

2.1 Materiály, zkušební vzorky

2.1.1 Výchozí materiály

Výchozí materiály vzorků byly voleny tak, aby především svou strukturou a chemickým složením vyhovovaly nárokům na výchozí materiál pro výrobu ADI/AGI/AVGI (viz kap.1.3.2 – F nebo F/P matrice, rovnoměrně vyloučený grafit, nízký obsah nečistot, limitovaný obsah Mn). Jelikož materiály přímo z konkrétních aplikací ADI/AGI nebyly dostupné (AVGI se zatím nevyrábí) a jelikož finanční prostředky byly značně limitovány a nebylo možné nechat odlít tavby „na míru“, byly použity litiny, pocházející z dřívějších projektů na TUL, neboť u nich byla záruka přesnosti chemického složení a výchozí struktury a byly již prozkoumány některé jejich vlastnosti. Výsledkem výběru je soubor základních referenčních vzorků, který lze nadále rozšiřovat o další materiály pro konkrétní aplikace.

2.1.1.1 Litina s lupínkovým grafitem

Jako výchozí materiál pro vzorky s lupínkovým grafitem byla použita tavba s označením A, obsahující: **3,15% C, 2,24% Si, 0,19% Mn, 0,02% P, 0,016% S, 0,02% Cu a 0,01% Ni.**

Materiál pochází z disertace Ing. Dočekala a byl vyroben ve slévárně FOCAM Olomouc ve 100 kg indukční peci. Ve zmíněné práci se zkoumal vliv obsahu Cu na parametr $Hr [A/m]$ při měření přístrojem DOMENA (celkem použity 4 tavby A, B, C, D s různým % Cu - bylo zjištěno, že Cu zvyšuje parametr Hr). Tato tavba byla vybrána, neboť měla obsah Cu nejnižší (0,02%, odpovídá běžnému obsahu). Struktura litiny v základním stavu je složena převážně z perlitu a max. 20% feritu (přirozený stav pro LLG vyšších jakostí).

2.1.1.2 Litina s červíkovitým grafitem

Jako výchozí materiál pro vzorky s červíkovitým grafitem byla zvolena tavba s označením 455, obsahující: **3,62% C, 0,18% Mn, 3,5% Si, 0,015% S, 0,024% P, 0,21% Cu, 0,014% Mg, 0,35% Mo a 0,04% Cr.**

Tavba pochází z aplikace spol. TEDOM, a.s. na hlavy válců vznětových motorů. Byla odlita ve FOCAM Olomouc v roce 2009. Oproti běžným LVG obsahuje leguru Mo a také vyšší obsah Si pro zvýšení odolnosti proti namáhání (především mez kluzu $R_{p0,2}$) za vyšších teplot (do A_1).

Vzhledem k tomu, že práce se mimo nedestruktivního zkoušení zabývá také „propagací“ izotermicky kalených litin u českých výrobců, byla vedle základní sady do experimentů zahrnuta ještě jedna speciální sada vzorků z LVG. Toto rozhodnutí bylo podpořeno mj. faktem, že na rozdíl od variant s kuličkovým a lupínkovým grafitem je izotermicky kalená litina s červíkovitým grafitem materiálem dosud téměř neznámým a také tím, že výsledky z experimentů na této sadě by mohly dojít konkrétní aplikace. Jednalo se o návaznost projektu slévárny Heunisch Brno „Výzkum a vývoj vysokopevnostních traktorových těles – pouzder náprav z vermikulární litiny GJV (2010 - 2012, MPO/FR)“. Tento projekt měl za cíl při zachování tloušťky stěny

