a popouštění, již pro splnění požadavků na výrobek nestačí, je potřeba použití další technologie na povrchovou úpravu materiálu, mezi které patří mimo jiné například nitridace. Účelem nitridace je vytvořit povrchovou vrstvu s vysokou tvrdostí, odolností proti opotřebení, únavou, v důsledku přítomnosti disperzních nitridů s vysokou tvrdostí, stejně jako zvýšenou odolnost proti korozi. Jeden z problémů vyskytující se u nitridace je, pokud aplikace výrobku vyžaduje eliminaci tzv. bílé vrstvy (ϵ -fáze). Při nitridaci v plynném prostředí vznikají γ' fáze a ϵ fáze.

Zmíněné fáze mají odlišnou krystalickou mřížku, tato odlišnost v krystalických mřížkách způsobuje mezi těmito fázemi vnitřní pnutí, které může vést až ke vzniku mikroskopických trhlin na povrchu součásti [6] [7].

Eliminací tzv. bílé vrstvy vzniklé v difuzní vrstvě po nitridaci u nástrojové oceli X37CrMoV5-1 se bude zabývat experimentální část předložené diplomové práce.

1. CÍL PRÁCE

Cílem práce bylo navrhnout, zdůvodnit a experimentálně ověřit parametry procesu plazmové nitridace u dodaných vzorků z nástrojové oceli X37CrMoV5-1. Cílem bylo získat požadovanou tloušťku difúzní vrstvy 0,25 mm bez přítomnosti tzv. bílé ϵ -fáze. Důvodem k eliminaci této křehké ϵ -fáze byl požadavek na dynamickou odolnost takto povrchově upraveného nástroje, určeného k lisování profilů z Al-slitin.

2. TEORETICKÁ ČÁST

2.1. NÁSTROJOVÉ OCELI

Dle normy ČSN EN ISO 4957 je nástrojová ocel definována jako ušlechtilá ocel určená k obrábění nebo zpracování materiálů a k manipulaci a měření výrobků, které vykazují pro toto použití vysokou tvrdost, otěruvzdornost a/nebo houževnatost [8].

Z nástrojové oceli, jak název napovídá, se vyrábějí nástroje, které se používají k různým účelům, jako například řezání, kování, děrování a formování atd. Využití nástrojových ocelí je poměrně široké, od ručního nářadí až po mechanické spojovací prvky nebo strojní součásti, jako je lisovací lis, kde je pro lepší výkon vyžadována odolnost proti opotřebení, houževnatost a mechanická pevnost. Nejdůležitější vlastností nástrojové oceli je její schopnost opracovávat daný materiál [2] [9] [10].

Vlastnosti jako houževnatost a otěruvzdornost chrání materiál před předčasným porušením nebo nežádoucími změnami rozměrů, které probíhají na styku funkčních částí nástroje a opracovávaného materiálu.

Tvrdost, pevnost a odolnost vůči popouštění zase dávají nástroji celkovou odolnost vůči nežádoucí plastické deformaci [2].

Další vlastnost, kterou musí nástrojová ocel splňovat je vyrobitelnost, zde se objevují požadavky na chemické a fázové složení (zejména typ karbidů), strukturní stejnorodost, mikro-čistotu, obrobitelnost, brousitelnost, leštitelnost, kalitelnost, prokalitelnost definované deformační chování a jiné.

U některých aplikací, zejména pro práci za tepla, se vyžaduje i dostatečná korozní odolnost [10].

2.1.1. Rozdělení nástrojových ocelí

Zahraniční literatura například klasifikuje nástrojové oceli podle přítomnosti jejich dvou hlavních legujících prvků, a to wolframu a molybdenu. Podle tohoto zdroje se oceli obecně klasifikují jako typ T a typ M podle toho, zda ocel obsahuje jako hlavní legující prvek wolfram (T) nebo molybden (M). V minulosti byl wolfram označován jako strategický materiál a jeho nedostatek vedl k úspěšnému hledání alternativního prvku, tedy molybdenu. Tyto dva typy nástrojových ocelí (T a M typ) lze použít zaměnitelně, protože mají v podstatě stejné vlastnosti a srovnatelný řezný výkon. Obecně jsou molybdenové nástrojové oceli typu populárnější, protože jsou levnější (až o 30%) než odpovídající oceli legované wolframem. To je způsobeno větší dostupností a nižšími náklady na Mo a skutečností, že k získání stejných vlastností oceli je zapotřebí jen asi polovina množství Mo než W [11].

V současné době se rozdělením nástrojových ocelí v České republice zabývá několik zdrojů, mezi které patří i platné normy ČSN EN-10027-1 a ČSN EN ISO 4957.

2.1.1.1. Rozdělení nástrojových ocelí dle ČSN EN-10027-1

Současná platná norma, která se zabývá nástrojovými ocelmi je ČSN EN-10027-1. Zmíněná norma nástrojové oceli rozlišuje dle jejich chemického složení. Oceli jsou rozděleny na nelegované, legované a rychlořezné.

Nelegované nástrojové oceli

Norma ČSN EN-10027-1 uvádí, že i v nelegovaných ocelích se může vyskytovat malé množství legur, v Tab. 1 jsou uvedeny maximální dovolené hodnoty množství prvků, do kdy lze ještě ocel považovat za nelegovanou [12].

Tab. 1 Maximální povolené množství legujících prvků v nelegovaných nástrojových ocelích [12]

Legující prvek	Mn	Si	Cr	W	Mo	V	Ni	Co	Ti
max. mn. [%]	0,9	0,5	0,3	0,2	0,1	0,1	0,5	0,2	0,1

Z uvedené normy jsou v Tab. 1 uvedeny pouze legující prvky typické pro přítomnost v nástrojových ocelích [13].

Nelegované oceli jsou často nazývané uhlíkové oceli, což koresponduje i s normou ČSN EN-10027-1, která tyto uhlíkové nástrojové oceli rozděluje do 3 skupin, právě podle obsahu uhlíku:

- oceli s nízkým obsahem uhlíku (0,3-0,6 %)
- oceli se středním obsahem uhlíku (0,5-1,1 %)
- oceli s vysokým obsahem uhlíku (1,0-1,5 %).

Velkou nevýhodou nelegovaných nástrojových ocelí je jejich nízká prokalitelnost, způsobena nízkým nebo žádným množstvím legujících prvků, které by pomáhaly prokalitelnost zvětšovat rozpouštěním karbidů při austenitizaci.

Nelegované nástrojové oceli se používají na výrobu ručních nářadí a nástrojů používaných například v zemědělství nebo na výrobu menších a jednoduchých nástrojů (např. nástroje na opracování dřeva atd.).

Nástroje s vyšším obsahem uhlíku se používají také na výrobu zápustek, pil na dřevo, nebo také části nástrojů, které na sobě nesou jiné funkční nástroje [2] [9].

Legované nástrojové oceli

Další skupin nástrojových ocelí, kterou ČSN EN-10027-1 rozlišuje jsou legované oceli. Ty se dělí podle celkového součtu procentuálního množství legujících prvků na:

Nízkolegované (součet legujících prvků do 5 %)

Středně-legované (součet legujících prvků 5 až 10 %)

Vysokolegované (součet legujících prvků nad 10 %)

Vlastnosti legovaných nástrojových ocelí jsou hlavně dány přítomností jejich legujících prvků. Hlavními legurami nástrojových ocelí jsou především prvky Cr, W, Mo a V. Všechny tyto uvedené legující prvky zvyšují stabilitu karbidické fáze, snižují pokles tvrdosti při popouštění a zvyšují tvrdost a odolnost nástrojů proti opotřebení. Jako řezné nástroje slouží nástrojové oceli vysokolegované chromem, které se používají na namáhané nástroje ke stříhání, válcování studena a atp. [9].

Legované nástrojové oceli mají vyšší prokalitelnost než nelegované. Prokalitelnost je zde hlavně ovlivněna prvky jako je B, Cr, Mn, Si a Ni, a to pouze za předpokladu, že tyto prvky jsou rozpuštěny při austenitizaci. Koncentrace těchto prvků vázaných na sloučeniny nemá na prokalitelnost vliv [9].

Rychlořezné oceli (HSS)

Tato ocel je určena pro operace obrábění a tváření. Rychlořezné oceli vykazují vysokou tvrdost za tepla a odolnost proti popouštění při teplotách kolem 600 °C (některé zdroje uvádějí až 650 °C [14]), a to díky svému chemickému složení [8].

Často se jedná se o vysokolegované ledeburitické oceli s obsahem uhlíku v rozmezí 0,70 % až 2 %. Typicky se HSS skládají z oceli legované wolframem nebo molybdenem spolu s určitým množstvím chrómu, vanadu a kobaltu. Legující prvky vytvářejí v ocelích karbidy, které zvyšují teplotu, při které dochází k popouštění, což umožňuje použití HSS při teplotách až 600 - 650 ° C. Dále mají tyto vyjmenované prvky příznivý vliv na vlastnosti jako je řezivost, prokalitelnost a odolnost proti opotřebení. Jejich tvrdost je omezena na 750 HV, což je dostatečné pro obrábění většiny běžných materiálů, včetně legovaných ocelí v jejich nekalených formách. Celkové množství legujících prvků se pohybuje v rozmezí 15 až 30 % [9] [15] [16] [14].

HSS jsou díky své vysoké houževnatosti a odolnosti proti lomu obzvláště vhodné pro nástroje s velkým úhlem čela a pro obráběcí stroje s nízkou tuhostí. HSS se používají v nejrůznějších řezných operacích vyžadující složité tvary nástrojů, jako jsou vrtáky, výstružníky, závitníky, protahovače, frézy a frézy na ozubení [17].

Podle normy [12] se rychlořezné oceli rozdělují následovně:

- Oceli pro běžné použití
- Výkonné oceli
- Vysoce výkonné oceli

2.1.1.2. Rozdělení nástrojových ocelí dle ČSN EN ISO 4957

Další norma, která se zabývá nástrojovými ocelmi je ČSN EN ISO 4957. Norma rozlišuje nástrojové oceli na základě teploty pracovního prostředí na [8]:

- Nástrojová ocel pro práci za studena

Zde se jedná o nástrojovou ocel, která může být legovaná anebo nelegovaná, a je použita při operacích, při nichž je teplota povrchu obecně pod 200°C.

Nízkolegované nástrojové oceli pro práci za studena se používají pro výrobu nástrojů ke tváření jako kovádla, razidla, nože, měřidla a formy na lisování plastových hmot. Oceli pro nástroje pro lisování a ražení za studena obsahují okolo 1 % C. Legované oceli bývají legovány chrómem do 1,10 %. Dále pro oceli na práci za studena používají jako legující prvky V nebo W. Legované oceli pro práci za studena se používají pro výrobu nástrojů jako zápustky pro kování šroubů a nýtů. Pro zvýšení houževnatosti se přidává do ocelí pro práci za studena nikl, tyto oceli jsou poté houževnaté a používají se pro dynamicky namáhané nástroje pro tváření za studena [18] [9].

- Nástrojová ocel pro práci za tepla

Zde se jedná pouze o legované oceli, které jsou použity při teplotách povrchu obecně na 200°C. U ocelí na nástroje pro práci za tepla se požaduje vysoká odolnost proti deformaci, otěruvzdornost, odolnost proti erozi za zvýšených pracovních teplot a odolnost proti tepelné únavě. Oceli obsahují od 0,28 do 0,60 % uhlíku, často jsou legovány chrómem (do 5,50 %), molybdenem (do 3,00 %) a vanadem (do 1,10 %). Tyto oceli se používají na zápustky a silné trny pro děrování oceli při výrobě bezešvých trubek [18] [9].

Další nástrojová ocel, kterou ČSN EN ISO 4957 rozeznává je:

- Rychlořezná nástrojová ocel, která již byla charakterizována v kapitole 2.1.1.1.

2.1.2. Tepelné zpracování nástrojových ocelí

Nástrojové oceli většinu svých konečných vlastností dosahují tepelným zpracováním. Všechny nástrojové oceli musí být tepelně zpracovány, aby byla dosažena jejich dostatečná pevnost, tvrdost, houževnatost, otěruvzdornost a řezivost. Tento proces dává nástrojům základní předpoklady pro splnění jejich funkce [3].

Tepelné zpracování ocelí obecně využívá fázových a strukturních přeměn v tuhém stavu ke změně struktury a k získání požadovaných mechanických nebo technologických vlastností oceli. Principem tepelného zpracování je ohřev na požadovanou teplotu, výdrž na této teplotě a ochlazování určitou rychlostí. Díky vhodně zvoleným parametrům tepelného zpracování je umožněno vyrábět strojní zařízení výkonnější, lehčí, trvanlivější a někdy i levnější. Právě proto se tepelné zpracování stává významným faktorem ve strojírenské výrobě. Tepelné zpracování je ovšem také spojeno s finančními náklady a vysokou spotřebou energie. Je proto nutno předem pečlivě posoudit vhodnost a způsob tepelného zpracování [3].

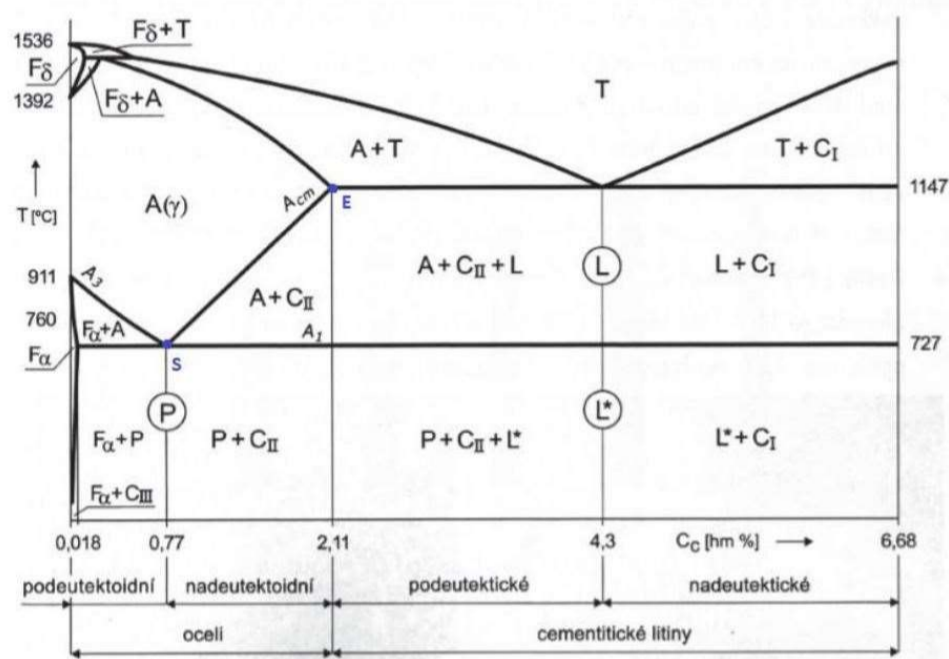
Nástrojové oceli se obvykle dodávají ve stavu žíhaném na měkko. Žíhání na měkko se používá ke zlepšení tvárnosti a obrobitelnosti oceli s cílem snížit pevnost a tvrdost, které



Obr. 1 Struktura nástrojové oceli X210Cr12 v dodaném stavu po žíhání na měkko [56]

se dosáhne přeměnou lamelárního perlitu na globulární perlit. Výsledná struktura se nazývá globulární nebo zrnitý perlit. Struktura legované nástrojové oceli po žíhání na měkko je tvořena globulárním perlitem a primárními karbidy, tak jak je znázorněno na Obr. 1.

