

Vysoká škola strojní a textilní v Liberci

nositelka Řádu práce

Fakulta strojní

Obor 23-07-8

strojírenská technologie

zaměření

strojírenská metalurgie

Katedra materiálů a strojírenské metalurgie

F Á Z O V Á A N A L Ý Z A V Z O R K Ů I O N T O -
V Ě N I T R I D O V A N É O C E L I R T G. D I F R A K C Í

Nejedlová Jana, roz. Pozdníčková

KMM 027

Vedoucí diplomové práce: Ing. Jiří Horyna, CSc

Konzultanti:

Ing. Daniela Fryaufová

Ing. Karel Daďourek, CSc

Rozsah práce a příloh

Počet stran: 4 7

Počet tabulek: 4

Počet obrázků: 1 4

Počet příloh: -

Počet výkresů: -

KMM 027

V Liberci, dne 12.6.1981

Vysoká škola: strojní a textilní
v Liberci

Katedra: materiálů a strojírenské
metalurgie

Fakulta: strojní

Školní rok: 1980 - 81

DIPLOMOVÝ ÚKOL

pro s. Janu POZDNIČKOVU - NEJEDLÍ

obor strojírenská technologie

Protože jste splnil požadavky učebního plánu, zadává Vám vedoucí katedry ve smyslu směrnic ministerstva školství o státních závěrečných zkouškách tento diplomový úkol:

Název tématu: Proveďte fázovou analýzu vzorků iontově nitridované oceli rentgenovou difrakcí.

Pokyny pro vypracování:

1. Podrobně se seznámte s problematikou iontové nitridace.
2. Seznámte se s problematikou fázové analýzy iontově nitridovaných ocelí.
3. Proveďte fázovou analýzu dodaných iontově nitridovaných vzorků prostředky rtg difrakce.
4. Fázový rozbor proveďte v závislosti na hloubce pod povrchem vzorku.

Autorské právo se řídí směrnicemi
MŠK pro státní záv. zkoušky č.j. 31
707/52-11/2 ze dne 13. července
1970 (MŠK XV/II), sořít 24 ze
dne 21. 12. 1970 a z č. 115/53 Sb.

SEVT - 49 395 0 1/73

VYSOKÁ ŠKOLA STROJNÍ A TEXTILNÍ
Ústřední knihovna
LIBEREC 1, STUDENTSKÁ 5
POŠTA 431 17

Telefon 22 3577 73

Rozsah grafických laboratorních prací:

Rozsah průvodní zprávy: 40 - 50 stran

Seznam odborné literatury:

Lachtin: Azotirovaní je stali

Kochanovská: Stanovení jemné struktury rtg paprsky

Vedoucí diplomové práce: Ing. Jiří Horyna, CSc

Konsultanti: Ing. Daniela Fryaufová
Ing. Karel Dačourek, CSc

Datum zahájení diplomové práce: 1.9.1980

Datum odevzdání diplomové práce: 12.6.1981

L.S.

Vačlav Chaloupecký
Doc. Ing. Vaclav Chaloupecký, CSc
Vedoucí katedry

Bohuslav Stříž
Doc. RNDr. Bohuslav Stříž, CSc
Děkan

v Liberci

dne

1.9.

19 80

Místopřísežné prohlášení:

Místopřísežně prohlašuji, že jsem diplomovou práci
vypracovala samostatně s použitím uvedené literatury.

Jana Kyjlová.....
vlastnoruční podpis

V Liberci, dne 12.6.1981

	str.
1. Seznam použitých zkratek	6
2. Úvod	7
3. Iontová nitridace	9
3.1 Základní vlastnosti nitridace	9
3.1.1 Sycení povrchu dusíkem	9
3.1.2 Složení povrchové vrstvy	10
3.1.3 Dosavadní způsoby nitridace	14
3.2 Použití iontové nitridace	15
3.2.1 Princip iontové nitridace	15
3.2.2 Základní vlastnosti iontové nitridace	21
3.2.3 Použitá aparatura	21
4. Rentgenová difrakce	25
4.1 Intenzita rentgenového záření	25
4.2 Interference rtg. paprsků	27
4.3 Volba záření a filtrů	29
4.4 Fázová analýza rtg. difrakcí	30
4.4.1 Kvalitativní fázová analýza	30
4.4.2 Kvantitativní fázová analýza	32
4.4.3 Přesnost kvalitativní a kvantitativní fáz. analýzy.	32
5. Experimentální část	34
5.1 Příprava vzorků pro rtg. analýzu	34
5.2 Rtg. analýza	34
5.2.1 Experimentální podmínky	36
5.3 Fotometrování	36
5.4 Planimetrování	37
5.5 Rentgenografické údaje o přítomných fázích	39
5.6 Výpočet	39

5.7	Příklady měření	40
5.8	Vyhodnocení výsledků	41
6.	Ekonomické zhodnocení	45
7.	Závěr	46
	Seznam použité literatury	47

1. Seznam použitých zkratek

rtg. - rentgenový

fáz. - fázový

vz. - vzorek

max. - maximální

konst.- konstanta

el. - elektrický

kvant.- kvantitativní

kvalit.- kvalitativní

2. Ú V O D

Požadavek rostoucí produktivity výroby, vytyčený XVI. sjezdem KSČ, staví před technology a vědce nové úkoly. Dosud se růst produktivity práce řešil zvyšováním extenzivních faktorů výroby, což kladlo zvýšené nároky na pracovní síly, investice a organizaci práce. V současnosti, kdy tyto faktory jsou z velké části vyčerpány, vstupuje do výroby nová složka - věda, jako bezprostřední výrobní síla. Doba mezi vyřešením problému a jeho realizací, jak bylo zdůrazněno na sjezdu KSČ, má být co nejkratší. Cíle zvýšit produktivitu práce nutně vedou k novým způsobům tepelně-chemického zpracování.

V poslední době se stala samostatným a velmi důležitým vědním oborem fyzika tenkých vrstev, a to proto, že tyto tenké vrstvy hrají v praxi velmi důležitou roli. Např. jednoduché polovodičové prvky, integrované obvody, mikroprocesory bublinové paměti apod., ale i různé ochranné i jinak funkčně důležité vrstvy na povrchu kovů. Tyto vrstvy se musí zkoušet, hodnotit jejich kvalita. Jedním kritériem hodnocení těchto tenkých vrstev je kvantitativní fázová analýza. Tu lze uskutečnit různými metodami, mezi které patří i rentgenová difrakce. Některé druhy tenkých vrstev dokonce ani jinou metodou s úspěchem měřit a analyzovat nelze. V poslední době se stala středem stoupajícího zájmu právě jedna z tenkých vrstev - iontově nitridovaná vrstva.

Předložená diplomová práce se zabývá metodou studia iontově nitridovaných vrstev a jejich fázovou analýzou. Možnosti aplikace iontové nitridace jsou velmi rozsáhlé. tento nový způsob povrchového zpracování je možno využít nejen při výrobě nových součástí, ale umožňuje uskutečnit opakova-

nou renovací, což je zvláště důležité u součástí pracujících a namáhaných za vyšších teplot. Iontovou nitridací se získá tenká velmi tvrdá vrstva odolná proti otěru, která zvyšuje i odolnost součástí proti únavě a korozi. Životnost součástí, které získají nitridací takto významné vlastnosti, by se prodloužila až o stovky pracovních hodin, což by přineslo našemu národnímu hospodářství obrovské úspory. Proto je třeba iontové nitridací věnovat velkou pozornost, aby se co nejdříve realizovala v praxi.

3. IONTOVÁ NITRIDACE

Nitridování je proces povrchového tvrzení, při němž se povrch oceli nasycuje za tepla dusíkem v plynném nebo kapalném prostředí. Předmět je před nitridováním opracován a tepelně zpracován. Nitridováním vzniká na povrchu oceli vrstva, která má významné fyzikální vlastnosti. Má nejen vysokou tvrdost, ale je také:

1. odolná proti opotřebení,
2. odolná proti teple, což je zvláště významné u součástí pracujících a namáhaných třením za vyšších teplot.

Tvrdost nitridované vrstvy nepoklesne ani po ohřevu na teplotu 500-600° C.

3. více odolná proti korozi v mnoha prostředích (v atmosféře, v mořské vodě, v přehřáté páře).
4. Dále se nitridováním zvyšuje mez únavy výrobku. Odstraní se citlivost součástí k vrubům, které jsou často ohnisky únavových lomů.

Nitridované součásti se již dále nezpracovávají. Z těchto důvodů je nitridace ocelí středem stoupajícího zájmu řady pracovišť a podniků.

3.1 Základní vlastnosti nitridace

3.1.1 Sycení povrchu dusíkem

K nitridování nelze použít dusík v molekulárním stavu, v němž by způsobil jen velmi nepatrné nasycení nitridované vrstvy. Ze Sievertsova zákona o rozpustnosti plynů v kovech, podle rovnice

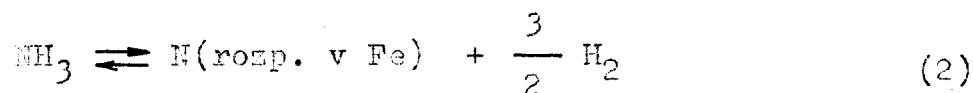
$$c = \text{konst.} \cdot \sqrt{p}, \text{ kde} \quad (1)$$

c = koncentrace plynu v kovu

p = tlak plynu v atmosféře (platí pro plyny s dvouatomovými molekulami),

lze vypočítat, že při obsazích dusíku obvyklých v nitridovaných vrstvách by dosahoval rovnovážný tlak molekulárního dusíku stovek atmosfér /1/. K sycení povrchu oceli dusíkem při nitridaci musí reakční prostor obsahovat buď špavek (zpravidla při teplotě 400 - 600° C) nebo atomární dusík N_2 , popřípadě dusíkové ionty N_2^- vznikající buď v roztavených solných lázních nebo účinkem elektrického pole (při iontové nitridaci).