nápravových těles a tedy i hmotnosti vyvinout těleso s vyššími užitnými vlastnostmi pro traktory s vyšším výkonem. Původní odlitky z LLG měly být nahrazeny odlitky z LVG. Slévárna zkoušela odlévat litiny s různou modifikací grafitu (přidáním různého množství Mg). Cílem experimentu v této disertační práci bylo zjistit, zda by izotermické zakalení zkoušených materiálů nebylo s to přinést další zlepšení užitných vlastností. Z nabízeného rozsáhlého souboru (10 modifikací) byla tedy vybrána sada 18 vzorků, jejichž hodnota Lu [m/s] odpovídala přibližně obsahu grafitu G_{III} podle stanoveného matematického modelu. Chemické složení vzorků se pohybovalo v rozsahu: **(3,61-3,63)% C, (2,16-2,18)%Si, (0,008 – 0,010)% Mg, (0,025-0,027)%S, 0,28%Mn, 0,020%P, 0,06% Cr, 0,07% Cu**. Výchozí struktura vzorků byla převážně feritická. Tyto vzorky byly podrobeny všem zkouškám spolu se základní sadou LVG.

2.1.1.3 Litina s kuličkovým grafitem

Jako výchozí materiál pro vzorky s kuličkovým grafitem byla použita tavba s označením 5, obsahující: **3,3% C, 2,45% Si, 0,25% Mn, 0,046% Mg, 0,04% Cu, 0,02% P a 0,015% S**.

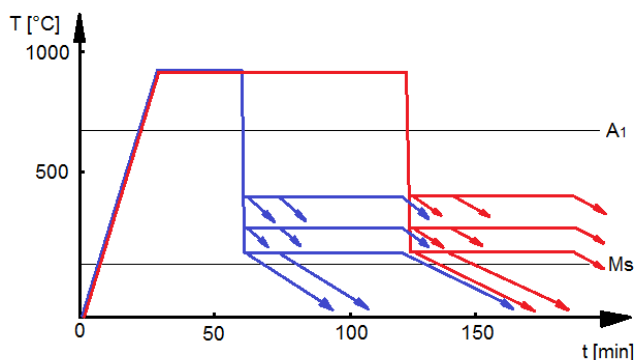
Litina byla odlita ve FOCAM Olomouc jako zakázka projektu GAČR 101/02/0236 řešeného AVČR a TUL, kdy se analyzovalo 5 taveb s různými strukturami. Z těchto taveb, které byly k dispozici, byla pro výrobu vzorků vybrána tavba s převážně F maticí – kvůli aspektu snížení pracnosti při výrobě součástí z ADI (obrábění měkkých odlitků).

Přesný přehled všech použitých vzorků lze nalézt v tištěné příloze č. 3.1.1 – Tabulka vzorků.

2.1.2 Tepelné zpracování

2.1.2.1 Podmínky TZ

Disertace byla zadána současně s podáním projektu GAČR na toto téma, jenž nebyl podpořen. Proto **izotermické kalení** pokrývá užší matici vzorků, než bylo původně plánováno. Pouze v rozsahu teoreticky „správných“ teplot **240, 310 a 400°C** a výdrží **2, 10 a 60 min** (2, 10 – krátké výdrže, 60 – předpokládaná optimální výdrž). Plnohodnotná matice by obsahovala i střední výdrže (20, 30, 50 min) a výdrže 180 min, kdy klesá podíl A_z a teploty výdrží pod 240°C (210, 170) a nad 400°C (440, 480), kdy vznikají přechodové struktury i v „procesním“ okně.



Obr.2.1.2.1: Schema TZ zkušebních vzorků.

Z důvodu nedostatku financí také nemohlo být TZ prováděno na zakázku, bylo proto využito možností spolupracující kalírny spol. TEDOM Motory, a.s. v Jablonci nad Nisou, která disponuje solnou lázní pro izotermické kalení a vyrábí některé součásti z ADI a AGI. Podmínky TZ tak byly poněkud omezeny vzhledem k chodu kalírny – např. teplota **austenitizace** je dána pro všechny výrobky shodně na **900°C**, s rychlostí ohřevu 200°C/hod. Vzhledem k tomu, že se jedná o teplotu na středu intervalu, byla tato austenitizační teplota i pro použité vzorky vyhovující. Hledání zcela optimálních podmínek TZ navíc nebylo náplní této práce.