Žíhání na měkko se realizuje nejčastěji při teplotách těsně pod A_1 (660 -700 ° C), viz Obr. 2. Teplota A_1 je znázorněna v metastabilním diagramu $Fe-Fe_3C$ na Obr. 2. Teplotní křivka A_3 na Obr. 2 znázorňuje překrytizační hranici tuhého roztoku austenitu v podeutektoidní oceli. Změna rozpustnosti uhlíku v austenitu je vyznačena křivkou SE , označována jako A_{cm} . Doba izotermické výdrže u žíhání na měkko bývá přibližně kolem 4 -12 h. Po žíhání následuje ochlazení v peci nebo na vzduchu. Nástroje získávají konečné vlastnosti obvykle kalením a popouštěním, kdy dle charakteru aplikace nástroje mohou následovat další operace zlepšující povrchové vlastnosti nástroje [2] [9].



Obr. 2 Rovnovážný diagram metastabilní soustavy $Fe-Fe_3C$ [55]

2.1.2.1. Kalení

Kalení je technologický postup tepelného zpracování kovů, jehož cílem je dosáhnout vzniku martenzitické struktury, a to buď v celém průřezu, nebo pouze v jeho části. Postup se skládá z ohřevu oceli na kalící teplotu (těsně nad teplotu překrystalizace, neboli teplotu austenitizace), výdrže na této teplotě a ochlazování rychlostí větší než je kritická rychlost. Rychlost ochlazování pro získání martenzitické struktury se nazývá nadkritická rychlost [9] [3].

Austenitizace a výdrž na austenitizační teplotě

Austenit je intersticiální tuhý roztok uhlíku v železe γ . Austenitizace je základem pro všechny pochody překrystalizačního tepelného zpracování. U podeutektoidních ocelí se mění sekundární ferito-cementitické struktura na austenitickou strukturu v rozmezí teplot 30-50 °C nad A_3 . U nadeutektoidních ocelí se struktura mění v rozmezí teplot A_{c1} až A_{cm} . U všech nástrojových ocelí probíhá austenitizace přeměnou perlitu na austenit a pokračuje při růstu teploty nad A_{c1} postupným rozpouštěním feritu nebo cementitu v austenitu. Složka feritu zastupuje podeutektoidní ocel a cementit ocel nadeutektoidní. Tato difuzní přeměna probíhá tak, že se tvoří a dále rostou zárodky austenitu. Množství nových zárodků austenitu závisí na podmínkách ohřevu jako je teplota a rychlost a také struktura a složení oceli [3].

Výdrž na austenitizační teplotě je dána chemickým složením, velikostí součásti a způsobem výroby výchozího materiálu.

Výdrž na určité teplotě je důležitá pro:

- Vyrovnání teploty v požadovaném průřezu ohřívaného předmětu
- Přechod rozpustných složek do tuhého roztoku při dané teplotě

- Průběh difúzních pochodů
- Snížení vnitřních pnutí

Ke stanovení vhodné doby ohřevu se používají tabulky nebo diagramy závislosti doby ohřevu na průřezu materiálu. Překročení doporučených podmínek austenitizace může vést k přehřátí, které způsobuje precipitaci sulfidů nebo nitridů na hranicích zrn a vede k nízké vrubové houževnatosti. Překročení doby austenitizace také vede k zhrubnutí austenitického zrna a vyššímu podílu zbytkového austenitu [9] [3].

Vzhledem k tomu, že koncentrační rozdíl na rozhraní austenit-ferit je přibližně o jeden řád menší než na rozhraní austenit-cementit, roste zrno austenitu mnohem rychleji směrem do feritu než do cementitu. Z tohoto důvodu zůstávají při ukončení austenitizace ještě neúplně rozpuštěné částice perlitického cementitu, k odstranění tohoto jevu se používá zvyšování teploty. V dalším průběhu přeměny dochází k jejich rozpuštění a k vyrovnání obsahu uhlíku, tento proces se nazývá homogenizací austenitu [9] [3] [19].

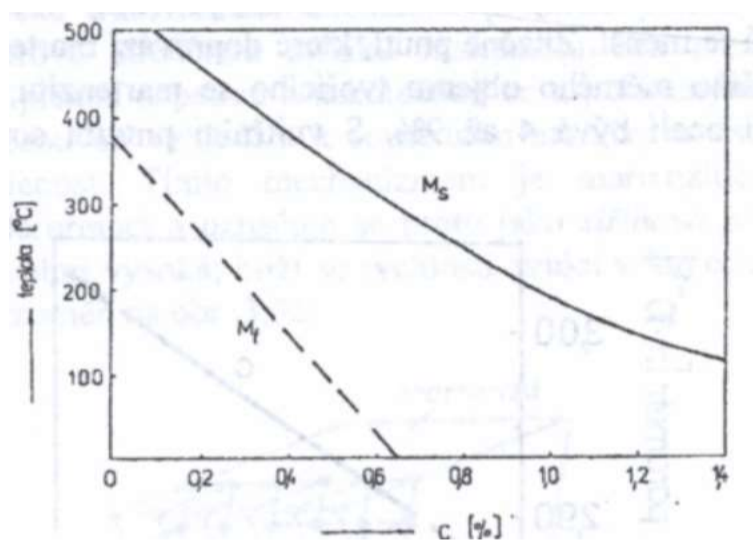
Ochlazování a rychlost kalení

Cílem kalení je dosáhnout martenzitické struktury. Po kalení by měl ve struktuře převládat martenzit. Martenzit vzniká bezdifúzní přeměnou jako přesycený tuhý roztok uhlíku v železe α . Při martenzitické transformaci dochází k přeměně plošně středěné mřížky austenitu na tetragonální prostorově středěnou mřížku martenzitu. Atomy uhlíku v martenzitické mřížce mají silný zpevňovací účinek, proto s rostoucím obsahem uhlíku roste tvrdost a pevnost martenzitu [9].

Pro dosažení martenzitické struktury by rychlost kalení měla být vždy nadkritická. Přeměnu při různých rychlostech ochlazování znázorňují anizotermické diagramy - ARA. Nadkritická

rychlost kalení by se neměla překračovat, jinak vznikají deformace a nadměrná pnutí, které mohou vést k praskání ocelí. Pokud je však rychlost kalení příliš pomalá, může dojít k nežádoucí přeměně v mikrostrukturu. Přeměna na martenzitickou strukturu způsobuje zvýšení objemu a napětí v materiálu. Špatná rychlost kalení vede k precipitaci karbidů na hranicích zrn v jádru součásti, což zhoršuje mechanické vlastnosti oceli [20].

Martenzit se tvoří pouze při ochlazování v určitém rozmezí teplot, které jsou ohraničeny teplotami martenzit start (M_s) a martenzit finiš (M_f). M_s je ovlivněna hlavně chemickým složením kalené oceli. Velký vliv na teplotu M_s má zejména uhlík, teplota klesá s rostoucím obsahem uhlíku, jak je znázorněno na Obr. 3 [20].



Obr. 3 Závislost teploty M_s a M_f na obsahu uhlíku v oceli [20]

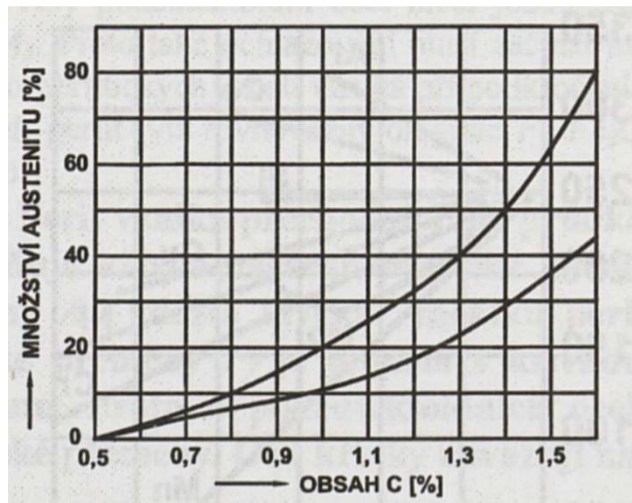
Zdroj [20] uvádí i empirický vztah vlivu jednotlivých prvků rozpuštěných v austenitu na teplotu M_s , tento vzorec lze využít, pokud není k dispozici diagram ARA nebo IRA pro příslušnou ocel. Tento vztah je v rovnici (1):

$$M_s (^{\circ}C) = 500 - 300 C - 35 Mn - 20 Cr - 15 Ni - 10 Si - 10 Mo \quad [20] \quad (1) [20]$$

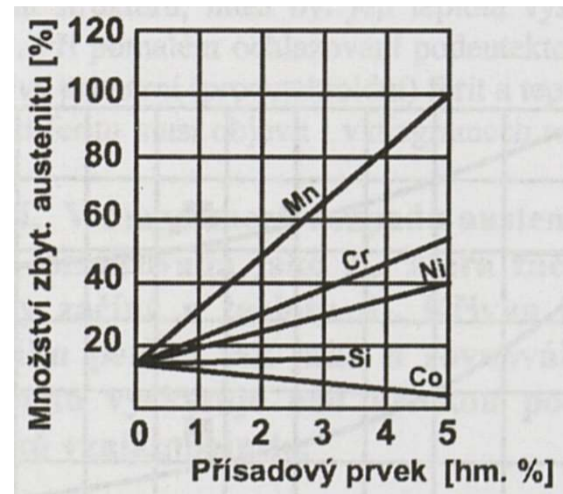
Zdroj [21] zase uvádí vzorec pro teplotu ukončení martenzitické přeměny M_f , tento vztah je uveden v rovnici (2)

$$M_f (^\circ C) = 350 - 475 C - 33 Mn - 20 Cr - 21 Mo - 17 Cr - 17 Ni \quad (2) [21]$$

Podíl vzniklého martenzitu po kalení oceli závisí na teplotě přeměny, která je dána chemickým složením. Vedle přeměněného martenzitu může po kalení zůstat v nástrojových určité množství původního austenitu, tzv. zbytkový austenit. Množství zbytkového austenitu vzrůstá s obsahem uhlíku, tato závislost je zobrazena na Obr. 4. Jak již bylo řečeno, na množství zbytkového austenitu má vliv i chemické složení oceli, tato závislost je zobrazena na Obr. 5 [21].



Obr. 4 Vliv uhlíku na množství zbytkového austenitu u uhlíkových ocelí (dolní křivka) a u vysocelegovaných ocelí (horní křivka) [21]



Obr. 5 Vliv legur na množství zbytkového austenitu u oceli s 1% C [21]

Problémem u zbytkového austenitu je, že může docházet k jeho samovolnému rozpadu, a to způsobuje tvarové a rozměrové nestability kalených předmětů. Další nevýhodou zbytkového austenitu je, že způsobuje pokles tvrdosti a pevnosti.

Jedním z důvodů, proč vzniká zbytkový austenit je ten, že při kalení se nedosáhne teploty M_f daného materiálu, tento problém se dá například odstranit využitím tzv. kryogenního zmrazování [16]. Dalším důvodem vzniku zbytkového austenitu je, že při kalení vzniká velké vnitřní pnutí, které nedovolí austenitu se dál přeměnit na martenzit.

Středně-uhlíkové oceli mívají asi 2 až 5 % zbytkového austenitu po kalení. Vysokolegované oceli s vyšším obsahem uhlíku mohou dosahovat podílu zbytkového austenit až v řádu několika desítek procent [20].

Nejčastěji se však zbytkový austenit odstraňuje dalším tepelným zpracováním, které následuje hned po kalení, a to popouštěním. Popouštění odstraňuje vnitřní pnutí vzniklá martenzitickou přeměnou [21].

Riziko deformací a prasklin vzniklých při kalení lze snížit lomeným kalením. V tomto procesu se materiál kalí ve dvou krocích. Nejprve se ochladí z teploty tuhnutí, dokud teplota na povrchu není těsně nad teplotou M_s . Poté drží na teplotě, dokud není vyrovnána teplota mezi povrchem a jádrem a proces chlazení pokračuje. Tato metoda umožňuje, aby se jádro a povrch transformovaly na martenzit současně a snižovaly tepelné namáhání [9] [20] [22]. Lomené kalení je také možné použít při kalení ve vakuových pecích. Maximální rychlost chlazení, které lze v dílu dosáhnout, závisí na tepelné vodivosti oceli, chladicí kapacitě kalicího média a průřezu dílu. Výsledná tvrdost na povrchu větších dílů by mohla být nižší u nástrojů s většími průřezy než u menších dílů, protože vysoké množství tepla, které musí být transportováno z jádra přes povrch, vytváří samovolně temperující účinek [9] [22].

Kalící média používaná pro legované oceli jsou v současné době - olej, polymerní roztoky, vzduch a inertní plyn. Stále je možné najít v Evropě některé podniky zaměřené na tepelné zpracování, které používají kalení do solné lázně, ale solné lázně jako kalící médium se v dnešní době moc nepoužívá, a to z důvodu velké ekologické zátěže.

Olejové a polymerní roztoky se obvykle používají pro nízkolegovanou ocel a pro nástrojovou ocel s nízkým obsahem uhlíku. Kalení vzduchem je používáno pro ocel s vysokou kalitelností [22].

2.1.2.2. Popouštění

Po kalení musí vždy bezprostředně následovat popouštění, jinak by vnitřní pnutí způsobná kalením mohla porušit celistvost zakalené struktury a způsobit vznik trhlin. Popouštění by mělo ocel přiblížit zpět k rovnovážnému stavu.

Rozsah strukturních změn při popouštění závisí na teplotě a době popouštění. Popouštěcí teplota se volí na základě požadovaných vlastností výsledného materiálu z popouštěcích křivek, které jsou většinou dostupné u výrobce oceli.

Podle popouštěcí teploty se v praxi rozlišuje nízkoteplotní a vysokoteplotní popouštění [2] [20] [22].

Popouštění při nízkých teplotách 100 až 300 °C

Provádí se obvykle při teplotách 100 až 300 °C. Jeho hlavním cílem je snížení vnitřních pnutí, snížení podílu zbytkového austenitu a zlepšení houževnatosti při zachování vysoké tvrdosti. Používá se zejména u nástrojových ocelí, které musí mít vysokou tvrdost a odolnost proti opotřebení. Popouští se nejčastěji ve vroucí vodě nebo olejové. Tato operace se většinou používá při zpracování nástrojů pro práci za studena [2] [20] [22].

Popouštění při vyšších teplotách (400 až 650 °C)

Využívá se pro velmi namáhané strojní součásti. Materiály z nástrojových ocelí je nutné nejdříve předehrát na teplotu asi 300-350 °C, poté se doporučuje zvyšovat každou hodinu

teplotu v peci přibližně o 20-50°C až do požadované popouštěcí teploty. Výsledná struktura vysokoteplotního popouštění je sorbitická struktura, která zajišťuje vysokou pevnost, plasticitu a houževnatost [2] [20] [22].

Při popouštění při vyšší popouštěcí teplotě byla patrná vyšší tepelná vodivost [22]. Kombinace kalení a vysokoteplotního popouštění se označuje jako zušlechťování. Vysokoteplotní popouštění bude mít za následek nižší obsah zbytkového austenitu než popouštění při nízkých teplotách. Materiál proto bude mít vyšší pevnost v tlaku a zlepšenou rozměrovou stabilitu (při provozu a při povrchové úpravě). Vysoko-legované oceli se mohou kalit i vícekrát na tzv. sekundární tvrdost [9] [2].

2.2. POVRCHOVÉ ÚPRAVY NÁSTROJOVÝCH OCELÍ

V některých případech pouze zušlechťování ocelí nestačí a pro dosažení specifických vlastností povrchu se musí využít další procesy. K povrchovému zpracování nástrojů se používají různé chemicko-tepelné procesy, jako difuzní sycení dusíkem (např. nitridace nebo plazmová nitridace), povlakování různými způsoby PVD, popřípadě kombinace těchto dvou metod, známá pod pojmem duplexní povlakování. Plazmová nitridace je v současnosti nejpoužívanějším způsobem nitridace ledeburitických ocelí [23].