Interakci dusíku z atmosféry, obsahující rozložený špavek a vodík, s tuhým roztokem v železe, popisuje /1/ reakcí:



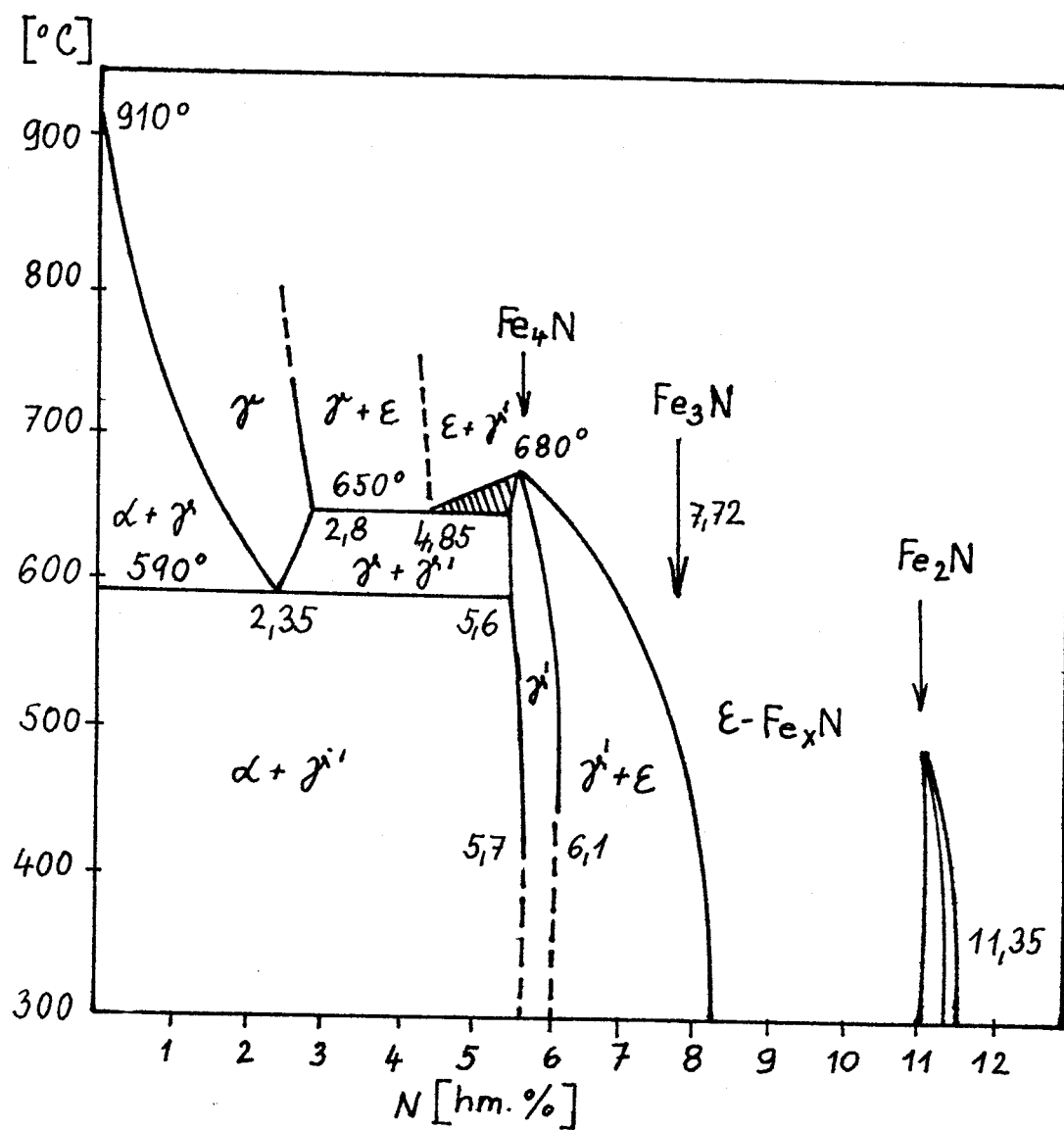
Dusík vznikající při rozkladu špavku NH_3 vniká v atomárním stavu do povrchu oceli, kde se slučuje hlavně s atomy železa a s legujícími prvky, např. hliníkem, chromem, molybdenem aj. Současně tam dochází k tvorbě tvrdých komplexních nitridů. Z této vrstvy postupuje dusík dále pod povrch.

3.1.2 Složení povrchové vrstvy

Podle rovnovážného diagramu Fe-N (obr.1) mohou povrchové vrstvy nitridovaných ocelí, v rozsahu teplot pod 600° C, obsahovat tyto fáze /2/:

α - ferit s mřížkovou konstantou 28,66 - 28,77 μm

γ' - dusíkový austenit, dusík je rozložen ve středech elementárních krychlí austenitické mříže. Jde tedy o tuhý roztok na bázi nitridu železa Fe_4N . Může obsahovat (při 590°C)



Obr. 1 Rovnovážný diagram Fe-N.

5,30 - 5,75 % N.

ϵ - fáze je tuhý roztok na bázi nitridu železa Fe_{2-3}N , může obsahovat 4,55 - 11 % N. Základem jeho krystalické mřížky je heptagonální těsné uspořádání atomů železa. Atomy dusíku jsou v oktaedrických pórech, tvořících podmřížku typu grafitu.

ξ - fáze je nitrid Fe_2N , má romboickou krystalickou podmřížku. Může obsahovat 11,07 - 11,18 % N, avšak vzniká jen ve vyjimečných případech.

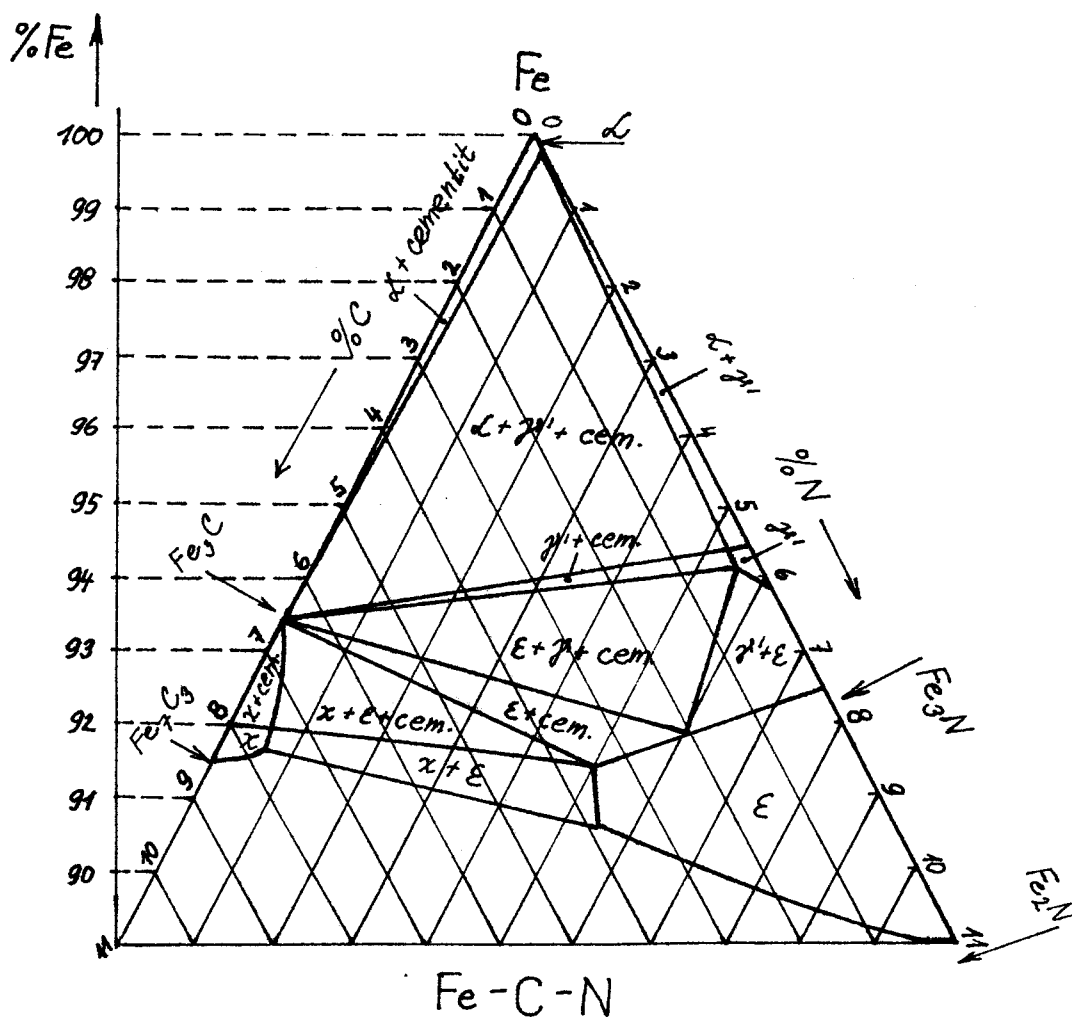
V ocelích je kromě železa vždy přítomen i uhlík. Rovnovážný diagram Fe-C-N pro teplotu 500° C je uveden na obr. 2. Oblast ϵ nitridu se v důsledku velké rozpustnosti C v ϵ fázi rozšiřuje ve velkou oblast ϵ karbonitridu s maximálním obsahem 4 % C. Naproti tomu rozpustnost uhlíku v γ' nitridu je velmi malá, jen asi do 3 % C. Tvrdost karbonitridu ϵ je poněkud vyšší než nitridu ϵ .

Je-li třeba na povrchu nitridované součásti získat vrstvu o vyšší tvrdosti než má samotný ϵ karbonitrid, musí být ocel legována prvky s vysokou afinitou k dusíku, které vytvářejí velmi tvrdé nitridy; takovými prvky jsou např.:

Al, Cr, Mo, Mn /4/. Oceli s těmito prvky jsou obzvláště vhodné k nitridování. Jsou značeny jako oceli nitridační, z ocelí československé výroby jsou to oceli např.:

ČSN 14 340, ČSN 15 230, ČSN 15 330, ČSN 15 340. Povrchová tvrdost po nitridaci je u nich až přes 1000 HV.

Nitridace ocelí se provádí zpravidla při teplotách 450 - 600° C. Při těchto teplotách difunduje dusík již s dostatečnou rychlostí do γ - fáze. Oblast, do níž pronikl dusík se skládá po skončení nitridace ze 2 vrstev:



Obr.2: Rovnovážný diagram systému Fe-C-N při teplotě 500° C.

- a) z povrchové a podpovrchové vrstvy nitridů, tloušťky zpravidla do 10 - 20 μm , a z
- b) pod ní ležící tzv. difuzní vrstvy, v níž se vyskytuje dusík ve dvou formách:
- dusík, který se sloučil s legujícími prvky oceli na nitridy (především Al N, Cr_2N)
 - dusík rozpuštěný ve feritu (u oceli s vyšším obsahem uhlíku případně i v cementitu).

Tvrdost této difuzní vrstvy je nižší než tvrdost vrstvy nitridů a směrem od povrchu k jádru s klesajícím obsahem dusíku klesá až na tvrdost jádra. Přestože všechny vzniklé nitridy jsou teplotně stálé, nemění se tvrdost nitridované vrstvy až do teploty 600° C.

3.1.3 Dosavadní způsoby nitridace

V současné době se nejvíce používají dva způsoby nitridace:

- a) nitridace v plynné atmosféře a
- b) nitridace v kapalném prostředí.

Nejjednodušším nitridačním plynem je špavek. Je nejlevnější a je možné ho vyrobit ve velkých objemech. Jeho nitridační účinek lze ovládat volbou různého přídavku špavku. Při nitridaci v plynu je zpracovávaná součást umístěna do proudu špavku, její teplota je 490 - 570° C a doba nitridace 30 - 100 hodin. Nitridováním po dobu 48 hodin při teplotě 500° C se získá asi 10 μm tlustá vrstva nitridů, složená zpravidla ze směsi γ' a ϵ fází [3]. Vrstva je složená ze 2 fází a je velice křehká. Difuzní vrstva je tloušťky asi 0,4 mm.

Hlavní nevýhody nitridace v plynu v porovnání s ionto-

vou nitridací jsou:

- a) velmi dlouhá doba nitridace (malá produktivita)
- b) křehkost směsné vrstvy nitridů.

Rusík schopný difuze do ocelí se může odštěpovat i v jiném prostředí než v plynu. Jsou to např. směsi solí, jejichž základem jsou kyanidy. Nitridované součásti se ponořují do solné lázně ohřáté na teplotu $540 - 570^{\circ}\text{C}$ na dobu 0,1 - 4 hodiny /4/. Vznikne asi $15\mu\text{m}$ silná vrstva většinou čistého ϵ nitridu. Nevýhodou této jednofázové vrstvy je její pórovitost (asi do hloubky $\frac{1}{3}$ vrstvy), která zaniká se znečištěním lázně/6/.

U těchto nitridačních atmosfér je důležitým technologickým problémem výroba, kontrola a regulace nosných atmosfér.