Austenitizační výdrže byly stanoveny na **30, resp. 90 minut**. Bylo tak učiněno z důvodu požadavku kalírny na prozkoumání možné racionalizace procesu – ve spol. TEDOM se součásti dle zvyklosti austenitizují s výdrží 90 minut, přestože vyráběná vodítka ventilů (AGI), pouzdra náhonů (ADI) a oběžná kola vodních čerpadel (AGI) jsou tenkostěnnými odlitky. Předpokládá se tedy, že k austenitizaci by měla stačit násobně kratší výdrž. Všechny sady vzorků jsou tedy provedeny s dvojitou austenitizační výdrží a jsou od sebe odlišeny značením. Ve výsledcích se tak alespoň násobí počet naměřených hodnot a zpřesňují se získané závislosti. Austenitizace byla prováděna jak bez přístupu vzduchu, tak na vzduchu (vzorky určené pro zkoušení možností detekce a měření hloubky nežádoucího oduhličení). Výsledky měření na zkoumaných litinách lze bez potíží přirovnat k materiálům vyráběných součástí, neboť tyto mají velice podobné chemické složení jako zkoumané litiny (údaje podléhají firemnímu tajemství).

2.1.2.1 Zařízení pro TZ

Austenitizace byla provedena v elektrické odporové peci KRG 6/5 17kW 1350/960° C ZEZ Hloubětín z r. 1966, s následným kalením do solné lázně o příslušné teplotě kelímkové odporové pece RVGZ 5,6/6,5M 30kW do 650° C ZEZ Hloubětín z r. 1979. Dochlazení po vyjmutí z kalicí lázně proběhlo na volném vzduchu.

Pro lázeň byla použita popouštěcí sůl PRAGOKOR As140 výrobce Pragochema (bezpečnostní list přípravku je obsažen v elektronické příloze č. 3.2.6). Protože austenitizační pec neumožňovala ohřev v inertní plynové atmosféře, byl jako ochrana proti oxidaci a oduhličení u daných vzorků použit dvojitý ochranný nátěr (vrstva cca 0,08 – 0,11 mm) KALSEN výrobce AZ Prokal (příručka obsažena v elektronické příloze č.3.2.7).



Obr.2.1.2.1: Zařízení pro izotermické kalení v soli – TEDOM, a.s.

2.1.3 Zkušební vzorky a jejich úprava pro jednotlivé metody

2.1.3.1 Značení vzorků

Značení vzorků je sestaveno tak, aby obsahovalo všechny základní informace - o materiálu (LLG/AGI, LVG/AVGI, LKG/ADI) a jeho tepelném zpracování (výdrž na austenitizační teplotě, teplota a doba izotermické výdrže). Pro rychlou orientaci ve vzorcích a především v rozsáhlých souborech s výsledky pak slouží barevné značení, které odlišuje litiny s grafitem **lupínkovým**, **červíkovitým** a **kuličkovým**. Systém značení vysvětlují schemata na obr.2.1.3.1. a 2.1.3.2. V tab. 2.1.3.1, 2.1.3.2, 2.1.3.3. a 2.1.3.4 jsou pak přehledně uvedeny všechny vzorky.

Tab.2.1.3.1: Přehled a značení vzorků základní sady AGI.

Vzorek	Austenitizační výdrž [min]	Izotermická teplota [°C]	Izotermická výdrž [min]
AGI_3L2_A_240	30	240	2
AGI_3L1_A_240	30	240	10
AGI_3L6_A_240	30	240	60
AGI_9L2_A_240	90	240	2
AGI_9L1_A_240	90	240	10
AGI_9L6_A_240	90	240	60
AGI_3L2_A_310	30	310	2
AGI_3L1_A_310	30	310	10
AGI_3L6_A_310	30	310	60
AGI_9L2_A_310	90	310	2
AGI_9L1_A_310	90	310	10
AGI_9L6_A_310	90	310	60
AGI_3L2_A_400	30	400	2
AGI_3L1_A_400	30	400	10
AGI_3L6_A_400	30	400	60
AGI_9L2_A_400	90	400	2
AGI_9L1_A_400	90	400	10
AGI_9L6_A_400	90	400	60

Tab.2.1.3.2: Přehled a značení vzorků základní sady AVGI.