2.2.1. Chemicko-tepelné zpracování

V technické praxi se nejčastěji setkáváme s požadavkem na dosažení velmi tvrdého povrchu, přičemž základní materiál musí mít značnou houževnatost. Tyto protichůdné vlastnosti lze dosáhnout procesem chemicko-tepelného zpracování. Technologie chemicko-tepelného zpracování je nejčastěji aplikována na součástky, které byly již nějak tepelně

zpracované. Při chemicko-tepelném zpracování dochází k vytváření tzv. vrstvy, což je vzhledem k objemu materiálu pouze jeho zanedbatelná část. Vzniklá vrstva většinou zlepšuje užité vlastnosti materiálu [24].

2.2.1.1. Cementování

Nejčastěji se cementování používá v automobilovém, leteckém a všeobecném strojírenském průmyslu. Cementace se používá tehdy, když se od součástek vyžaduje vysoká tvrdost povrchu, přičemž jádro předmětu má zůstat poměrně houževnaté (čepy, hřídele, ozubená kola, větrné turbíny, komponenty čerpadel apod.) [25].

Cementování je sycení povrchu ocelových součástek uhlíkem. Je to nejrozšířenější postup chemicko-tepelného zpracování. Používá se za účelem dosažení vysoké povrchové tvrdosti. K cementování jsou vhodné měkké oceli s obsahem uhlíku od 0,1 do 0,3 % C.

Vzhledem k tomu, že dochází k difuzi uhlíku do základního materiálu pouze do určité hloubky, tak není ovlivněna houževnatost součástky. Proces cementace umožňuje zvýšení povrchové tvrdosti materiálu až o 70 % v závislosti na použitém materiálu [20] [25].

Povrch součástek se obvykle obohacuje uhlíkem na eutektoidní koncentrací, tj. na 0,8 % C.

Nauhličování probíhá při teplotách přibližně 50 ° C nad teplotou A_{c3} (zpracovatel oceli [25] uvádí 880 až 980 °C pro sycení v atmosféře). Hloubka nauhličené vrstvy dosahuje obvykle hodnoty 0,5 až 2 mm, může ale dosáhnout i 4 až 6 mm. Hloubka nauhličené a kalené vrstvy je definována jako kolmá vzdálenost mezi povrchem a vrstvou, ve které je tvrdost 550 HV1.

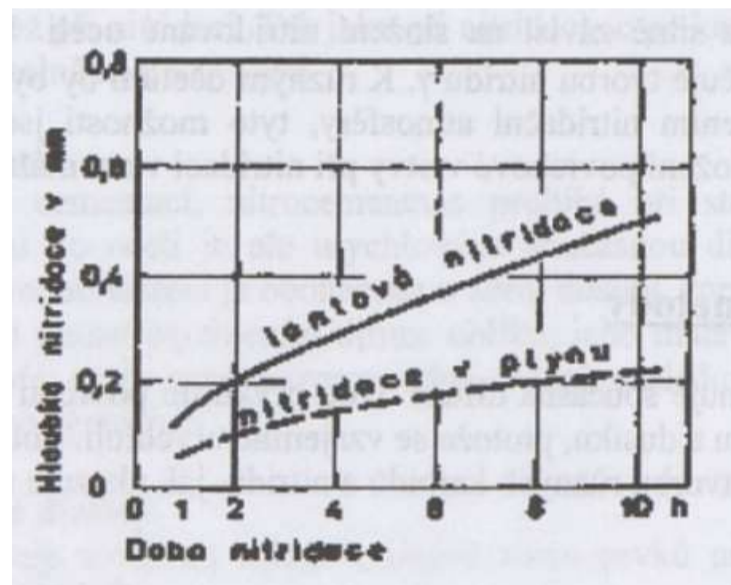
Cementování v závislosti na prostředí může probíhat ve třech prostředích: v tuhém, kapalném a plynném prostředí. Čas potřebný pro cementování závisí na cementačním prostředí a tloušťce požadované cementační vrstvy [20] [25] [26].

Po cementaci následuje kalení součástek, aby povrch součástek vykazoval vysokou tvrdost. Kalení probíhá buď v oleji, v polymerním roztoku nebo v soli. Závěrečnou operací tepelného zpracování po nauhličování a kalení je nízkoteplotní popouštění při teplotách 140 až 200 ° C (případně až 250 ° C) [25] [20].

2.2.1.2. Nitridování

Tvrší vrstvy než vzniklé cementováním a zakalením je možné vytvořit pomocí nitridováním. Nitridování je sycením povrchu ocelí dusíkem.

Na rozdíl od cementování se nitriduje při teplotách podstatně nižších, a to cca 500 až 600 ° C. To znamená, že se nitriduje přibližně v oblasti největší rozpustnosti dusíku v železe α . Nitridace je velmi dlouhý proces, proto se vědecké bádání věnovalo hlavně zvýšení efektivity nitridace. Experimentovalo se například se zvýšením teploty nitridace [27], tím bylo dosaženo lepších podmínek chemického rozkladu. Zvýšení teploty procesu nitridace ale způsobilo i zvýšení křehkosti povrchové vrstvy. Později se začala používat i vakuová



Obr. 6 Porovnání hloubky nitridace v závislosti na čase [27]

nitridace, která měla tu výhodu, že vytvářela bez porézní nitridovanou vrstvu, ale protože se při nitridaci používal N_2O , nitridovaná vrstva obsahovala kyslík [27].

Vakuovou nitridaci lze využít i pro nízkotlakou nitridace (low-pressure nitriding). Při tomto procesu je také hlavním médiem pro získání atomárního N čpavek (NH_3). Tento proces je velmi efektivní v porovnání s jinými metodami, které zlepšují povrchové vlastnosti inženýrských komponent, zejména tvarově složitých nástrojů vyžadujících homogenní zpevnění povrchu. Nitridace při nízkém tlaku je průmyslově aplikována více než 30 let a je výhodná jak z hlediska ekologického, tak i z hlediska ekonomického. Kromě čpavku NH_3 lze nitridovat i směsí plynů, a to například $NH_3 + N_2 + N_2O$ [28].

Výhody nízkotlaké nitridace jsou následující [29] [28] [30]:

- Přesná kontrola nitridační atmosféry a stupně disociace (rozkladu čpavku) $NH_3 \rightarrow 3H_2 + 2N$, což umožňuje získat kvalitní požadovanou nitridace vrstvu
- Nitridace se realizuje v kratším čase v porovnání s klasickou nitridací v plynu.
- Při nitridaci se minimalizují rozměrové změny, bortění a vznik trhlin.

V současné době je nejrozšířenější technologií tzv. plazmová nitridace [23] [31] [32], které je mnohem efektivnější než klasická plynová nitridace. Porovnání hloubky nitridace v závislosti na čase u klasické nitridace v plynu a plazmové nitridace (dříve označované jako iontové) je na Obr. 6. Z obrázku je patrné, že využití stejné doby nitridace, může plazmová nitridace vytvářet mnohem větší vrstvu než nitridace klasická.

Nitridace zvyšuje tvrdost vrstvy z části vytvořením tvrdé vrstvy nitridů, ale také svým vytvrzovacím efektem. Tvrdost povrchové vrstvy při nitridování není tedy spojena s tvořením martenzitu. Proto se nitridované součástky nikdy nekalí, ale tepelné zpracování se provádí před nitridací [9].

Oceli vhodné pro nitridaci

Pro nitridaci se používají buď uhlíkové oceli, anebo legované oceli, které obsahují prvky, tvořící požadované nitridy, tyto oceli se i označují jako oceli vhodné pro nitridaci. Nitridují se uhlíkové oceli se středním obsahem uhlíku (0,3 až 0,4% C) a na dosažení optimálních vlastností jádra se nitridované součástky před nitridací zušlechťují. Popouštěcí teplota při zušlechťování bývá vyšší než teplota nitridace. U uhlíkové oceli, nelze dosáhnout tak značné tvrdost povrchové vrstvy, jako v případě legovaných ocelí, kde kromě nitridů železa vznikají i jemné nitridy legujících prvků. Aby byla dosažena vysoká tvrdost výsledné vrstvy, používají se jako legující prvky hlavně ty s vysokou afinitou k uhlíku, jako je Ti, W, V, Nb, Zr, které poté vytvářejí karbidy, jako například CrN, Cr₂N nebo VN. Legury jako Al a Cr tvoří zvláštní tvrdé nitridy a zmenšují křehkost vrstvy. Oceli legované Al a poté nitridované dosahují tvrdosti až 1200 HV [9]. Samotnou nitridací, bez předchozího tepelného zpracování, lze dosáhnout tvrdost až 1500HV. Výsledná tvrdost se odvíjí od chemického složení oceli, obsahu uhlíku a na podmínkách procesu nitridace. Tvrdost nitridované vrstvy neklesá ani po jejím ohřevu na 550 ° C [9] [20]. Obchodní označení jedné z takových ocelí je Sverker21 (1.2379) firmy UDDEHOLM, jejíž typické chemické složení je v Tab. 2.

Tab. 2 Chemické složení oceli 1.2379 [33]

C	Si	Mn	Cr	Mo	V
1,55	0,3	0,4	11,3	0,8	0,8

Nitridace v plynech

V současné době se nejčastěji nitriduje v plynném prostředí. Pro tradiční nitridaci se využívá jako zdroj dusíku čpavek při atmosférickém tlaku.

Podstatou velmi vysoké povrchové tvrdosti je vznik velmi tvrdých kovových sloučenin dusíku se železem a případně s dalšími přísadovými prvky. V průběhu nitridace je potřeba nitridační atmosféru stále doplňovat čpavkem [21].

Při nitridaci se rozpad čpavku řídí rovnicí (3):



Při chemické reakci vzniká atomární dusík N, který se částečně absorbuje do povrchu oceli a částečně se spojí na molekuly N₂, molekulární dusíku nedokáže difundovat do oceli.

Difundovat do oceli dokáží jen atomy nebo ionty dusíku [21] [27].

Nitridování v plynném prostředí se provádí při teplotách kolem 450 - 590 ° C [27].

Při nitridaci dochází k nasycování tuhého roztoku α a k precipitaci nitridů. Precipitace nitridů způsobuje koncentrační spád dusíku v oblastech mezi povrchem, difúzním rozhraním a základním materiálem. Spád vzniká v důsledku difúzního toku atomů dusíku a atomů chemických prvků. Výsledným efektem koncentračního spádu je posun difúzního rozhraní od povrchu nitridované součástky do hloubky základního materiálu, čímž dochází ke zvětšování tloušťky nitridované vrstvy. Absence dusíku v povrchové vrstvě způsobená precipitací je primárně nahrazena nebo doplněna absorpcí dalšího dusíku z nitridačního prostředí [21] [20].

V nitridačním prostředí dochází k vytvoření vrstev nitridů bez změny struktury tepelně zpracovaného materiálu. Důvodem je nízká teplota procesu, která se pohybuje pod teplotou A₁, běžně je to teplota kolem 450 - 590 ° C v plynném prostředí. Parametry

nitridované vrstvy závisí na mnoha faktorech, z nichž jsou čas, teplota, chemické složení oceli a proudu plynu a povrchová úprava materiálu [21] [20].

Tloušťka nitridované vrstvy je pro každý materiál specifická, protože závisí na chemickém složení daného materiálu. K efektivnímu zvýšení odolnosti proti opotřebení a meze únavy postačí vrstva o tloušťce 0,2 mm, což v plynném prostředí znamená nitridovat desítky hodin. Vrstva 0,2 - 0,3 mm dokáže zajistit i stabilitu součástek pracujících za zvýšených teplot [21] [20].

Nitridace je často poslední technologická operace, někdy se po nitridaci součástky ještě brousí. Přesný odhad tloušťky nitridované vrstvy je však velmi složitý. Tloušťka vrstvy závisí na mnoha parametrech, které do procesu nitridace vstupují. Z hlediska vlivu parametrů nitridace na tloušťku vrstvy má nejvýznamnější vliv čas nitridace, dále následuje teplota a v neposlední řadě i tlak. Části povrchu, které nemají být nitridované se pokrývají povlakem mědi, niklu nebo různými nátěry. Pro nitridování v plynu čpavkem se používají plynotěsné zvonové, šachtové nebo komorové pece [21] [20].

Při procesu nitridace dochází ke zvyšování meze únavy součástek vlivem vnitřních tlakových pnutí vnesených procesem. Tyto vlivy působí proti tahovým pnutím, které způsobují únavové lomy [21] [20].

Nitridy a fáze vzniklé při procesu nitridace

Při nitridaci dochází ke vzniku nitridů železa. Nitridy vytvořené v Fe-N se rozdělují podle obsahu dusíku na nitridy a fáze:

- fáze γ'

Tato fáze je označována jako nitrid Fe_4N obsahuje nejnižší množství N. Atomy Fe ve fázi γ' tvoří krychlovou plošně středěnou mřížku, vyskytuje se v oblasti teploty A_1 , obsah dusíku

je zpravidla od 5,3 – 5,75%. Tato fáze je velmi otěruvzdorná a má nejvyšší tvrdost a je relativně houževnatá. Při teplotě vyšší než 650 ° C dochází k rozpadu fáze γ' a vzniká fáze ϵ [9] [27].

- fáze ϵ

Tato fáze je označována jako $\text{Fe}_2\text{-}_3\text{N}$ nitrid a tvoří se při teplotách od 450 do 550 ° C. Teplota výskytu ϵ se odvíjí od obsahu dusíku v základním materiálu (4,35-11% N při teplotě 670 ° C). Složení nitridu fáze ϵ se výrazně mění v závislosti na teplotě. Další růst nitridu ϵ je možný jen ve směru koncentračního spádu. Má hexagonální těsně uspořádanou mřížku. Fáze ϵ je křehká, má nízký koeficient tření a malou otěruvzdornost. Vyniká ale poměrně vysokou korozní odolností [9] [27].

- fáze ξ

Tato fáze je označovaná jako nitrid Fe_2N se tvoří při 11.07-11.18% N, je stabilní za teploty 490 ° C. Tento nitrid je velmi křehký a proto nežádoucí [9] [27]

- fáze α

Jedná se o tuhý roztok dusíku železa α (ferit) obsahuje maximálně 0,1% N. Při eutektoidní teplotě je mřížka kubická prostorově středěná [9] [27].

- γ fáze

Jedná se o tuhý roztok dusíku v železe α obsahuje 2,35 % N a při eutektoidní teplotě je mřížka kubická plošně středěná [9] [27].

- α'' je nitrid Fe_{16}N_2 a může se tvořit na nasyceném povrchu železa v rozmezí teplot 450 až 500 ° C [34]

Pro různé aplikace nitridovaných součástí by bylo vhodné mít možnosti ovládat složení povrchové vrstvy, tyto možnosti jsou však velmi omezené při nitridaci v plynném prostředí,

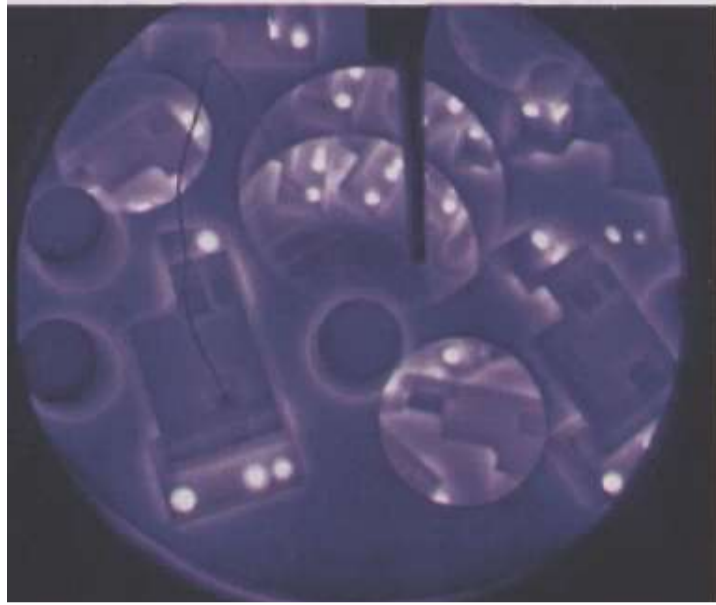
toto tvrzení ovšem neplatí pro plazmovou nitridaci [27], která bude podrobně rozebrána v následující kapitole.