3.2 Použití iontové nitridace

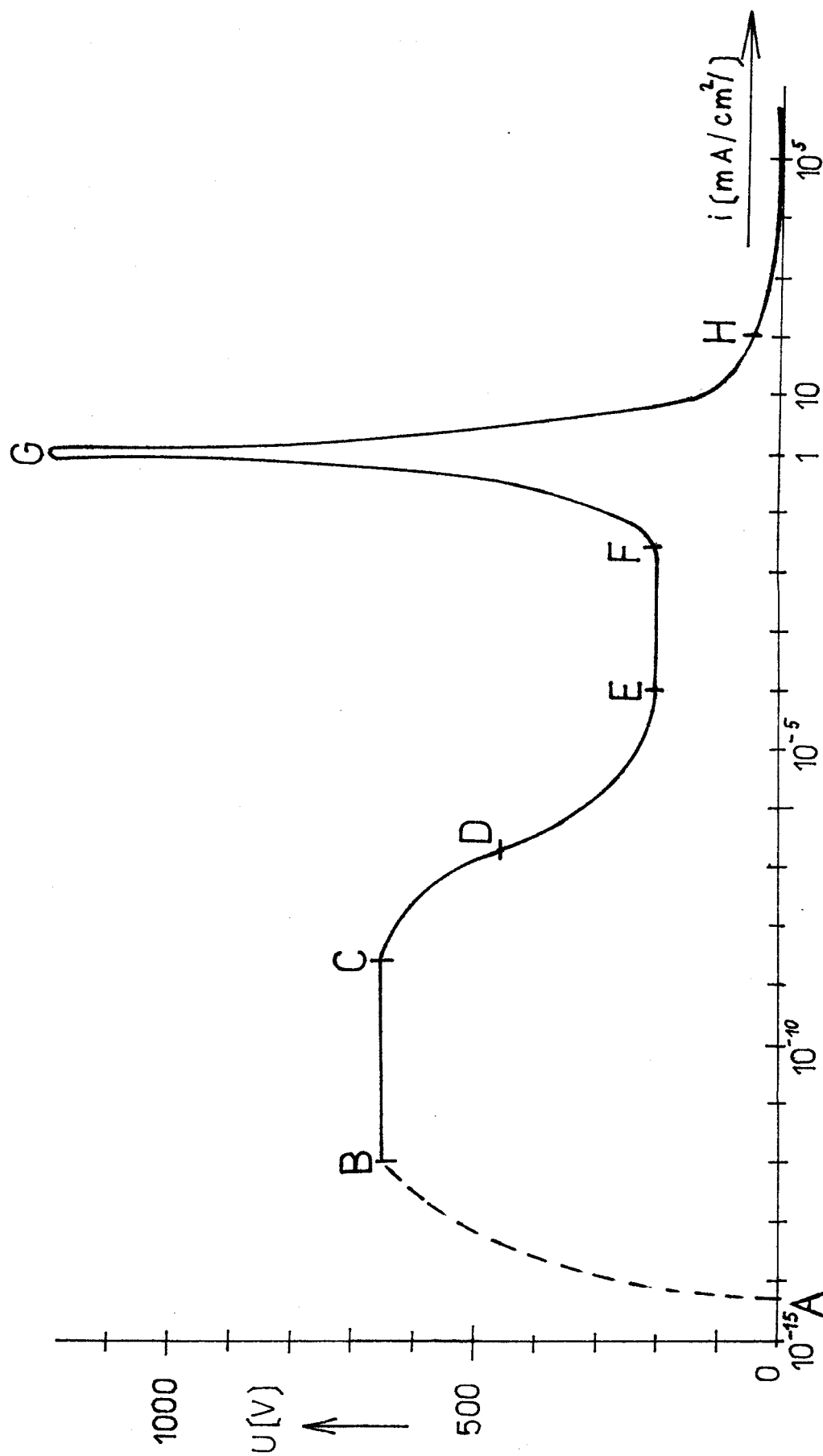
3.2.1 Princip iontové nitridace

Způsob iontové nitridace se průmyslově využívá asi 10 let. Princip iontové nitridace vychází ze základních výzkumů vlastností nízkotlakých elektrických výbojů, jež prováděl ve 30. letech našeho století německý fyzik Wehnelt na fyzikálním ústavu Berlínské university.

Iontová nitridace využívá možností nárazové ionizace molekul nebo atomů v anomálním doutnavém výboji při tlacích 50 - 500 Pa. Na obr. 3 je elektrická charakteristika výboje v prostoru o tlaku 100 Pa. Napětí je udáno v závislosti na hustotě proudu na katodě. Na charakteristice vidíme několik různých oblastí /3/např.:

- oblast C - D je kovový výboj
- oblast D - E je subnormální výboj

Obr.3 Charakteristika elektrického výboje v plynu o tlaku 100 Pa.

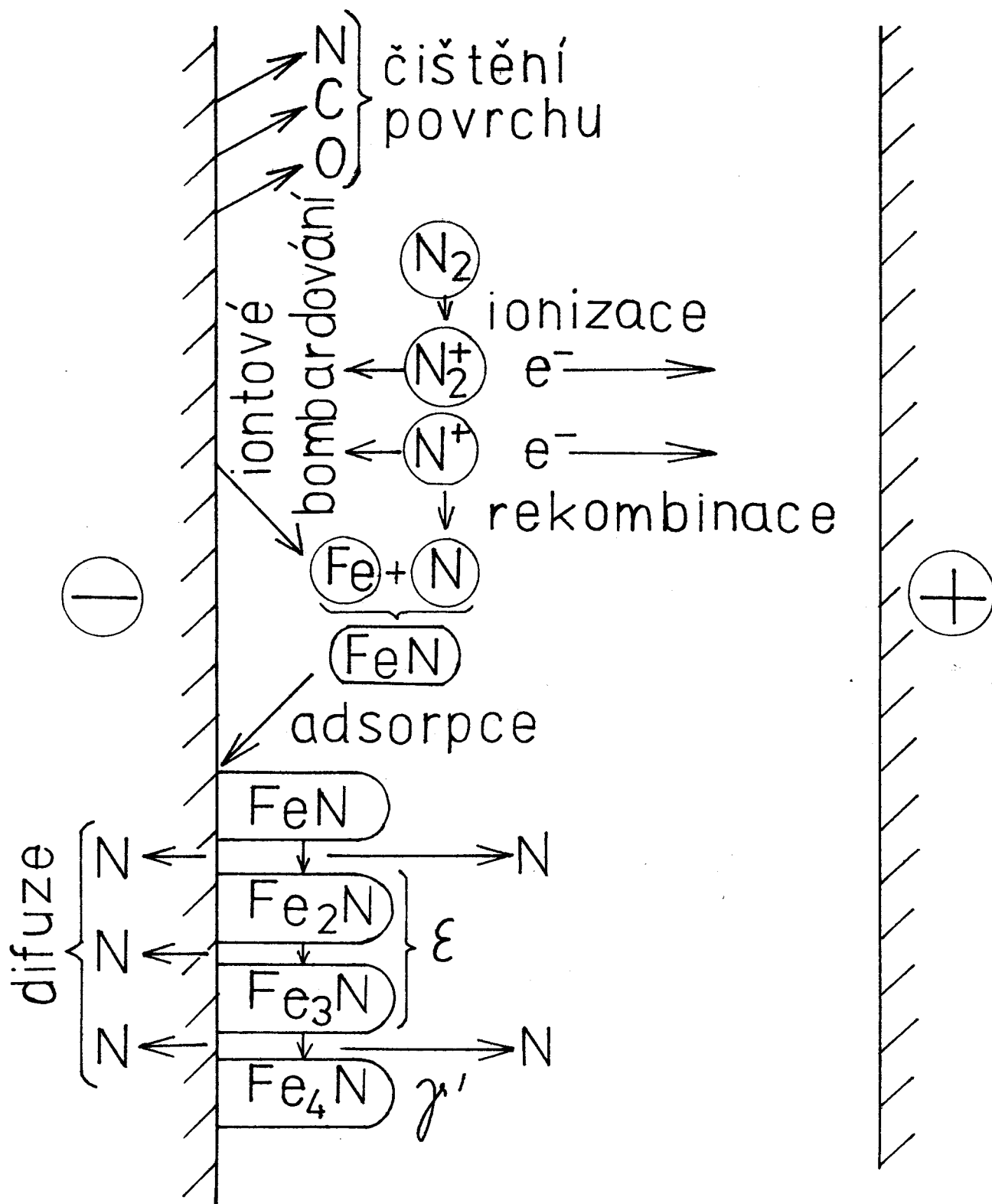


- oblast E - F je normální doutnavý výboj
- oblast F - G odpovídá anomálnímu doutnavému výboji, využívanému při iontové nitridaci.

Anomální doutnavý výboj je velmi výhodný pro iontovou nitridaci, protože v této oblasti zasahuje výboj (na rozdíl od normálního doutnavého výboje) celou plochu katody, rovnoměrně ji ohřívá a současně bombarduje ionty plynů obsažených v atmosféře. V prostoru, v němž hoří anomální doutnavý výboj, probíhají na katodě dva vzájemně protikladné procesy:

- a) iontové odprašování - povrch katody je bombardován kationty vzniklými v plasmatu doutnavého výboje a přitahovanými elektrickým polem ke katodě. Při ovém dopadu na katodu ionty vyrážejí atomy s povrchu katody. V případě ocelové katody jsou lépe vyráženy atomy intersticiálních příměsí, např.: N, C, O než atomy železa. Odprašování čistí tedy povrch katody od oxidů.
- b) Adsorpce atomů nebo molekul rekombinovaných z iontů přiváděných do plasmatu výboje.

V případě, že plasma doutnavého výboje obsahuje ionty dusíku vzniklé ionizací buď molekulárního dusíku, nebo špavku, rekombinují tyto ionty s atomy (nebo ionty) Fe, které unikají do plasmatu v důsledku iontového odprašování z povrchu oceli na molekuly nejvyššího nitridu FeN . V důsledku nestability se nitrid FeN rozpadá na nižší nitridy a dusík z něho difunduje do oceli. Na povrchu se tímto způsobem vytváří postupně vrstvička nitridů ϵ resp. γ' a do oceli difundující dusík vytváří difuzní vrstvu. Přehledně znázorňuje procesy probíhající při iontové nitridaci obr.4.



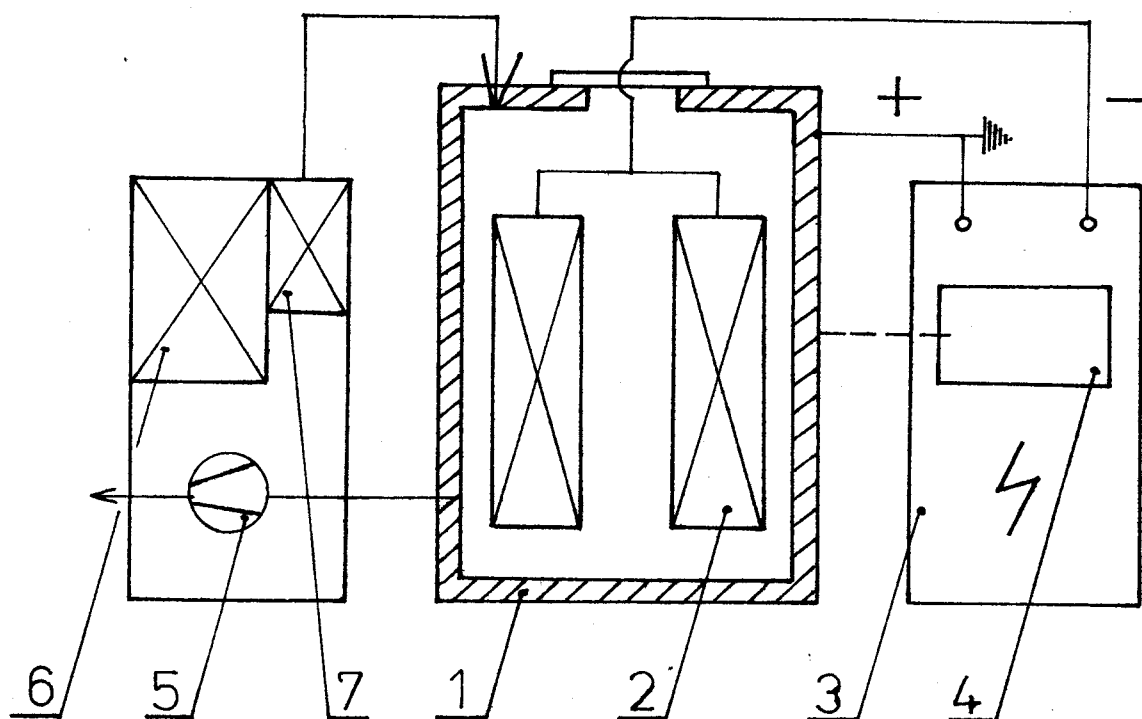
Obr.4: Schematické znázornění pochodů během iontové nitruidace.