Vzorek	Austenitizační výdrž [min]	Izotermická teplota [°C]	Izotermická výdrž [min]
AVGI_3L2_455_240	30	240	2
AVGI_3L1_455_240	30	240	10
AVGI_3L6_455_240	30	240	60
AVGI_9L2_455_240	90	240	2
AVGI_9L1_455_240	90	240	10
AVGI_9L6_455_240	90	240	60
AVGI_3L2_455_310	30	310	2
AVGI_3L1_455_310	30	310	10
AVGI_3L6_455_310	30	310	60
AVGI_9L2_455_310	90	310	2
AVGI_9L1_455_310	90	310	10
AVGI_9L6_455_310	90	310	60
AVGI_3L2_455_400	30	400	2
AVGI_3L1_455_400	30	400	10
AVGI_3L6_455_400	30	400	60
AVGI_9L2_455_400	90	400	2
AVGI_9L1_455_400	90	400	10
AVGI_9L6_455_400	90	400	60

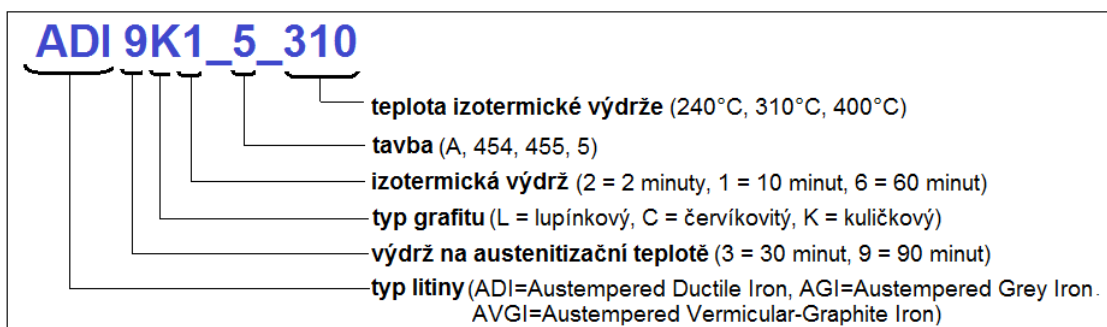
Tab.2.1.3.3: Přehled a značení vzorků speciální sady AVGI – Heunisch.

Vzorek	Austenitizační výdrž [min]	Izotermická teplota [°C]	Izotermická výdrž [min]
AVGI_3_15.5_2_240	30	240	2
AVGI_3_37.5_1_240	30	240	10
AVGI_3_34.5_6_240	30	240	60
AVGI_9_16.6_2_240	90	240	2
AVGI_9_7.6_1_240	90	240	10
AVGI_9_34.6_6_240	90	240	60
AVGI_3_12.5_2_310	30	310	2
AVGI_3_10.5_1_310	30	310	10
AVGI_3_27.5_6_310	30	310	60
AVGI_9_30.6_2_310	90	310	2
AVGI_9_29.6_1_310	90	310	10
AVGI_9_11.6_6_310	90	310	60
AVGI_3_16.5_2_400	30	400	2
AVGI_3_13.5_1_400	30	400	10
AVGI_3_40.5_6_400	30	400	60
AVGI_9_39.6_2_400	90	400	2
AVGI_9_40.6_1_400	90	400	10
AVGI_9_14.6_6_400	90	400	60