2.2.2. Plazmová nitridace

Plazmová nitridace byla dříve nazývána iontová nitridace nebo nitridace v anomálním doutnavém výboji. Plazmová nitridace je způsob sycení povrchu materiálů z oceli nebo neželezných kovů dusíkem. Proces plazmové nitridace probíhá v plazmatu anomálního doutnavého výboje. Princip plazmové nitridace spočívá ve využití fyzikálních vlastností ionizovaného plynu. Plyn je za normálních podmínek nevodivý. Plyn se stává vodivým při tzv. ionizaci. Při ionizaci dochází ke štěpení molekul plynu na kladné a záporné ionty a volné elektrony. Energie dodávaná do prostředí musí být dostatečná, aby došlo k ionizaci molekul, tedy k jejich rozštěpení. Tato energie se nazývá ionizační energie a je udávána v elektronvoltech. V případě vodíku je ionizační energie 13,5 eV [35].

Velkou výhodou plazmové nitridace je rychlejší sycení povrchu dusíkem než při klasické nitridaci, dochází k minimální změně rozměrů, lze ji využít pro depasivaci chromových ocelí, protože se při plazmové nitridaci využívá malá spotřeba plynů a energie jedná se o ekologický proces bez odpadů a bez úniku tepla do okolí [27].

Nitridační zařízení pro plazmovou nitridaci je v podstatě vakuová nádoba, která se nazývá recipient. Komora nitridačního zařízení je zapojena jako anoda a nitridovaná součásti jako katoda. Na Obr. 7 je patrné, že k největšímu úbytku napětí dochází v několika milimetrech od povrchu součástky, a to se jeví jako svítící doutnavý výboj [35].

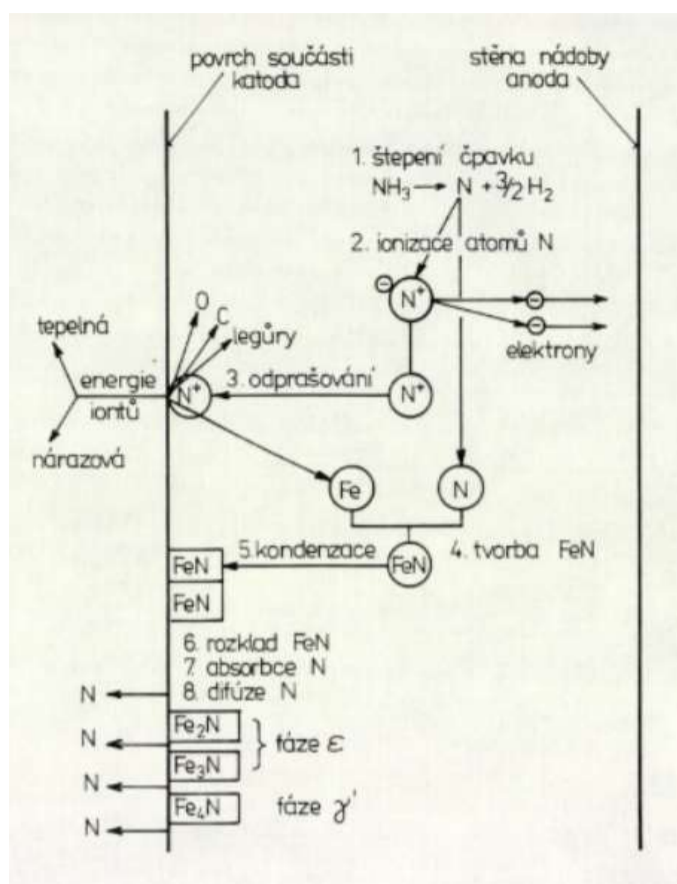


Obr. 7 Ukázka doutnavého výboje [35]

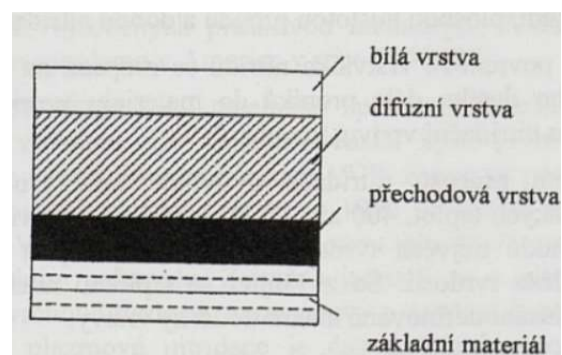
Princip plazmové nitridace

Používá se plyn nebo směs plynů a přivádí se do vakuové nádoby a za vysokého napětí dochází k zažehnutí doutnavého výboje. Vlivem silného elektrického pole mezi recipientem a vsázkou se provozní plyn obsahující dusík ionizuje. Kladné ionty jsou urychlovány směrem k vsázce, na kterou dopadají s vysokou kinetickou energií. Část dopadajících iontů se přeměňuje na teplo, které součástku rovnoměrně ohřívá, současně dochází k odprašování atomů železa z povrchu součásti. Tyto atomy železa reagují s ionizovanými atomy dusíku a vzniká z nich nestabilní nitrid FeN , který zpětně difunduje do povrchu součástky.

Současně dochází k očištění a depasivaci součástí, takto popsaný princip plazmové nitridace je znázorněn na Obr. 9 [36] [35] [37].



Obr. 9 Princip plazmové nitridace [36]



Obr. 8 Složení nitridační vrstvy [57]

Plazmově nitridovat je možné v jednom plynu (NH_3) nebo v prostředí dvou až tří plynů.

Po plazmové nitridaci je vrstva složena ze dvou částí (Obr. 8). Na povrchu je několik mikrometrů silná bílá (sloučeninová) vrstva, tzv. lem nitridů, a pod ní směrem k jádru je vrstva difúzní, která sahá do hloubky několika desetin milimetrů [35]. Druhou hlavní částí vrstvy je difúzní zóna, která je tvořena α fází.

Jak již bylo řečeno složení nitridační vrstvy lze ovlivnit volbou a regulací vhodných parametrů (napětí, tlak a složení atmosféry) plazmové nitridace a lze docílit různých struktur – ϵ , $\epsilon + \gamma'$, γ' , $\gamma + \alpha$. Při zvýšeném tlaku se zvyšuje odprašování a při nižším tlaku

dochází k zániku silnějších ϵ nitridů. Při velmi vysokém tlaku dochází k velkému odprašování a nevytváří se vrstva nitridů [38].

Výsledkem nitridačního procesu je nitridační vrstva, kterou zpravidla tvoří dvě části. Na povrchu vzniká lem nitridů tzv. „bílá vrstva“ a difúzní vrstva pod ní. Tzv. bílá vrstva, která je znázorněna na Obr. 8 je tvořena disperzním nitridem železa a její složení je možné ovlivnit a eliminovat zejména chemickým složením nitridačního plynu [35].

Další vlastností, která při plazmové nitridaci vzrůstá je odolnost proti únavě materiálu. Zvýšení únavové pevnosti plazmově nitridovaných součástí se v literatuře přisuzuje dvěma činitelům: vysoké mezi kluzu nitridované vrstvy a příznivému účinku vnitřních tlakových pnutí [35]. Některé aplikace součástí považují přítomnost tzv. bílé vrstvy, jako přínos, protože je velmi tvrdá. Ale protože tzv. bílá vrstva se skládá z γ' fáze a ϵ fáze, a tyto fáze mají odlišnou krystalickou mřížku, tak tato odlišnost v krystalických mřížkách způsobuje mezi těmito fázemi vnitřní pnutí, které může vést až ke vzniku mikroskopických trhlin na povrchu součásti [6] [7].

Současný výzkum v oblasti plazmové nitridace

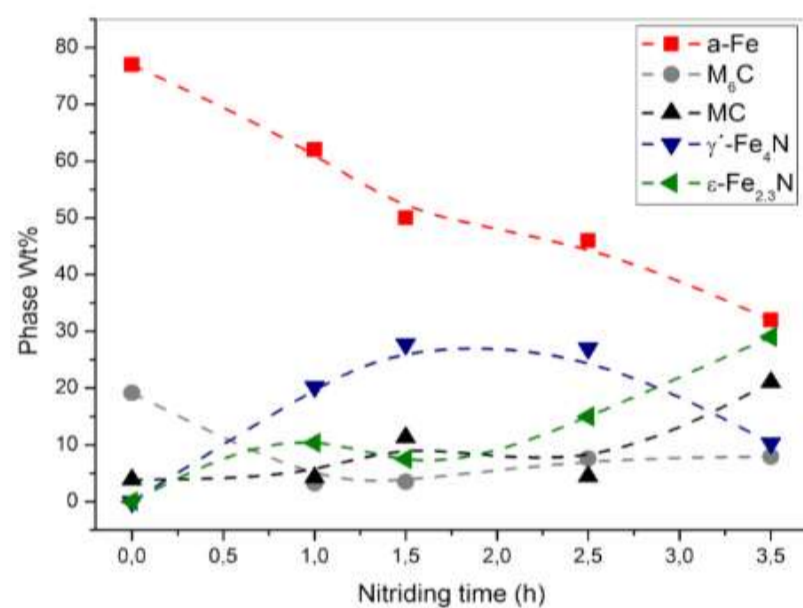
V praktickém užití má zvýšení tvrdosti pomocí plazmové nitridace podstatný vliv na vzrůst odolnosti proti otěru, tato aplikace se využívá u nitridace ventilů osobních automobilů. Jiný výrobce automobilů plazmově nitriduje ozubená kola převodovek a tím značně prodlužuje jejich technický život. Obdobný způsob zpracování se uplatňuje u nástrojů. Nejčastěji se nitridují šroubovitě vrtáky a frézy, plazmová nitridace se využívá i ve zbrojařském průmyslu [35] [6].

Výzkumem plazmově nitridovaných vrstev u nástrojové oceli AISI H11 (X37CrMoV5-1) se například zabýval autor [39], který zkoumal metodu tzv. pomocného ohřevu. Autor se pomocí této metody snažil udržet stálou teplotu plazmově nitridovaných vzorků

a nitridační atmosféry, a poté zkoumal povrchové vlastnosti vzorků. Výsledky ukázaly, že metoda plazmové nitridace s tzv. pomocným ohřevem může významně zlepšit odolnost proti opotřebení u zkoumané oceli X37CrMoV5-1 [39].

Další výzkum plazmové nitridace u oceli X37CrMoV5-1 provedl autor [40], který zkoumal vliv tepelného zpracování na nitridovanou vrstvu oceli X37CrMoV5-1. Autor [40] nástrojovou ocel X37CrMoV5-1 nejdříve nitridoval a poté kalil a popouštěl. Autor dále zjistil, že jeho navržený postup technologie umožnil snížit dobu nitridace nutnou pro vytvoření nitridační vrstvy s požadovanou tloušťkou. Po kalení a popouštění nitridovaná vrstva procházela další difúzí a její tloušťka se zvětšovala. Popouštění v aktivní atmosféře vedlo k vytvoření bílé vrstvy. Zkrácení nitridačního procesu umožnilo zkrácení celkové doby trvání tepelně-chemického zpracování, což pozitivně ovlivní náklady na výrobní proces zpracovávaných dílů. Autor [41] zase zkoumal vliv doby plazmové nitridace na nitridovanou vrstvu u oceli AISI M2 (rychlořezná ocel 1.3343). Autor ve své práci prokázal zlepšení povrchových vlastností oceli při prodloužení doby procesu plazmové nitridace. Nejlepších hodnot tvrdosti bylo dosaženo po 3,5 hodinách nitridace, kdy byl zaznamenán velký nárůst tvrdosti, ale také nárůst modulu pružnosti v tahu. Při nitridační době 2,5 hodiny bylo pozorováno zkřehnutí materiálu, ale při nitridační době 3,5 hodině nebylo pozorováno téměř žádné zkřehnutí oceli. Vliv doby plazmové nitridace na mikrostrukturu materiálu 1.3343 je na Obr. 10. Zlepšení odolnosti proti opotřebení bylo zapříčiněno díky precipitaci, tvorbě sloučenin a difúzních vrstev obsahujících stabilní nitridy železa γ' -Fe₄N, ϵ -Fe_{2,3}N a karbidy ve feritické matici. Výzkum dále ukázal mírné oduhličení oceli po plazmové nitridaci, bylo ale zjištěno, že ke kritickému vyčerpání uhlíku nedošlo [41].

V České republice výzkum plazmové nitridace soustředí zejména v oblasti zbraňového průmyslu. Což potvrzuje například práce [24], která se zabývala vhodným výběrem oceli s ohledem na požadavky pro plazmovou nitridaci vnitřních povrchů, konkrétně dlouhých dutin hlavní palných zbraní. V souladu s uvedenými požadavky byly navrženy parametry plazmové nitridace, konkrétně tlaku, pro zajištění co nejefektivnějšího průniku nitridované vrstvy do dutiny. Podobným problémem se zabýval i [42]. Důvodem využití plazmové nitridace ve zbrojařském průmyslu je ten, že běžně se pro povrchovou úpravu zbraní využívá chromování a chromování nelze jednoduše aplikovat i na tzv. mikrorázové



Obr. 10 Vliv doby nitridace na mikrostrukturu oceli 1.3343 [41]

hlavně z důvodů obtížné technologie chromování takto úzkých a dlouhých dutin. Z tohoto důvodu se výzkum snaží hledat nové technologie [42].

2.3. MĚŘENÍ MIKROTVRDOSTI U TENKÝCH VRSTEV

Zkoušky tvrdosti lze rozdělit podle více hledisek. Podle principu zkoušky se dělí na zkoušky vrypové, vnikací, nárazové a odrazové. Dále podle rychlosti zatěžovací síly lze zkoušky tvrdosti rozdělit na statické nebo dynamické. Provádějí se zkoušky makrotvrdosti i mikrotvrdosti. Mikrotvrdost je ve srovnání s běžnou tvrdostí především užitečná pro měření tvrdosti u tenkých vrstvy. Hlavním rozdílem z pohledu vstupních veličin je zatížení. Užívaná zátěž pro měření mikrotvrdosti se pohybuje v rozsahu od 1 g (0,09807 N) do 1000 g (9,807 N), toto zatížení způsobuje jen nepatrné vtisky. Běžné zkoušky tvrdosti, makrotvrdosti, podle Vickerse jsou prováděny při zatížení 10 až 1200 N. Zdroj [43] uvádí hodnotu 19,8N jako hranici mezi makro a mikrotvrdostí [43] [44].

Praktickým důvodem pro užití takto nízké zatěžovací síly je nutnost měření tvrdosti v určité vrstvě od povrchu bez vlivu materiálu. Jelikož při měření mikrotvrdosti klesá aplikovaná síla, tak se zmenšuje i velikost vtisku, a tím klesá kvalita přesnosti měření.

Hodnoty mikrotvrdosti jsou vždy mnohem vyšší než hodnoty makrotvrdosti, tato skutečnost je způsobena tím, že vtisk se po odlehčení ještě zmenší o hodnotu elastickou deformaci. Vliv elastické deformace na celkové velikosti vtisku se zvětšuje s klesající hodnotou velikosti vtisku [43] [44].