Nitridovaný vzorek je připojen ke katodě zdroje stejnosměrného elektrického proudu a je uložený ve vakuové komoře. Pro čištění povrchu předmětu iontovým odprašováním se volí tlak vakuové komory 10 Pa, napětí zdroje 500 - 800 V s nízkou proudovou hustotou asi $0,01 - 0,1 \text{ mA/cm}^2$. Po očištění povrchu vzorku, což se projeví tím, že doutnavý výboj je již zcela stabilní a bez poruch, zvýší se tlak v komoře na 100 - 500 Pa a do komory se začne přivádět pracovní atmosféra (N_2 , směs $\text{N}_2 + \text{H}_2$ nebo špavek), proudová hustota se zvýší na hodnotu 1 mA/cm^2 . Po dosažení pracovní teploty je tato teplota automaticky udržována regulátorem teploty, který při jejím překročení sníží proudovou hustotu /3/.

Po ukončení nitridačního procesu se vypne zdroj el. proudu a následuje ochlazení předmětu. Ochlazení může probíhat buď přímo ve zbylé pracovní atmosféře v komoře nebo se komora naplní dusíkem na tlak okolo 10^4 Pa . Po skončení ochlazení je pak komora zavzdušněna a nitridovaný předmět vyjmut.

Konstrukce zařízení pro iontovou nitridaci je znázorněna na obr. 5. Zařízení se skládá z následujících částí:

- a) vakuové komory 1, zpravidla dvouplášťové, chlazené vodou, uzemněné a spojené s kladným pólem zdroje. Uvnitř komory je izolovaně umístěna vsázka 2, spojená se záporným pólem zdroje.
- b) Regulovaného zdroje el. proudu 3 s elektronickým regulátorem a s regulátorem teploty 4.
- c) Dále se skládá z vakuového systému skládajícího se z vývěvy 5 a z měřicího zařízení, případně i regulátoru vakua.
- d) Z tlakových nádob plynů 6 s regulátory tlaku a průtokoměry 7.



Obr. 5: Schema zařízení na iontovou nitridaci.

- 1.....vakuová komora
- 2.....vsázka
- 3.....zdroj elektrického proudu
- 4.....regulátor teploty
- 5.....vývěva
- 6.....tlakové nádoby plynů s regulátory tlaku
- 7.....průtokoměry

3.2.2 Základní vlastnosti iontové nitridace

Teplotní rozsah iontové nitridace začíná při teplotě 350°C a sahá až nad 600°C . Obvyklé doby nitridace leží mezi 10 minutami až 36 hodinami v závislosti na požadované tloušťce nitridované vrstvy. Jak uvádí /5/, je iontová nitridace za všech podmínek rychlejší než nitridace v plynu.

Odprašování povrchu katody je zpravidla tak intenzivní, že nemusí být předměty určené k nitridaci zvláště depasivovány /3/. Protože nitridace probíhá v plynném mediu, odpadá i jakékoliv dodatečné čištění nitridovaných ploch. Iontově nitridované součásti se vyznačují vysokou odolností vůči otěři, zvýšenou mezí únavy ve střídavém ohybu a vysokou tvrdostí. Mohou být tedy používány bez dalších operací. Iontová nitridace má i další hospodářské a technické výhody oproti klasickým metodám nitridací:

- nižší náklady na iontovou nitridaci v důsledku kratší doby procesu nitridace,
- malá spotřeba plynů ($50 - 150\text{ dm}^3/\text{hod}$) a tedy i nižší náklady
- nižší náklady na údržbu a náhradní díly
- malé změny rozměrů, protože proces probíhá ve vakuu
- možnost plné automatizace procesu
- naprostá zdravotní nezávadnost všech používaných látek a tím i výrazné zlepšení pracovních podmínek.

3.2.3 Použitá aparatura

Zařízení na iontovou nitridaci, zkonstruované pracovníky ústavu Prago-Union, je umístěno ve zkušebním provozu v n. p. Plastimat v Liberci. Celkové schéma zařízení je uvedeno na obr. 5.

Ve vakuové komoře je umístěna deska o průměru 600 mm, propojená s katodou. Na tuto desku se vkládá vsázka až do výše 1500 mm. Vakuová komora i obě její víka jsou chlazená vodou.

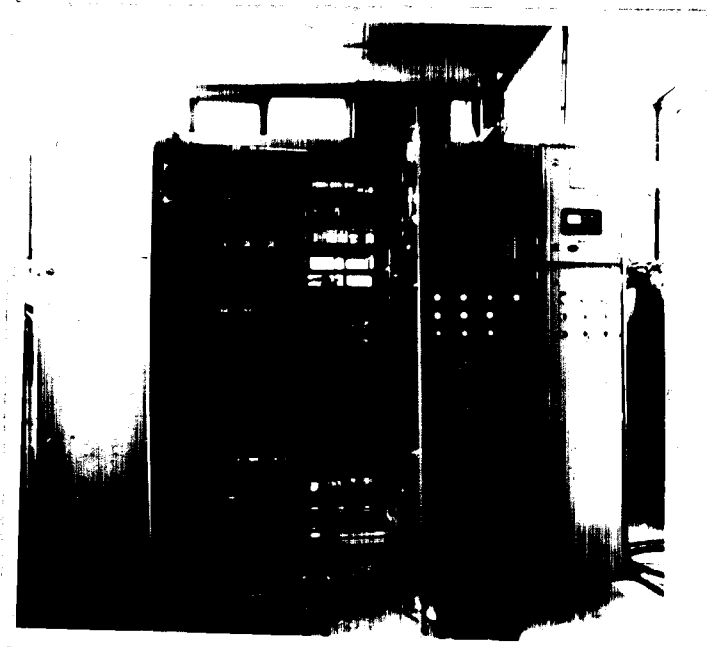
Zdroj elektrického proudu se sestává z tyristorového regulačního usměrňovače na max. proud 200 A a max. napětí 1200 V. Ke stabilizaci doutnavého výboje je v sérii se zátěží zapojena tlumivka a odpor. Tyristorový regulační usměrňovač je propojen jednak s regulátorem, který zabráňuje vzniku oblouku ve vakuové komoře, jednak s regulátorem teploty vsázky /3/. Teplota vsázky je regulována termočlánkem umístěným v měrné kostce na katodě. Gradient teploty mezi jednotlivými místy vsázky je možné kromě toho kontrolovat bezdotykovým teploměrem Termalert (výr. Rakousko). Vakua se dociluje pomocí tří vývěv, které jsou spojeny s měřidlem a regulátorem tlaku.

V zařízení je možné používat buď směs N_2+H_2 nebo plynný ťpavek. Podle potřeby je směs plynů přečišťována v dezoxidační a vysoušecí stanici.

Celkový pohled na zařízení je patrný z obr.6a. Regulátor teploty a elektrický zdroj zařízení je uveden na obr. 6b. Snímek výboje na nitridované součásti, pořízený instalovaným okénkem v reakční komoře, je patrný z obr. 6c. Na snímku je zřetelný rovnoměrný výboj na celém povrchu součástí, včetně výboje na povrchu jejího vnitřního otvoru.

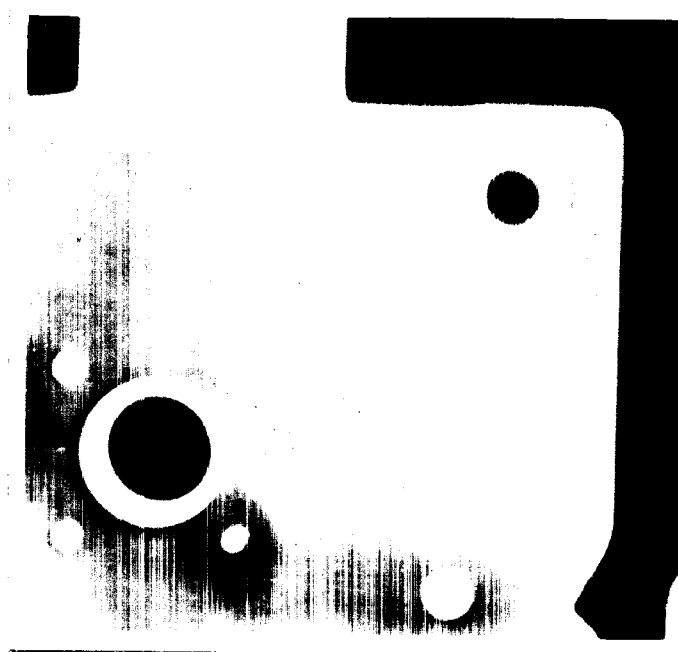


Obr. 6a



Obr. 6b

Obr. 6a, 6b, 6c: Fotografie zařízení na iontovou
nitridaci.



Obr. 6c

4. RENTGENOVÁ DIFRAKCE

Mezi základní vlastnosti rentgenových paprsků patří jejich schopnost pronikat pevnými látkami. V metalurgii se této vlastnosti využívá při zjišťování krystalických fází v oceli metodou rentgenografické fázové analýzy.

