

Technická univerzita v Liberci

Fakulta strojní

DIPLOMOVÁ PRÁCE

2005

Pavel Barák

TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI

FAKULTA STROJNÍ

Obor 2303 T 002

Strojírenská technologie

Zaměření: Materiálové inženýrství

Katedra materiálů

Vliv parametrů plazmové nitridace materiálů 42CrMo4, 34CrMo4 a 50CV4TQS na povrchovou tvrdost nitridační vrstvy

Effect of characteristics of plasma nitriding on materials 42CrMo4, 34CrMo4 and 50CV4TQS on surface hardness of nitriding layer

Pavel Barák

KMT – 197

Vedoucí diplomové práce: Doc. Ing. Karel Daďourek, CSc.

Rozsah práce:

Počet stran textu: 57

Počet obrázků: 24

Počet tabulek: 49

Počet grafů: 22

Počet příloh: 3

V Liberci dne 27.5.2005



ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

Jméno a příjmení	Pavel B A R Á K
studijní program	M 2301 Strojní inženýrství
obor	2303 T 002 Strojírenská technologie
zaměření	Materiálové inženýrství

Ve smyslu zákona č. 111/1998 Sb. o vysokých školách se Vám určuje diplomová práce na téma:

Vliv parametrů plazmové nitridace materiálů 42CrMo4, 34CrMo4 a 50 CV4 TSQ na povrchovou tvrdost nitridační vrstvy

Zásady pro vypracování:

(uveďte hlavní cíle magisterské práce a doporučené metody pro vypracování)

1. Vypracujte rozbor problematiky plazmové nitridace uvedených celí a vlivu faktorů, které mohou ovlivňovat tvrdost nitridační vrstvy
2. Navrhněte postup ověření a vyhodnocení vlivu nejvýznamnějších faktorů, ovlivňujících tvrdost povrchové nitridační vrstvy.
3. Vyhodnoťte dostupnými metodami výsledek dodaných vzorků, z hlediska dosažení maximální tvrdosti nitridace a pokuste se na základě dosažených výsledků navrhnout optimální parametry plazmové nitridace u těchto materiálů.

Forma zpracování diplomové práce:

- průvodní zpráva v rozsahu 40 - 50 stran
- přílohy

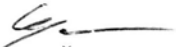
Seznam literatury (uved'te doporučenou odbornou literaturu):

- [1] HRUBÝ, V., HOLEMÁŘ, A: Iontová nitridace v praxi, SNTL Praha 1989
- [2] LACHTIN, J.M., KOGDAN J.D.: Azotirovanije stali. Mašinostrojenije Moskva 1975
- [3] Firemní materiály firmy Bodycote

Vedoucí diplomové práce:
Konzultant diplomové práce:

doc. Ing. Karel Daďourek, CSc.
Ing. Evžen Vyplašil, CSc. – Bodycote HT s.r.o.
Brno
Ing. Jiří Stanislav, CSc. – Bodycote HT s.r.o.
Liberec




prof. RNDr. Petr ŠPATENKA, CSc.
vedoucí katedry


doc. Ing. Petr LOUDA, CSc.
děkan

V Liberci dne 31.10. 2004

Platnost zadání magisterské práce je 15 měsíců od výše uvedeného data. Termíny odevzdání magisterské práce jsou určeny pro každý studijní rok a jsou uvedeny v harmonogramu výuky.

ANOTACE

FAKULTA: Strojní
Katedra materiálu

OBOR: Strojírenská technologie

ZAMĚŘENÍ: Materiálové inženýrství

JMÉNO: Pavel Barák

TÉMA DP: Vliv parametrů plazmové nitridace materiálů 42CrMo4, 34CrMo4 a 50CV4TQS na povrchovou tvrdost nitridační vrstvy

ČÍSLO DP: KMT – 197

VEDOUCÍ DP: Doc. Ing. Karel Daďourek, CSc.

KONZULTANT DP: Ing. Evžen Vyplašil, CSc. – Bodycote HT s.r.o. Brno
Ing. Jiří Stanislav, CSc. – Bodycote HT s.r.o. Liberec

Tato diplomová práce se zabývá vlivem parametrů plazmové nitridace materiálů 42CrMo4, 34CrMo4 a 50CV4TQS na povrchovou tvrdost nitridační vrstvy. Na těchto materiálech bylo provedeno pět různých procesů plazmové nitridace. Bylo provedeno následné vyhodnocení vzorků z hlediska dosažené tvrdosti a na základě dosažených výsledků byly navrženy optimální parametry plazmové nitridace u těchto materiálů: teplota - 491-494 °C, čas – 15 hodin.

ANNOTATION

FAKULTA: Strojní
Katedra materiálu

OBOR: Strojírenská technologie

ZAMĚŘENÍ: Materiálové inženýrství

JMÉNO: Pavel Barák

TÉMA DP: Effect of characteristics of plasma nitration on materials
42CrMo4, 34CrMo4 and 50CV4TQS on surface
hardness of nitriding layer

ČÍSLO DP: KMT – 197

VEDOUCÍ DP: Doc. Ing. Karel Daďourek, CSc.

KONZULTANT DP: Ing. Evžen Vyplašil, CSc. – Bodycote HT s.r.o. Brno
Ing. Jiří Stanislav, CSc. – Bodycote HT s.r.o. Liberec

This thesis concerns with effect of characteristics of plasma nitration on materials 42CrMo4, 34CrMo4 and 50CV4TQS on surface hardness of nitriding layer. On these materials was perform five different processes of plasma nitration. Then was perform follow-up evaluation of samples from the aspect of achieved results and then were devise optimal parameters of plasma nitration by these materials: temperature - 491-494 °C, time – 15 hours.

Prohlašuji, že jsem diplomovou práci vypracovala samostatně s použitím uvedené literatury a na základě konzultací s vedoucím diplomové práce a konzultantem.

V Liberci, 27. května 2005

.....

Pavel Barák
Obránců míru 533
55101 Jaroměř

..

Poděkování

Rád bych poděkoval vedoucímu diplomové práce Doc. Ing. Karlu Daďourkovi,CSc. za odborné rady a připomínky, které mi poskytl při zpracování diplomové práce, Ing. Evženu Vyplašilovi,CSc., Ing. Jiřímu Stanislavovi,CSc. a kolektivu firmy Bodycote HT za vstřícný přístup a ochotu, Vlastě Čílové za pomoc při realizaci experimentu a v neposlední řadě mé rodině za veškerou podporu během celého studia.

OBSAH

1. ÚVOD.....	9
2. TEORETICKÁ ČÁST.....	10
2.1 Chemicko-tepelné zpracování – nitridace	10
2.1.1 Různé způsoby nitridace	11
2.1.2 Vliv teploty na průběh nitridace	12
2.2 Podstata a princip iontové nitridace	13
2.2.1 Vedení elektrického proudu v plynech	13
2.2.2 Využití doutnavého výboje v technické praxi	13
2.2.3 Princip iontové nitridace	14
2.3 Zařízení pro iontovou nitridaci	17
2.3.1 Základní části iontonitridační jednotky	17
2.4 Metalografie iontonitridačních vrstev	18
2.4.1 Soustava železo – dusík	18
2.4.2 Fázové složení iontově nitridované vrstvy	20
2.4.3 Iontově nitridované vrstvy	23
2.4.4 Tvrdost iontově nitridované vrstvy	25
2.4.5 Kontrola tvrdosti	26
2.4.5.1 Měření tvrdosti tenkých povrchových vrstev	26
2.4.6 Hloubka nitridační vrstvy	28
3. EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST.....	30
3.1 Zkoušené oceli	30
3.1.1 Materiál č. 1 – 42CrMo4	30
3.1.2 Materiál č. 2 – 34CrMo4.....	31
3.1.3 Materiál č. 3 – 50CV4TSQ	31
3.2 Postup zkoušení vzorků	32
3.2.1 Příprava vzorků	33
3.2.2 Tepelné zpracování	33
3.2.3 Měření tvrdosti.....	36

4. VÝSLEDKY A JEJICH DISKUZE	37
4.1 Povrchová tvrdost	37
4.2 Gradient mikrotvrdosti	38
4.3 Tloušťka bílé povrchové vrstvičky nitridů	43
4.4 Mikrostruktura vzorků	46
4.5 Zhodnocení dosažených výsledků plazmaticky nitridovaných vzorků	49
5. ZÁVĚR	55
6. SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY.....	56
7. SEZNAM PŘÍLOH.....	57

1. ÚVOD

Cílem této diplomové práce bylo na základě požadavku firmy Bodycote HT s.r.o. zjistit vliv parametrů plazmové nitridace materiálů 42CrMo4, 34CrMo4 a 50CV4TQS na povrchovou tvrdost nitridační vrstvy. Na těchto materiálech bylo provedeno pět různých procesů plazmové nitridace a následné vyhodnocení vzorků z hlediska dosažené tvrdosti. Na základě dosažených výsledků byly navrženy tyto optimální parametry plazmové nitridace:

teplota – 491-494 °C, čas – 15 hodin

Pro měření byly použity vzorky materiálů poskytnuté firmou Bodycote HT s.r.o. Brno. Nitridační procesy byly provedeny ve firmě Bodycote HT s.r.o. Liberec. Experimentální data byla naměřena na přístroji ZWICK 3213 na katedře materiálů na TU v Liberci.

2. TEORETICKÁ ČÁST

2.1 Chemicko-tepelné zpracování - nitridace

Nitridace je jeden ze způsobů chemicko-tepelného pochodu, při němž se povrch oceli nasycuje dusíkem v proudu čpavku při nízké teplotě 500 až 600 °C. Vrstvy, které takto vznikají, jsou poměrně slabé 0,25 až 0,65 mm, i když celková doba nitridace je značně dlouhá (30 až 60 h). Nitridované součástky nejsou dále tepelně zpracovávány, jako je tomu po cementování.

Nitridací se podstatně zvyšuje povrchová tvrdost, odolnost proti opotřebení a únavě a odolnost proti korozi. U ocelí Cr - Al – Mo dosahuje tvrdost hodnoty až 1200 HV. Při teplotě 500 – 600 °C disociuje čpavek na povrchu ohřáté oceli, která působí jako katalyzátor:



Vzniklý atomární dusík je povrchem oceli adsorbován a tvoří se železem nitridy železa, nebo nitridy legujících prvků, jde-li o slitinovou ocel. Vznik nitridů možno obecně vyjádřit takto:



Termická disociace čpavku závisí na teplotě, tlaku a rychlosti, s jakou dochází k výměně čpavku v prostoru, ve kterém je nitridace prováděna. [3]

2.1.1 Různé způsoby nitridace

Nitridaci provádíme buď v prostředí plynném nebo v prostředí kapalném. Nitridace v kapalném v prostředí roztavených solí tvoří zvláštní samostatný způsob chemicko-tepelného zpracování. [3]

1. Nitridace v plynném prostředí

Součásti, které mají být nitridovány, jsou předem zpracovány a podle potřeby buď zbaveny vnitřního napětí vyžeháním nebo tepelně zušlechťeny. Povrch součástí musí být kovově lesklý a dokonale zbaven mastnoty. Naopak části povrchu, které nemají být nitridovány, musí být chráněny vhodným způsobem.

Pece a nitridační zařízení jsou velmi rozmanité. Jejich konstrukce je ovlivněna poměrně nízkou provozní teplotou, požadavkem dokonalé stejnosměrnosti a stálosti teploty v celém prostoru, jednoduchostí obsluhy a možnosti rychlé výměny vkládaných součástek.

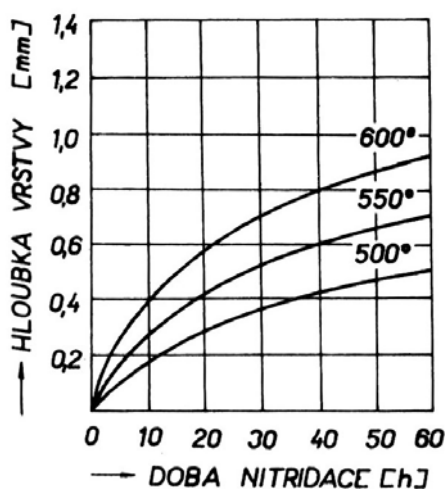
Velmi rozšířené pece komorové byly postupně přebudovány na plynulý nebo poloplynulý provoz. Pece jsou vytápěny odporově nebo plynem, jehož zplodiny hoření jsou vedeny v peci systémem ohřívacích trub. Moderní pece jsou většinou válcovité s umělou cirkulací plynu, výhodnější jsou pece zvonové. [3]

2. Nitridace v doutnavém výboji

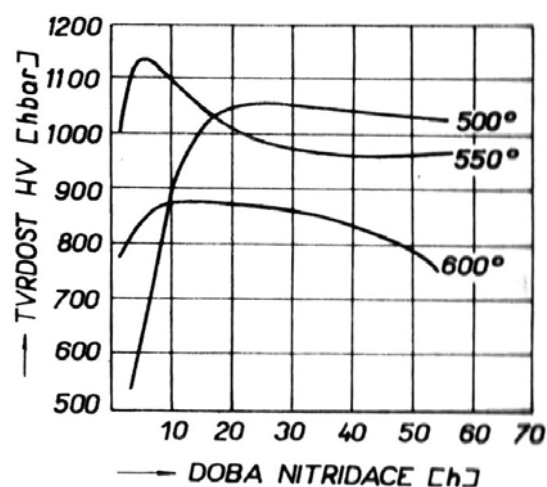
Probíhá při teplotách 500 až 600 °C, doba nitridace se pohybuje od několika hodin až do několika dnů. Tento způsob nitridace dává dobré výsledky, použije-li se pro obvyklé nitridační oceli. Dobře se osvědčuje pro velké plochy, např. při nitridaci hlavní, hřídelů, vřeten apod. [3]

2.1.2 Vliv teploty na průběh nitridace

Na průběh nitridace má především vliv výše teploty, která ovlivňuje průběh disociace (*rozklad, rozštěpení; chemický rozklad sloučenin na jednodušší látky působením tepelné, elektrické či jiné energie*) a průběh difúze (*samovolné pronikání molekul z oblasti vyšší koncentrace do oblasti nižší koncentrace vlivem tepelného pohybu částic*). Zvýšením teploty se hloubka nitridační vrstvy zvětšuje (obr. 1), její tvrdost však klesá (obr. 2).



Obr. 1. Vliv teploty na hloubku vrstvy



Obr. 2. Vliv teploty na tvrdost vrstvy

Snižování tvrdosti při zvýšených teplotách nitridace souvisí pravděpodobně s velikostí a rozložením nitridů a jejich stálostí. Nitridy, které jsou ve velmi jemné disperzi, působí na zvýšení tvrdosti podstatně více než nitridy, které při zvýšených teplotách koagulovaly. [2]

Vliv teploty:

- vyšší teplota urychluje difúzi, nižší teplota ji zpomaluje,
- vyšší teplota aktivuje lépe povrchové vrstvy nitridů, nižší teplota její vznik potlačuje,
- vyšší teplota snižuje mikrotvrdost povrchové vrstvy, nižší teplota ji zvyšuje,
- vyšší teplota podporuje vznik monofázové vrstvy γ' -Fe₄N nebo podíl γ' -fáze ve vrstvě. [4]

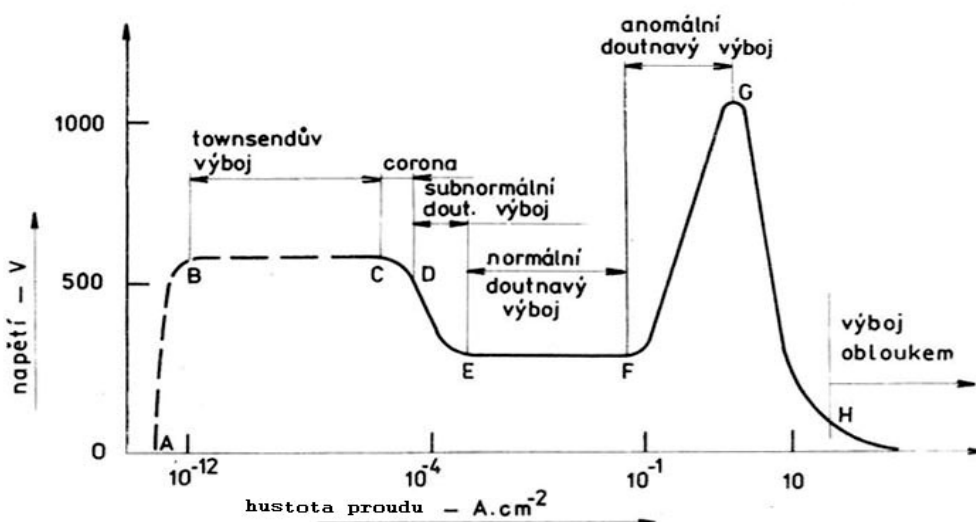
2.2 Podstata a princip iontové nitridace

2.2.1 Vedení elektrického proudu v plynech

Snížíme-li mezi dvěma elektrodami (katodou a anodou), připojenými k dostatečně vysokému napětí, tlak plynu, jsou molekuly plynu v elektrickém poli mezi elektrodami štěpeny a atomy ionizovány. Ionizací rozumíme odtržení (vyražení) jednoho nebo více elektronů z obalu atomu, takže se částice plynu rozdělí na kladné ionty a volné záporné elektrony. V důsledku nárazu migrujících molekul a pohybu nosičů nábojů v elektrickém poli dochází neustále k dalšímu štěpení a ionizaci. Říká se tomu též nárazová ionizace plynu. Vznikají stále nové nosiče nábojů, přičemž kladné ionty jsou urychlovány ke katodě a elektrony se pohybují směrem k anodě. Plyn se stane vodivým a obvodem začne proudit elektrický proud. Průchod proudu plynem se nazývá výboj. Výboje ve zředěných plynech jsou zpravidla doprovázeny doutnavým světlem; proto se jim říká doutnavé výboje. [1]

2.2.2 Využití doutnavého výboje v technické praxi

Na obr. 3 je schématicky znázorněna změna povahy výboje ve zředěném neónu v závislosti na přivedeném napětí a proudové hustotě.



Obr. 3. Závislost změny doutnavého výboje ve zředěném neónu na napětí a plošné hustotě elektrického proudu

Iontová nitridace vyžaduje především rovnoměrný výboj na celém povrchu a napětí 250 až 1 000 V. Je proto uskutečnitelná pouze v podmínkách výboje, který odpovídá anomální oblasti. V této oblasti je plošný doutnavý výboj bez dalších opatření nestabilní a má tendenci přejít do výboje obloukového. Vznik oblouku je však u iontové nitridace nepřipustný, protože znamená nerovnoměrnost nitridace. Vyřešení stability anomálního doutnavého výboje bylo základním předpokladem pro jeho využití v technické praxi. Základem vývoje prvních průmyslových zařízení pro iontovou nitridaci se staly patenty německého fyzika Dr. Berghause. Novými vynálezy v elektronice byly vytvořeny další předpoklady pro zlepšení ovládání a řízení plošných výbojů. [1]

2.2.3 Princip iontové nitridace

Iontová nitridace je stejně jako jiné postupy nitridování podmíněna přítomností iontů dusíku na povrchu kovu. Ionty dusíku jsou schopné přes povrchovou adsorbční vrstvičku nitridu pronikat za zvýšené teploty do mřížky základního kovu a difundovat dále do oceli.

Klasická nitridace v plynu probíhá v plynotěsných pecích v atmosféře částečně štěpeného čpavku. Atomární dusík vzniká rozkladem molekul čpavku při zvýšené teplotě v peci. Atomy dusíku, které vznikají na povrchu oceli, reagují se železem a vytvářejí povrchovou adsorbční vrstvičku bohatou na nitridy. Tyto nitridy vázané na povrch oceli jsou za zvýšené teploty nestabilní, rozpadají se na nižší složky, uvolněný dusík vstupuje z adsorbční vrstvičky do mřížky a proniká dále do povrchu. Rozklad molekul čpavku na povrchu oceli, který působí jako katalyzátor, je daleko rychlejší než v plynné fázi nacházející se v prostoru pece. Kromě toho atomární dusík vzniklý v plynné fázi rekombinuje do molekulárního stavu (N_2) dříve, než se dostane na povrch oceli, a nemá již z hlediska procesu nitridace další význam. Na nitridaci v plynových pecích se tedy podílejí jen ty atomy dusíku, které vznikly štěpením molekul čpavku přímo na povrchu součástí. [1]

Při iontové nitridaci jsou zpracováváné součásti uloženy izolované ve vakuové nádobě (recipientu) a zapojeny jako katoda. Recipient je zapojen jako anoda a udržuje se v něm snížený tlak zředěné směsi plynu potřebných pro

proces nitridace. Nejčastěji je to směs dusíku a vodíku ($N_2 + H_2$).