Měření mikrotvrdosti se dle [44] dále využívá pro:

- malé nebo tenké součástky;
- měření tvrdosti malých, vybraných oblastí zkoušeného vzorku;
- měření mikrotvrdosti a identifikaci strukturních složek a fází;

- hodnocení vrstev po chemicko-tepelném zpracování (poskytuje informace o rozložení difuzních vrstev);
- měření tvrdosti velmi tenkých kovových a jiných anorganických povlaků;
- hodnocení svarových spojů;
- pro hodnocení oduhličujících se procesů;
- studium difúzních pochodů;
- měření křehkých materiálů;
- měření hloubky povrchových vrstev

Oblast pro reálné použití zkoušky mikrotvrdosti je velmi široká. Za zmínění stojí zjišťování tvrdosti v oblasti břitu nástroje či v blízkosti hrany, zjišťování tvrdosti jemných drátů, nejjemnějších plechů, povrchových tvrdých vrstev, pokovených předmětů, ochranných nátěrů atd [45].

Pro zkoušky mikrotvrdosti se používají výhradně vnikací metody s diamantovým indentorem. Přichází tedy v úvahu metody podle Vickersova, Knoopova nebo Bierkovičova [46].

Zkouška mikrotvrdosti dle Vickerse

Zkouška makrotvrdosti podle Vickerse je předepsána evropskou normou ČSN EN ISO 6507-1, dále je dělena pro tři rozdílné oblasti zkušebního zatížení, viz Tab. 3 [47].

Tab. 3 Tvrdost podle Vickerse - oblast zkušebních zatížení pro kovové materiály [47]

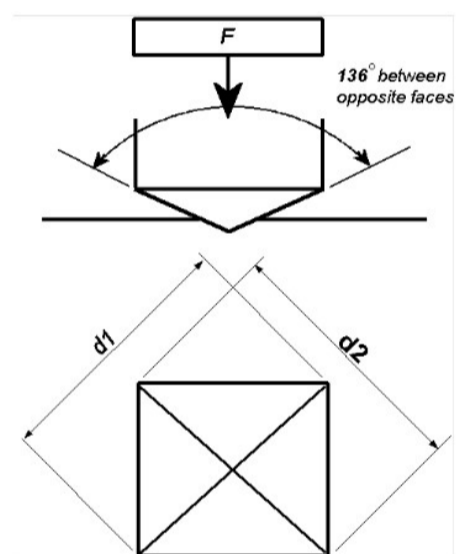
Zkušebního zatížení, F [N]	Symbol tvrdosti	Specifikace použití dle ČSN EN ISO 6507-1
-------------------------------	-----------------	--

$F \geq 49,03$	$\geq HV 5$	Zkouška tvrdosti dle Vickerse
$1,961 \leq F < 49,03$	HV 0,2 až HV 5	Zkouška tvrdosti dle Vickerse (nízké zatížení)
$0,09807 \leq F < 1,961$	HV 0,01 až HV 0,2	Zkouška mikrotvrdosti dle Vickerse

Principem zkoušky je vtlačování diamantového tělesa, indentoru, ve tvaru pravidelného čtyřbokého jehlanu se čtvercovou základnou s vrcholovým úhlem 136° , tak jak je naznačeno na Obr. 11. Indentor je vtlačován do povrchu zkoušeného vzorku a následně je měřena úhlopříčka vtisku. Podle Vickerse je mikrotvrdost definována jako poměr zkušebního zatížení k ploše otisku, který se uvažuje jako pravidelný čtyřboký jehlan se čtvercovou základnou a s vrcholovým úhlem rovným úhlu vnikajícího tělesa, s vrcholovým úhlem 136° . Oblast zkušebních zatížení pro mikrotvrdost je znázorněna v Tab. 4 [44] [48].

Tab. 4 Oblast zkušebních zatížení pro zkoušku mikrotvrdosti dle Vickerse [48]

Zkouška mikrotvrdosti podle Vickerse	
Symbol tvrdosti	Zkušebního zatížení F [N]
HV 0,01	0,09807
HV 0,015	0,1471
HV 0,02	0,1961
HV 0,025	0,2942
HV 0,05	0,4903
HV 0,1	0,9807



Obr. 11 Princip zkoušky tvrdosti dle Vickerse [59]

Zkouška mikrotvrdosti podle Knoop

Zkouška tvrdosti podle Knoop pro kovové materiály je předepsána mezinárodní normou ČSN EN ISO 4545, kde je zkušební zatížení do 9,807 N. Knoopova zkouška tvrdosti je určena pro měření velmi tenkých (např. nitridovaných) vrstev, protože u této metody je poměr délky úhlopříčky k hloubce vtisku 30:1 (u metody Vickers je 7:1) [44] [48].

Metoda je založena na vtlačování diamantového indentorového tělesa ve tvaru čtyřbokého jehlanu s vrcholovými úhly 172,5 ° a 130 ° do zkušebního materiálu definovanou silou.2)

Výsledný vtisk má tvar kosočtverce a na rozdíl od metody Vickersovi se měří pouze delší úhlopříčka [44] [48].

Tvrdost podle Knoop je následně vyjádřena jako poměr zkušebního zatížení k ploše vtisku, který se uvažuje jako jehlan s kosočtverečnou základnou a s vrcholovými úhly rovnající se úhlem vnikajícího tělesa:

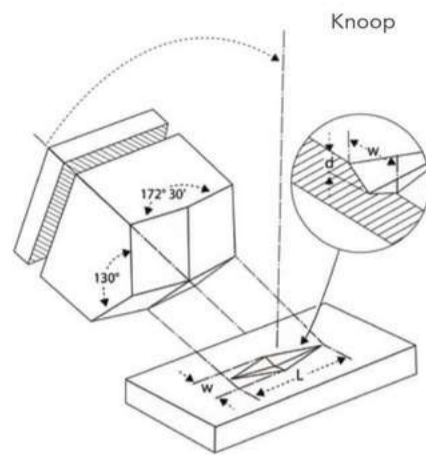
$$HK = 0,102 \cdot \frac{F}{l^2 \cdot c} = 0,102 \cdot \frac{F}{l^2 \cdot 0,07028} = 1,451 \cdot \frac{F}{l^2} \quad (4) [44]$$

Kde, l je délka úhlopříčky, F zkušební zatížení a c je konstanta vstupujícího tělesa.

Tvrdost podle Knoop se označuje symbolem HK, za kterým následuje číslice charakterizující velikost zkušebního zatížení a doba působení zkušebního zatížení v sekundách [44] [48].

Stejně jako v případě měření tvrdosti podle Vickerse, je nutné přesné měření úhlopříčky vtisku. Zkoumaný zkušební vzorek musí mít hladký a rovný povrch, bez mastnot a nečistot. Hodnocený vzorek se tedy připravuje jako metalografický výbrus, kde nesmí dojít k deformačnímu nebo tepelnému ovlivnění povrchu. Běžně se příprava provádí broušením za mokra a leštěním na diamantových pastách, případně elektroleštěním. Každý materiál má přiřazenou vhodnou přípravu vzorku. Vzorek musí být upnut tak, aby nebyl umožněn žádný jeho pohyb během zkoušky [44] [48].

Princip zkoušky spočívá v tom, že indentor se zatlačuje do zkušebního tělesa s předem určeným zkušebním zatížením směřujícím kolmo k jeho povrchu. Doba cyklu zatěžování až do jeho plné hodnoty nesmí překročit čas 10 sekund. Podstata zkoušky mikrotvrdomosti s se znázorněnými vrcholovými úhly jehlanu podle Knoop je na Obr. 12 [44] [48].



Obr. 12 Podstata zkoušky mikrotvrdomosti [60]

Další zkoušky mikrotvrdomosti

Další používaná zkouška mikrotvrdomosti je například zkouška mikrotvrdomosti podle Chruščova a Berkoviče. Metoda Chruščova a Beřkovic je založena na podobném principu jako metoda Vickersova. Zkušební těleso je vtlačováno stejným způsobem, leč oproti Vickersově metodě, má indentor tvar trojbokého jehlanu o úhlu 65°. Hodnota mikrotvrdomosti se stanoví ze vzorce (5) [44].

$$H_{Ch} = \frac{1570 \cdot F}{l^2}$$

(5) [44]

kde F značí zatížení na jehlan v kilogramech, l výšku změřenou na trojúhelníkovém otisku. Výhodou této metody je ve výrobě indentoru uvedeného tvaru, výroba je jednodušší než

výroba Vickersova indentoru. Zmíněný tvar indentoru je také méně citlivý na nárazy a nešetrné zacházení. Další výhodou je možné větší provozní namáhání [44].

3. EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

3.1. Nástrojová ocel X37CrMoV5-1

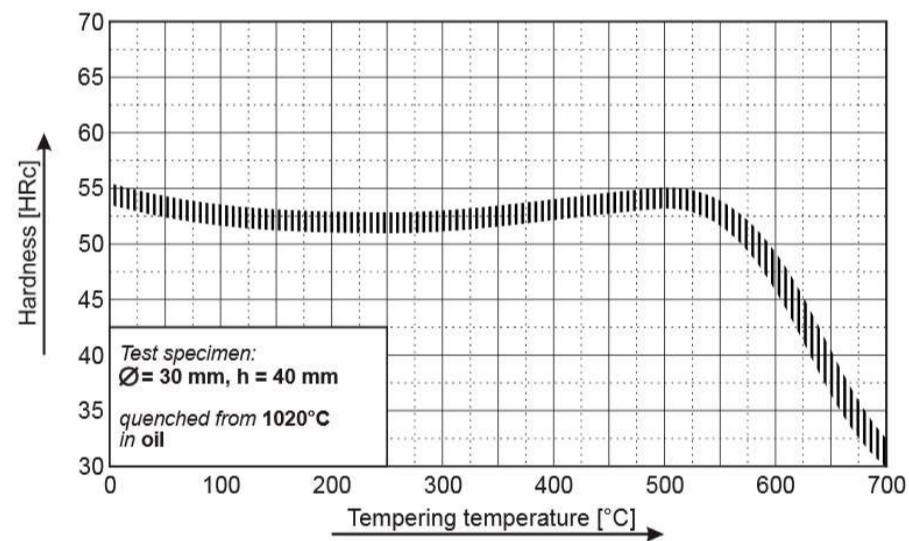
Jedná se o středně legovanou nástrojovou ocel pro práci za tepla s velmi dobrou houževnatostí a odolností proti opotřebení za tepla, vysokou pevností za tepla a malou rozměrovou deformací při tepelném zpracování, v žíhaném stavu je dobře obrobitelná.

Používá se pro stříhací nástroje, nástroje pro tváření kovů za tepla, nástroje pro kovací stroje, výrobu šroubů a zápustek, formy pro tlakové lití neželezných kovů, formy pro plasty s vysokou zátěží, vložky do forem, formy pro tlakové vstřikování velkých rozměrů houževnaté díly a nástroje také pro práci za studena [49].

V Tab. 5 je značení oceli X37CrMoV5-1 dle platných norem a dle výrobce.

Tab. 5 Značení oceli X37CrMoV5-1 [49] [50]

EN ISO 4957	EN 10027	Bogner	ASTM A681
X37CrMoV5-1	1.2343	PG1	H11 nebo T20811



Obr. 13 Popouštěcí diagram oceli X37CrMoV5-1 [58]

Ocel X37CrMoV5-1 se dodává ve stavu žíhaném na měkko, kdy by tvrdost měla dosahovat 229 HB. Pro tepelné zpracování jsou pro kalení doporučovány teploty 1000 - 1050 °C. Pro následné popouštění je doporučováno výrobcem popouštění při teplotách 550-700 °C [49], tak jak je znázorněno na popouštěcím diagramu na Obr. 13. Popouštěcí diagram na Obr. 13 odpovídá vzorku o průměru 30 mm a délce 40 mm, kaleného z teploty 1020 °C v oleji.

Díky svému chemickému složení je nástrojová ocel X37CrMoV5-1 vhodná pro další zpracování povrchu, a to konkrétně pro nitridaci, tuto skutečnost podporuje řada prací, které se zabývají výzkumy této oceli v rámci plazmové nitridace, jako třeba práce [39] nebo [40]. Obě tyto práce jsou zmíněny v kapitole 3.2. V Tab. 6 je pak uvedeno chemické složení oceli X37CrMoV5-1 dle ČSN EN ISO 4957.

Tab. 6 Chemické složení oceli X37CrMoV5-1 dle normy ČSN EN ISO 4957

	C	Mn	Si	P _{max.}	S _{max}	Cr	Mo	V
%	0,33- 0,41	0,25-0,5	0,8-1,2	0,03	0,02	4,8-5,5	1,1-1,5	0,3-0,5

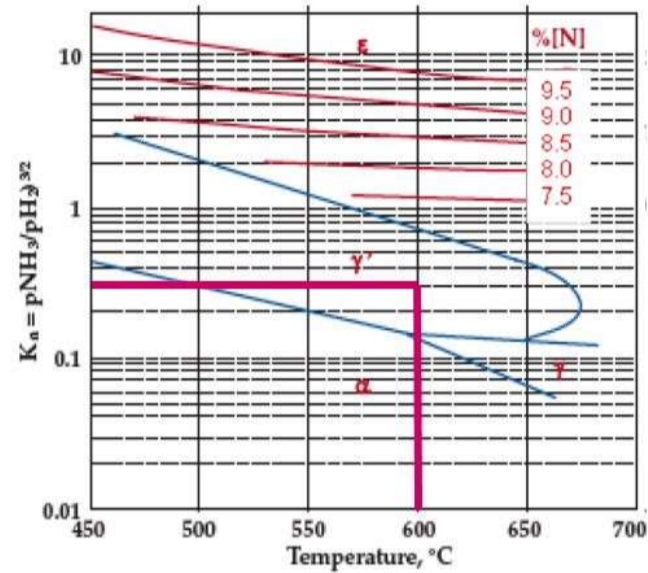
3.2. Experimentální metody zkoumání nitridovaných vrstev

V práci [51] bylo zjištěno, že pro fázovou stavbu nitridační vrstvy je velmi důležitý nitridační potenciál K_n definovaný vztahem (6) [51]:

$$K_n = \frac{p_{NH_3}}{p_{H_2}^{3/2}} \quad (6) [51]$$

Kde p je parciální tlak jednotlivých složek disociační reakce. Pro kontrolu nitridačního potenciálu při procesu plazmové nitridace je třeba měřit množství NH_3 nebo H_2 pomocí

analyzátorů plynu. Jaká bude fázová stavba nitridovaného povrchu umožňuje zjistit Lehrerův diagram, který charakterizuje závislost nitridačního potenciálu K_n na teplotě [51]. Lehrerův diagram pro čisté železo je na Obr. 14. Z Obr. 14 plyne, že pokud například nitridační potenciál bude $K_n = 0,3$ a teplota nitridace $600\text{ }^\circ\text{C}$, pak v nitridační vrstvě nebude přítomna ϵ fáze (červená čára).