4.1 Intenzita rentgenového záření

Intenzita svazku rtg. paprsků se při průchodu hmotou zmenšuje jednak následkem absorpce, což je přeměna rtg. záření v kinetickou energii vyražených elektronů a atomů, a jednak následkem rozptylu, což je převedení zářivé energie primárního svazku záření na svazky rozptýleného záření vznikající v atomech absorbující látky. Rtg. paprsky nejsou difraktovány jen na krystalových rovinách povrchu, ale v důsledku pronikavosti rtg. záření hmotou, ještě na rovinách pod povrchem. Tožná rovina (hkl) na povrchu difraktuje však paprsek mnohem více než stejná rovina v hloubce d pod povrchem. Intenzitu paprsku prošlého hmotou lze podle [7] vyjádřit výrazem:

$$I = I_0 \cdot \exp(-\mu d), \quad (3)$$

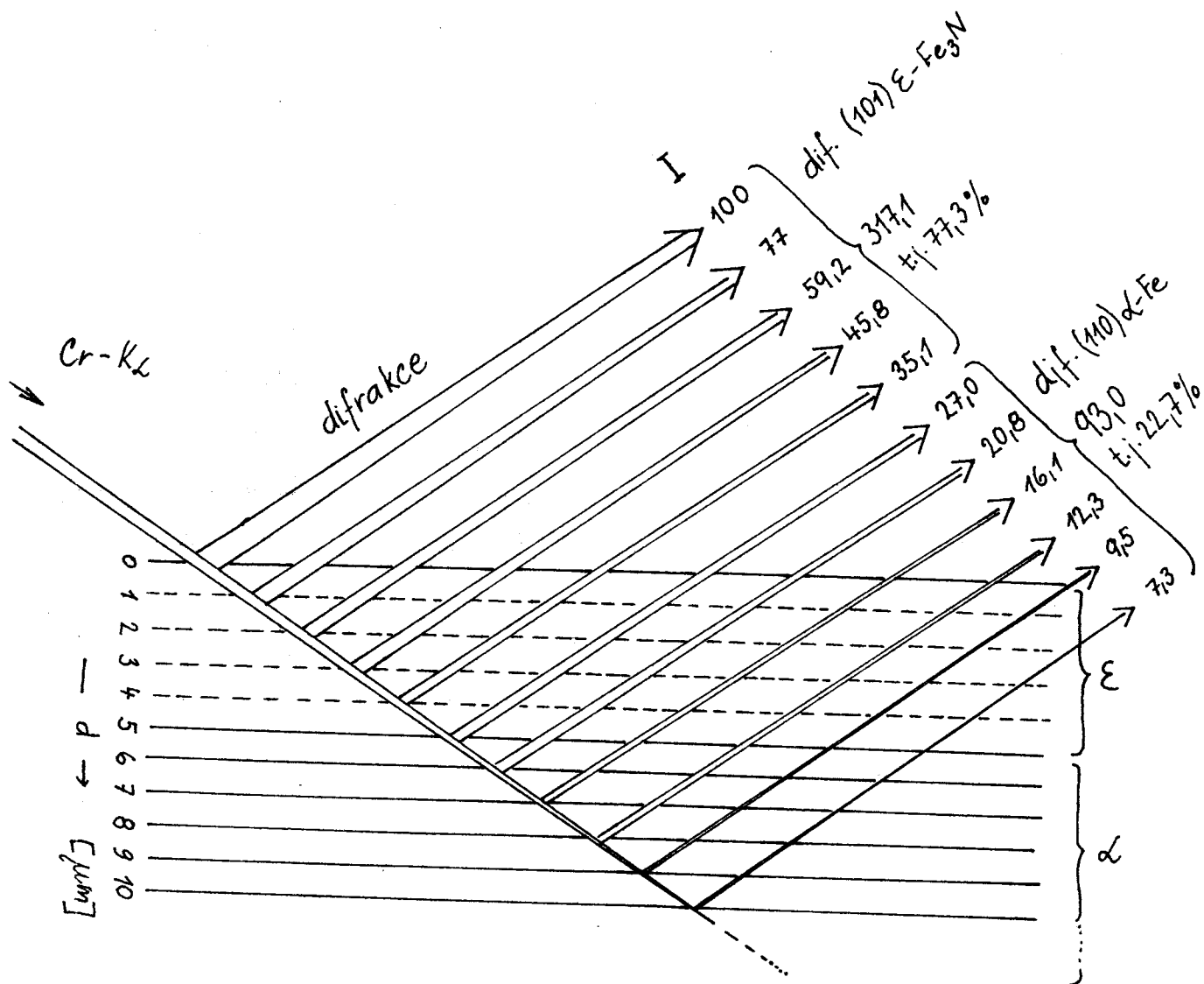
kde I_0 intenzita paprsku před průchodem hmotou,

I intenzita po průchodu hmotou,

μ lineární absorpční koeficient,

d tloušťka hmoty.

Intenzity ubývá od počáteční hodnoty exponenciálně a tím rychleji, čím větší je lineární absorpční koeficient. Zjednodušená představa o intenzitě difrakce roviny (101) ϵ a (110) ϵ - Fe v případě, že tloušťka vrstvy ϵ je $5\mu\text{m}$ při použitém záření Cr - K_{α} je zřejmá z obr.7.



Obr. 7: Intenzita difrakce roviny (101) ϵ a (110) α -Fe.

4.2 Interference rtg. paprsků

Intenzitu svazku rtg. paprsků lze měřit různými způsoby, z nichž nejobvyklejší je způsob pomocí fotografického záznamu. Většinu difrakčních problémů lze řešit na základě intenzit difraktovaných svazků měřených fotograficky. Touto metodou získáme rentgenogram se soustavou čar.

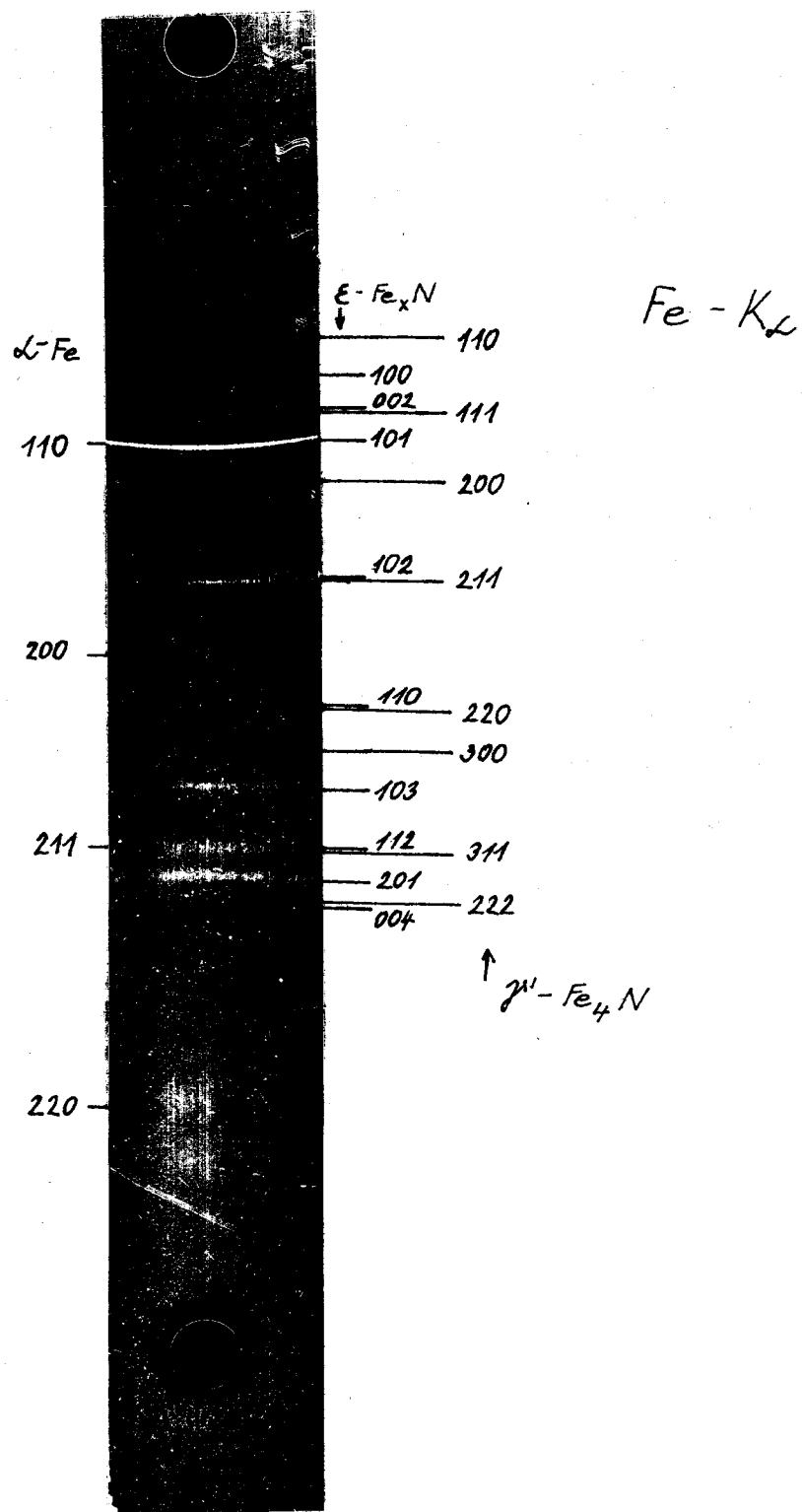
Dopadá-li na polykrystalickou látku úzký svazek prakticky rovnoběžných monochromatických rtg. paprsků, dostáváme na rozdíl od monokrystalů vždy interference, a to všechny současně, ať je úhel dopadu primárního svazku jakýkoli. Jednotlivé krystaly jsou totiž orientovány zcela náhodně. Pro každou myšlenou osnovu atomových rovin se najde vždy v objemu látky zasaženém rtg. paprsky dosti krystalů, které jsou orientovány k dopadajícím paprskům tak, že je pro příslušnou osnovu jejich atomových rovin a pro vlnovou délku λ dopadajících paprsků splněna Braggova podmínka

$$n\lambda = 2d \cdot \sin \psi, \quad (4)$$

takže nastane interference reflektovaných paprsků /8/. Paprsky po interferenci na jednotlivých osnovách atomových rovin vytvoří soustavu kuželových ploch o společném vrcholu a vrcholových úhlech $4\psi_i$, kde ψ_i jsou Braggovy úhly pro mřížkové konstanty d_i jednotlivých osnov atomových rovin zkoumané látky. Je-li délka užitého monochromatického záření λ , platí

$$\sin \psi_i = \frac{\lambda}{2d_i}. \quad (5)$$

Soustava interferenčních kuželů protne válcový fotografický film v soustavě tzv. Debyeových linií (čar) s různým zakřivením podle úhlů ψ_i . Ukázka rentgenogramu je na obr. 8. Poloha a intenzita čáry je určena typem struktury a parametry mřížky.



Obr. 8: Rentgenogram vzorku iontově nitridované oceli
 ČSN 19 550.

4.3 Volba záření a filtrů

Jako zdroje rtg. paprsků v technické praxi se používá odtavených rentgenových trubic. Při volbě kovu anody těchto trubic se musí dbát na to, aby její charakteristické záření K nebudilo charakteristické záření zkoumaného materiálu. Jinak stoupne spojitě černání na fotografickém filmu do té míry, že ostatní Debyeovy linie nejsou vůbec patrné. Např. při zkoumání železa a jeho slitin nelze užít rtg. trubice s Cu - anodou, protože záření K mědi budí záření K železa. Proto je nutno použít anody z kobaltu, železa nebo chromu.

Při difrakci se často používá filtrace, aby se odstranily nežádoucí složky charakteristického spektra spolu s částí bílého záření [7]. Pro tento účel se používá β - filtrů, jež se skládají z vrstvy látek relativně propouštějících záření K_{α} avšak skoro nepropouštějících záření K_{β} .