Po připojení stejnosměrného proudu o napětí 400 až 1 000 V vznikne mezi stěnou recipientu (anodou) a povrchem součásti (katodou) elektrické pole. Napětí, proud a tlak musí být nastaveny tak, aby odpovídaly oblasti anomálního výboje. V elektrickém poli dochází k silné migraci molekul zředěného plynu a v důsledku nárazů pak k jejich štěpení a ionizaci. Kladné ionty jsou urychlovány směrem ke katodě, to je na povrch nitridovaných součástí. K prudkému nárůstu kinetické energie iontů dochází v bezprostřední blízkosti povrchu součásti v oblasti katodového úbytku napětí.

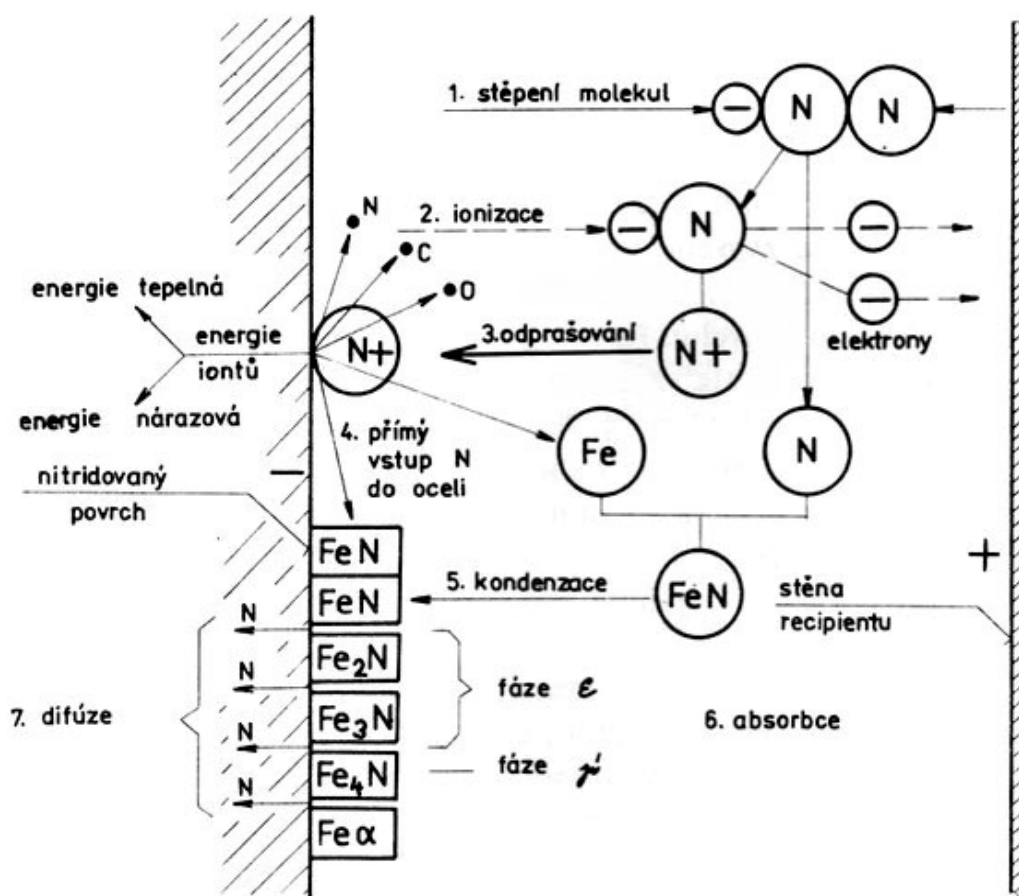
Anomální výboj má proto plošný charakter a jeho svítící korona kopíruje povrch součásti. Bez této vlastnosti by nebylo možné průmyslové využití doutnavého výboje pro difúzní pochody tepelného zpracování. [1]

Děje probíhající na povrchu součásti (obr. 4) lze zjednodušeně vysvětlit následovně: kladné ionty neustále bombardují povrch součásti. Při dopadu se část jejich kinetické energie přemění v teplo a součásti jsou ohřívány. Kromě ohřevu vyražejí dopadající ionty z povrchu oceli atomy železa a dalších prvků.

Tento jev, nazývaný odprašování nebo katodové odprašování, je podle většiny autorů nejzávažnějším dějem procesu iontové nitridace. [1] Dopad iontů na povrch součásti, jeho reakce s odprášenými atomy vede ke vzniku dusíkem bohatých nitridů železa. Jejich kondenzací se vytváří povrchová absorbní vrstvička s vysokou koncentrací dusíku. Kromě železa dochází k odprašování dalších prvků, především uhlíku, kyslíku a dusíku.

Volbou vhodných podmínek (napětí, plošná hustota proudu, tlak a složení atmosféry) lze v podstatné míře ovládat tvorbu povrchové vrstvičky nitridu. Odprašování oxidů má za následek dokonalou depasivaci povrchu oceli a tím i zlepšení podmínek nitridace, zvláště u vysoce legovaných oceli. Základ vzniku iontonitridačních vrstev je nutno hledat ve vratných dějích: odprašování, vznik bohatých nitridů železa; kondenzace a absorpce dusíku uvolněného z povrchové vrstvy jako zdroje pro vznik difúzní vrstvy. [1]

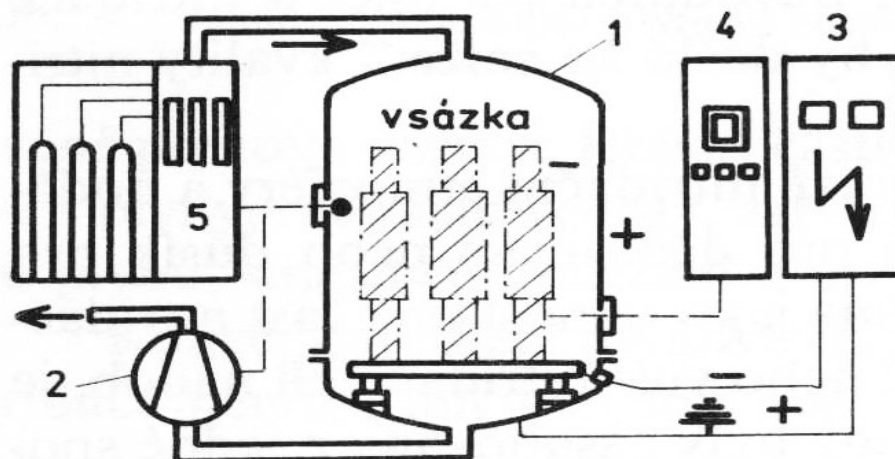
Povrchová vrstvička bohatých nitridů se rozpadá na nižší složky podle schématu v dolní části obr. 4. Přitom část uvolněného dusíku proniká (difunduje) dále do povrchu oceli a vytváří vazbou na nitridované prvky difúzní podpovrchovou nitridační vrstvu. [1]



Obr. 4. Schéma dějů při iontové nitridaci

2.3 Zařízení pro iontovou nitridaci

2.3.1 Základní části iontonitridační jednotky



Obr. 5. Schéma zařízení pro iontovou nitridaci

- | | |
|-----------------------------------|---------------------------------|
| 1 - vakuová nádoba, | 4 - elektrická řídicí jednotka, |
| 2 - vakuový systém, | 5 - plynová stanice |
| 3 - napájecí elektrická jednotka, | |

Vakuová nádoba – recipient (1). Pro vznik elektrického pole musí být uvnitř recipientu dvě elektrody – katoda a anoda. Katodu tvoří zpracovávané součásti, které jsou uloženy izolovaně, zatímco anodou je samotný recipient, respektive jeho vnitřní stěny.

Vakuový systém (2). Je propojen s vnitřním prostorem recipientu. Jeho úkol je odčerpání vzduchu z prostoru do takového vakua, aby zbylé stopy vzduchové atmosféry a v nich obsažené výpary neovlivňovaly další průběh procesu. Tomu odpovídá počáteční tlak 5 až 10 Pa. Jakmile začne být po zapnutí elektrického proudu dávkována do tohoto počátečního vakua nitridační atmosféra, zajišťuje vakuový systém udržování předepsaného tlaku. Při iontové nitridaci běžných součástí se hodnota tlaku pohybuje v intervalu 100 až 800 Pa.

Elektrická napájecí jednotka (3). Slouží k dodávce stejnosměrného proudu o napětí zpravidla 250 až 1 000 V pro zapálení a udržování doutnavého výboje. Její výkon je dán max. plochou povrchu katody (vsázky včetně přípravků). U známých zařízení se měrný výkon pohybuje v rozsahu 0,3 až 1 W.cm⁻² povrchu katody při plošné hustotě proudu 8 až 25 A.m⁻². Hlavní části napájecí elektrické jednotky jsou: transformátor, usměrňovač, regulace proudu a napětí a zařízení pro plošnou stabilizaci výboje.

Elektronická řídící a kontrolní jednotka (4). Tato část nitridačního souboru zabezpečuje průběh procesu podle nastavených parametrů a pomocí čidel chrání zařízení i nitridované součásti, aby nedošlo k jejich poškození při poruše, překročení teploty, při přerušení dodávky plynu nebo chladicí vody apod. Jednotka bývá vybavena vícebodovým zapisovačem, který registruje nejdůležitější parametry během nitridačního cyklu na záznamový pásek.

Plynová stanice (5). Slouží k přípravě nitridační atmosféry a dodává další plyny, např. vodík či argon pro depasivaci nebo dusík pro proplachování. Většinou je uspořádána jako samostatná část nitridačního souboru. Jsou-li na pracovišti dvě nebo více nitridačních nádob, je ekonomicky i prostorově výhodné, aby byly zásobovány z jedné společné plynové stanice. Hlavní části plynových stanic jsou: tlakové láhve s plyny, redukční ventily, zařízení na štěpení čpavku, čištění a sušení plynů, směšovací zařízení a úprava výstupního tlaku. [1]

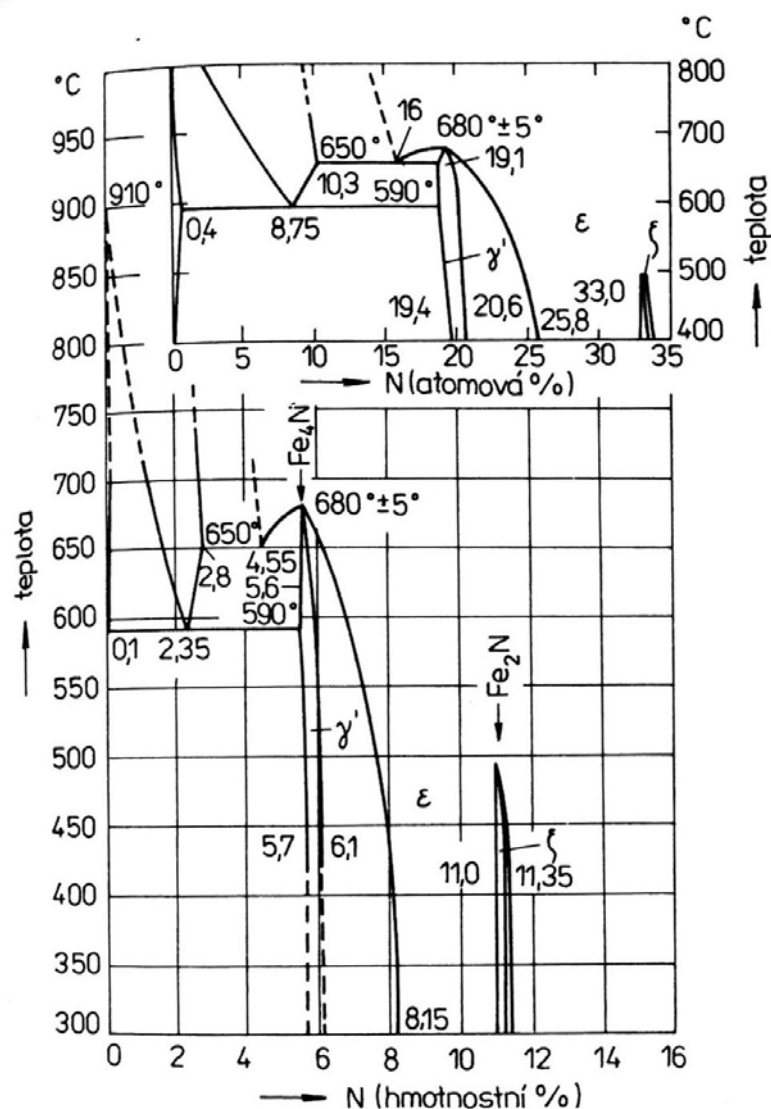
2.4 Metalografie iontonitridačních vrstev

2.4.1 Soustava železo – dusík

Diagram soustavy železo – dusík podle V. G. Paranjpeho na obr. 6. je v základě podobný diagramu soustavy železo – uhlík.

Uhlík i dusík rozšiřují oblast kubické, plošně centrované modifikace – austenitu. Zvyšují teplotu překrystalizační přeměny vysokoteplotní kubické, prostorově centrické modifikace – feritu δ a snižují teplotu překrystalizační

přeměny nízkoteplotní kubické, prostorově centrické modifikace – Fe- α . Relativní intenzita vlivu dusíku na snížení překrystalizační teploty Fe- α je menší než uhlíku. [1]



Obr. 6. Diagram soustavy železo – dusík

Účinek obou prvků na rozšíření oblasti austenitu souvisí s tím, že jejich volná entalpie a aktivita v tuhém roztoku v austenitu je při odpovídající koncentraci podstatně menší než v tuhém roztoku ve feritu. S jejich rozpustností tomu proto musí být obráceně; je podstatně vyšší v austenitu než ve feritu. Rozpustnost uhlíku ve feritu dosahuje při teplotě A_1 soustavy železo - uhlík (723 °C) 0,02 %. V austenitu se při teplotě A_1 rozpustí 0,80 % uhlíku.

Rozpustnost dusíku ve feritu i v austenitu je větší. Při teplotě A_1 soustavy Fe-N (590 °C) se ve feritu rozpouští 0,10 % dusíku a v austenitu 2,35 % dusíku. [1]

Další podobnost je v tom, že v obou soustavách dochází k eutektoidní reakci za vzniku eutektoidu, který je v soustavě Fe-N tvořen feritem a nitridem Fe_4N . Nazývá se braunit.

Kromě podobnosti však v obou soustavách existují i značné rozdíly, způsobené různými vlastnostmi sloučenin železa s uhlíkem a železa s dusíkem. Mezi železem a uhlíkem se vytváří jen jedna relativně stabilní sloučenina, cementit. Atomy železa v cementitu jsou uspořádány v ortorombickou mřížku o parametrech $a = 5,078 \text{ \AA}$; $b = 6,729 \text{ \AA}$; $c = 4,514 \text{ \AA}$. Atomy uhlíku jsou uloženy interstiticky v největších mezerách mřížky železa.

Cementit je stálý až do teploty tavení. U nadeutektoidních slitin krystaluje primárně z taveniny a v celém rozsahu teploty solidu určuje tvar diagramu soustavy železo-uhlík. Reakcí mezi železem a dusíkem vzniká několik sloučenin - nitridy železa. [1]

Nitridační vrstva obecně se skládá ze dvou částí:

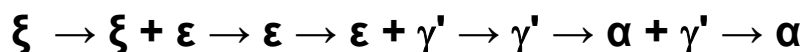
- z povrchové vrstvy nitridů obsahující fázi γ' či fázi ϵ nebo směs $\epsilon + \gamma'$; tato vrstva bývá nesprávně nazývána spojovací vrstvou, lemem nitridů podle starších pramenů, nebo nejčastěji bílou vrstvou;
- z difúzní vrstvy, která leží pod bílou vrstvou; je z hlediska celkových vlastností nitridační vrstvy významnější a obsahuje fáze α , příp. nitridy legur.

Bílá vrstva je na výbrusu obvykle velmi výrazná, její tloušťka nebývá u běžných způsobů nitridace větší než 0,01 mm. Difúzní vrstva obsahuje dusík jednak v tuhém roztoku, jednak sloučený legovacími prvky a tvořící síťové nitridy po hranicích zrn nebo vyloučený ve formě nitridů uvnitř zrn. Tloušťka difúzní vrstvy je několik setin až několik desetin milimetrů. [1]

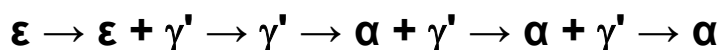
2.4.2 Fázové složení iontově nitridované vrstvy

Mikrostruktura nitridační vrstvy je s ohledem na rovnovážný diagram velmi složitá. Jednotlivé fáze mohou být od sebe poměrně ostře odděleny. Vrstva je nehomogenní, fáze Fe_mN i nitridy legur mají v různých hloubkách vrstvy různou koncentraci dusíku. [2]

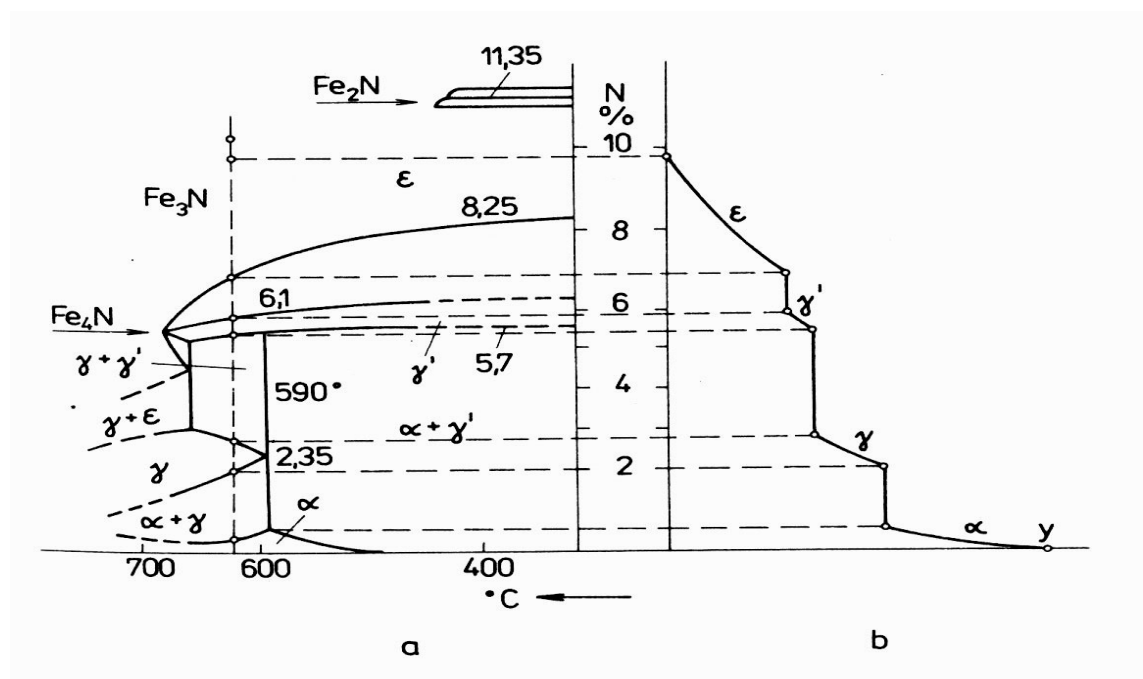
Pořadí fází ve vrstvě od kraje směrem k jádru je různé při podeutektoidním (pod 2,35% N) či nadeutektoidním (nad 2,35% N) sycení a mění se také v závislosti na rychlosti ochlazování. Při pomalém ochlazování z teploty sycení dusíkem pod 500 °C jsou fáze uloženy směrem od povrchu v tomto pořadí:



Rychlým ochlazením z nadeutektoidní teploty se zachová v nitridační vrstvě toto fázové složení:



Na obr. 7. je uvedeno rozložení dusíku v nitridované vrstvě v návaznosti na rovnovážný diagram Fe-N. Nejmenší součinitel teplotní roztažnosti ($0,79 \cdot 10^{-5} \text{ K}^{-1}$) má fáze γ a ($1,33 \cdot 10^{-5} \text{ K}^{-1}$) fáze α . [2]



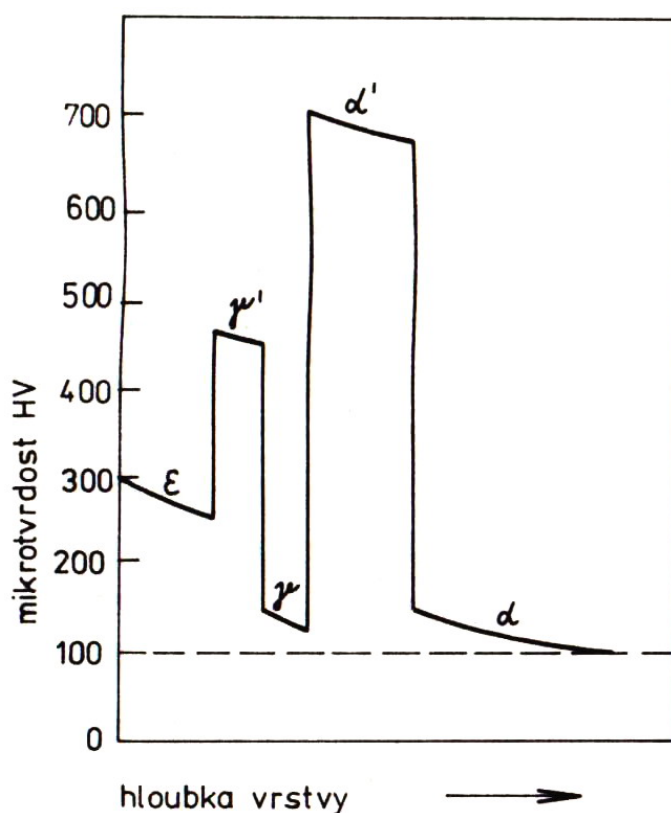
Obr. 7. Příklad rozložení dusíku v nitridované vrstvě v návaznosti na rovnovážný diagram železo–dusík [2]

Rychlost difúze dusíku ve fázi γ je padesátkrát nižší než ve fázi α . Aktivační energie ve fázi γ je průměrně dvakrát větší než u fáze α . Fáze ε , γ a α a produkty jejich rozpadu nemají vysokou tvrdost, obr. 8. [2]

Nejnižší obsah dusíku má nitrid γ' , o složení Fe_4N . Atomy železa v nitridu γ' tvoří kubickou, plošně centrovanou mřížku. Atomy dusíku zaujímají v této mřížce přibližně 1/4 oktaedrických interstitických poloh.