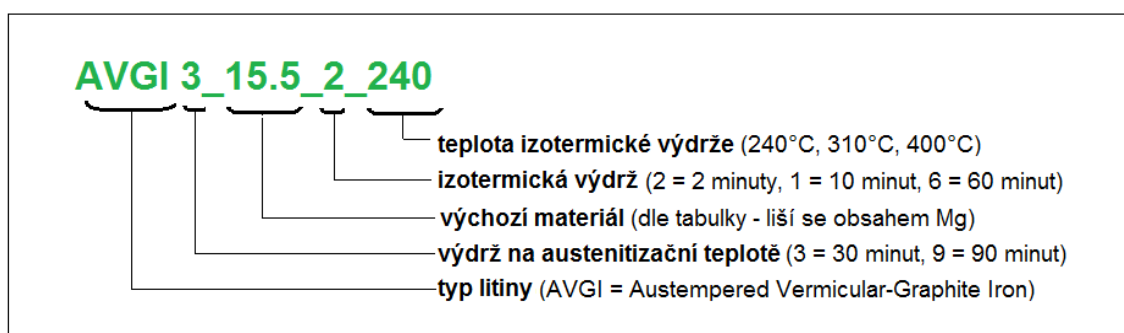
Tab.2.1.3.4: Přehled a značení vzorků základní sady ADI.

Vzorek	Austenitizační výdrž [min]	Izotermická teplota [°C]	Izotermická výdrž [min]
ADI_3L2_5_240	30	240	2
ADI_3L1_5_240	30	240	10
ADI_3L6_5_240	30	240	60
ADI_9L2_5_240	90	240	2
ADI_9L1_5_240	90	240	10
ADI_9L6_5_240	90	240	60
ADI_3L2_5_310	30	310	2
ADI_3L1_5_310	30	310	10
ADI_3L6_5_310	30	310	60
ADI_9L2_5_310	90	310	2
ADI_9L1_5_310	90	310	10
ADI_9L6_5_310	90	310	60
ADI_3L2_5_400	30	400	2
ADI_3L1_5_400	30	400	10
ADI_3L6_5_400	30	400	60
ADI_9L2_5_400	90	400	2
ADI_9L1_5_400	90	400	10
ADI_9L6_5_400	90	400	60

Pozn.: V tabulkách výsledků se často údaj o tavně či označení ADI/AGI/AVGI vypouští.



Obr.2.1.3.1: Schema značení vzorků – základní sada (AGI, AVGI, ADI).



Obr.2.1.3.2: Schema značení vzorků – speciální sada (AVGI Heunisch).

2.1.3.1 Vzorky a jejich úprava

Jak již bylo zmíněno v úvodu a v kap 2.1.1, projekt na téma disertační práce nebyl podpořen a z důvodu limitovaných finančních prostředků byly použity materiály, pocházející z dřívějších projektů na TUL. Ani tyto materiály však nebyly k dispozici ve zcela dostatečném množství, tzn. tak, aby bylo možno u všech variant TZ pokrýt všechny zkoušky stejně – s materiálem bylo třeba zacházet „úsporně“. V případě zjišťování pevnostních charakteristik byly vyrobeny tyče pro zkoušku tahem jen pro ty varianty, kde bylo materiálu na výrobu tyčí dostatek – převážně se jednalo o předpokládané „optimální“ podmínky TZ. U ostatních byla pevnost zjišťována mikroohybovou/ohybovou zkouškou na přesných hranolech. Pro každou variantu TZ byly v případě pevnostních zkoušek vyrobeny vždy 3 ks vzorků (tyčí, hranolů). Některé okrajové experimenty, jako je například UZ měření na štíhlých tyčích (pro zjištění konstanty K a následná měření počátečního modulu pružnosti E_0) či řízené zpevňování povrchu kuličkováním, byly provedeny jen na vybraných vzorcích. I přes tyto nedostatky byly ale všechny potřebné základní vlastnosti zjištěny u všech vzorků.