Pro rtg. difrakci ocelí existují tři vhodná záření:

Cr- K_{α} , Fe- K_{α} nebo Co- K_{α} o vlnových délkách λ :

$$\text{Cr-}K_{\alpha} \quad (\lambda = 2,289 \cdot 10^{-10} \text{ m})$$

$$\text{Co-}K_{\alpha} \quad (\lambda = 1,788 \cdot 10^{-10} \text{ m})$$

$$\text{Fe-}K_{\alpha} \quad (\lambda = 1,935 \cdot 10^{-10} \text{ m})$$

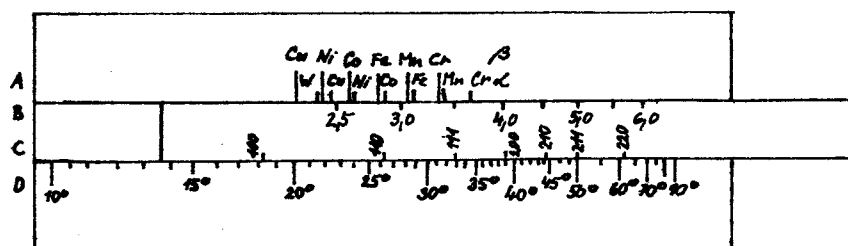
Jednotlivá záření se filtrují příslušným foliovým filtrem:

záření K	filtr
Co	Fe
Fe	Mn
Cr	V

4.4 Fázová analýza rtg. difrakcí

4.4.1 Kvalitativní fázová analýza

Pro zjištění indexů difrakčních čar se používá různých metod. Rychlým prostředkem pro vyhodnocení rentgenogramů je pravítko s logaritmickou stupnicí (obr. 9). Na logaritmické stupnici A jsou vyznačeny všechny vlnové délky jichž se používá, stupnice B je obyčejnou logaritmickou stupnicí pro čtení rozměru a krychlové buňky, stupnice C je označena příslušnými indexy hkl a na stupnici D jsou vyneseny hodnoty úhlů 2θ . K hodnotám úhlů 2θ , spočítaným podle vztahu (5), nalezneme příslušné indexy tím způsobem, že pravítko nastavíme do polohy, ve které se současně shodují se značkami na stupnici C. Při tomto nastavení běžce se pak hodnota a ukáže pod hodnotou vlnové délky, která byla použita. Jestliže se vyskytují na rentgenogramu obojí čáry K_{α} i K_{β} , vyžaduje to dvojího nezávislého nastavení pravítka /7/.



Obr. 9: Pravítko s logaritmickou stupnicí.

Rentgenogramy pro mřížky s dvojím parametrem (tetragonální, hexagonální a romboedrické) lze vyhodnotit pomocí nomogramů, jež sestrojili Hull a Davey a které nám udávají poměrné mezivrstevné vzdálenosti pro základní mřížky se všemi možnými

hodnotami poměru os. Mezirovinné vzdálenosti vypočtené z difrakčního diagramu se vyznačí na proužek papíru a tento proužek se posouvá po nomogramu do různých vodorovných poloh tak dlouho, až se značky na něm shodnou s křivkami nomogramu. Indexy pro jednotlivé čáry se pak čtou z příslušných křivek.

Kvalitativní analýzu lze provádět také na základě vhodných měření poměrných intenzit difrakčních čar jednotlivých komponentů. Byl vypracován klasifikační systém (obsahuje několik tisíc látek) podle něhož lze rentgenogram neznámé látky identifikovat. Každá látka má v této sbírce tři štítky, jeden udávající první nejsilnější čáru, jeden udávající druhou nejsilnější čáru a jeden udávající třetí nejsilnější čáru. Všechny štítky jsou seřazeny ve sbírce podle velikosti mezirovinné vzdálenosti prvé zaznamenané čáry. Na štítcích jsou natištěny pro všechny čáry mezirovinné vzdálenosti a poměrné intenzity. Při provádění analýzy se postupuje takto /7/:

1. pro všechny čáry diagramu neznámé látky se spočítají hodnoty d a odhadnou poměrné intenzity.
2. Ve sbírce karet se vyhledá skupina obsahující všechny látky, jejichž nejsilnější čára má hodnotu d blízkou hodnotě d nejsilnější čáry neznámé látky.
3. Z této skupiny štítků se vyberou ty, u nichž d druhé nejsilnější čáry je blízké hodnotě d druhé nejsilnější čáry neznámé látky.
4. S takto vybranými difrakčními diagramy se pak zkontroluje třetí nejsilnější čára a všechny slabší čáry neznámé látky. Je-li celý naznačený postup správně prováděn, vede vždy k lokalizování každé komponenty směsi, jež jsou ve sbírce registrovány, pokud jsou ovšem tyto komponenty přítomny v dostatečném množství, čistotě a dokonalosti, aby dávaly čitelné diagramy.

4.4.2 Kvantitativní fázová analýza

Kvantitativní fázová analýza má oproti chemické či spektrální analýze řadu výhod. Stanovuje přímo jednotlivé krystalické fáze a vyžaduje velmi malé množství látky. Rtg. difrakční fázová analýza se v podstatě opírá o dvě fakta /9/:

1. Každá krystalická fáze dává určitý pro ní charakteristický rentgenový difraktogram, t.j. systém difrakčních čar určité polohy a relativní intenzity.
2. Vyskytuje-li se ve směsi několik krystalických fází, vystoupí na difraktogramu systémy čar odpovídající každé z přítomných fází, aniž by se ovlivňovaly navzájem.

Při určování obsahu jednotlivých fází ve směsi se postupuje obvykle tak, že se kalibrují intenzity jistých čar složeného difrakčního diagramu směsi na základě snímků řady vzorků, jejichž analýzy jsou známe. Visuálním porovnáním snímků se dosáhne přesnosti $\pm 5\%$ stanovovaných množství /10/. Větší přesnosti se však dosáhne měřením integrální intenzity čar.

4.4.3 Přesnost kvalitativní a kvantitativní fáz. analýzy

Nejmenší množství látky zjistitelné rtg. analýzou závisí na mnoha faktorech:

- podstatě zkoumané látky
- uspořádání atomů
- stupni vnitřního pnutí mřížky
- poměru rozpustnosti fáze
- použitém zařízení
- metodice měření atd.

Velké přednosti difrakční rtg. analýzy tkví v tom, že lze pomocí ní spolehlivě identifikovat látky i ve velmi malých množstvích dále že lze pomocí ní rozlišit různé fáze téhož složení a různé

modifikace chemických sloučenin, a konečně že poskytuje trvalý záznam o původním stavu analyzované látky a že zkoumaný vzorek se při ní neporuší. Používá se jí také v rozsáhlém měřítku při hledání příčin zmetkovitosti výroby, kontrole surovin a zpracování materiálů i při vývoji různých výrobků.

Citlivost metody definujeme jako minimální kvantitativně zjistitelné množství určité fáze danou experimentální technikou. Závisí jednak na experimentálních podmínkách, jednak na složení analyzované látky.

Přesnost metody je dána opět experimentální technikou, dále ještě úrovní zjišťování integrální intenzity (kvalitou planimetrování).

5. EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

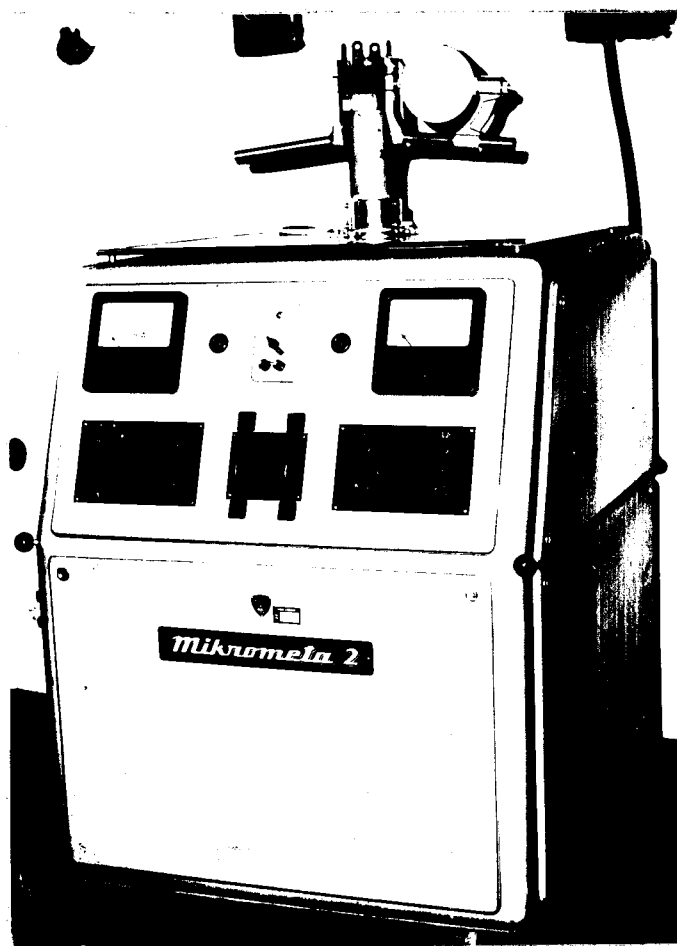
5.1 Příprava vzorků pro rtg. analýzu

Rtg. analýza byla prováděna na iontově nitridovaných vzorcích dodaných pracovníky ústavu Prago-Union. Pět vzorků bylo iontově nitridováno na zařízení firmy KLÖCKNER (NSR). Zbývající sedm vzorků bylo nitridováno na nově vyvinutém zařízení ústavu Prago-Union ve zkušebním provozu v n.p. Plastimat v Liberci za těchto provozních podmínek: teplota nitridace - 450 - 550° C, doba nitridace do 8 hodin. Materiálem na vzorky byly voleny oceli ČSN 14 340, ČSN 15 340, ČSN 19 550. Nejvýhodnější z nich na iontovou nitridaci se jeví ocel ČSN 15 340. Jde o ocel s obsahem 0,35-0,42% C; 1,35-1,65% Cr; 0,70-1,10% Al a 0,15-0,25% Mo, tedy s dostatkem legur tvořících tvrdé nitridy. Tato ocel má podle materiálového listu /11/ v dodaném stavu mezpevnosti 930-1080 MPa.

Rtg. analýza byla prováděna na kompaktních vzorcích, bez úpravy povrchu a to z toho důvodu, že se analyzovala povrchová vrstva. Jestliže vzorek nebo součást byla většího rozměru, bylo zapotřebí vyříznout zkoumaný vzorek do požadovaného tvaru, aby se vešel do Debye-Scherrerovy semifokusační komůrky.

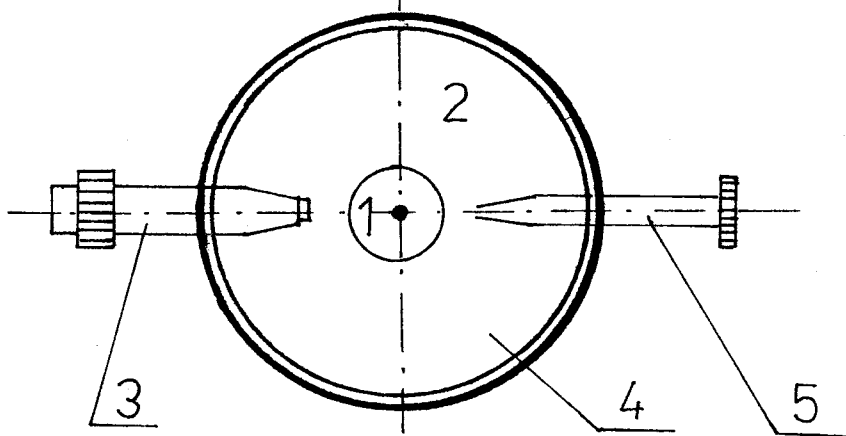
5.2 Rentgenová analýza

Snímkování bylo prováděno na přístroji Mikrometa 2 (obr.10), použita byla Debye-Scherrerova komůrka (obr.11) o průměru 114,7 mm s úpravou pro snímkování plochého vzorku, t.j. metody částečné fokusace. Z hlediska potřebné fokusace byl volen úhel nastavení roviny vzorku vůči primárnímu svazku paprsků 45°.