Nitrid γ' existuje v okolí teploty 590°C v rozmezí 5,3 až 5,75 % dusíku. Jeho mřížkový parametr roste s rostoucím obsahem dusíku. G. Paranjpe udává při 5,29 % dusíku $a = 3,783 \cdot 10^{-10} \text{ m}$ a při 5,71 % dusíku $a = 3,7936 \cdot 10^{-10} \text{ m}$. Nitrid γ' je stálý pouze do teploty 670°C . Při této teplotě se přeměňuje v nitrid ε . Nitrid ε je stabilní i za teplot nižších než 670°C , avšak při vyšším obsahu dusíku (nad 5,75 %). [2]

Atomy železa jsou umístěny v uzlových bodech hexagonální mřížky, zatímco dusík zaujímá proměnlivou část interstitických poloh.



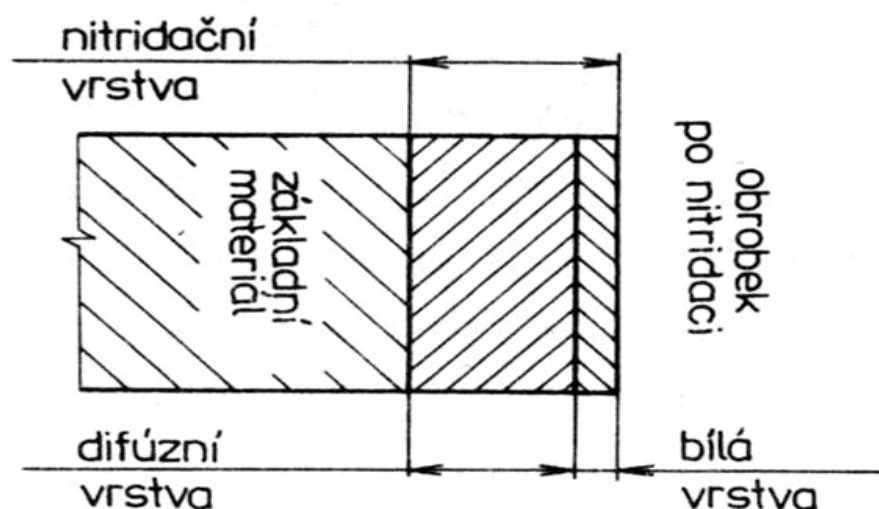
Obr. 8. Tvrdost fází soustavy železo-dusík

Ve srovnání s ostatními nitridy se nitrid ϵ vyznačuje velmi širokým rozmezím složení, které se značně mění s teplotou. Podle G. Paranjpeho a spolupracovníků obsah N se při teplotě 670 °C pohybuje v rozmezí 4,35 až 11,0 % .

Kromě nitridu ϵ existuje v soustavě železo - dusík ještě ortorombický nitrid ξ o přibližném složení Fe_2N . Nitrid ξ existuje v úzkém rozmezí 11,07 až 11,18 % dusíku. K. H. Jack udává jeho mřížkové parametry $a = 2,758 \cdot 10^{-10}$ m, $b = 4,718 \cdot 10^{-10}$ m a $c = 4,416 \cdot 10^{-10}$ m. Nitrid ξ je stálý v rovnováze se čpavkem v okolí 450 °C. Za vyšších teplot se ve čpavkové atmosféře už při velmi malém obsahu vodíku rozkládá. [2]

2.4.3 Ionově nitridované vrstvy

Nitridační vrstva se skládá ze dvou vrstev, jak je znázorněno na obr. 9. Přímo na povrchu je jen několik mikrometrů tlustá tzv. bílá vrstva, která je tvořena intermetalickými sloučeninami železa a dusíku. Poněvadž na metalografickém výbrusu se tato vrstva jeví bílá, byl jí přiřazen tento název. Pod touto vrstvou je difúzní vrstva, která sahá do hloubky několika desetin milimetru. Ta se po naleptání nítalem jeví jako tmavší. [2]



Obr. 9. Složení nitridační vrstvy

Bílá vrstva je tvořena disperzním nitridem železa. Její strukturu lze při iontové nitridaci ovlivňovat složením nitridační atmosféry ve vakuové nádobě. Při použití plynu, který neobsahuje žádný uhlík, a na oceli s malým % uhlíku se vytvoří rentgenograficky zjistitelná monofázová bílá vrstvička nitridu γ' o tloušťce max. 8 mikrometru. Fáze γ' je intermetalická sloučenina nitridu železa Fe_4N s mřížkou krychlovou, plošně středěnou. Růst vrstvičky se po 6 hodinách zastavuje, je prosta pórů a je rovnoměrná. Má vysokou tvrdost a výbornou odolnost proti opotřebení a dobré antikorozi vlastnosti. U některých materiálů legovaných Al tvrdost této vrstvičky nitridu dosahuje až 1 500 HV.

Přidáním přibližně 0,5 % uhlíku do nitridační atmosféry vzniká další monofázová bílá vrstva ϵ o tloušťce podle podmínek nitridace až do 30 mikrometrů. Tuto fázi ϵ tvoří intermetalická sloučenina nitridu železa Fe_{2-3}N s šesterečnou mřížkou. Tloušťka této vrstvičky se i po 50 hodinách nitridace dále zvětšuje. Vrstvička je bez pórů a má výbornou odolnost proti zadírání a výborné antikorozi vlastnosti.

Třetí možností je dosažení čisté difúzní vrstvy s úplným potlačením bílé vrstvičky. Této možnosti se využívá u součástí, u nichž je potřebné zvýšit mez únavy.

Monofázové složení bílé vrstvy a homogenní struktura nitridů mají zvláštní význam pro mechanické vlastnosti. Vícefázové bílé vrstvy vznikají např. při běžné nitridaci v plynu nebo přihrátím nad 590 °C a jsou tvořeny heterogenní směsí fáze γ' a ϵ . V takové vrstvě o různých mřížkových strukturách existují v přechodech těchto struktur vysoká vnitřní pnutí, která mohou vést ke vzniku mikroskopických trhlin na povrchu součásti.

Po iontové nitridaci získá povrchová vrstva řadu velmi cenných vlastností:

- odolnost proti opotřebení, protože má vysokou tvrdost,
- odolnost proti teple, což je zvláště významné u součástí pracujících a namáhaných třením při vyšších teplotách, jako např. u válců motorů, šoupátek, ventilů a podobně. Zatímco tvrdost cementované nebo kalené oceli klesá již po ohřevu na teplotu přes 200 °C, tvrdost nitridované vrstvy nepoklesne ani po ohřevu na 500 až 600 °C ,
- větší odolnost proti korozi v mnoha prostředích, v normální atmosféře, v tlakové i mořské vodě a v přehřáté páře. Nitridované součásti mají

v tomto prostředí přibližně stejnou odolnost jako součásti niklované,

- nitridováním se zvyšuje mez únavy výrobku. Nitridovaná vrstva je ve stavu vnitřních tlakových pnutí, která působí proti pnutím tahovým, jimiž vznikají únavové lomy. Dále je známo, že se nitridováním odstraní citlivost součásti k vrubům, které jsou často ohnisky únavových lomů.

Nitridování je možné dělit podle účelu použití na tři skupiny:

- nitridování pro zvýšení tvrdosti,
- nitridování oceli za účelem zvýšení meze únavy,
- nitridování jako ochrana proti korozi.

Někdy se volí nitridace pouze pro zlepšení jedné z těchto tří vlastností, a tomu pak odpovídá složení nitridační vrstvy.

2.4.4 Tvrdost iontově nitridované vrstvy

U nelegovaných ocelí lze dosáhnout jen nižší tvrdosti difúzní vrstvy, a to do 500 HV, ale hloubka vrstvy může být i přes 1 mm. Středně a vysoce legované nitridační oceli mívají difúzní vrstvy velmi tvrdé, až 1 200 HV i vyšší, ale hloubka nepřesahuje 0,5 až 0,6 mm. [2]

Z hlediska správné funkce iontově nitridované součásti nemůže být rozhodující pouze dosažená maximální povrchová tvrdost. Je nutné přihlížet také k hloubce vrstvy, k možnému zkřehnutí a k průběhu tvrdosti směrem do jádra, které budou ovlivňovat praktické opotřebení i chování součásti při dynamickém zatížení, zejména dlouhodobém. [2]

Při vzniku difúzních vrstev strojních součástí má podstatný význam stupeň zpevnění vrstvy a její křehkost.

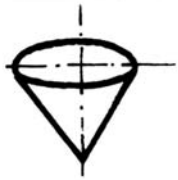
Velké množství variací při použití technologie iontové nitridace umožňuje přihlídnout k oběma těmto požadavkům a téměř v úplné míře se přizpůsobit dosud používaným materiálům a očekávanému zatížení strojních součástí.

Vždy nepostačuje jen vysoká tvrdost na povrchu, ale důležitý je i průběh mikrotvrdosti směrem do jádra. Použitím krátké doby nitridace je dosaženo vysoké povrchové tvrdosti, ale její pokles směrem do jádra je příliš strmý.

Při dlouhodobější nitridaci je tvrdost nižší, ale přechod směrem do jádra je příznivější. [2]

2.4.5 Kontrola tvrdosti

Tvrdost je nejdůležitějším, ve většině případů jediným kontrolovatelným ukazatelem správného výsledku iontové nitridace. Použité metody měření a přístroje musí být přizpůsobeny tenkým nitridačním vrstvám. Doporučené metody pro dílenské měření tvrdostí uvádí tabulka 1. Při použití Vickersova diamantového hrotu je výsledek měření vyhodnocován opticky měřením úhlopříčky vpichu. U Rockwellova kužele se měří hloubka vpichu. [1]

Hrot	Metoda měření	Zatížení (N)	
 VICKERS 136°	HV 5	49	
	HV 10	98	
	HV 30	294	
	HV 60	588	
	HV 100	980	
 ROCKWELL 120°		Předpětí (N)	Celkem (N)
	HR 15—N	29,4	147
	HR 30—N	29,4	294
	HR 62,5	98	625

Tabulka 1. Metody měření tvrdosti

2.4.5.1 Měření tvrdosti tenkých povrchových vrstev

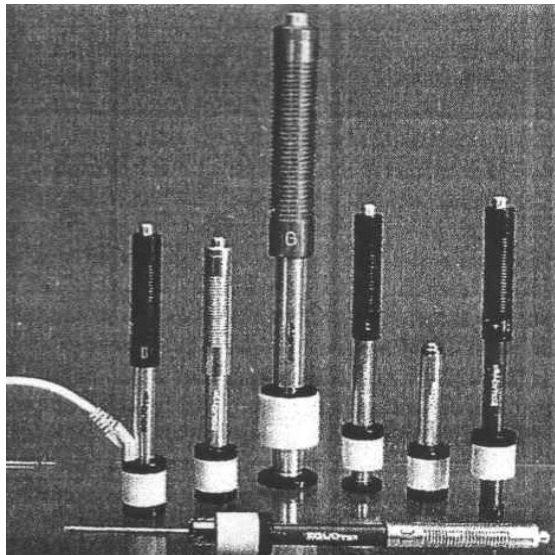
Jedním z přístrojů pro měření tvrdosti tenkých povrchových vrstev je zařízení EQUOSTAT. Přístroj je založen na principu statického měření (Rockwell) a je speciálně navržen pro měření tvrdosti na malých objektech. Typické aplikace pro plechy, čepy, trubice, válcové vzorky a další.

Díky užívání dynamického principu měření (spočívá na principu měření energie) je tato oblast více vyhovující pro celistvé, pevné části, protože lehké nebo tenké části se mohou pohybovat nebo chovat jako pružné při stlačení. [5]

EQUOSTAT je složen ze snímače Equostat R5 a indikačního aparátu Equotip 2. Všechny equotip stlačující aparáty mohou pracovat se stejným Equotip 2 indikačním aparátem. [5]



*Obr. 10. Snímač Equostat R5
a indikační aparát Equotip 2*



Obr. 11. Equotip – měřící sondy

EQUOTIP – přenosný univerzální digitální tvrdoměr

- mikroprocesorem řízený přístroj,
- vhodný pro provozní měření tvrdosti prakticky všech kovových materiálů a jejich slitin,
- schopen měřit tvrdost měkkých (měď, hliník, mosaz), běžných (železo, ocel, litina) i velmi tvrdých materiálů (kalená, nástrojová, rychlořezná ocel).

hlavní znaky:

- možnost zobrazovat tvrdost v některé z jednotek: Rockwell, Vickers a Shore,
- výměnné měřící sondy podle měřeného materiálu a možnost měřit tvrdost prakticky v každé poloze,
- možnost připojení 7 různých sond pro různou problematiku měření. [5]

2.4.6 Hloubka nitridační vrstvy

Způsob měření hloubky nitridační vrstvy je stanoven normou ČSN 42 0448-80. Tato norma určuje hloubku nitridační vrstvy jako vzdálenost od povrchu až k ose otisku, kde se dosáhne předem stanovené hodnoty tvrdosti. [1]

Přesnou hloubku nitridační vrstvy je možné stanovit pouze měřením průběhu mikrotvrdosti nebo tvrdosti, kterou stanoví například norma DIN 50190/74. Na výkresech je zpravidla uváděna tvrdost nitridační vrstvy vztahující se k povrchu a hloubka v mm.

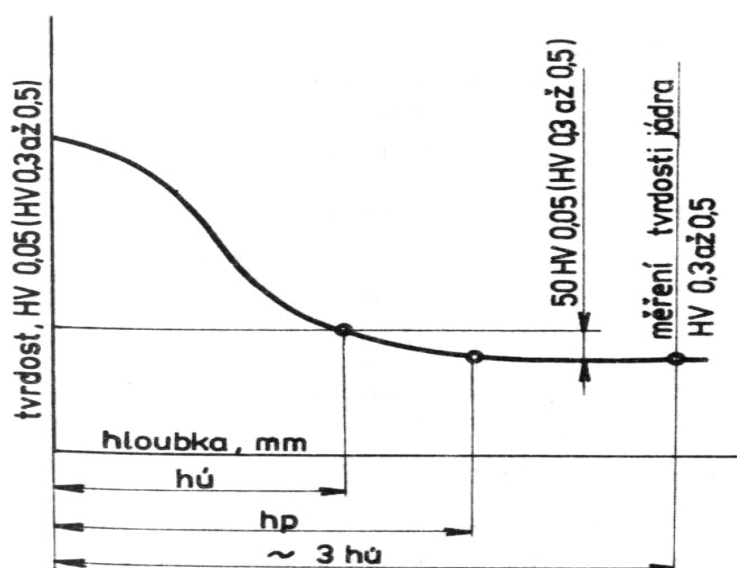
Při hodnocení hloubky podle ČSN 42 0448-80 u takto definované vrstvy je považovaná za spodní hranici této hloubky daná tvrdost základního materiálu (jádra). Tvrdost (pevnost) jádra bývá na výkrese také uváděna jako požadavek po tepelném zpracování před vlastní nitridací.

Přechod nitridační vrstvy do jádra bývá často, zvláště u méně legovaných ocelí, velmi pozvolný. To může vést spolu s rozptylem měření mikrotvrdosti k rozporům při hodnocení hloubky nitridace až o několik desetin mm. Nehledě k tomu, že takové přechodové pásmo, lišící se od tvrdostí jádra jen v desítkách jednotek HV, nemá již pro provozní namáhání nitridační vrstvy praktický význam. Pro odstranění rozporů při hodnocení hloubky nitridační vrstvy lze doporučit následující postup. [2] Za účinnou hloubku nitridační vrstvy (obr. 12) je považovaná kolmá vzdálenost od povrchu až k ose otisku, kde je dosaženo tvrdostí vyšší o 50 jednotek mikrotvrdosti HV 0,05 nebo HV 0,3 až HV 1 než je skutečná tvrdost jádra. Za tvrdost jádra se považuje ta, která byla zjištěna jako průměrná hodnota HV 0,3 až HV 1 ze tří otisků měřených ve vzdálenosti od povrchu rovnající se přibližně trojnásobné hloubce nitridace. Stanovení hloubky metalograficky je méně přesné u nízkolegovaných ocelí, u nichž je nitridační vrstva méně viditelná. [2]

V praxi se často používá kontrola hloubky nitridační vrstvy přímo na součásti odbrušováním na některé vedlejší ploše a měřením tvrdostí např. přístrojem SONODUR. Tento přístroj pracuje na bázi odrazu ultrazvukových vln. Rovněž v tomto případě musí být měřené místo předem stanovené a teplotně

sledováno. Tvrdost je nejdůležitějším, ve většině případů jediným kontrolovaným ukazatelem správného výsledku iontové nitridace.

Použité metody měření a přístroje musí být přizpůsobeny tenkým nitridačním vrstvám. V praxi jsou značně rozšířené přenosné elektronické tvrdoměry SONODUR a MICRODUR firmy Krautkrämmer. Umožňují rychlé, operativní měření tvrdosti drobných i největších součástí a nezanechávají na měřeném povrchu téměř žádnou stopu. [2]



Obr. 12. Schéma hodnocení hloubky nitridační vrstvy

h_u – účinná hloubka nitridační vrstvy

h_p – hloubka přechodu do jádra

3. EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

Experimentální část je zaměřena na vyhodnocení vzorků z materiálů 34CrMo4, 42CrMo4 a 50CV4TSQ z hlediska dosažené tvrdosti po iontové nitridaci. Cílem je podle naměřených hodnot tvrdosti a porovnáním jednotlivých procesů nitridace navrhnout optimální parametry iontové nitridace u těchto materiálů.

3.1 Zkoušené oceli

K testování byly firmou Bodycote HT s.r.o. Brno dodány vzorky tří ocelí. Dodavatelé oceli byly vyzváni k dodání ocelí spolu s jejich atestem (viz. následující tabulka).

Tabulka 2. Zkoušené materiály

Materiál č.	Výrobce	Označení	Atest	Rozměr vzorku [mm]
1	Rundstahl	42CrMo4	ano	Ø140x45
2		34CrMo4	ano	Ø170x56
3		50CV4TSQ	ano	Ø150x85

3.1.1 Materiál č.1 - 42CrMo4

Ocel k zušlechťování, pro velké výkovky. Použití pro velmi namáhané součásti strojů a silničních vozidel v automobilovém průmyslu a letectví, jako hřídele, klikové hřídele, pastorkové hřídele, ozubená kola.