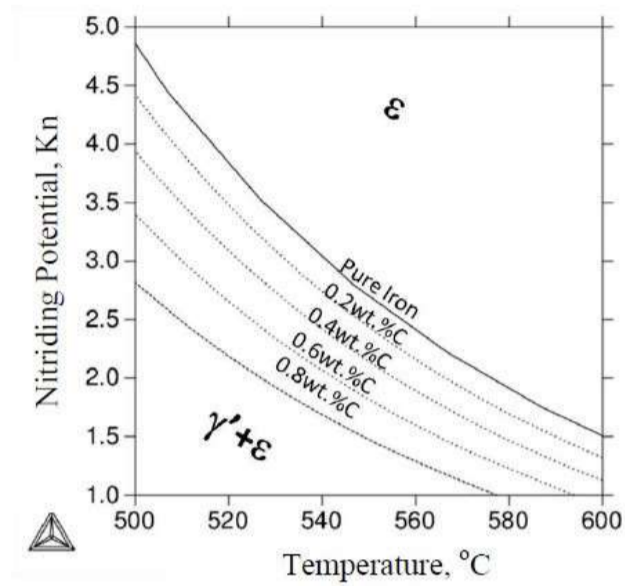


Obr. 14 Lehrerův diagram závislosti K_n na teplotě pro čisté železo [51]

Bílá (sloučeninová) vrstva je většinou tvořena ϵ fází, která se skládá z precipitátů $\text{Fe}_2\text{-3N}$. Literatura [38] této vrstvě přikládá spíše pozitivní vlastnosti, ale její výskyt není vždy žádoucí. Tato vrstva vykazuje dobré kluzné vlastnosti a odolnost proti korozi v různých prostředích, vykazuje ale také vysokou tvrdost, a proto není vhodná pro aplikaci na tvářecí nástroje jako je lisování hliníkových profilů. V případě nitridace v plynném prostředí může docházet ke vzniku γ' fáze (mřížka FCC) a ϵ fáze (mřížka HCP), a právě z důvodu rozdílných

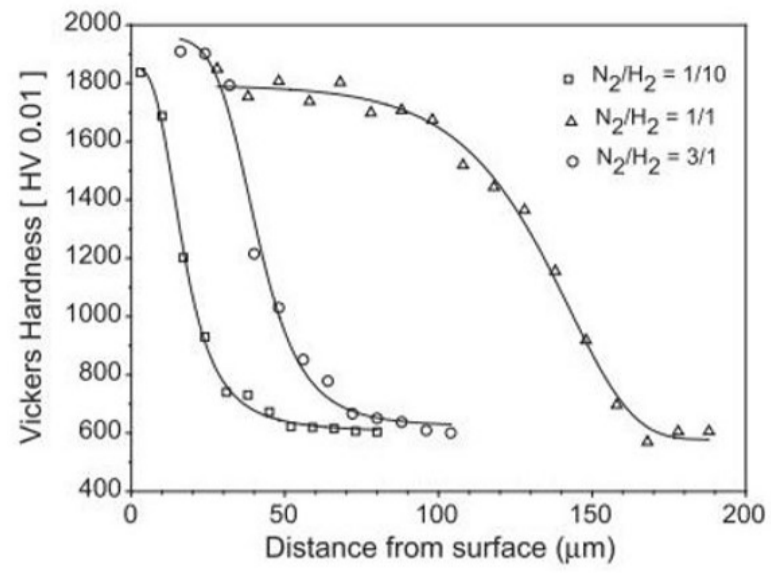
krystalických mřížek může vznikat mezi těmito vrstvami vnitřní pnutí, které vede ke vzniku mikroplastických trhlin.

Každá ocel má svůj specifický Lehrerův diagram. Jeho důležitost spočívá v tom, že volbou nitridační potenciálu K_n a teploty nitridace můžeme získat požadovanou fázovou stavbu příslušné nitridované oceli. Na Obr. 15 je dokumentována změna charakteru Lehrerova diagramu v závislosti na obsahu uhlíku.



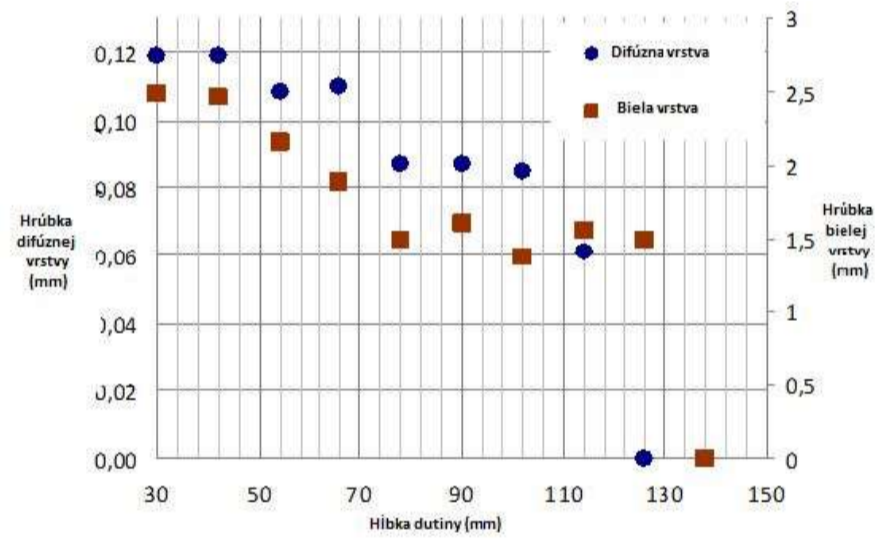
Obr. 15 Závislost Lehrerova diagramu na obsahu uhlíku v oceli

Jako příklad vlivu složení nitridační atmosféry na hodnoty mikrotvrdosti nitridované vrstvy měřené od vzdálenosti vrstvy k povrchu u oceli 18CrNiMo7-6 lze uvést výsledky práce [52] na Obr. 16.



Obr. 16 Závislost HV0,01 na vzdálenosti od povrchu pro různé poměry N₂ / H₂ [52]

Problematice zkoumání nitrídaných vrstev, vzniklých plazmovou nitrací, se zabývala např. autorka práce [24], která zjistila, že je možné nitrídat i dutiny v nástrojích - jako příklad experimentálně získaných hodnot v různých hloubkách dutin u experimentální oceli PO 209 (chemické složení odpovídá oceli 32CrMoV12-10) je uveden na Obr. 17.

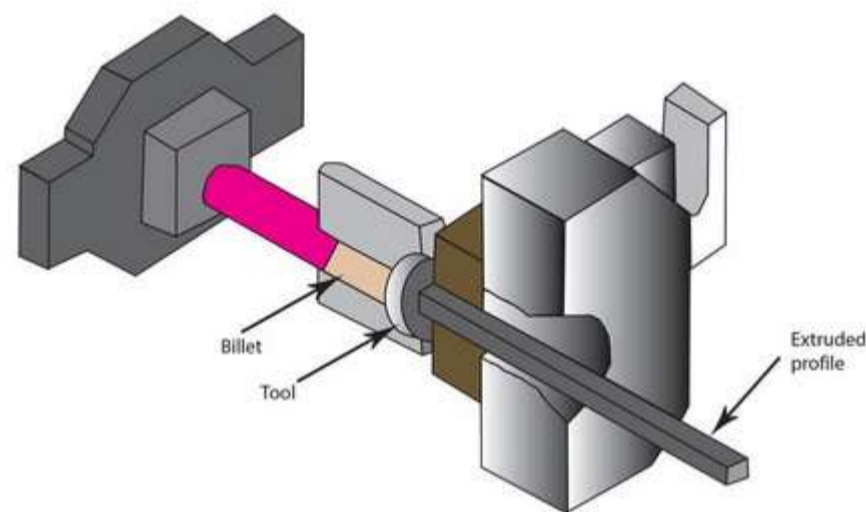


Obr. 17 Závislost tloušťky bílé (složené) a difúzní vrstvy na hloubce dutiny [24]

Optimalizací plazmové nitridace se zabývala i práce [53] předmětem zkoumání zde byla nástrojová rychlořezná ocel M2 (1.3343), která byla zušlechtěna a následně deponována vrstvou TiN. Byla zjištěna lepší adheze při absenci sloučeninové vrstvy.

3.3. Materiálové analýzy dodaných vzorků

Předložený experiment zkoumal parametry plazmové nitridace a hledal její vhodné parametry pro získání požadované tloušťky difúzní vrstvy 0,25 mm bez přítomnosti tzv. bílé ϵ fáze. Vzorky nástrojové oceli X37CrMoV5-1 byly dodány zadavatelem z průmyslu, který si nepřála být jmenována. Dodané vzorky nástrojové oceli X37CrMoV5-1 zadavatel používá na nástroje pro lisování profilů z Al slitin za tepla. Lisování je postup, využívaný k výrobě hliníkových profilů, který umožňuje vytvářet mnoho nových možností s ohledem na konstrukci a návrh profilů. Když lisovaný hliníkový profil opouští nástroj, je ochlazen vodou nebo vzduchem, a poté se profily táhnou, princip výroby hliníkového profile je na Obr. 18 [54].



Obr. 18 Zjednodušené schéma nástroje pro výrobu hliníkových profilů [54]

Chemické složení oceli X37CrMoV5-1 udané normou je prezentováno v Tab. 6.

Zadavatelem bylo dodáno celkem 30 vzorků. Všechny tyto vzorky byly dodány v zušlechtěném stavu, viz Tab. 7, tak aby byla zajištěna potřebná úroveň tvrdosti i pod nitridovanou vrstvou (tzv. do jádra). Všechny předmětné vzorky z nástrojové oceli X37CrMoV5-1 byly kaleny při 1020 °C po dobu 40 minut v oleji. Poté byly vysokoteplotně popuštěny při teplotě 610 °C po dobu 2 hodin na vzduchu s uvedenou výslednou tvrdostí 48 HRC. Parametry popouštění jsou v souladu s popouštěcím diagramem pro nástrojovou ocel X37CrMoV5-1, kalenou v oleji, viz Obr. 13.

Protože všech 30 vzorků bylo zušlechťováno za stejných parametrů, bylo (po zušlechtění) vybráno pět referenčních vzorků, které se dále nenitridovaly. Na referenčních vzorcích se provedlo 5 měření tvrdosti dle Rockwella, kde se ověřovalo, zda tvrdost opravdu odpovídá uváděné tvrdosti 48 HRC.

Zbýlých 25 vzorků bylo rozděleno do 5 skupin po 5 vzorcích, rozdělení zkušebních vzorků je v Tab. 7.

Volba parametrů plazmové nitridace

Na základě poznatků zjištěných z prací [51] [52], zkoumající parametry plazmové nitridace v kapitole 3.2, byly navrženy parametry procesu plazmové nitridace pro předmětnou nástrojovou ocel X37CrMoV5-1, s požadavkem na eliminaci tzv. bílé vrstvy.

Protože pro tuto ocel X37CrMoV5-1 není dosud k dispozici tzv. Lehrerův diagram, parametry plazmové nitridace pro nástrojovou ocel X37CrMoV5-1 byly zvoleny na základě obsahu uhlíku v oceli X37CrMoV5-1 podle diagramu na Obr. 15. V závislosti na obsahu uhlíku v oceli X37CrMoV5-1 pak byly zvoleny parametry plazmové nitridace z diagramu na Obr. 15, teplota nitridace bylo zvolena na úrovni 510° C, nitridační potenciál jako $K_n=4$ a tlak 3,5 mbar.

Pro každou skupinu, resp. pěti, vzorků byla zvolena jiná doba nitridace, a to 2, 3, 4, 5 a 6 hodin. Konkrétní rozdělení analyzovaných vzorků s jejich příslušnou dobou nitridace je popsáno v Tab. 7.

Tab. 7 Označení zkušebních vzorků z oceli X37CrMoV5-1

Označení souboru vzorků	Teplota nitridace [° C]	Doba nitridace [h]
S2	510	2
S3		3
S4		4
S5		5
S6		6



Obr. 19 Nitridační zařízení LD-30A

Podíl plynů, použitých při experimentu u plazmové nitridace, je uveden v Tab. 8. Podíl nitridačních plynů (viz Tab. 8) byl zvolen jednak na základě poznatků z teorie tak i ze zkušeností dodavatele vzorků. Samotná nitridace probíhala v zařízení LD-30A, které je uvedeno na Obr. 19.

Tab. 8 Podíly plynů při plazmové nitridaci oceli X37CrMoV5-1

N ₂ [l/hod.]	Ar [l/hod.]	H ₂ [l/hod.]
26	0,5	7

Měření mikrotvrdosti dle Vickerse

Další část experimentů byla zaměřena na detekci tloušťky nitridované vrstvy, což bylo analyzováno metodou měření mikrotvrdosti podle Vickerse (viz kapitola 2.3) s využitím automatizovaného mikrotvrdoměru LECO LM247AT se software AMH43.

Zatížení bylo zvoleno 0,05 kg po dobu 10 sekund. Krok jednotlivých vpichů byl nastaven na 0,01 mm. Všechna měření byla provedena za stejných podmínek. Na každém vzorku bylo provedeno měření mikrotvrdosti v závislosti na vzdálenosti od okraje.

Makrotvrdost referenčního vzorku byla měřena metodou dle Rockwella (stupnice C) na tvrdoměru Emcotest M4C 075 63. Indentorem byl diamantový kužel s vrcholovým úhlem 120° a poloměrem zaoblení špičky 0,2 mm. Parametry zkoušky byly: Předzatížení 98,10 N, Hlavní zatížení 1471 N. Doba před zatížení 1 s, doba hl. Zatížení 5 s. Zkouška byla provedena dle normy ČSN EN ISO 6508-1.

Poté byl charakter nitridovaných vrstev u vybraných vzorků zkoumán, resp. verifikován ve světelném mikroskopu OLYMPUS GX51.

4. VÝSLEDKY A JEJICH DISKUSE

V rámci měření byla provedena zkouška makrotvrlosti u pěti referenčních vzorků z oceli X37CrMoV5-1. Bylo provedeno celkem 5 měření, z nichž bylo získáno 5 hodnot, ze kterých byl vypočten aritmetický průměr (pomocí aplikace excel). Průměrná naměřená tvrdost referenčního vzorku pouze po tepelném zpracování byla 48,2 HRC, hodnota byla poté zaokrouhlena na 48 HRC.

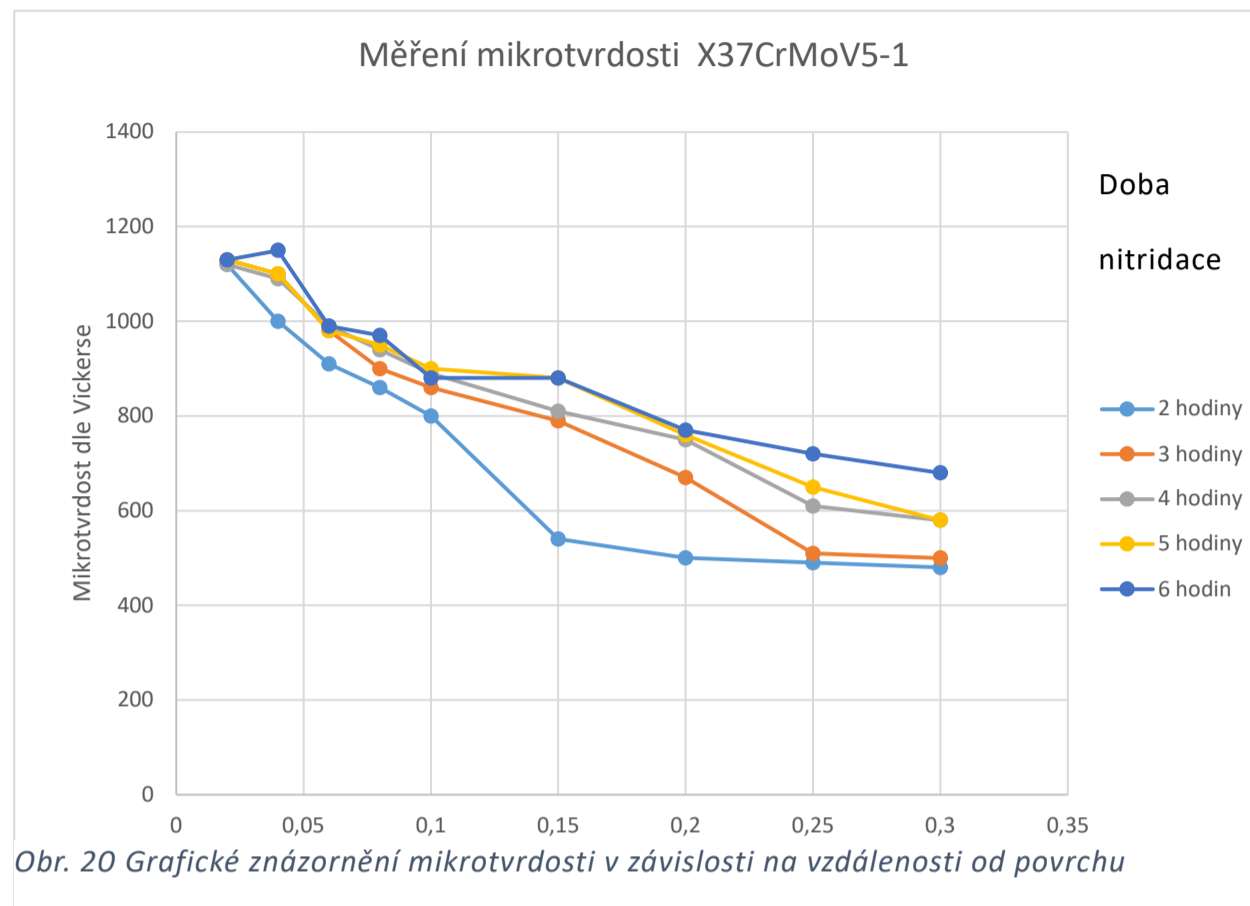
U všech pěti skupin plazmově nitridovaných vzorků byla změřena mikrotvrdot dle Vickerse. Z každé skupiny vzorků byly hodnoty mikrotvrdot zprůměrovány v aplikaci excel a poté zdokumentovány v Tab. 9. Získané hodnoty mikrotvrdoti byly v rozsahu od 1130 HV (odpovídá 70 HRC) až do 500 HV (odpovídá 48 HRC). Hodnoty z Tab. 9 byly poté vyneseny do grafu na Obr. 20.