Obr. 10:

Mikrometa 2



1 - držák pro plošné vzorky

2 - tělěso komůrky

3 - clonka, vymezuující funkční průměr svazku rtg. záření

4 - film

5 - lapač rtg. záření

Obr. 11: Schema Debye-Scherrerovy komůrky.

5.2.1 Experimentální podmínky

Při práci se semifokusační komůrkou byl volen úhel dopadu primárního svazku rtg. paprsků na povrch vzorku 134° . Pro snímání bylo použito záření Fe- K_α s manganovým filtrem pro od-filtrování β záření. Přestože bylo použito filtru, nepodařilo se zcela odfiltrovat β záření. Proto se na rentgenogramech objevují i čáry β .

Vysoké napětí rtg. lampy bylo nastaveno na hodnotu $U = 30$ kV při proudu 22 mA. Expozice při dobré justaci rentgenky byla 120 minut. Rentgenogram by neměl být příliš tmavý, aby nejintenzivnější čáry nebyly černější než je možnost mikrofotometru. K vyvolávání filmu byla použita speciální jemnozrná rtg. vývojka. Doba vyvolávání byla 3-4 minuty.

5.3 Fotometrování

Rentgenografická metoda s fotografickým záznamem používá jako detektoru pro zaznamenání difrakčního obrazu filmového materiálu. Tato metoda vychází ze skutečnosti, že hustota černění naexponovaného fotomateriálu je úměrná energii záření, jímž byla fotografická emulze zasažena. Hodnotu zčernání jednotlivých čar, a tedy i jejich intenzity, je možno měřit mikrofotometrem. Difrakční čáry se na fotometrické křivce projevují jako maxima. Při vyhodnocování snímku se obvykle nefotometruje rentgenogram celý, ale pouze určitý úhlový úsek, t.j. od čáry (100) $\mathcal{E}$ až za čáru (200) $\mathcal{H}'$. Ostatní čáry jsou pro kvantitativní vyhodnocení méně vhodné, buď proto, že se vzájemně překrývají, nebo že jsou od sebe velmi vzdáleny, v důsledku rozdílné pronikavosti záření do materiálu.

K fotometrování bylo použito přístroje Schnellphotometr ve spojení se standartním zapisovačem GLB1. Obě aparatury jsou výrobky firmy ZEISS (Jena, NDR), (obr. 12).



Obr. 12: Schnellphotometr se standartním zapisovačem G1B1.

Parametry pro fotometrování:

Pro kvantitativní fázovou analýzu byl rentgenogram fotometrován za těchto podmínek nastavení zapisovače:

$$v = 30 \text{ mm/min}$$

$$n = 0,6 \text{ ot/min}$$

$$h = 4 \text{ mm/ot}$$

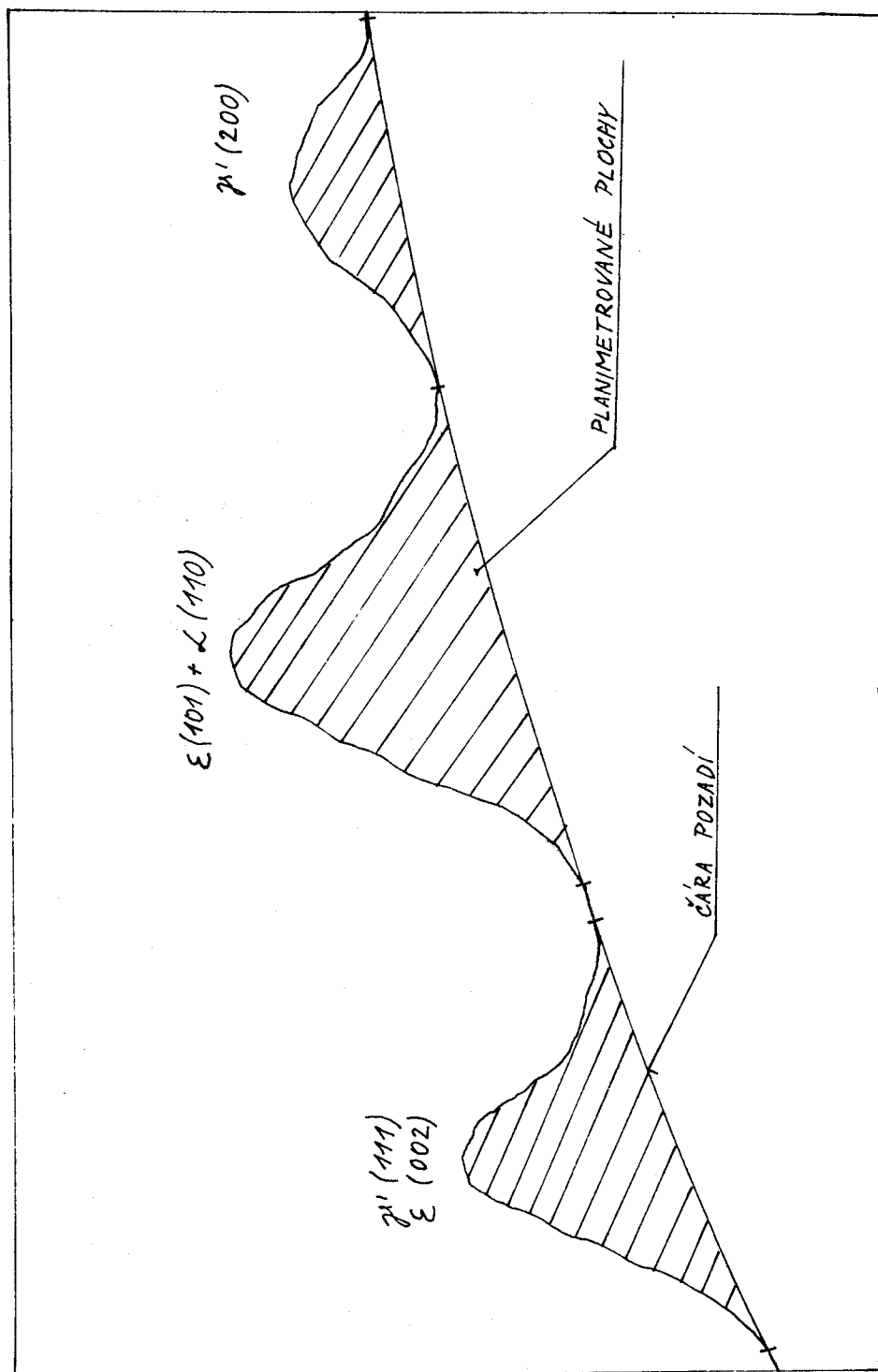
Měřítka zvětšení záznamu:

$$M = \frac{v}{n \cdot h} = 12,5$$

5.4 Planimetrování

Měření integrální intenzity čar používaných k analýze bylo prováděno planimetrováním fotometrických křivek. Planimetrovaly se pouze vrcholy těchto křivek. Plocha omezená touto

křivkou, proložená čarou pozadí, představuje intenzitu odpovídající maximu difrakční čáry (obr.13). K výpočtu koncentrací pak byl použit aritmetický průměr z pěti téměř shodných měření integrálních intenzit pro každou čáru.



Obr. 13: Fotometrická křivka.

5.5 Rentgenografické údaje o přítomných fázích

Tyto údaje jsou uvedeny v tabulce 1, kde jsou difrakční čáry (hkl) uvedených fází seřazeny podle hodnot mezirovinných vzdáleností d_{hkl} a uvedeny u každé Braggovy úhly ϑ pro záření Fe-K $_{\alpha}$. Na základě této tabulky byla vyhotovena šablona pro rychlé kvalitativní vyhodnocení rentgenogramů pořízených semi-fokusační metodou s filmovou registrací. Ukázka kvalitativního vyhodnocení rentgenogramu je uvedena na obr. 8, str. 28.

5.6 Výpočet

Kvantitativní vyhodnocení nitridovaných vrstev ocelí bylo provedeno podle následujícího postupu:

Z grafu, který je uveden na obr. 14 byla sestavena tabulka 2. Podle tabulky bylo určeno z hloubky nitridační vrstvy teoretické množství α - fáze c_{α} /12/.

K výpočtu pak bylo použito integrálních intenzit (hodnoty získané při planimetrování) následujících čar:

$$\begin{array}{ll} 101\epsilon + 110\alpha & \dots I_2 \\ 200\mu' & \dots I_3 \end{array}$$

Integrální intenzity I_1 nebylo k výpočtu potřeba, sloužila pouze ke kontrole.

Koncentrace c_{ϵ} a $c_{\mu'}$ byly určeny ze soustavy rovnic:

$$I_2 = k (8,6c_{\alpha} + 9,4c_{\epsilon}) \quad (6)$$

$$I_3 = k \cdot 4,7 c_{\mu'} \quad (7)$$

$$c_{\alpha} = 1 - c_{\epsilon} - c_{\mu'} \quad , \quad (8)$$

kde I_2 , I_3 jsou integrální intenzity,

c_{α} , c_{ϵ} , $c_{\mu'}$... koncentrace jednotlivých fází

k ... konstanta úměrnosti.

Výsledky kvantitativní fázové analýzy jsou uvedeny v tab. 3., 4.

5.7 Příklady měření

Pro měření fázového složení nitridovaných vrstev ocelí bylo použito 12 vzorků iontově nitridovaných ocelí, a to 5 vzorků firmy Klöckner a 7 vzorků iontově nitridovaných ve zkušebním zařízení ústavu Prago-Union.

Zkušební vzorky - KLÖCKNER:

vzorek č. 1 - ocel ČSN 19 550 o tloušťce nitridované vrstvy $6,5 \mu\text{m}$

vzorek č. 2 - ocel ČSN 15 340, tloušťka nitridované vrstvy $7 \mu\text{m}$

vzorek č. 3 - ocel 15 340, tloušťka nitrid. vrstvy $10 \mu\text{m}$

vzorek č. 4 - ocel ČSN 15 340, podle údajů bez povrchové vrstvy nitridů, pouze difuzní vrstva o tloušťce $0,3 \text{ mm}$

vzorek č. 5 - ocel ČSN 19 550, údajně bez povrchové vrstvy nitridů

Zkušební vzorky - Prago-Union:

vzorek č. 1 - ocel ČSN 19 550, síla nitridované vrstvy $8,5 \mu\text{m}$

vzorek č. 2 - ocel ČSN 19 550, síla nitrid. vrstvy $7,5 \mu\text{m}$

vzorek č. 3 - ocel ČSN 14 340 o tloušťce nitrid. vrstvy $1,5 \mu\text{m}$

vzorek č. 4 - ocel ČSN 15 340 síla nitrid. vrstvy $3,5 \mu\text{m}$

vzorek č. 5 - ocel ČSN 15 340, síla nitrid. vrstvy $5,5 \mu\text{m}$

vzorek č. 6 - ocel ČSN 19 550, síla nitrid. vrstvy $4,5 \mu\text{m}$

vzorek č. 7 - ocel ČSN 14 340, síla nitrid. vrstvy $3 \mu\text{m}$

5.8 Vyhodnocení výsledků

Lze konstatovat, že výsledky kvantitativní fázové analýzy u vzorků č. 1, 2, 3 skupiny Klöckner (vzorky č. 4 a 5 byly bez povrchové vrstvy nitridů) jsou ekvivalentní s výsledky analýzy vzorků č. 1, 2, 3, 4, 5 a 7 skupiny Prago-Union. Bylo zjištěno, že iontově nitridované vrstvy těchto uvedených vzorků obsahují fáze $\mathcal{E}$ a $\mathcal{J}'$. Poměr fází $\mathcal{E}$ a $\mathcal{J}'$ roste s tloušťkou nitridované vrstvy. Jak už bylo v této práci uvedeno, směs fází $\mathcal{E}$ a $\mathcal{J}'$ je velice křehká. Proto cílem iontové nitridace je získat monofázovou vrstvu, která má významnější vlastnosti. Monofázová vrstva byla zjištěna pouze u vzorku č.6 - skupiny Prago-Union. Lze prohlásit, že povrchová vrstva tohoto vzorku obsahuje pouze $\mathcal{E}$ - fázi. Pro ověření tohoto tvrzení by bylo nutné prozkoumat větší množství vzorků, odpovídajících vz.č.6.