K tomuto materiálu byla dodána kopie atestu, která deklaruje:

- chemické složení:

Tabulka 3. Chemické složení materiálu č.1 podle dodaného atestu

Označení oceli	Chemické složení oceli [%]							
	C	Mn	Si	P	S	Cr	Mo	Ni
42CrMo4	0,43	0,80	0,30	0,018	0,033	1,07	0,17	0,04

Chemické složení oceli [%]				
Al	Sn	V	Ti	N
0,037	0,006	0,007	0,002	0,004

- mechanické vlastnosti:

$R = 1114 \text{ MPa}$

$R_m = 1194 \text{ MPa}$

$A_5 = 15,4 \%$

$Z = 57,8 \%$

3.1.2 Materiál č.2 - 34CrMo4

Ocel je vhodná zejména na rotory typu S, E a strojní součástí s vysokou houževnatostí v automobilním a leteckém průmyslu, např. klikové hřídele, osy, pastorkové hřídele, bandáže.

K tomuto materiálu byl dodána kopie atestu, která deklaruje:

- chemické složení:

Tabulka 4. Chemické složení materiálu č.2

Označení oceli	Chemické složení oceli [%]				
	C	Mn	Si	P	S
34CrMo4	0,35-0,37	0,60-1,05	0,10-0,40	max 0,025	0,065-0,095

Chemické složení oceli [%]	
Cr	Mo
0,90-1,20	0,15-0,25

- mechanické vlastnosti:

$R_m = 1000 - 1200 \text{ MPa}$

$A_5 = 11 \%$

$Z = 45 \%$

3.1.3 Materiál č.3 - 50CV4 TSQ

Ocel je vhodná zejména na rotory a dráhy MK.

K tomuto materiálu byla dodána kopie atestu, která deklaruje:

- chemické složení:

Tabulka 5. Chemické složení materiálu č.3

Označení oceli	Chemické složení oceli [%]				
	C	Mn	Si	Cr	V
50CV4 TSQ	0,49-0,55	0,70-1,00	0,10-0,40	0,90-1,20	0,10-0,20

Chemické složení oceli [%]			
S	P	Ca	Ti
0,015-0,025	max 0,025	max 0,0002	max 0,005

Dodané materiály, dle prvotního změření jejich tvrdosti před nitridací, byly dodány vyžíhané na měkko (viz. Tab. 6.). Tomuto odpovídají jejich hodnoty tvrdosti. Měření bylo provedeno metodou podle Vickerse (HV30). Následně byla provedena iontová nitridace.

Tabulka 6. Naměřené hodnoty tvrdosti před nitridací:

Materiál č.	HV 30
1 – 42CrMo4	230 HV
2 – 34CrMo4	267 HV
3 – 50CV4TSQ	266 HV

3.2 Postup zkoušení vzorků

Na vzorcích z dodaných materiálů byly provedeny:

- zkoušky materiálů v dodaném stavu
- tepelné zpracování – iontová nitridace
- zkoušky po iontové nitridaci

Zkoušky materiálů v dodaném stavu

Tyto zkoušky sledují metalurgii, tepelné zpracování oceli výrobcem a kvalitu výroby oceli. Cílem měření je zjištění chemického složení, mechanických vlastností, čistoty, provedeného tepelného zpracování,...

Tepelné zpracování

Na dodaných vzorcích bylo provedeno tepelné zpracování ve firmě Bodycote v Liberci. Vzorky byly iontově nitridovány při různých procesech, které měly nastaveny různé parametry.

Zkoušky materiálu po tepelném zpracování

Po tepelném zpracování byl na vzorcích zkoumán vliv parametrů iontové nitridace na povrchovou vrstvu nitridační vrstvy.

3.2.1 Příprava vzorků

Vzorky byly z dodaných materiálů nařezány na přibližný rozměr 20x10x6 (d x š x v), obroušeny a vyleštěny, aby byl dosažen optimální povrch potřebný k nitridaci. Vzorky byly pro přehlednost očíslovány. První číslice označuje číslo materiálu a druhá pořadí procesu, který byl na vzorcích proveden.

3.2.2 Tepelné zpracování

Tepelné zpracování bylo provedeno ve firmě Bobycote v Liberci. Vzorky tří různých materiálů po pěti různých procesech (15ks) byly iontově nitridovány v zařízení ION2G (obr. 13.).

ION2G - max. rozměr vsázky d=500×1200 mm,

- max. hmotnost vsázky 1000 kg. [6]



Obr. 13.: Iontová pec ION2G ve firmě Bodycote HT s.r.o. Liberec

Parametry procesů:

Z celého nitridačního procesu byly vzaty tři hodnoty. Přibližná počáteční, střední a konečná hodnota nitridace vyplývající z dodaných protokolů a grafů firmou (viz. přílohy). U procesu 3. a 5. byly dodány pouze výsledky v podobě grafů. Proto u těchto procesů nelze přesně určit poměr mezi $H_2:N_2$. Domnívám se, že složení $H_2:N_2$ u 3. procesu bude podobné jako u 1. procesu a složení $H_2:N_2$ u 5. procesu bude podobné jako u 2. procesu. Složení je v přibližném poměru ($H_2:N_2$) 3:1.

Tabulka 7. 1. proces

čas	teplota	tlak	napětí	proud	H_2	Ar	N_2
hod	°C	Pa	V	A	$cm^3 \cdot min^{-1}$		
9	488	180	518	32	398	0	119
17	492	180	475	33	398	0	119
24	492	180	462	34	398	0	119

Tabulka 8. 2. proces

čas	teplota	tlak	napětí	proud	H_2	Ar	N_2
hod	°C	Pa	V	A	$cm^3 \cdot min^{-1}$		
15	491	210	478	38	598	0	200
27	495	290	425	39	598	0	200
39	495	290	425	40	598	0	200

Tabulka 9. 3. proces

čas	teplota	tlak	napětí	proud	H_2	Ar	N_2
hod	°C	Pa	V	A	$cm^3 \cdot min^{-1}$		
30	487	200	479	38			
37	489	200	457	39			
43	489	200	454	40			

Tabulka 10. 4. proces

čas	teplota	tlak	napětí	proud	H ₂	Ar	N ₂
hod	°C	Pa	V	A	cm ³ .min ⁻¹		
9	491	210	481	30	358	1	119
17	493	230	446	33	398	1	99
24	494	210	439	34	398	1	99

Tabulka 11. 5. proces

čas	teplota	tlak	napětí	proud	H ₂	Ar	N ₂
hod	°C	Pa	V	A	cm ³ .min ⁻¹		
8	494	270	445	34			
14	496	271	385	28			
20	496	271	395	34			

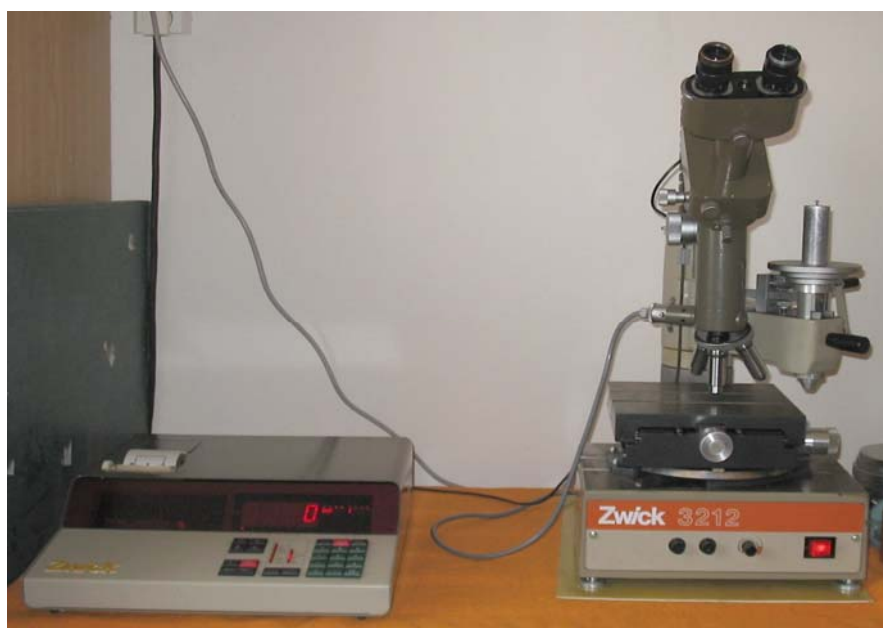
Po iontové nitridaci byly vzorky připravovány k měření povrchové tvrdosti nitridační vrstvy. Jejich příprava spočívala v zalisování do dentakrylové hmoty, následného vybroušení, vyleštění a naleptání nitemem. Zalisování bylo provedeno na automatickém zařízení Simplimet 1000 firmy BUEHLER na katedře materiálů na TU v Liberci.



Obr. 14.: automat BUEHLER Simplimet 1000 na TU v Liberci

3.2.3 Měření tvrdosti

Měření bylo prováděno na přístroji ZWICK 3212 na katedře materiálů na TU v Liberci. Umožňuje měření tvrdosti dle Vickerse. Hodnota tvrdosti je zobrazována na zařízení připojeném k měřidlu.



Obr. 15.: Mikroskopický tvrdoměr ZWICK 3212 na TU v Liberci

4. VÝSLEDKY A JEJICH DISKUZE

4.1 Povrchová tvrdost

- Měřeno na přístroji Zwick 3212
- Zatížení HV 1 (1Kg)
- Rozlišení objektivu 40:1

Tabulka 12-16. Hodnoty povrchové tvrdosti

Tabulka 12.

vzorek	HV 1
1	795 HV
2	577 HV
3	676 HV

Tabulka 13.

vzorek	HV 1
11	799 HV
21	633 HV
31	565 HV

Tabulka 14.

vzorek	HV 1
12	803 HV
22	598 HV
32	662 HV

Tabulka 15.

vzorek	HV 1
13	762 HV
23	638 HV
33	624 HV

Tabulka 16.

vzorek	HV 1
14	752 HV
24	580 HV
34	684 HV

4.2 Gradient mikrotvrdosti

Metoda: Vickers

Objektiv: 40x

Zatížení: HV 0,3

Tabulka 17-31. Hodnoty gradientu mikrotvrdosti vzorků

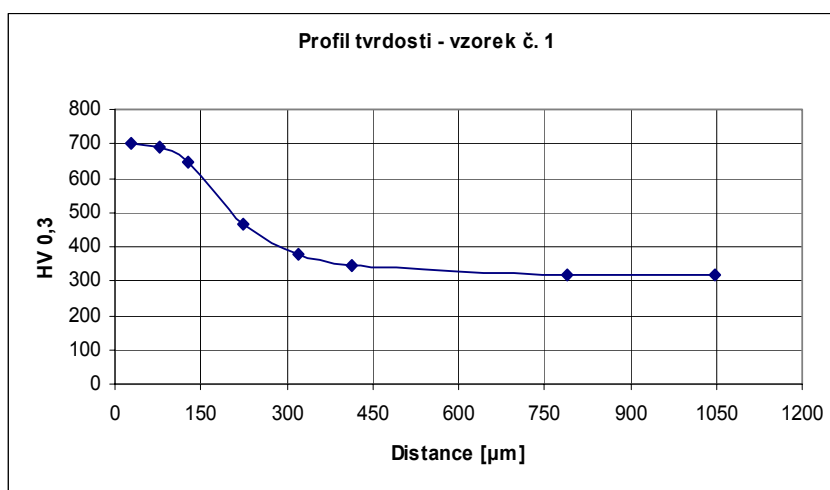
Graf 1-15. Graf profilu tvrdosti vzorků

Vzorek č. 1

Tabulka 17.

Dist [μm]	HV 0,3
27,8	701,9
76,8	693,1
128,8	645,4
223,8	463,6
319,8	377,0
414,6	345,3
790,6	319,2
1046,3	316,0

Graf 1.

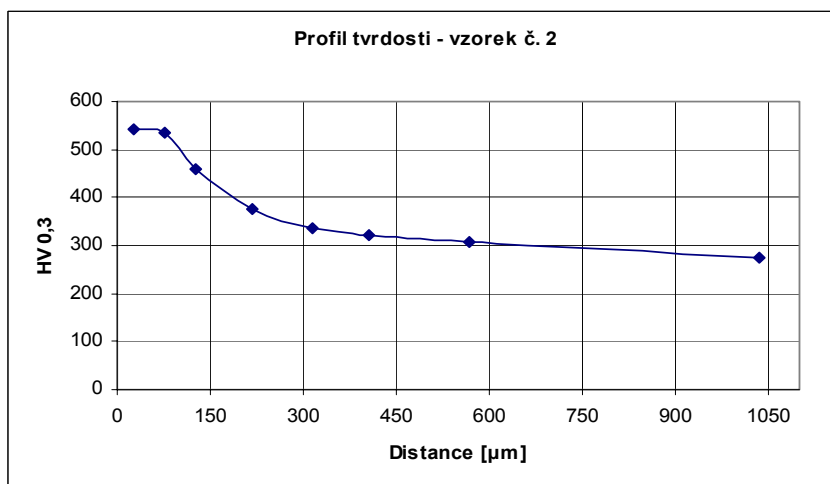


Vzorek č. 2

Tabulka 18.

Dist [μm]	HV 0,3
26,8	543,5
76,6	536,3
126,0	458,6
218,7	375,2
315,4	336,8
405,0	322,4
566,9	305,5
1036,7	274,6

Graf 2.

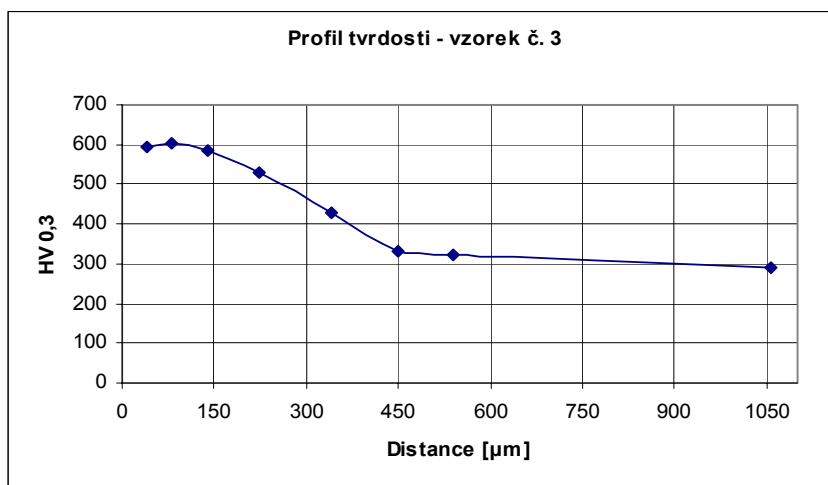


Vzorek č. 3

Tabulka 19.

Dist [μm]	HV 0,3
41,6	594,4
80,6	602,8
138,8	583,0
224,4	529,8
341,5	430,0
448,5	331,7
539,2	320,3
1056,5	288,9

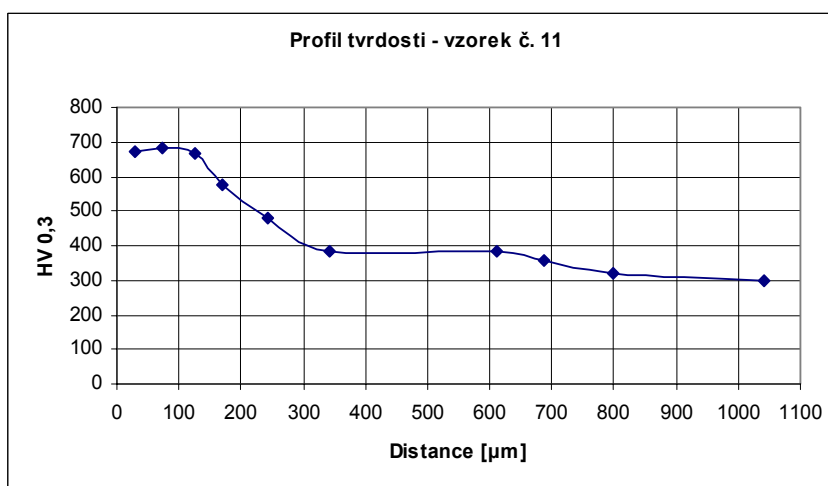
Graf 3.

**Vzorek č. 11**

Tabulka 20.

Dist [μm]	HV 0,3
28,8	673,9
73,0	683,3
124,4	664,1
170,8	575,6
244,2	477,4
341,2	385,7
611,9	381,4
686,9	360,0
799,3	319,2
1042,9	299,6

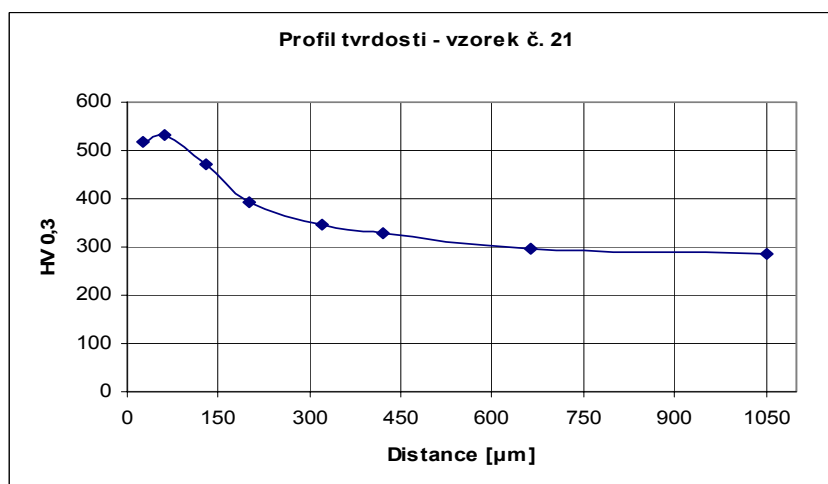
Graf 4.

**Vzorek č. 21**

Tabulka 21.

Dist [μm]	HV 0,3
24,4	516,8
60,6	533,2
131,0	472,0
200,7	391,5
321,4	345,5
420,5	327,1
664,7	295,7
1052,0	286,1

Graf 5.

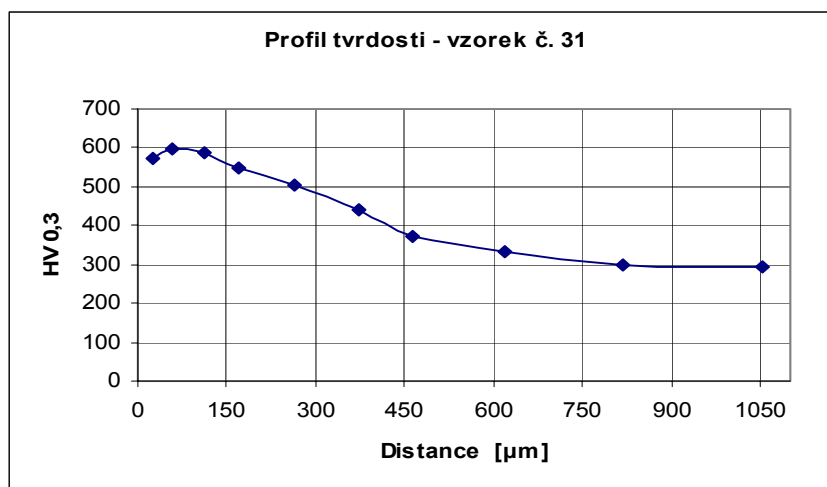


Vzorek č. 31

Tabulka 22.