Tab. 9 Hodnoty mikrotvrdoti u oceli X37CrMoV5-1 po plazmové nitridaci

Doba nitridace [h]	Vzdálenost od povrchu [mm]	0,02	0,04	0,06	0,08	0,1	0,15	0,2	0,25	0,3
2	HVO,05	1120	1000	910	865	800	540	500	490	480
3		1130	1100	980	900	860	790	670	510	500
4		1120	1090	990	945	890	810	750	610	580
5		1130	1155	980	955	900	880	760	650	580
6		1130	1150	990	970	880	880	770	72	680

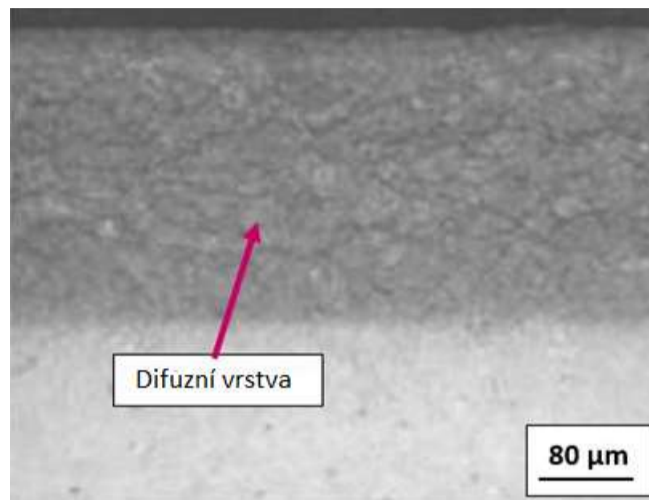
Z grafu na Obr. 20 je patrné, že všechny vzorky měly při vzdálenosti 0,02 mm od povrchu přibližně podobnou mikrotvrdot. Dále je zajímavé, že všechny vzorky, kromě vzorků

nitridovaných po dobu 2 hodiny, měly při vzdálenosti 0,06 mm od povrchu téměř shodnou mikrotvrdot, ale dále se již s rostoucí vzdáleností od povrchu zvětšoval i rozdíl v hodnotách mikrotvrdoti mezi vzorky. Nejvyšší mikrotvrdoti při nejdelší vzdálenosti od povrchu vykazoval vzorek s nejvyšší dobou nitridace.



Dle zadání předložené diplomové práce bylo požadováno najít takové parametry plazmové nitridace, které by zajistily požadovanou hloubku nitridované vrstvy, a to 0,25 mm. Podle práce [19] hodnotě tvrdosti základního materiálu po uvedeném tepelném zpracování s tvrdostí 48 HRC odpovídá mikrotvrdot dle Vickerse jako HV_{0,05} ≈ 494 - 498. Lze konstatovat, že tvrdosti 494 – 498 HV_{0,05} ve vzdálenosti od povrchu 0,25 mm přibližně vyhovovaly dvě skupiny vzorků, a to vzorky ze souboru S2 a S3. Vzhledem k tomu, že tvrdost v hloubce 0,25 měla být minimálně 48 HRC, lze právě vzorky ze souboru S3 považovat jako optimální výsledek provedených analýz.

Dalším požadavkem, který bylo nutné ověřit, byla absence tzv. bílé ϵ fáze v nitridační vrstvě. Proto byly vybrány vzorky ze souboru S3 a zkoumány pomocí světelné mikroskopie. Výsledky lze sledovat na Obr. 21, z něhož je patrné, že soubor S3 opravdu nevykazuje

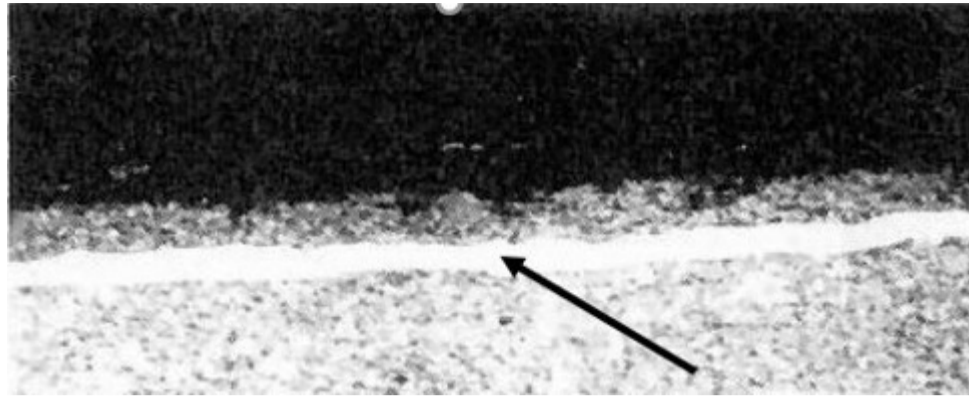


Obr. 21 Snímek oceli X37CrMoV5-1 s vytvořenou nitridovanou vrstvou, vzorek ze souboru S3

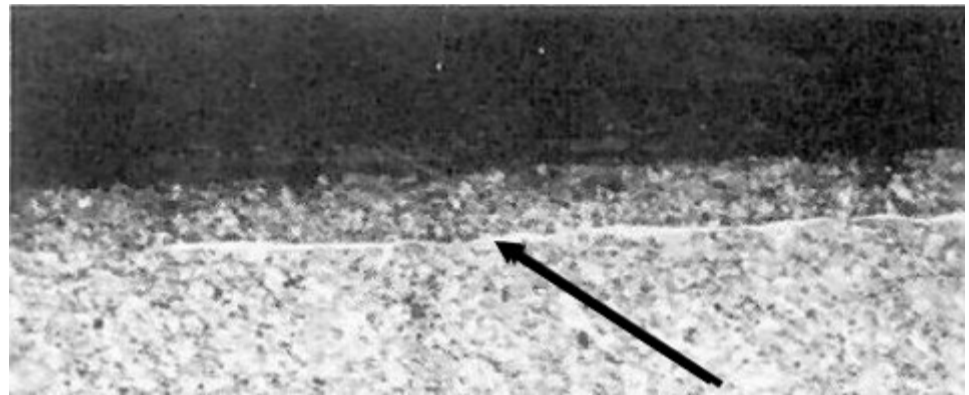
přítomnost ϵ -fáze. Lze předpokládat, že difuzní vrstva se skládá z fáze α , která je charakterizovaná např. v práci [24]. Lze rovněž konstatovat, že parametry nitridace, které byly navrženy pro plazmovou nitridaci vzorků ze souboru S3, vyhovují cílům zadání této práce.

Na dokreslení toho, že parametry nitridace mají zásadní vliv z hlediska jejich nastavení, byl realizován na referenčních vzorcích (rovněž posléze nitridovaných) proces tzv. „difuzního rozpouštění“ ϵ -fáze. Parametry procesu na těchto referenčních vzorcích při difuzním rozpouštění se měnily v rozmezí 5, 10 a 120 minut, viz Obr. 22. Z přiložených snímků (viz Obr. 22) je rovněž patrné, že dusík jakožto intersticiální prvek, lze poměrně rychle difuzně přerozdělovat - z bílé (epsilon) vrstvy do vrstvy difuzní, která je situována pod ní.

a)



b)

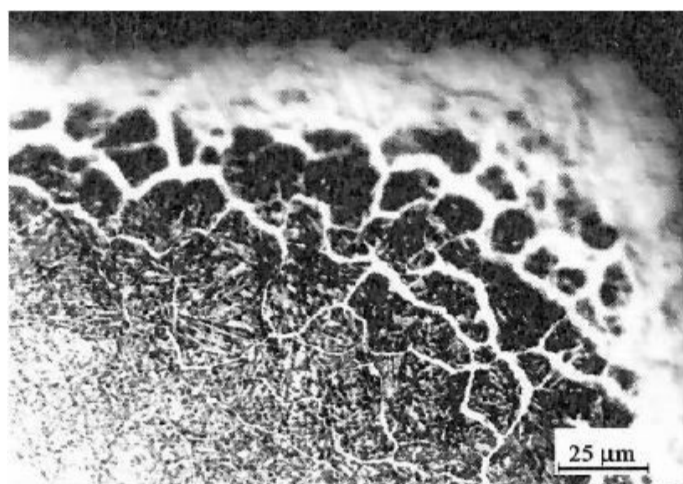


c)

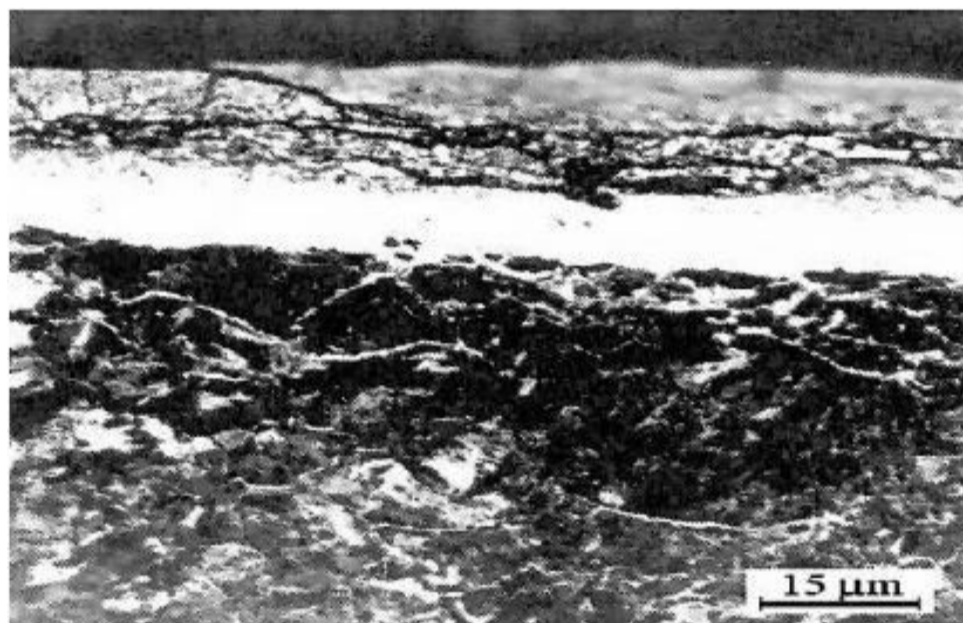


Obr. 22 Dokumentace procesu difúzního rozpouštění tzv. bílé ϵ -fáze (viz šipka) u oceli X37CrMoV5-1, po předchozí plazmové nitridaci.

Nad rámec zadání této diplomové práce bylo provedeno porovnání získaných výsledků s nežádoucí tvorbou tzv. síťové fáze ϵ po hranicích původních austenitických zrn, kde jsou vhodné podmínky pro difúzi dusíku, a to u oceli W400 (1.2343), viz Obr. 23 a Obr. 24. Jedná se o dokumentaci negativního jevu, který u tvářecích nástrojů pro práci za tepla způsobuje razantní snížení jeho životnosti. Bylo sledováno (u dodavatele těchto vzorků), že tato struktura výrazně snižuje životnost nástroje při cyklickém tepelném namáhání, což se týká v podstatě i problematiky této práce.



Obr. 23 Síťová fáze ϵ po hranicích původních austenitických zrn.



Obr. 24 Síťová fáze ϵ po hranicích původních austenitických zrn u oceli W400.

Dále byla, rovněž nad rámec zadání této práce, sledována tvorba fáze ϵ v lokalitě karbidů, jichž je právě v legovaných ocelích dostatek i v podpovrchové vrstvě, jak dokládá snímek na Obr. 25 (pro ocel 1.2080). Jedná se o další důležitý poznatek, získaný při studiu procesu plazmové nitridace, s výrazným dopadem do technické praxe.



Obr. 25 Přítomnost ϵ -fáze v okolí karbidů orientovaných rovnoběžně s povrchem.

Lze tedy závěrem konstatovat, že v procesu plazmové nitridace významně rozhodují o charakteru struktury jednotlivé parametry a podmínky, za nichž byla plazmová nitridace realizována.

5. ZÁVĚRY

- Cílem práce bylo navrhnout parametry procesu plazmové nitridace u oceli X37CrMoV5-1 s požadovanou hloubkou difuzní vrstvy 0,25 mm a bez výskytu ϵ -fáze, na základě teoretických analýz, ale s využitím poznatků z praxe.
- Bylo zjištěno, že tloušťka nitridované vrstvy je pro každý materiál specifická a závisí na chemickém složení daného materiálu a také na parametrech, které do procesu nitridace vstupují. Z hlediska vlivu parametrů nitridace na tloušťku vrstvy má velký vliv doba nitridace a teplota (difúzní procesy). Z tohoto důvodu byla v práci pozornost věnována návrhu právě těchto 2 parametrů.
- Na základě zkoušek mikrotvrdomosti dle Vickerse bylo zjištěno, že výchozí tvrdosti v hloubce 0,25 mm vyhovovaly 2 skupiny vzorků, parametry nitridace se u obou skupin vzorků lišily pouze v době nitridace, jedna skupina vzorků byla nitridována 2 hodiny a druhá pak po dobu 3 hodiny. Vzhledem k tomu, že tvrdost v hloubce 0,25 měla být minimálně 48 HRC, lze jako optimální výsledek považovat vzorky ze skupiny S3. Vzorek ze skupiny vzorků S3 byl studován pomocí světelné mikroskopie a bylo zjištěno, že vyhovuje požadavku na eliminaci ϵ -fáze.
- Pro dosažení difuzní vrstvy o hloubce 0,25 mm, a bez přítomnosti ϵ -fáze v oceli X37CrMoV5-1, byly navrženy a verifikovány konkrétní parametry procesu plazmové nitridace. Teplota plazmové nitridace byla navržena na úrovni 510 °C, doba nitridace byla 3 hodiny, složení nitridační atmosféry pak 26 [l/hod.] N₂, 0,5 [l/hod.] Ar, 7 [l/hod.] H₂ a nitridační potenciál byl Kn=4.
- Zadavatel nyní ve výrobních podmínkách úspěšně aplikuje takto navržený optimalizovaný proces plazmové nitridace na nástroje z oceli X37CrMoV5-1 pro lisování profilů z Al slitin (tvářením za tepla).

- Lze tedy konstatovat, že vytyčené cíle práce byly beze zbytku splněny.