Přesnějších výsledků by se dalo dosáhnout zvýšením kvality planimetrování.

Tabulka 1

Difrakční čáry v nitridovaných vrstvách ocelí

d	hkl	fáze	ν
			Fe-K α
3,79	100	γ'	14,79
2,68	110	γ'	21,17
2,34	100	ϵ	24,44
2,19	002	ϵ	26,24
2,19	111	γ'	26,24
2,07	101	ϵ	27,94
2,026	110	α	28,54
1,897	200	γ'	30,68
1,697	210	γ'	34,78
1,599	102	ϵ	37,25
1,574	211	γ'	37,95
1,435	200	α	42,42
1,351	110	ϵ	45,77
1,342	220	γ'	46,16
1,265	300	γ'	49,92
1,239	103	ϵ	51,38
1,200	310	γ'	53,77
1,170	112	α	55,83
1,150	112	ϵ	57,33
1,144	311	γ'	57,80
1,131	201	ϵ	58,86
1,095	222	γ'	62,13
1,092	004	ϵ	62,43
1,053	320	γ'	66,82

Tabulka 2

Obsah α - fáze v nitridovaných vrstvách ocelí

tloušťka nitridů	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
c_{α} [%]	100	81	66	54	44	35	28	23	18	14	11,5

Tabulka 3

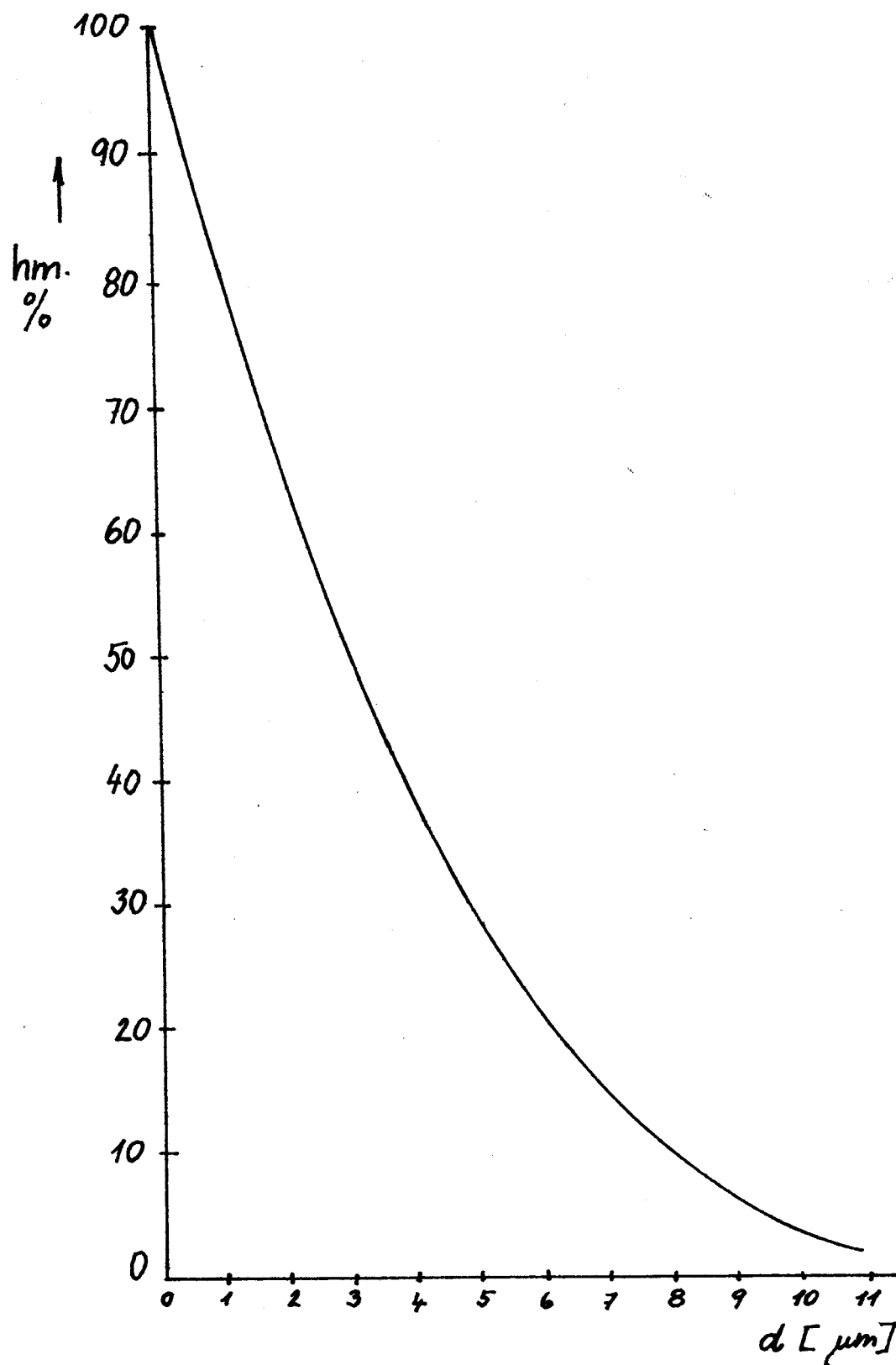
Výsledky fázové analýzy vzorků KLÖCKNER

číslo vzorku	h / μm /	I_1 / mm^2 /	I_2 / mm^2 /	I_3 / mm^2 /	c_L /%/	c_E /%/	$c_{\gamma'}$ /%/
1	6,5	1120	7800	580	18,5	32,8	48,7
2	7	2440	1100	1860	15,5	19,3	65,2
3	10	1000	1540	550	4,8	55	40,2
4	0	0	1000	0	100	0	0
5	0	0	1000	0	100	0	0

Tabulka 4

Výsledky fázové analýzy vzorků Prago-UNION

číslo vzorku	h / μm /	I_1 / mm^2 /	I_2 / mm^2 /	I_3 / mm^2 /	c_L /%/	c_E /%/	$c_{\gamma'}$ /%/
1	8,5	1245	1677,5	487,5	16	53	31
2	7,5	1490	790	620	20,5	30,9	48,6
3	1,5	1700	800	800	73,5	8,7	17,8
4	3,5	165	250	130	49	25,8	25,2
5	5,5	1687,5	789	840	31,5	21,8	46,7
6	4,5	0	2330	0	39,5	60,4	0,1
7	3	1220	1910	860	54	24,8	21,2



Obr. 14: Graf ke stanovení tloušťky nitridované vrstvy z naměřeného množství α -Fe, nebo-li teoretické množství α -Fe zjištělné rtg. fázovou analýzou v závislosti na tloušťce vrstvy.

6. Ekonomické zhodnocení

Přesto, že není k dispozici dostatek přesných podkladů pro ekonomické vyhodnocení iontové nitridace, je možné otázku ekonomické výhodnosti předběžně odhadnout a vyjádřit pomocí řady hospodářských a technických výhod, které má iontová nitridace oproti dosavadním metodám.

1. V důsledku kratší doby zpracování se ceny nitridace snížily. Další zkrácení doby zpracování by bylo možné urychlením procesu chlazení (použitím ventilátoru v komoře).
2. Snížení výrobních nákladů o náklady na zušlechťování oceli v důsledku mnohonásobného zvýšení životnosti součástí.
3. Možnost plné automatizace procesu. Práce se zakládkou a vykládkou vsázky lze soustředit do ranní směny, během odpolední směny by proběhlo čištění vsázky a náběh na teplotu, v noční směně by pak proběhl konec vlastní nitridace a ochlazování vsázky. V noční směně by proto zařízení mohlo pracovat bez stálé obsluhy.

Z těchto důvodů vyplývá, že tato metoda je mimořádně efektivní. Dále lze předpokládat další úspory spojené s nízkými náklady na údržbu a náhradní díly, s malou spotřebou plynů apod.

Úspory na iontovou nitridaci zatím nelze vyčíslit.

7. Z Á V Ě R

Na základě výsledků experimentální části, uvedených v této práci lze uvést tyto závěry:

1. Byla provedena fázová analýza dodaných 12 vzorků iontově nitridovaných ocelí rtg. difrakcí. Údaje pro analýzu byly odečteny z pořízených rentgenogramů.
2. Rozborem byla zjištěna přítomnost nitridů železa v povrchových vrstvách vzorků. U většiny vzorků byla zjištěna přítomnost fází ϵ a γ' , jejichž poměr stoupá s rostoucí tloušťkou nitridované vrstvy.
3. Bylo dosaženo důležitého poznatku, že jeden vzorek obsahuje monofázovou vrstvu.
4. Porovnáním výsledků mezi dvěmi skupinami vzorků bylo zjištěno, že vzorky iontově nitridované v zařízení ústavu Prago-Union obsahují stejné fáze jako vzorky nitridované na zařízení firmy KLÖCKNER.
5. Správnost této metody kvantitativního vyhodnocení byla potvrzena shodnými výsledky pořízenými jinými metodami vyhodnocení v ústavu Prago-Union.
6. K detailnějšímu studiu zastoupení jednotlivých fází by bylo výhodné prozkoumat vzorky jinými, přesnějšími metodami, např. Augerovou elektronovou spektroskopií (AES). Tuto metodu lze zkombinovat s profilovou analýzou a jednotlivé fáze pozorovat na scanovacím elektronovém mikroskopu.

Na závěr bych ráda poděkovala svým konzultantům Ing. D. Fryaufové, Ing. K. Daďourkovi, CSc, a vedoucímu diplomové práce Ing. J. Horynovi, CSc, kteří mi svými zkušenostmi, radami a připomínkami pomohli k úspěšnému zvládnutí zadaného úkolu.

Jana Ryjcklová

Seznam použité literatury:

- /1/ PŘENOSIL, B.: Nitrocementace, SNTL, Praha 1964
- /2/ LACHTIN, J. M., KOGAN, J. D.: Azotirovanije stali, Mašino-
strojenije, Moskva 1976
- /3/ DAĐOUREK, K.: Iontová nitridace matric pro TMS Pardubice
(Výzkumná zpráva), Liberec 1980
- /4/ KORECKÝ, J.: Nitridování, Průmyslové vydavatelství,
Praha 1951
- /5/ Firemní materiály firmy Klöckner
- /6/ MUSIL, J.: Nitridování, Práce, Praha 1956
- /7/ BARRETT, CH. S.: Struktura kovů, ČAV, Praha 1959
- /8/ KOCHANOVSKÁ, A.: Zkoušení jemné struktury materiálu rtg.
paprsky, Elektrotechnický svaz, Praha 1943
- /9/ FIALA, J.: Absolutní stanovení objemového podílu α a γ
fáze železa rtg. metodou, Kovové materiály,
Bratislava 1967
- /10/ MIRKIN, L. I.: Spravočnik po rentgenostrukturnomu analizu
polikristalov, Mašinostrojenije, Moskva 1962
- /11/ Materiálové listy oceli ČSN 15 340
- /12/ ČERMÁK, M.: Rentgenografické metody studia tenkých povrchových
vrstev, (přednáška) Praha 1981