Dist [μm]	HV 0,3
26,8	571,9
58,8	595,5
112,6	587,1
171,2	547
263,6	504,5
371,2	440
464,9	371,6
617,7	333,5
817,1	298,4
1052,3	295,5

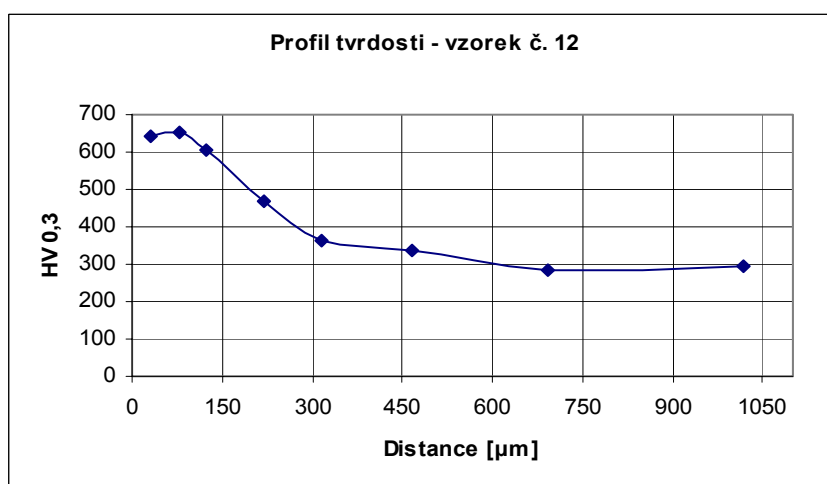
Graf 6.

**Vzorek č. 12**

Tabulka 23.

Dist [μm]	HV 0,3
31,0	640,9
77,6	650,3
124,8	602,8
220,4	469,0
313,8	365,6
465,7	335,2
691,5	286,0
1018,1	292,8

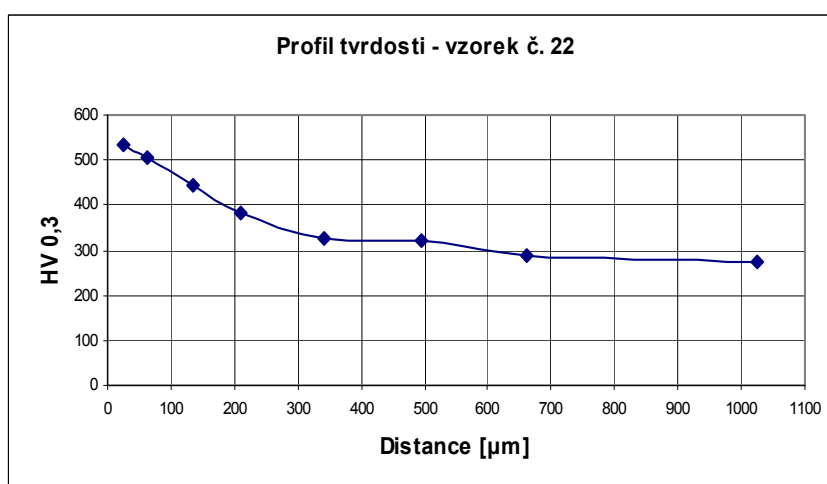
Graf 7.

**Vzorek č. 22**

Tabulka 24.

Dist [μm]	HV 0,3
25,2	533,7
63,0	507,6
135,5	442,7
209,2	383,3
342,5	326,9
496,7	319,0
659,7	289,8
1023,9	275,9

Graf 8.

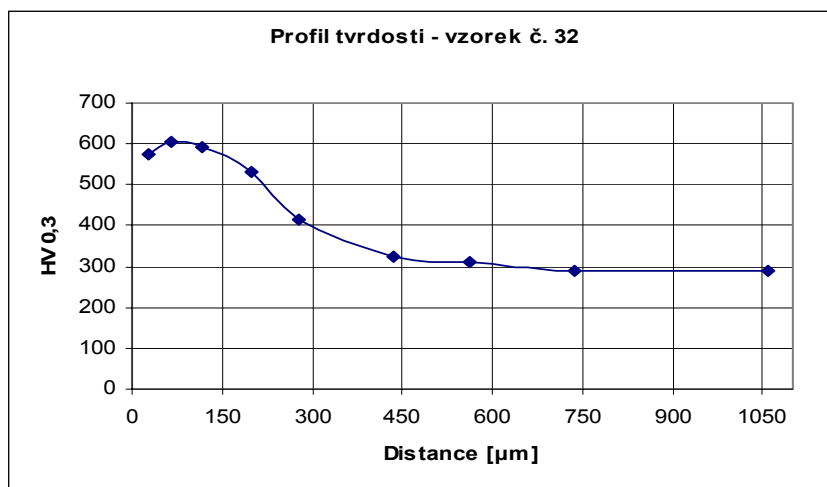


Vzorek č. 32

Tabulka 25.

Dist [μm]	HV 0,3
26,0	575,9
65,2	603,3
115,6	591,6
197,8	529,6
279,0	413,6
436,5	322,0
560,5	310,2
736,7	290,3
1060,5	290,3

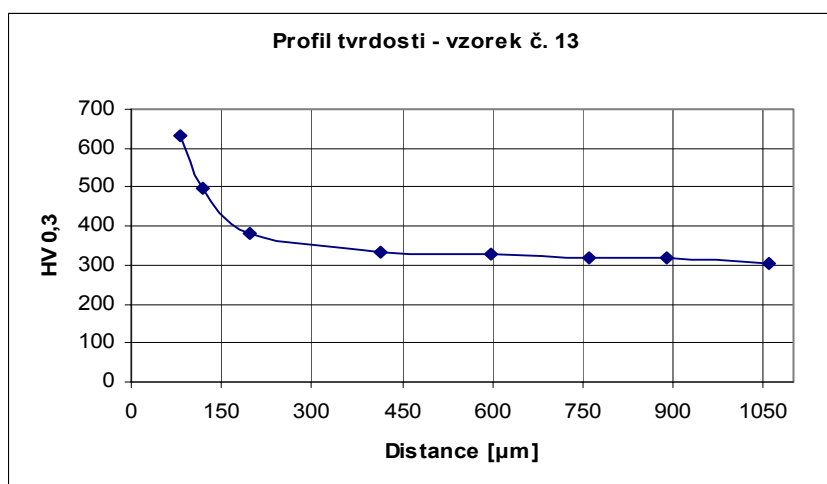
Graf 9.

**Vzorek č. 13**

Tabulka 26.

Dist [μm]	HV 0,3
81,0	631,0
119,0	496,3
198,0	382,4
415,0	333,7
598,0	327,0
762,0	319,4
889,0	318,1
1060,0	304,5

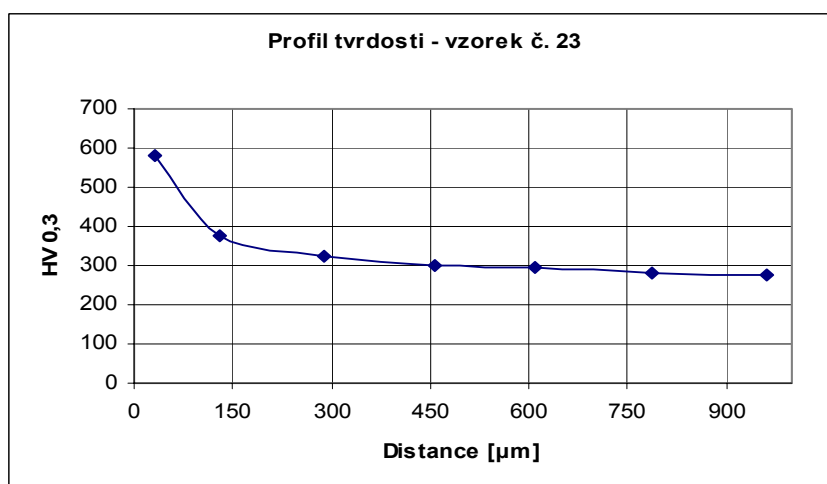
Graf 10.

**Vzorek č. 23**

Tabulka 27.

Dist [μm]	HV 0,3
31,0	581,1
129,0	378,1
288,0	321,7
458,0	302,3
609,0	295,4
788,0	281,1
962,0	278,0

Graf 11.

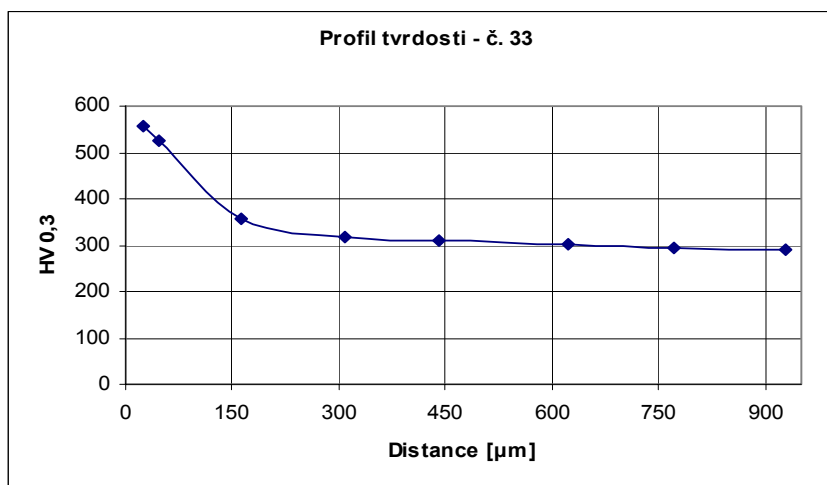


Vzorek č. 33

Tabulka 28.

Dist [μm]	HV 0,3
24,0	558,7
46,0	526,1
162,0	355,5
309,0	319,0
441,0	308,8
621,0	300,1
770,0	295,4
929,0	291,5

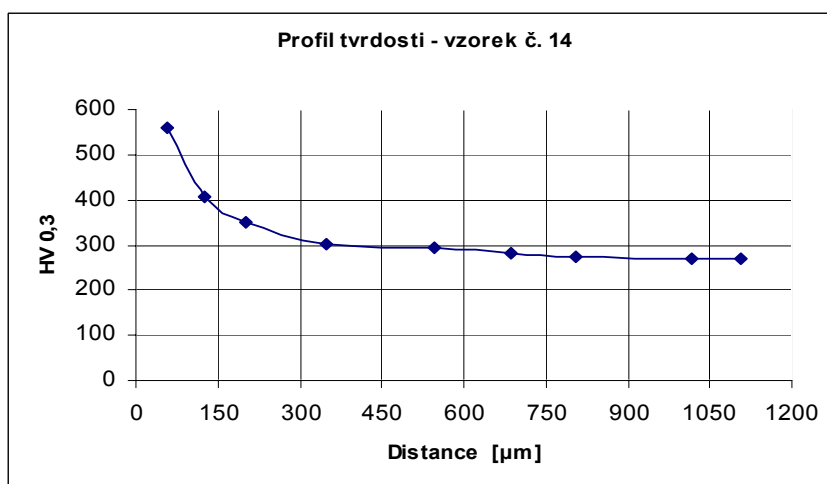
Graf 12.

**Vzorek č. 14**

Tabulka 29.

Dist [μm]	HV 0,3
56,0	557,8
126,0	404,9
200,0	349,3
347,0	302,5
547,0	295,8
685,0	281,6
804,0	273,1
1017,0	270,7
1107,0	269,5

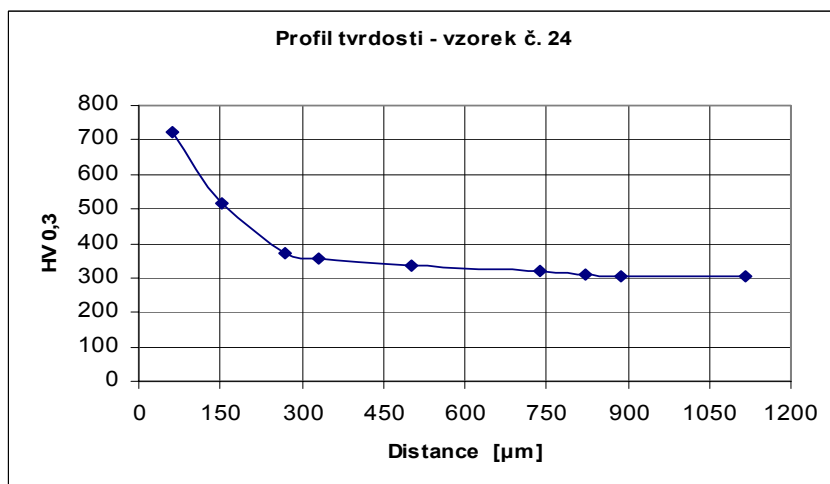
Graf 13.

**Vzorek č. 24**

Tabulka 30.

Dist [μm]	HV 0,3
60,0	722,2
153,0	516,2
270,0	369,4
330,0	354,4
502,0	336,8
739,0	317,9
822,0	310,6
888,0	306,1
1118,0	305,8

Graf 14.

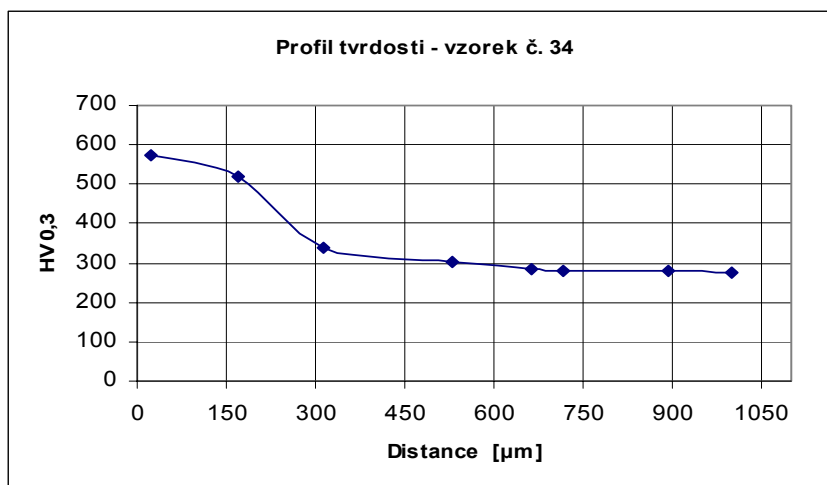


Vzorek č. 34

Tabulka 31.

Dist [μm]	HV 0,3
22,0	572,7
169,0	517,7
313,0	339,5
530,0	303,9
662,0	283,8
718,0	282,0
894,0	278,2
999,0	275,0

Graf 15.

**4.3 Tloušťka bílé nitridované povrchové vrstvičky**

Vyhodnocení bylo provedeno pomocí obrazové analýzy v softwaru "LUCIA G".

Tabulka 32-46. Naměřené hodnoty tloušťky bílé nitridované povrchové vrstvičky

Vzorek č. 1

Tabulka 32.

Položka	Délka [μm]
1	6,5
2	5,7
3	6,1
4	6,9
5	7,3
6	7,1
7	7,5
8	5,9
Průměr	6,63 μm

Vzorek č. 2

Tabulka 33.

Položka	Délka [μm]
1	7,1
2	6,1
3	4,1
4	6,5
5	5,1
6	3,3
7	5,9
8	3,9
9	6,7
Průměr	5,41 μm

Vzorek č. 3

Tabulka 34.

Položka	Délka [μm]
1	7,5
2	6,1
3	7,7
4	5,1
5	4,5
6	6,5
7	7,9
8	5,3
9	6,7
Průměr	6,37 μm

Vzorek č. 11*Tabulka 35.*

Položka	Délka [μm]
1	8,7
2	8,3
3	6,9
4	6,3
5	8,7
6	9,7
7	6,3
8	7,1
9	8,3
Průměr	7,81 μm

Vzorek č. 21*Tabulka 36.*

Položka	Délka [μm]
1	5,9
2	6,7
3	4,3
4	6,5
5	6,1
6	4,3
7	4,3
8	4,3
9	5,3
Průměr	5,30 μm

Vzorek č. 31*Tabulka 37.*

Položka	Délka [μm]
1	7,5
2	8,1
3	7,5
4	6,5
5	8,5
6	8,1
7	6,1
8	4,7
9	6,7
Průměr	7,08 μm

Vzorek č. 12*Tabulka 38.*

Položka	Délka [μm]
1	9,5
2	8,9
3	7,7
4	6,7
5	9,1
6	9,1
7	4,7
8	7,3
9	5,7
Průměr	7,63 μm

Vzorek č. 22*Tabulka 39.*

Položka	Délka [μm]
1	5,7
2	7,5
3	4,5
4	4,1
5	6,1
6	6,1
7	6,5
8	4,5
9	6,7
Průměr	5,74 μm

Vzorek č. 32*Tabulka 40.*

Položka	Délka [μm]
1	6,5
2	6,9
3	5,3
4	5,7
5	7,1
6	5,9
7	6,3
8	4,7
9	5,9
Průměr	6,03 μm

Vzorek č. 13*Tabulka 41.*

Položka	Délka [μm]
1	4,7
2	3,3
3	2,8
4	3,3
5	3,7
6	3,0
7	3,5
8	3,7
9	3,9
Průměr	3,54 μm

Vzorek č. 23*Tabulka 42.*

Položka	Délka [μm]
1	3,5
2	1,8
3	3,0
4	3,7
5	4,3
6	4,9
7	2,6
8	2,6
9	2,8
Průměr	3,24 μm

Vzorek č. 33*Tabulka 43.*

Položka	Délka [μm]
1	3,9
2	3,7
3	3,3
4	4,1
5	3,9
6	3,0
7	3,7
8	3,9
9	3,7
Průměr	3,69 μm

Vzorek č. 14*Tabulka 44.*

Položka	Délka [μm]
1	3,7
2	3,7
3	3,3
4	3,5
5	3,5
6	3,7
7	3,3
8	4,7
9	4,3
Průměr	3,74 μm

Vzorek č. 24*Tabulka 45.*

Položka	Délka [μm]
1	4,1
2	4,7
3	6,1
4	5,7
5	4,5
6	4,7
7	4,9
8	3,9
9	4,9
Průměr	4,83 μm

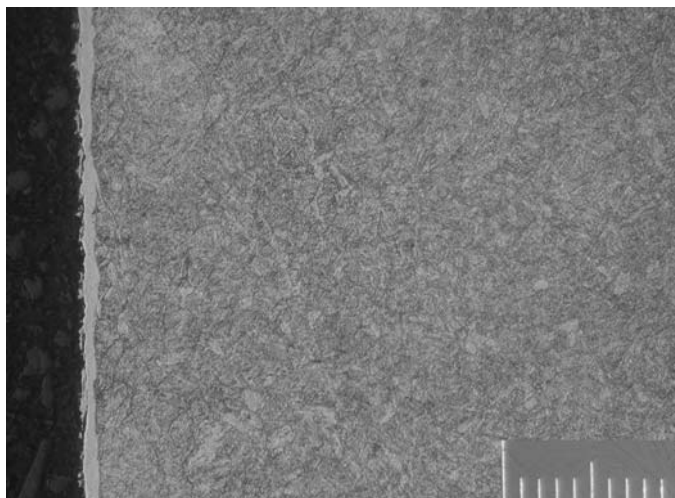
Vzorek č. 34*Tabulka 46.*

Položka	Délka [μm]
1	5,7
2	5,3
3	4,5
4	5,1
5	4,9
6	5,5
7	5,1
8	4,5
9	6,3
Průměr	5,21 μm

4.4 Mikrostruktura vzorků

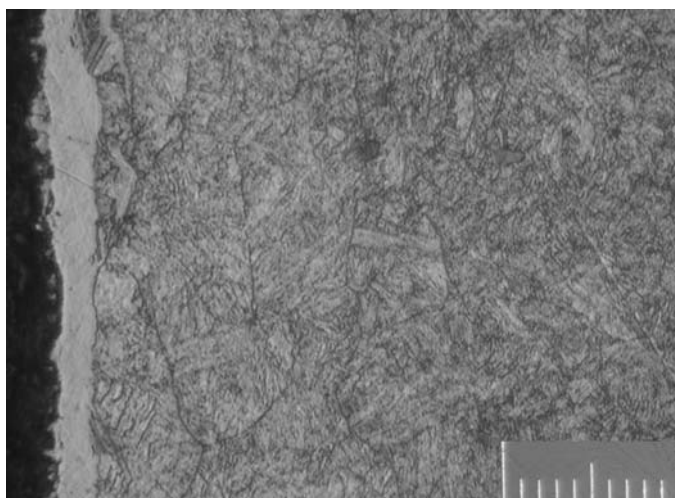
Vzorek č. 1 - Materiál 42CrMo4

Obr. 16.