Seznam obrázků

Obr. 1 Struktura nástrojové oceli X210Cr12 v dodaném stavu po žíhání na měkko [56]	18
Obr. 2 Rovnovážný diagram metastabilní soustavy Fe-Fe ₃ C [55]	19
Obr. 3 Závislost teploty M _s a M _f na obsahu uhlíku v oceli [20]	22
Obr. 4 Vliv uhlíku na množství zbytkového austenitu u uhlíkových ocelí (dolní křivka) a u vysocelegovaných ocelí (horní křivka) [21]	23
Obr. 5 Vliv legur na množství zbytkového austenitu u oceli s 1% C [21]	23
Obr. 6 Porovnání hloubky nitridace v závislosti na čase [27]	28
Obr. 7 Ukázka doutnavého výboje [35]	35
Obr. 8 Složení nitridační vrstvy [57]	36
Obr. 9 Princip plazmové nitridace [36]	36
Obr. 10 Vliv doby nitridace na mikrostrukturu oceli 1.3343 [41]	39
Obr. 11 Princip zkoušky tvrdosti dle Vickerse [59]	42
Obr. 12 Podstata zkoušky mikrotvrdosti [60]	44
Obr. 13 Popouštěcí diagram oceli X37CrMoV5-1 [58]	46
Obr. 14 Lehrerův diagram závislosti Kn na teplotě pro čisté železo [51]	48
Obr. 15 Závislost Lehrerova diagramu na obsahu uhlíku v oceli	49
Obr. 16 Závislost HV _{0,01} na vzdálenosti od povrchu pro různé poměry N ₂ / H ₂ [52]	50
Obr. 17 Závislost tloušťky bílé (složené) a difúzní vrstvy na hloubce dutiny [24]	50
Obr. 18 Zjednodušené schéma nástroje pro výrobu hliníkových profilů [54]	51
Obr. 19 Nitridační zařízení LD-30A	53
Obr. 20 Grafické znázornění mikrotvrdosti v závislosti na vzdálenosti od povrchu	56

Obr. 21 Snímek oceli X37CrMoV5-1 s vytvořenou nitridovanou vrstvou, vzorek ze souboru S3.....	57
Obr. 22 Dokumentace procesu difúzního rozpouštění tzv. bílé ϵ -fáze (viz šipka) u oceli X37CrMoV5-1, po předchozí plazmové nitridaci.	58
Obr. 23 Síťová fáze ϵ po hranicích původních austenitických zrn.	59
Obr. 24 Síťová fáze ϵ po hranicích původních austenitických zrn u oceli W400.	59
Obr. 25 Přítomnost ϵ -fáze v okolí karbidů orientovaných rovnoběžně s povrchem.	60

Seznam tabulek

Tab. 1 Maximální povolené množství legujících prvků v nelegovaných nástrojových ocelích [12].....	14
Tab. 2 Chemické složení oceli 1.2379 [33].....	30
Tab. 3 Tvrdost podle Vickerse - oblast zkušebních zatížení pro kovové materiály [47]	41
Tab. 4 Oblast zkušebních zatížení pro zkoušku	42
Tab. 5 Značení oceli X37CrMoV5-1 [49] [50].....	46
Tab. 6 Chemické složení oceli X37CrMoV5-1 dle normy ČSN EN ISO 4957	47
Tab. 7 Označení zkušebních vzorků z oceli X37CrMoV5-1	53
Tab. 8 Podíly plynů při plazmové nitridaci oceli X37CrMoV5-1	53
Tab. 9 Hodnoty mikrotvrdosti u oceli X37CrMoV5-1 po plazmové nitridaci	55

Použitá literatura

- [1] AHUJA, Kunal a Kritika MAMTANI. Tool Steel Market Size By Material (Tungsten, Chromium, Vanadium, Molybdenum), By Product Class (Cold-Work, Hot-Work, High Speed, Plastic Mold), By Application (Injection Molding, Die Work, Forging), By End-Use (Automotive, Aerospace, Food & Packaging), Industry Analysis Report, Regional Outlook, Application Potential, Price Trends, Competitive Market Share & Forecast, 2018 - 2024. *Global Market Insights*. 2018, 190.
- [2] FREMUNT, Přemysl, Jiří KREJČÍK a Tomáš PODRÁBSKÝ. *Nástrojové oceli*. Vyd. 1. Brno: Dům techniky Brno, 1994.
- [3] KRAUS, Václav. *Tepelné zpracování a slinování*. 3. vyd. Západočeská univerzita v Plzni, 2013. ISBN 978-80-261-0260-1.

- [4] *European Steel Technology Platform – ESTEP* [online]. 2018 [cit. 2021-02-06].
Dostupné z: <https://www.estep.eu/assets/SRA-Update-2017Final.pdf>
- [5] ZIEGER, B. *VACUUM-HEAT-TREATMENT OF HOT-WORKSTEEL: 6th International Tooling Conference*. Sweden: Karlstad University, 2002. Str. 643 – 655.
- [6] HRUBÝ, Vojtěch a Alois HOLEMÁŘ. *Katalog technologických listů iontové nitridace*. 1991. Brno: STROJTECH.
- [7] MICHNA, Štefan, Jarmila TRPČEVSKÁ a Iva NOVÁ. *Strojírenská technologie*. Ústí nad Labem: Univerzita J.E. Purkyně v Ústí nad Labem, 2012. ISBN 978-80-7414-501-8.
- [8] ČSN EN ISO 4957. *Nástrojové oceli*. Praha: Česká agentura pro standardizaci, 2019.
- [9] PTÁČEK, Luděk. *Nauka o materiálu II*. 2. opr. a rozš. vyd. Brno: CERM, 2002. ISBN 80-720-4248-3.
- [10] JURČI, Peter. *Tepelné zpracování nástrojových ocelí: Heat treatment of tool steels*. V Praze: České vysoké učení technické, 2005. ISBN 80-010-3370-8.
- [11] *Encyclopedia of materials: science and technology*. Editor K. H. J. BUSCHOW. Amsterdam: Elsevier, 2001. ISBN 978-0-08-043152-9.
- [12] ČSN EN 10027-1. *Systém označování ocelí*. Český normalizační institut, 2006.
- [13] PTÁČEK, Luděk. *Nauka o materiálu II*. 2. opr. a rozš. vyd. Brno: CERM, 2002. ISBN 80-7204-248-3.
- [14] RICHARDSON, Donald, Tadeusz BLANZYMSKI, Edward GREGORY, Allan HUTCHINSON a Leslie WYATT. *Manufacturing methods. Mechanical Engineer's Reference Book* [online]. Elsevier, 1994, s. 16-1-16-112 [cit. 2021-02-06]. ISBN 9780750611954.
Dostupné z: [doi:10.1016/B978-0-7506-1195-4.50020-8](https://doi.org/10.1016/B978-0-7506-1195-4.50020-8)

- [15] MACEK, Karel. *Kovové materiály*. 1. vyd. Praha: Česká technika - nakladatelství ČVUT, 2006. ISBN 8001035131.
- [16] SOBOTOVÁ, Jana. *Perspektivní nástrojové oceli*. Praha, 2016. ISBN 978-80-01-06051-3. Habilitační přednášky. ČVUT v Praze.
- [17] GRZESIK, Wit. *Advanced Machining Processes of Metallic Materials: Theory, Modelling, and Applications*. 2nd edition. 2017.
- [18] ČSN EN ISO 4957. *Nástrojové oceli*. Český normalizační institut, 2003.
- [19] JECH, Jaroslav. *Tepelné zpracování oceli: metalografická příručka*. 4. vyd. přeprac. a do-pln. Praha: SNTL, 1983.
- [20] SKÁLOVÁ, Jana, Vladislav MOTYČKA a Jaroslav KOUTSKÝ. *Nauka o materiálech*. 3. vyd. V Plzni: Západočeská univerzita, 2003. ISBN 80-7043-244-6.
- [21] MACHEK, Václav a Jaromír SODOMKA. *[Nauka o materiálu]*. V Praze: Nakladatelství ČVUT, 2006. ISBN 80-010-3379-1.
- [22] *HEAT TREATMENT OF UDDEHOLM TOOL STEELS* [online]. In: . [cit. 2021-02-06].
- [23] JURČI, Peter. *Nástrojové oceli ledeburitického typu*. Vyd. 1. Praha: Česká technika - nakladatelství ČVUT, 2009, 221 s. ISBN 978-80-01-04439-1.
- [24] GABČOVÁ, Miriam. *Chemicko tepelné spracovanie vnútorných povrchov vybranej ocele PO209*. Ostrava, 2014. Dizertační práce. VYSOKÁ ŠKOLA BÁŇSKÁ - TECHNICKÁ UNIVERZITA OSTRAVA. Vedoucí práce Zdeněk Jonšta.
- [25] Cementace v atmosférách. *Www.bodycote.com* [online]. [cit. 2021-02-07]. Dostupné z: <https://www.bodycote.com/cs/sluzby/tepelne-zpracovani/vytvrzovani-povrchu-s-naslednym-kalenim/cementace-v-atmosferach/>

- [26] *Měření vrstvy* [online]. [cit. 2021-02-07]. Dostupné z:
<https://www.kalirna.cz/cz/sluzby/39-mereni-vrstvy.html>
- [27] DAĐOUREK, Karel. *Vybrané technologie povrchových úprav*. Liberec: Technická univerzita v Liberci, 2007. ISBN ISBN978-80-7372-168-8.
- [28] JORDAN, D. Vacuum Nitriding of 4140 Steel,. *Heat Treating Progress*. 2008.
- [29] JORDAN, D. Furnace Produces Precision Nitrided Parts. *Heat Treating Progress*. 2009.
- [30] KULA, P. Non-steady State Approach to the Vacuum Nitriding for Tools. *Vacuum 88*. 2013.
- [31] PYE, D. *Practical nitriding and ferritic nitrocarburizing*. Ohio, 2003. ASM International materials park.
- [32] HOLEMÁŘ, A. a V. HRUBÝ. *Iontová nitridace v praxi*. Praha: SNTL, 1989.
- [33] *Uddeholm Sverker®21* [online]. 2019 [cit. 2021-02-12]. Dostupné z:
https://www.uddeholm.com/app/uploads/sites/49/2017/09/sverker-21-eng_p_0419-e13.pdf
- [34] JOSKA, Z. a J. KADLES. Plasma nitrided and PVD TiN coated X12CrNi18/8 steel surface. *13th International research/expert konference „Trends in the development of machinery and associated technology*. Bosna a Hercegovina: Univerzita Zenica, **2009**.
- [35] HRUBÝ, Vojtěch. *Ověřená technologie: nová technologie úpravy hlavních součástí pistolí : navržena v rámci řešení výzkumného záměru FVT 0000404 Výzkum a vývoj moderních materiálů a technologií pro aplikace u vojenské techniky*. Brno: Univerzita obrany, 2007. ISBN 978-80-7231-268-9.

- [36] DORAZIL, Eduard a Eva MÜNSTEROVÁ. *Speciální technologie I.* Praha: Mezinárodní organizace novinářů, 1990. ISBN 80-214-0227-X.
- [37] JANOVEC, Jiří, Jiří CEJP a Josef STEIDL. *Perspektivní materiály.* Vyd. 3., přeprac. V Praze: České vysoké učení technické, 2008. ISBN 97880-01-04167-3.
- [38] *Kurz tepelného zpracování: učební texty.* Praha: Ecosond, 2009. ISBN 978-80-904462-1-2.
- [39] Investigation of the Surface Properties and Wear Properties of AISI H11 Steel Treated by Auxiliary Heating Plasma Nitriding. *Coatings.* Switzerland: MDPI AG, 2020.
- [40] CISKI, A. Heat treatment of nitrided layer formed on X37CrMoV5-1 hot working tool steel. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering.* 2017.
- [41] GONZÁLEZ-CARMONA, J.M. Plasma-assisted nitriding of M2 tool steel: An experimental and theoretical approach. *Cornell University. Center of Engineering and Industrial Development,* 2018.
- [42] POKORNÝ, Zdeněk. Plazmová nitridace vývrtů hlavní malorážových zbraní: Povrchová úprava. *Hutnické listy.* Univerzita obrany v Brně, 2010.
- [43] *Zkoušky tvrdosti* [online]. Oddělení povrchového inženýrství: Západočeská univerzita [cit. 2021-02-14].
- [44] DOLEŽAL, P. a B. PACAL. *Hodnocení mikrotvrdosti struktur materiálů.* VUT Brno, 2016.
- [45] PTÁČEK, Luděk. *Nauka o materiálu I. 2., opr. a rozš. vyd.* Brno: Akademické nakladatelství CERM, 2003. ISBN 80-720-4283-1.

- [46] SKÁLOVÁ, Jana, Vladimír BENEDIKT a Rudolf KOVAŘÍK. *Základní zkoušky kovových materiálů*. Vyd. 2. Plzeň: Západočeská univerzita, 1995. ISBN 80-708-2021-7.
- [47] ČSN EN ISO 14271. *Odporové svařování - Zkoušení tvrdosti podle Vickerse (nízká síla a mikrotvrdost) odporových bodových, výstupkových a švových svarů*. 2018. Praha: Český normalizační institut, 2018.
- [48] ČSN EN ISO 4516. *Kovové a jiné anorganické povlaky - Zkoušky mikrotvrdosti podle Vickerse a podle Knoopu*. 2003. Praha: Český normalizační institut.
- [49] *W.Nr. 1.2343* [online]. Bogner Edelstahl [cit. 2021-02-12].
- [50] *AISI H11 Tool Steel | 1.2343 | X37CrMoV5-1 | SKD6 | BH11* [online]. [cit. 2021-02-12].
Dostupné z: <https://www.astmsteel.com/product/h11-tool-steel/>
- [51] YANG, Mei. *Nitriding – fundamentals, modeling and process optimization*. WORCESTER, 2021. Dizertační práce. WORCESTER POLYTECHNIC INSTITUTE. Vedoucí práce George F. Fuller.
- [52] ÖZTÜRK, O. *Microstructural, Mechanical, and Corrosion Characterisation of Plasma-Nitrided Plastic Injection Mould Steel*. *Surface & Coatings Technology*, 2005.
- [53] KINGDON, J.R, G.W CRITCHLOW, D.G TEER a J. HAMPSHIRE. OPTIMISATION OF CONTINUOUS PLASMA NITRIDE–REACTIVE MAGNETRON DEPOSITION PROCESS FOR TITANIUM NITRIDING OF M2 STEEL. *Surface Engineering*. 2013.
- [54] Lisování hliníkových profilů. *Www.alumeco.cz* [online]. [cit. 2021-02-13].
- [55] SOBOTOVÁ, Jana, Jakub HORNÍK, Zdeňka JENÍKOVÁ a Elena ČIŽMÁROVÁ. *Nauka o materiálu I. a II. cvičení*. 1. vyd. Praha: Česká technika - nakladatelství ČVUT, 2014.
- [56] KUBASKÁ, Pavla. *Vliv parametrů tepelného zpracování na tvrdost nástrojové oceli X210Cr12*. Praha, 2018. Bakalářská práce. ČVUT. Vedoucí práce Jana Sobotová.

- [57] HRUBÝ, Vojtěch. *Přehled materiálového inženýrství*. Ostrava: Kovosil, 2010. ISBN 978-80-903694-5-0.
- [58] *Tool steel* [online]. [cit. 2021-02-12]. Dostupné z: http://toolsteel.cz/wp-content/uploads/2017/02/1.2343_en.pdf
- [59] *Indentec Hardness Test: Vickers Hardness Test* [online]. Velká Británie: Zwock Zoell [cit. 2021-02-14]. Dostupné z: <https://studylib.net/doc/8743391/vickers-hardness-test>
- [60] *Knoop Hardness Testing* [online]. Buehler [cit. 2021-02-14]. Dostupné z: <https://www.buehler.com/knoop-hardness-testing.php>