Pro měření byly využity a zpracovány následující typy vzorků.

a) zkušební odlitky Y

Vzorky materiálů ze základní sady LLG, LVG a LKG byly připraveny ze zkušebních Y odlitků. Převážně se jednalo o typ Y2 (šířka 25 mm). Typ Y1 (12,5 mm) byl použit jen v několika případech LVG – původně byly tyto bloky odlity kvůli svým

rozměrům, pro specifikaci tenkých stěn (viz hlavy válců o tloušťce 6-12 mm). V první řadě byly z bloků na rámové pile s vodním chlazením vyřezány plátky o tloušťce 15-20 mm (viz obr.2.1.3.3). Tato tloušťka byla zvolena jako optimální z hlediska vyloučení vlivu tloušťky stěny při nedestruktivních měřeních (aby nemusely být u referenčních vzorků používány korekce) a také z hlediska maximální prokalitelnosti na bainit.



Obr.2.1.3.3: Zkušební Y bloky, vzorky z Y bloků.

Plátky Y bloků byly navrtány (pro zavěšení), opatřeny ochranným nátěrem (mimo vzorků určených pro měření oduhličení) a zakaleny v solné lázni. Po kalení byly vzorky jemně opískovány, aby byly zbaveny příp. hrubých nečistot a oxidů (vliv především na měření metodou magnetické skvrny). V případě vzorků oduhličených byla vždy na jedné straně odfrézována a metalograficky odbroušena vrstva cca 1,5 mm (viz kap.2.2.4). Vybrané vzorky určené pro řízené zpevňování povrchu byly broušeny na magnetické brusce s vodním chlazením, aby měl výchozí povrch dostatečnou a především shodnou jakost (viz kap.2.5).

Jelikož v případě Y bloků slouží horní (rozšířená) část odlitku jako nálietek, byla pro všechna měření a výrobu dalších vzorků (tyče pro zkoušky pevnosti, metalografické vzorky) použita vždy jejich spodní zúžená část.

b) schodovité odlitky

V případě speciální sady LVG - Heunisch byly výrobcem dodány řezy ze schodovitých odlitků o rozměrech 128x24x25 mm a 128x20x25 mm (schody č. 5 a 6, viz obr.2.1.3.4). Z těchto hranolů byly vysoustruženy normalizované tyče pro zkoušku tahem a odříznuty kvádry pro nedestruktivní měření a přípravu metalografických vzorků. Stejně jako plátky Y bloků byly tyče a kvádry ze schodovitých odlitků opatřeny nátěrem, zavěšeny a zakaleny do solné lázně. Po kalení byly vzorky jemně otryskány pro odstranění oxidů.



Obr.2.1.3.4: Hranoly ze schodovitých odlitků, LVG Heunisch.

c) metalografické vzorky

Pro všechny varianty TZ i pro základní stavy litin byly připraveny vždy min. dva metalografické výbrusy.

Vzorky byly odřezány z příslušných míst zakalených Y bloků nebo kvádrů pomocí metalografické pily chlazené emulzí tak, aby nedošlo k tepelnému ovlivnění vzorků. Vzorky byly zalisovány do běžné akrylátové či epoxidové, příp. uhlíkové pryskyřice (to v případě vzorků určených pro elektronovou mikroskopii). Následně byly vzorky broušeny na metalografických bruskách s vodním chlazením, s použitím běžných SiC či diamantových brusných kotoučů zrnitosti od 80 do 4000. Poté byly vzorky mechanicky leštěny na textilních kotoučích s pomocí diamantových suspenzí zrnitosti 9, 3 a 1 μm .

Vyleštěné vzorky byly určeny pro analýzu grafitu pomocí optické mikroskopie a obrazové analýzy. Pro další testy (snímky mikrostruktury, měření tvrdosti a mikrotvrdosti, obrazová analýza % Az, elektronová mikroskopie) byly povrchy vzorků naleptány 3% nitalem, aby byla zviditelněna mikrostruktura.