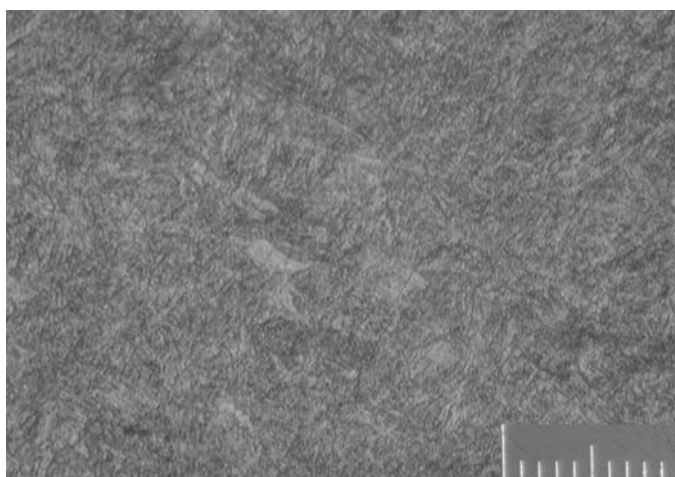
zvětšeno 200x
1dílek = 0,01mm

Obr. 17.



zvětšeno 500x
1dílek = 0,01mm

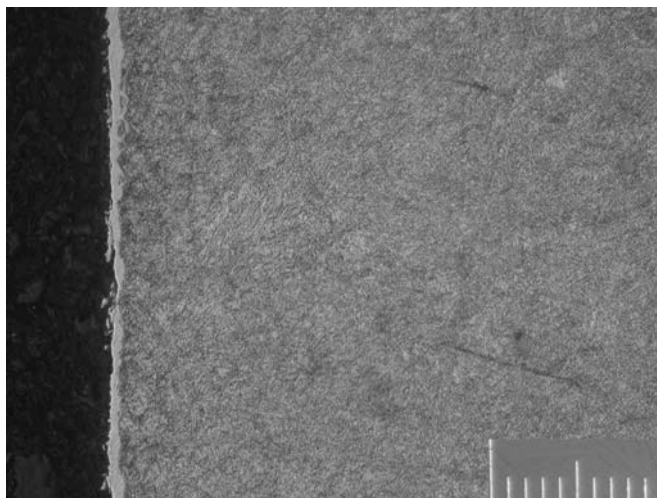
Obr. 18.



zvětšeno jádro 500x
1dílek = 0,01mm

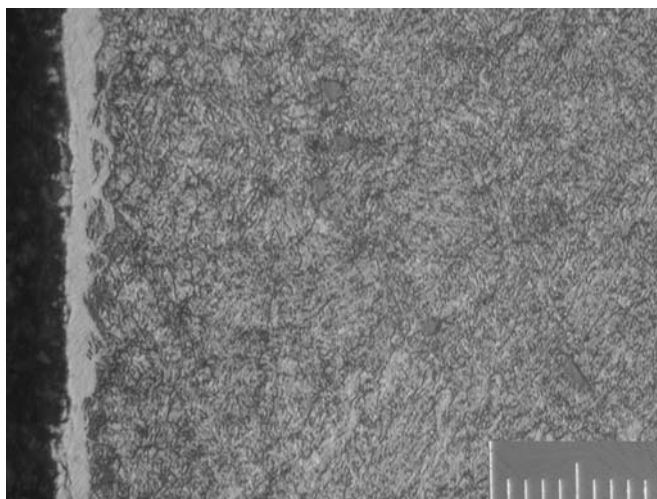
Vzorek č. 2 - Materiál 34CrMo4

Obr. 19.



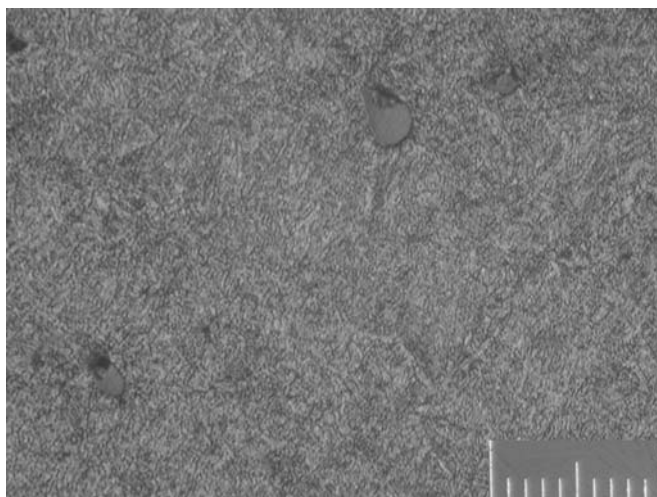
zvětšeno 200x
1dílek = 0,01mm

Obr. 20.



zvětšeno 500x
1dílek = 0,01mm

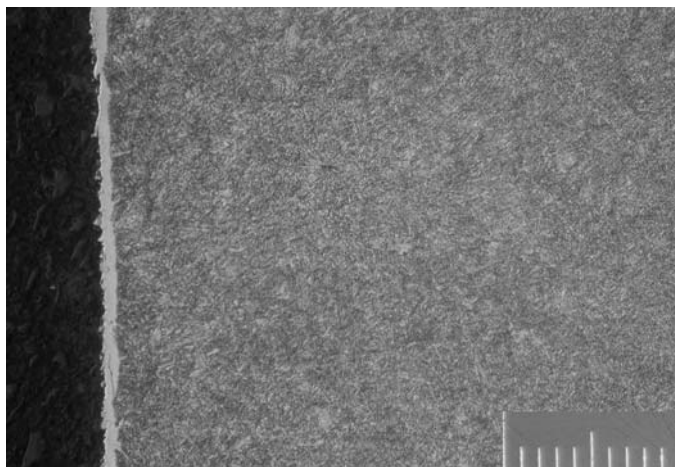
Obr. 21.



zvětšeno jádro 500x
1dílek = 0,01mm

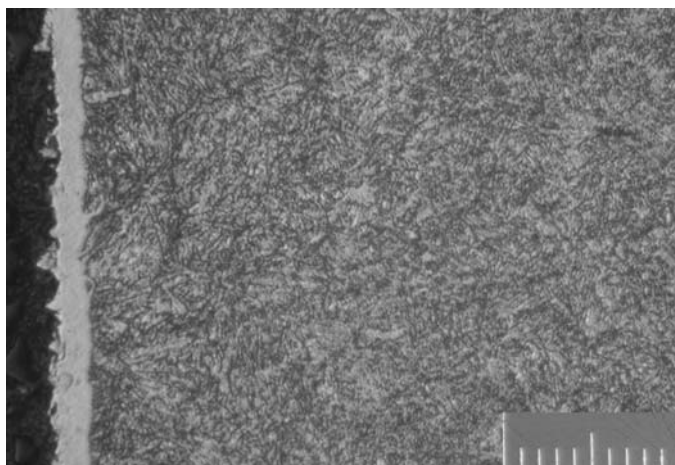
Vzorek č. 3 - Materiál 50CV4TSQ

Obr. 22.



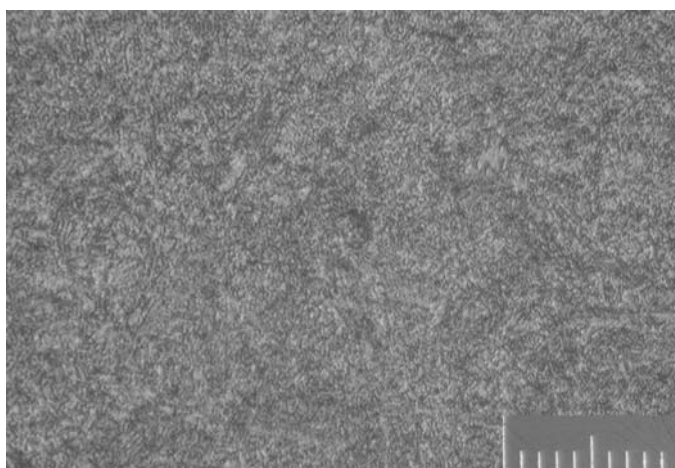
zvětšeno 200x
1dílek = 0,01mm

Obr. 23.



zvětšeno 500x
1dílek = 0,01mm

Obr. 24.



zvětšeno jádro 500x
1dílek = 0,01mm

(Pozn.: zbylé fotky mikrostruktur vzorků jsou uvedeny v příloze)

4.5 Zhodnocení dosažených výsledků plasmaticky nitridovaných vzorků

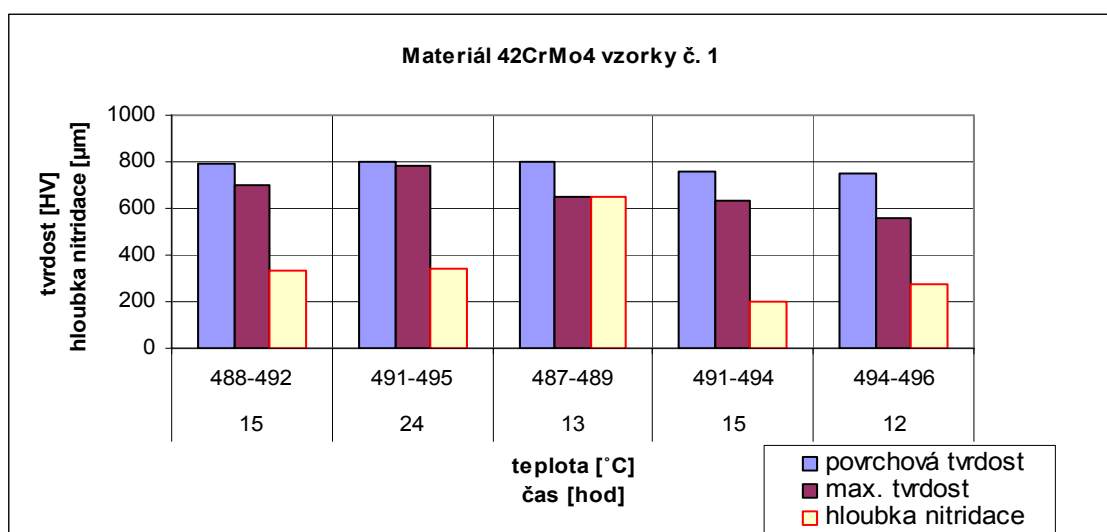
V této části se zabývám zhodnocením dosažených výsledků plazmové nitridace z hlediska maximální tvrdosti materiálů 42CrMo4, 34CrMo4 a 50CV4TSQ. Jako hlavní faktory jsem zvolil teplotu a čas. Ty mají nejvýznamnější vliv na dosaženou tvrdost, tloušťku a kvalitu vrstvy. Při jednotlivých procesech u těchto parametrů docházelo k nejvýraznějším změnám jejich hodnot.

Materiál 42CrMo4 vzorky č. 1

Tabulka 47. Shrnutí dosažených výsledků

Proces	vzorek	čas [hod]	teplota [°C]	povrchová tvrdost [HV]
1	č. 1	15	488-492	794
2	č. 11	24	491-495	799
3	č. 12	13	487-489	803
4	č. 13	15	491-494	762
5	č. 14	12	494-496	752

max. tvrdost [HV]	hloubka nitridace hů [μm]
701,9	330
783,3	340
650,3	654
631,0	200
557,8	279



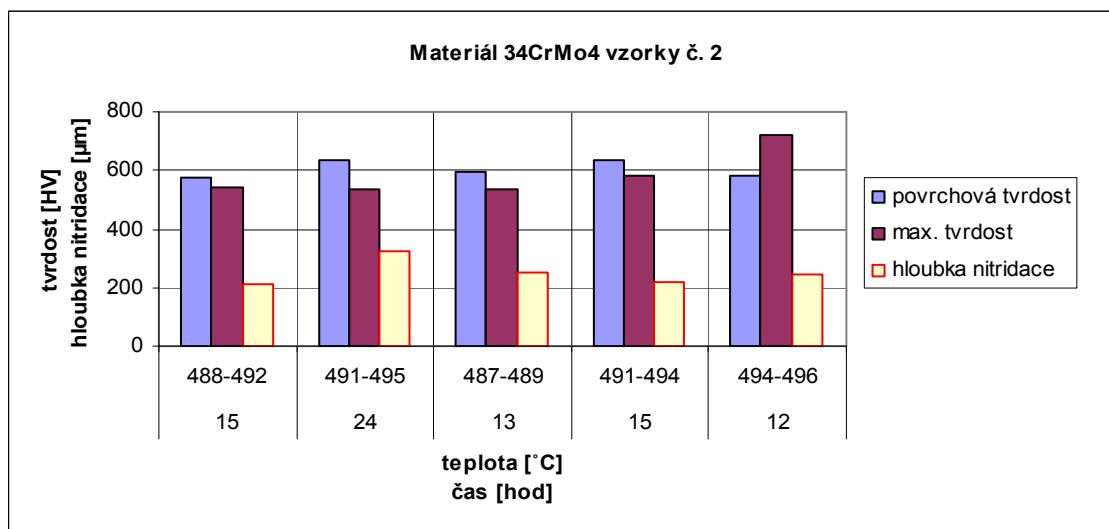
Graf 16: Shrnutí dosažených výsledků u vzorků č.1

Materiál 34CrMo4 vzorky č. 2

Tabulka 48. Shrnutí dosažených výsledků

Proces	vzorek	čas [hod]	teplota [°C]	povrchová tvrdost [HV]
1	č. 2	15	488-492	576
2	č. 21	24	491-495	633
3	č. 22	13	487-489	598
4	č. 23	15	491-494	638
5	č. 24	12	494-496	580

max. tvrdost [HV]	hloubka nitridace hů [μm]
543,5	211
533,2	325
533,7	252
581,1	215
722,2	242



Graf 17: Shrnutí dosažených výsledků u vzorků č. 2

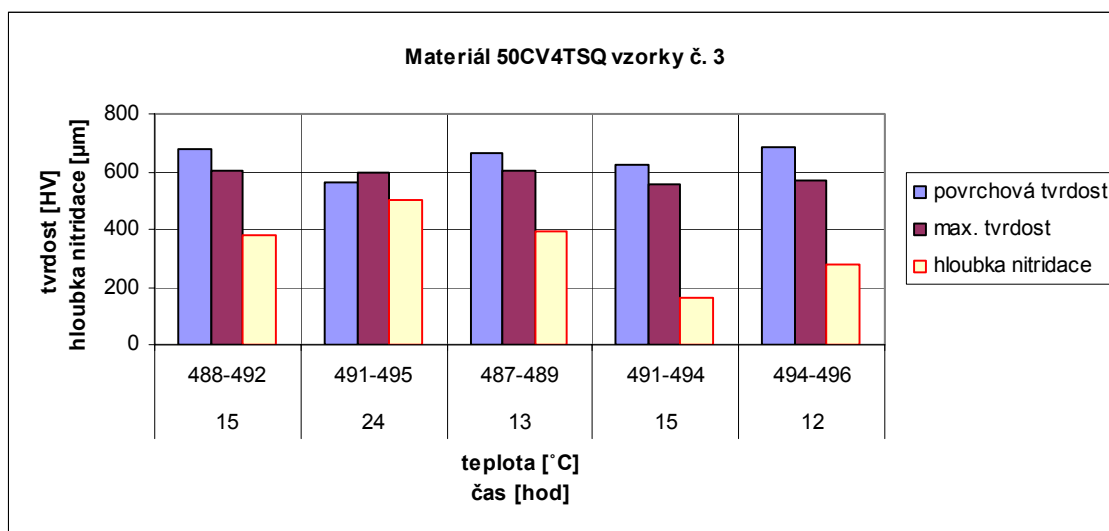
Materiál 50CV4TSQ vzorky č. 3

Tabulka 49. Shrnutí dosažených výsledků

Proces	vzorek	čas [hod]	teplota [°C]	povrchová tvrdost [HV]
1	č. 3	15	488-492	675
2	č. 31	24	491-495	565
3	č. 32	13	487-489	662
4	č. 33	15	491-494	624
5	č. 34	12	494-496	684

Pokračování tab. 49.

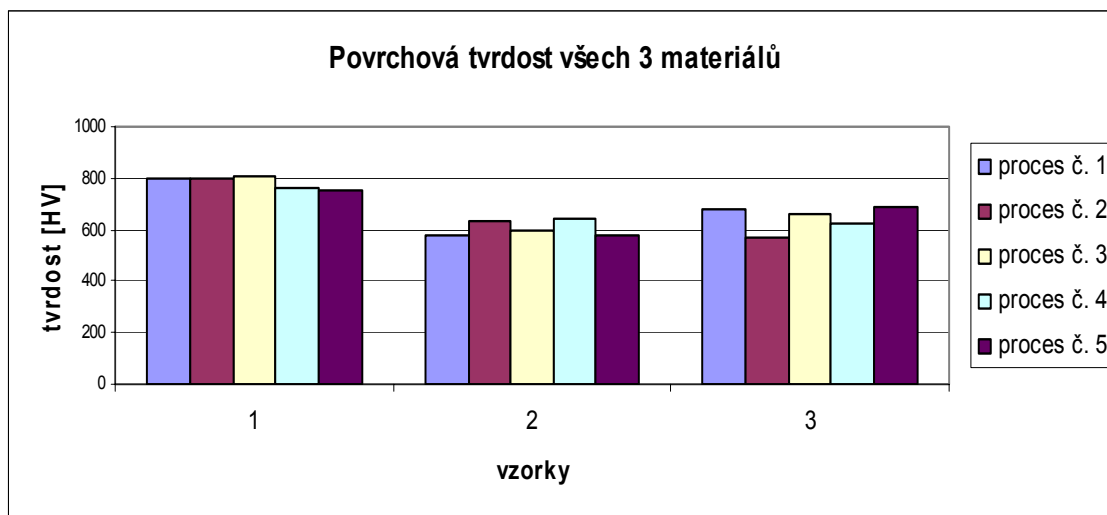
max. tvrdost [HV]	hloubka nitridace hů [μm]
602,8	379
595,5	500
603,3	392
558,7	162
572,7	277



Graf 18: Shrnutí dosažených výsledků u vzorků č. 3

Při porovnávání jednotlivých materiálů z hlediska dosažené povrchové tvrdosti vyplývá z uvedeného grafu 19, že na materiálu č. 1 (42CrMo4) byla dosažena povrchová tvrdost při všech pěti procesech nejvyšší, a to v přibližném rozmezí 750-800 HV. Hodnoty tvrdosti u materiálů č. 2 (34CrMo4) a č. 3 (50CV4TSQ) vykazují podobné vlastnosti. U materiálu č. 2 v přibližném rozmezí 570-650 HV a materiálu č. 3 560-700 HV.

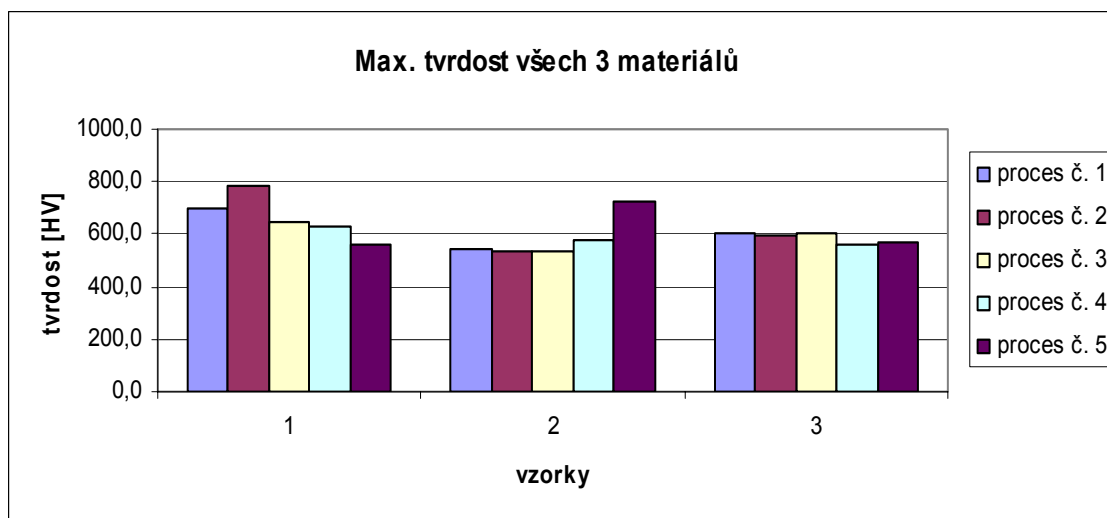
Z grafu a dosažených výsledků vyplývá, že by bylo možné materiály č. 2, 3 nitridovat společně při stejné zadaných parametrech procesu. Pokud by byl materiál č. 1 nitridován společně s materiály č. 2, 3 bylo by dosaženo uspokojivých výsledků z hlediska povrchové tvrdosti.



Graf 19: Povrchové tvrdosti všech materiálů

Porovnáním materiálů z hlediska dosažené max. tvrdosti při všech pěti procesech nejpodobněji vyšly materiály č.2, 3 (viz. graf 20) Tyto materiály vykazovaly nejmenší výkyvy hodnot při všech prováděných procesech oproti materiálu č.1. U tohoto materiálu vyšla max. tvrdost nejvyšší, a to zejména u prvních čtyřech prováděných procesech.

Z grafu a dosažených výsledků vyplývá, že by bylo možné materiály č. 2, 3 nitridovat společně při stejné zadaných parametrech procesu. Především tedy při prvních čtyřech procesech, kdy naměřené hodnoty max. tvrdosti jsou si velice podobné. Pokud by byl materiál č. 1 nitridován společně s materiály č. 2, 3 bylo by dosaženo uspokojivých výsledků z hlediska max. tvrdosti. Zejména při zmiňovaných prvních čtyřech procesech.



Graf 20: Maximální tvrdosti všech materiálů

Následující graf 21 naznačuje hloubku nitridace dosaženou při pěti prováděných procesech na zkoumaných materiálech. Lze z něho odvodit, že nejmenší výchyly hodnot hloubky nitridace byly dosaženy u materiálu č. 2 při všech pěti procesech. U zbývajících dvou materiálů se hloubka nitridace při jednotlivých procesech výrazně liší.

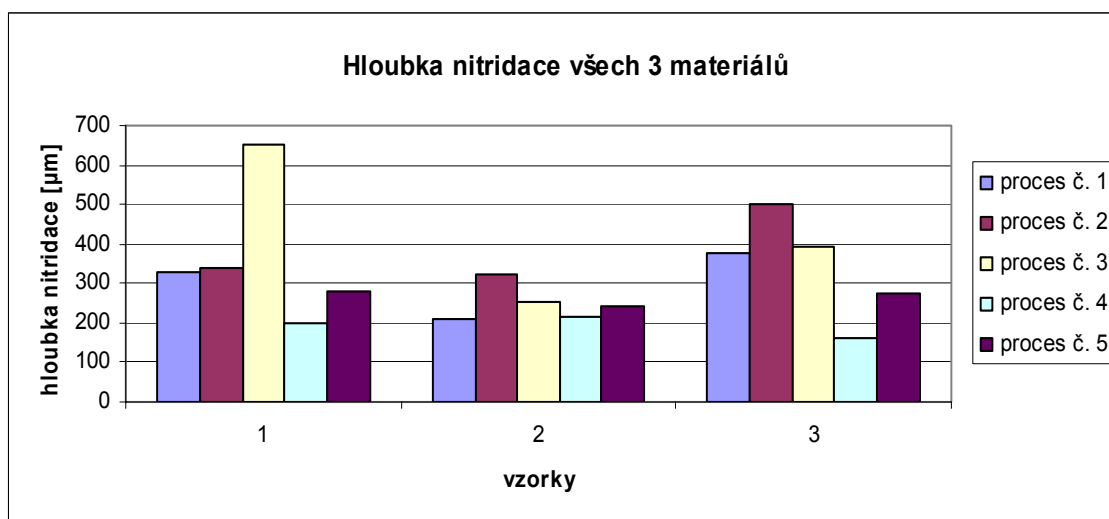
Vyhodnocení hloubky bylo provedeno grafickou metodou, kdy byla vzata kolmá vzdálenost od povrchu až k ose vtisku, kde bylo dosaženo tvrdosti vyšší o 50 jednotek mikrotvrdosti HV 0,3 než byla skutečná tvrdost jádra.

Ta je považována, jako zjištěná průměrná hodnota HV 0,3 ze tří vtisků měřených ve vzdálenosti od povrchu rovnající se přibližně trojnásobné hloubce nitridace. [2]

Vzniklé nepřesnosti měření, a tím možné vzniklé výraznější odskoky hodnot, mohly být způsobeny vlivem lidského faktoru.

Tato hloubka nitridace má praktický vliv na opotřebení a chování součástí při dynamickém zatížení, zejména dlouhodobém. [2]

S přihlédnutím na dosažené výsledky hloubky nitridace a použitím přibližně stejných hodnot odečtených z grafu bych zvolil jako nejvhodnější procesy č. 1, 2, 5. Při těchto procesech byly dosaženy přibližně stejné hodnoty a bylo by možné provádět nitridaci na všech třech materiálech společně.



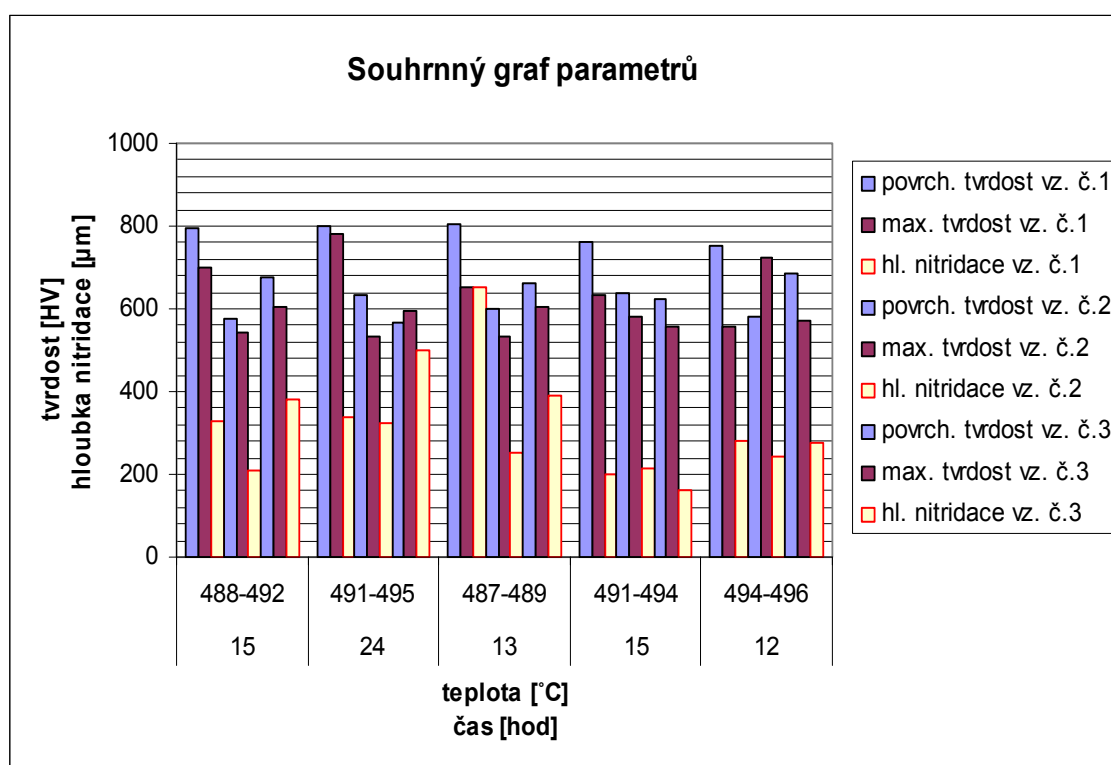
Graf 21: Hloubka nitridace všech materiálů

Jedním z úkolů je, pokusit se na základě dosažených výsledků navrhnout optimální parametry plazmové nitridace u těchto materiálů (42CrMo4, 34CrMo4 a 50CV4TSQ).

Vzhledem k použitým parametrům jednotlivých procesů plazmové nitridace a následně vyhodnoceným hodnotám výsledků dosažené maximální tvrdosti, bych jako neoptimálnější zvolil proces č. 4. Při tomto procesu bylo dosaženo nejstabilnějších hodnot, jak povrchové tvrdosti, tak i max. tvrdosti u všech tří použitých materiálů, jak znázorňuje graf 22.

Při ostatních procesech, v porovnání s procesem č. 4, se hodnoty tvrdosti materiálů od sebe výrazněji liší. I s přihlédnutím k možným ekonomickým a efektivním prvkům prováděné nitridace, které jsou zcela jistě pro firmu důležité, mnou tedy navržené parametry by byly následné:

- čas nitridace 15 hodin
- teplota pohybující se v rozmezí 491-494 °C



Graf 22: Souhrnný graf parametrů

5. ZÁVĚR

Tato diplomová práce se zabývala vlivem parametrů plazmové nitridace materiálů 42CrMo4, 34CrMo4 a 50CV4TQS na povrchovou tvrdost nitridační vrstvy.

V teoretické části práce byla popsána problematika plazmové nitridace uvedených ocelí, vlivu faktorů, které mohou ovlivňovat tvrdost nitridační vrstvy. Byla shrnuta kontrola a způsoby měření tvrdosti této vzniklé nitridační vrstvy.

Experimentální část byla zaměřena na vyhodnocení vzorků z materiálů 34CrMo4, 42CrMo4 a 50CV4TSQ dodaných firmou Bodycote HT z hlediska dosažené tvrdosti po plazmové nitridaci.

Na těchto materiálech bylo provedeno pět různých procesů plazmové nitridace. Byla proměřena dosažená tvrdost na jednotlivých vzorcích materiálů.

Následným vyhodnocením vzorků z hlediska dosažené tvrdosti a na základě dosažených výsledků byly navrženy optimální parametry plazmové nitridace u těchto materiálů: teplota - 491-494 °C, čas – 15 hodin.

Z hlediska možného přesnějšího stanovení parametrů plazmové nitridace bych doporučil provedení více procesů. Tím by se daly ještě přesněji zhodnotit a vyhodnotit parametry plazmové nitridace u zkoumaných materiálů.

Doufám, že moje práce bude alespoň malým přínosem v oblasti technologických úprav materiálů.

6. SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY

- [1] Hrubý, V., Holemář, A.: Iontová nitridace v praxi, SNTL Praha 1989
- [2] Hrubý, V., Holemář, A.: Katalog technických listů iontové nitridace, 1991
- [3] Ryš, P., Píšek, F., Jeníček, L.: Nauka o materiálu, Akademika Brno 1975
- [4] Stanislav, J., Kubíček, V., Kučerová, H., Hubner, P., Čílová, V. : Materiálové listy iontové nitridace, ZES Praha, Vědecko výzkumná základna Liberec, září 1988
- [5] Prospektové materiály Equostat firmy Prominent, spol. s.r.o.

Internet:

- [6] <http://www.bodycote.cz/frames/liberec.html> z 16.5.2005

Přílohy:

1. Protokoly o průběhu parametrů, grafy
2. Fotografie mikrostruktury zbylých dvanácti vzorků
3. Atesty materiálů 42CrMO4, 34CrMo4, 50CV4TSQ

1. Protokoly o průběhu parametrů, grafy

PROTOKOL O PRŮBĚHU PARAMETRŮ TECHNOLOGIE ION2G

ČAS	Tep.	U	I	p	HP1	HP2	HP3	V1	V2	V3	V4	V5
-----	------	---	---	---	-----	-----	-----	----	----	----	----	----

HT - PROGRES spol. s r. o. Tanvaldská 345, 463 11 Liberec 30

PROTOKOL O PRŮBĚHU PARAMETRŮ TECHNOLOGIE ION2G

Označení procesu

Start: Čas h:m 22:21

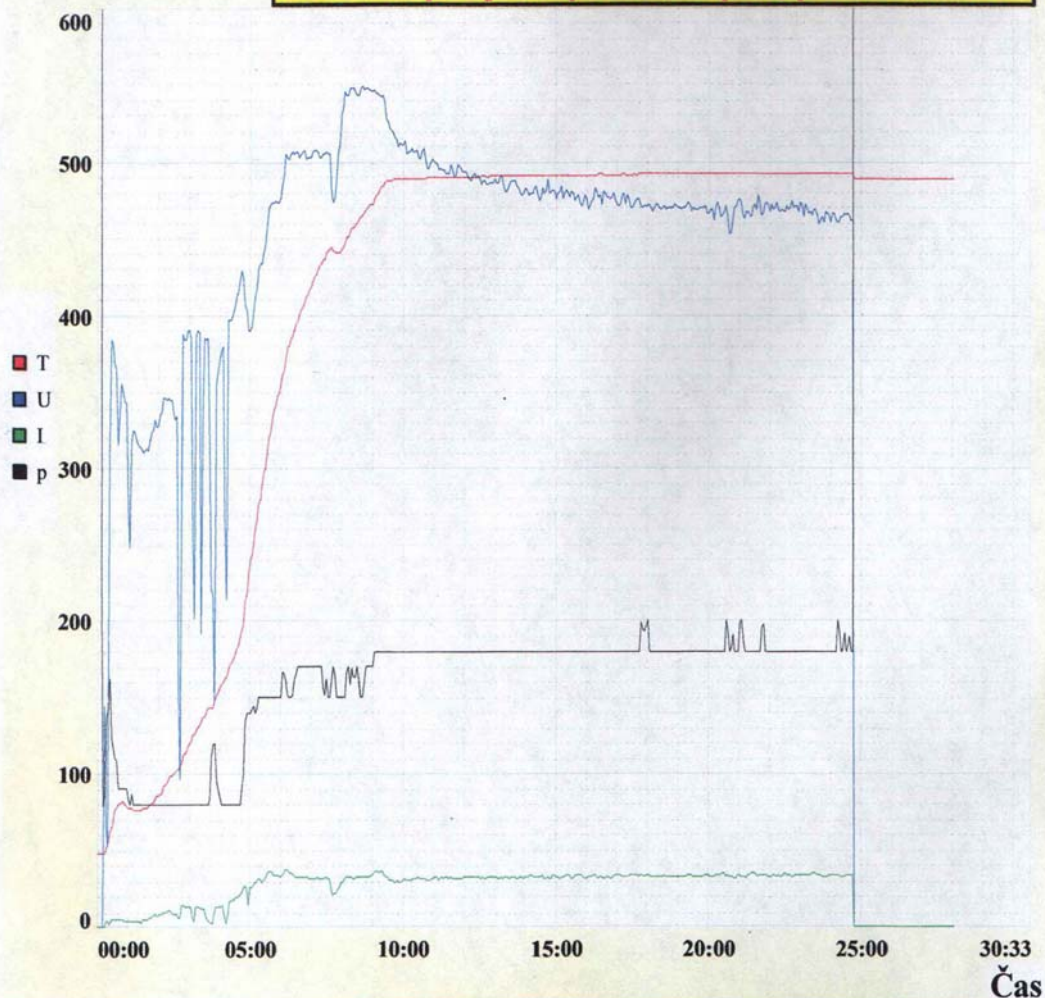
Datum 19.04.2005

Konec: Čas h:m 02:22

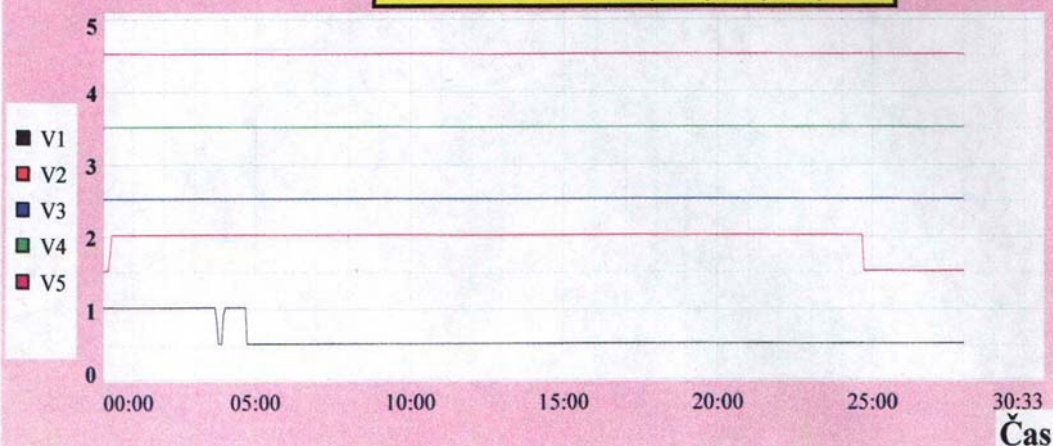
Datum 21.04.2005

°C, V, A, mbar*100

Průběh teploty recipientu, napětí, proudu, tlaku



Otevření ventilů V1, V2, V3, V4, V5



HT - PROGRES spol. s r. o. Tanvaldská 345, 463 11 Liberec 30

PROTOKOL O PRŮBĚHU PARAMETRŮ TECHNOLOGIE ION2G

Oznčení procesu 23146 Start: Čas h:m 04:09 Datum 26.04.2005
Konec: Čas h:m 20:33 Datum 27.04.2005

ČAS h:m	Tep. °C	U V	I A	p mbar	HP1 sccm	HP2 sccm	HP3 sccm	V1 0/1	V2 0/1	V3 0/1	V4 0/1	V5 0/1
0:00	77.0	334.0	9.0	0.80	29	0	0	1	1	0	0	0
0:45	126.0	435.0	28.0	0.80	29	0	0	1	1	0	0	0
1:30	199.0	354.0	22.0	1.40	149	20	9	0	1	0	0	0
2:15	284.0	436.0	37.0	1.50	149	20	8	0	1	0	0	0
3:00	349.0	473.0	31.0	1.70	199	30	8	0	1	0	0	0
3:45	365.0	474.0	28.0	1.50	199	30	8	0	1	0	0	0
4:30	362.0	504.0	27.0	1.40	99	11	0	0	1	0	0	0
5:15	384.0	524.0	31.0	1.50	199	11	0	0	1	0	0	0
6:00	400.0	524.0	26.0	1.40	199	11	0	0	1	0	0	0
6:45	415.0	534.0	28.0	1.50	398	11	0	0	1	0	0	0
7:30	438.0	554.0	33.0	1.70	598	11	0	0	1	0	0	0
8:15	453.0	517.0	32.0	2.10	797	0	200	0	1	0	0	0
9:00	432.0	494.0	21.0	1.50	298	0	99	0	1	0	0	0
9:45	445.0	513.0	36.0	2.00	598	0	200	0	1	0	0	0
10:30	471.0	513.0	38.0	2.00	598	0	200	0	1	0	0	0
11:15	482.0	513.0	37.0	2.10	598	0	200	0	1	0	0	0
12:00	484.0	502.0	36.0	2.10	598	0	200	0	1	0	0	0
12:45	485.0	496.0	37.0	2.10	598	0	200	0	1	0	0	0
13:30	486.0	486.0	36.0	2.10	598	0	200	0	1	0	0	0
14:15	486.0	478.0	37.0	2.10	598	0	200	0	1	0	0	0
15:00	491.0	478.0	38.0	2.10	598	0	200	0	1	0	0	0
15:45	492.0	472.0	38.0	2.30	598	0	200	0	1	0	0	0
16:30	492.0	472.0	38.0	2.30	598	0	200	0	1	0	0	0
17:15	492.0	467.0	38.0	2.30	598	0	200	0	1	0	0	0
18:00	492.0	463.0	38.0	2.30	598	0	200	0	1	0	0	0
18:45	492.0	463.0	38.0	2.30	598	0	199	0	1	0	0	0
19:30	492.0	459.0	38.0	2.30	598	0	198	0	1	0	0	0
20:15	493.0	457.0	38.0	2.30	598	0	200	0	1	0	0	0
21:00	493.0	456.0	39.0	2.30	598	0	200	0	1	0	0	0
21:45	493.0	456.0	39.0	2.30	598	0	200	0	1	0	0	0
22:30	492.0	458.0	39.0	2.30	598	0	199	0	1	0	0	0
23:15	493.0	456.0	39.0	2.30	598	0	200	0	1	0	0	0
24:00	493.0	452.0	38.0	2.30	598	0	200	0	1	0	0	0
24:45	495.0	427.0	38.0	2.90	598	0	200	0	1	0	0	0
25:30	495.0	427.0	39.0	2.90	598	0	200	0	1	0	0	0
26:15	495.0	427.0	39.0	2.90	598	0	200	0	1	0	0	0
27:00	495.0	425.0	39.0	2.90	598	0	200	0	1	0	0	0
27:45	495.0	427.0	39.0	2.90	598	0	200	0	1	0	0	0
28:30	495.0	425.0	39.0	2.90	598	0	200	0	1	0	0	0
29:15	495.0	423.0	39.0	2.90	598	0	200	0	1	0	0	0
30:00	495.0	426.0	40.0	2.90	598	0	200	0	1	0	0	0
30:45	495.0	426.0	40.0	2.90	598	0	200	0	1	0	0	0
31:30	495.0	423.0	40.0	2.90	598	0	200	0	1	0	0	0
32:15	495.0	427.0	40.0	2.90	598	0	200	0	1	0	0	0
33:00	495.0	427.0	40.0	2.90	598	0	200	0	1	0	0	0
33:45	495.0	424.0	41.0	2.90	598	0	200	0	1	0	0	0
34:30	495.0	425.0	40.0	2.90	598	0	200	0	1	0	0	0
35:15	495.0	425.0	40.0	2.90	598	0	200	0	1	0	0	0
36:00	495.0	424.0	40.0	2.90	598	0	200	0	1	0	0	0
36:45	495.0	423.0	40.0	2.90	598	0	200	0	1	0	0	0
37:30	495.0	424.0	40.0	2.90	598	0	200	0	1	0	0	0
38:15	495.0	427.0	41.0	2.90	598	0	200	0	1	0	0	0
39:00	495.0	425.0	40.0	2.90	598	0	200	0	1	0	0	0
39:45	493.0	1.0	0	3.20	0	0	0	0	0	0	0	0
MAXIMUM	495.0	554.0	48.0	112.90	797	176	201	1	1	0	0	0