Použité přístroje a spotřební materiál pro přípravu metalografických vzorků:

- Metalografická pila Buehler DELTA Abrasimet Cutter
- Automatický lis Buehler Simplimet 1000
- Ruční metalografické brusky Buehler Alpha
- Poloautomatická bruska/leštička Buehler Phoenix Beta s hlavou Vector 200 Power Head
- Automatická metalografická bruska/leštička Struers Tegramin-20
- Buehler karborundové řezné kotouče na litinu
- Struers karborundové řezné kotouče pro kovy s HV>500
- Brusné SiC kotouče Buehler-Met II P80, P320, P400, P600, P1200, P2000
- Brusné diamantové kotouče Struers MD-Piano 500, 1200, 2000, 4000
- Leštící plátna Buehler TriDent, TexMet, MicroCloth
- Leštící plátna Struers MD-Dac, MD-Mol
- Spofadental Dentacryl technický – transparentní akrylátová pryskyřice pro zalisování za tepla
- Struers DuroFast – netransparentní epoxidová pryskyřice pro zalisování za tepla
- Struers ConduFast - fenolová pryskyřice s uhlíkovým plnivem pro zalisování za tepla
- Diamantové suspenze Buehler Metadi Fluid 9 μm , 3 μm a 1 μm
- Diamantová suspenze Struers DiaPro Allegro/Largo 9 μm
- Diamantová suspenze Struers DiaPro Dac 3 μm
- Diamantová suspenze Struers DiaPro Nap 1 μm
- řezná kapalina Buehler Cool 2 Cutting Fluid
- líc technický, izopropylalkohol
- 3% nital (ethylalkohol 96%+kyselina dusičná 65%)

Pro analýzu na SEM byly některé vzorky také finálně leštěny argonovým iontovým svazkem na přístroji Fischione SEM-Mill 1060.

d) normalizované zkušební tyče pro zkoušku tahem

Pro zkoušku tahem byly vysoustruženy ze spodních částí Y bloků a ze schodovitých odlitků válcové tyče se závitovými hlavami. Tyto zkušební tyče podléhají normě ČSN 42 0316, kde jsou předepsány poměry délek a průměrů, geometrické a tvarové tolerance i drsnost povrchu.

e) přesné hranoly

V případech, kde materiál nedostačoval na výrobu tyčí pro zkoušku tahem, byly z vhodných míst tepelně zpracovaných plátků Y bloků vypreparovány malé vzorky ve tvaru hranolů o průřezu 5x5 mm a délkách 25 až 40 mm (viz obr.2.1.3.5). Tyto vzorky byly určeny pro mikroohybovou, resp. ohybovou zkoušku. K preparaci vzorků byla využita metoda elektroerozivního obrábění (PeRoz, s.r.o., Jablonec nad Nisou) – byla tak zajištěna rozměrová přesnost vzorků a původní stav materiálu, bez ovlivnění vneseným teplem či deformací. Zároveň je to metoda takřka bezodpadová – plátky Y bloků tak měly i po preparaci těchto hranolů a metalografických vzorků stále dostatečnou plochu v části mimo nálitky, která byla potřebná pro měření nedestruktivními metodami bez ovlivnění vadami či okrajovým efektem.



Obr.2.1.3.5: Přesné hranoly pro zkoušku mikroohybem.

f) štíhlé válcové tyče

Aby bylo možné určit konstantu K pro výpočet a následné měření počátečního modulu pružnosti E_0 ultrazvukem, je nutné provést měření impulsní odrazovou metodou na štíhlých tyčích (viz kap.1.4.1). Pro toto měření byly k dispozici válcové tyče z LVG v základním stavu o rozměrech 20x190 mm a 20x180 mm. Tyče byly pod ochranným nátěrem zakaleny na vzorky 9C6 310, resp. 9C6 400 a proměřeny, aby se přinejmenším ověřila možnost určení E_0 i u izotermicky kalených litin s vermikulárním grafitem. (Počáteční modul pružnosti je důležitým parametrem při posuzování odolnosti proti kontaktní únavě.) V případě dalších variant litiny bylo od měření E_0 upuštěno z důvodu výše zmiňovaného nedostatku materiálu pro výrobu rozměrově i kvalitativně náročných vzorků.