HT - PROGRES spol. s r. o. Tanvaldská 345, 463 11 Liberec 30

PROTOKOL O PRŮBĚHU PARAMETRŮ TECHNOLOGIE ION2G

Oznčení procesu 23146

Start: Čas h:m 04:09

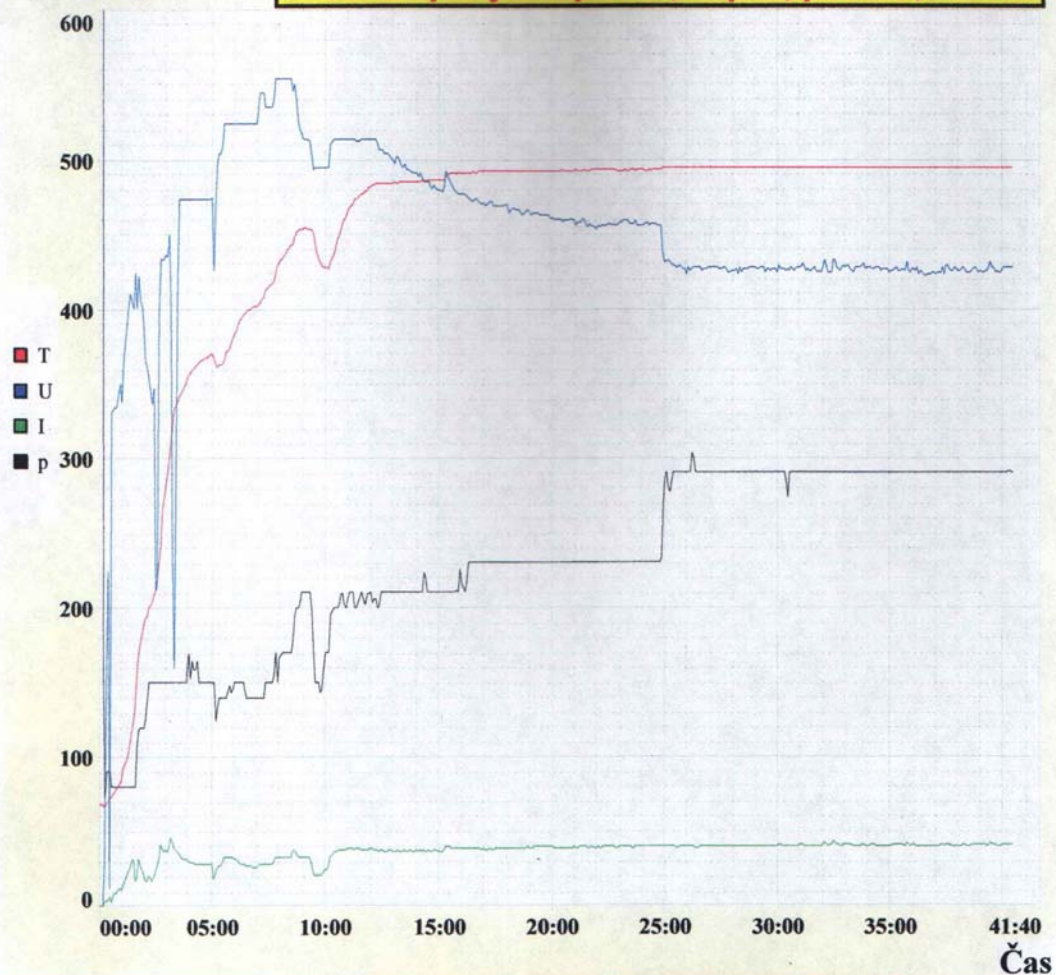
Datum 26.04.2005

Konec: Čas h:m 20:33

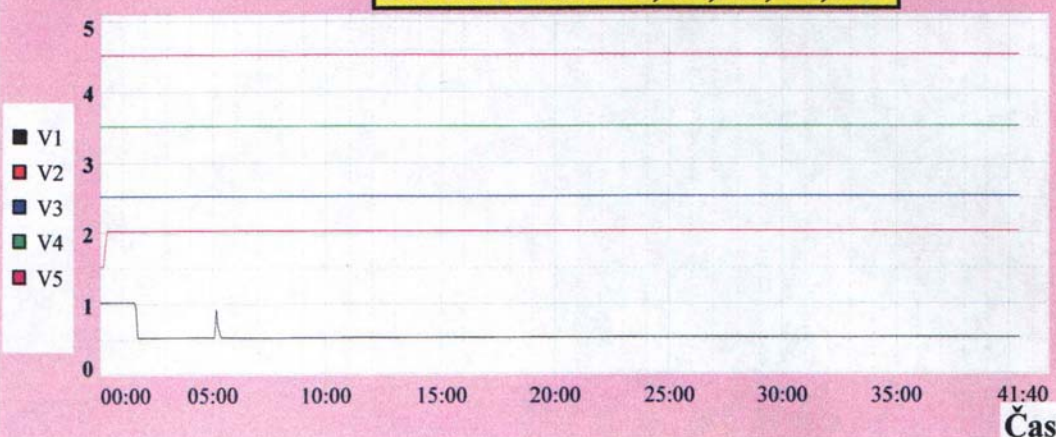
Datum 27.04.2005

°C, V, A, mbar*100

Průběh teploty recipientu, napětí, proudu, tlaku



Otevření ventilů V1, V2, V3, V4, V5



HT - PROGRES spol. s r. o. Tanvaldská 345, 463 11 Liberec 30

PROTOKOL O PRŮBĚHU PARAMETRŮ TECHNOLOGIE ION2G

Oznčení procesu 23226

Start: Čas h:m 05:43

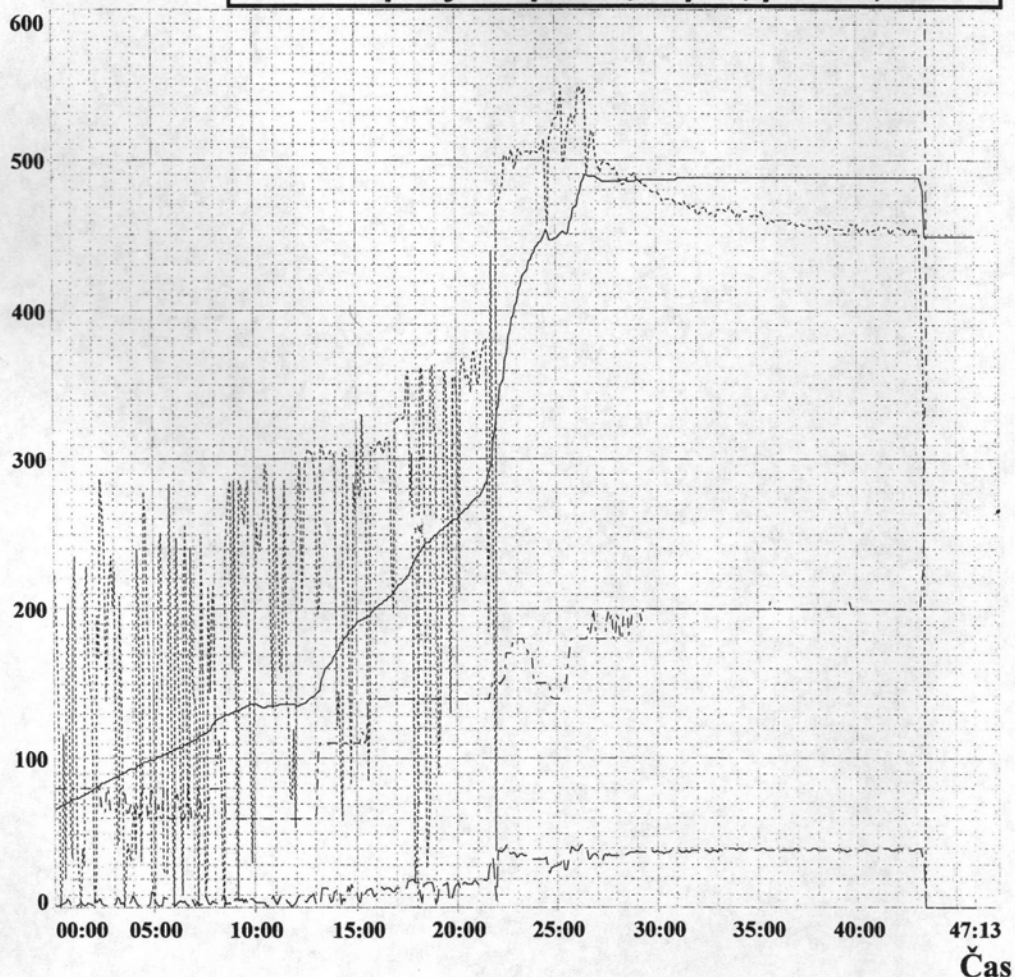
Datum 29.04.2005

Konec: Čas h:m 03:40

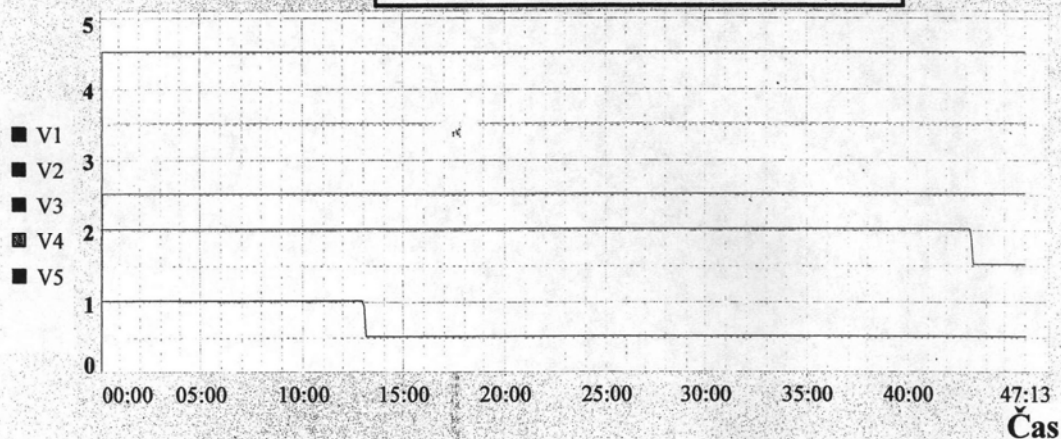
Datum 29.04.2005

°C, V, A, mbar*100

Průběh teploty recipientu, napětí, proudu, tlaku



Otevření ventilů V1, V2, V3, V4, V5



HT - PROGRES spol. s r. o. Tanvaldská 345, 463 11 Liberec 30

PROTOKOL O PRŮBĚHU PARAMETRŮ TECHNOLOGIE ION2G

Oznčení procesu	23338	Start: Čas h:m	15:05	Datum	02.05.2005
		Konec: Čas h:m	15:05	Datum	03.05.2005

ČAS h:m	Tep. °C	U V	I A	p mbar	HP1 sccm	HP2 sccm	HP3 sccm	V1 0/1	V2 0/1	V3 0/1	V4 0/1	V5 0/1
0:00	49.0	106.0	3.0	1.50	29	2	0	1	1	0	0	0
0:27	49.0	18.0	2.0	1.40	29	2	0	1	1	0	0	0
0:54	49.0	0	2.0	1.20	29	3	0	1	1	0	0	0
1:21	54.0	130.0	3.0	1.20	29	2	0	1	1	0	0	0
1:48	60.0	285.0	3.0	1.20	29	3	0	1	1	0	0	0
2:15	64.0	269.0	3.0	1.20	30	3	0	1	1	0	0	0
2:42	69.0	181.0	3.0	1.20	29	3	0	1	1	0	0	0
3:09	79.0	334.0	10.0	1.20	29	3	0	1	1	0	0	0
3:36	98.0	333.0	9.0	1.20	29	2	0	1	1	0	0	0
4:03	117.0	334.0	9.0	1.20	29	2	0	1	1	0	0	0
4:30	143.0	379.0	18.0	1.20	29	2	0	1	1	0	0	0
4:57	196.0	383.0	26.0	2.00	149	23	8	0	1	0	0	0
5:24	256.0	433.0	32.0	2.10	149	24	8	0	1	0	0	0
5:51	328.0	473.0	43.0	2.10	199	30	8	0	1	0	0	0
6:18	405.0	482.0	48.0	2.00	199	30	8	0	1	0	0	0
6:45	453.0	493.0	35.0	2.00	298	4	99	0	1	0	0	0
7:12	471.0	493.0	30.0	2.00	298	2	99	0	1	0	0	0
7:39	479.0	493.0	30.0	2.00	298	1	99	0	1	0	0	0
8:06	484.0	493.0	31.0	2.00	298	1	99	0	1	0	0	0
8:33	491.0	482.0	29.0	2.10	358	1	119	0	1	0	0	0
9:00	491.0	481.0	30.0	2.10	358	1	119	0	1	0	0	0
9:27	491.0	477.0	30.0	2.00	358	1	119	0	1	0	0	0
9:54	492.0	471.0	31.0	2.00	358	1	119	0	1	0	0	0
10:21	492.0	464.0	31.0	2.10	358	1	119	0	1	0	0	0
10:48	492.0	461.0	31.0	2.10	358	1	119	0	1	0	0	0
11:15	492.0	457.0	31.0	2.10	358	1	119	0	1	0	0	0
11:42	493.0	454.0	32.0	2.10	358	1	119	0	1	0	0	0
12:09	493.0	452.0	32.0	2.10	358	1	119	0	1	0	0	0
12:36	493.0	448.0	32.0	2.10	358	1	119	0	1	0	0	0
13:03	494.0	443.0	31.0	2.10	358	1	119	0	1	0	0	0
13:30	493.0	445.0	33.0	2.10	358	1	119	0	1	0	0	0
13:57	493.0	443.0	34.0	2.30	358	1	119	0	1	0	0	0
14:24	494.0	441.0	33.0	2.10	358	1	119	0	1	0	0	0
14:51	494.0	439.0	33.0	2.10	358	1	119	0	1	0	0	0
15:18	494.0	441.0	35.0	2.10	358	1	119	0	1	0	0	0
15:45	494.0	436.0	34.0	2.30	358	1	120	0	1	0	0	0
16:12	494.0	442.0	32.0	2.10	398	1	99	0	1	0	0	0
16:39	493.0	448.0	34.0	2.10	398	1	99	0	1	0	0	0
17:06	493.0	446.0	33.0	2.30	398	1	99	0	1	0	0	0
17:33	493.0	442.0	33.0	2.10	398	1	99	0	1	0	0	0
18:00	493.0	445.0	34.0	2.10	398	1	99	0	1	0	0	0
18:27	494.0	441.0	33.0	2.10	398	1	99	0	1	0	0	0
18:54	494.0	444.0	34.0	2.10	398	1	99	0	1	0	0	0
19:21	494.0	438.0	33.0	2.10	398	1	99	0	1	0	0	0
19:48	494.0	436.0	32.0	2.30	398	1	99	0	1	0	0	0
20:15	494.0	436.0	33.0	2.10	398	1	99	0	1	0	0	0
20:42	494.0	439.0	34.0	2.10	398	1	99	0	1	0	0	0
21:09	494.0	436.0	33.0	2.10	398	1	99	0	1	0	0	0
21:36	494.0	435.0	34.0	2.30	398	1	99	0	1	0	0	0
22:03	494.0	436.0	34.0	2.10	398	1	99	0	1	0	0	0
22:30	494.0	435.0	34.0	2.10	398	1	99	0	1	0	0	0
22:57	494.0	438.0	34.0	2.10	398	1	99	0	1	0	0	0
23:24	494.0	436.0	34.0	2.10	398	1	99	0	1	0	0	0
23:51	494.0	439.0	34.0	2.10	398	1	99	0	1	0	0	0
MAXIMUM	494.0	494.0	50.0	117.50	398	30	120	1	1	0	0	0

HT - PROGRES spol. s r. o. Tanvaldská 345, 463 11 Liberec 30

PROTOKOL O PRŮBĚHU PARAMETRŮ TECHNOLOGIE ION2G

Oznčení procesu 23338

Start: Čas h:m 15:05

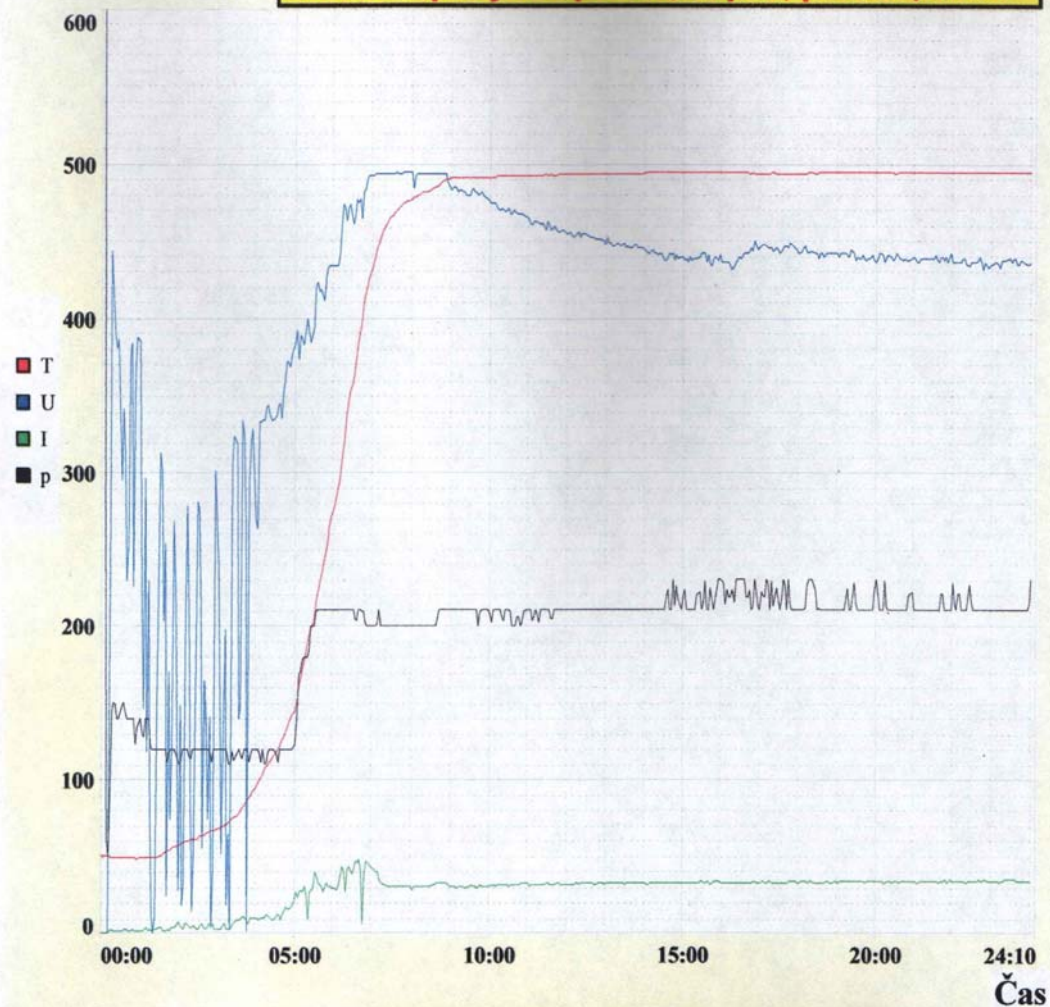
Datum 02.05.2005

Konec: Čas h:m 15:05

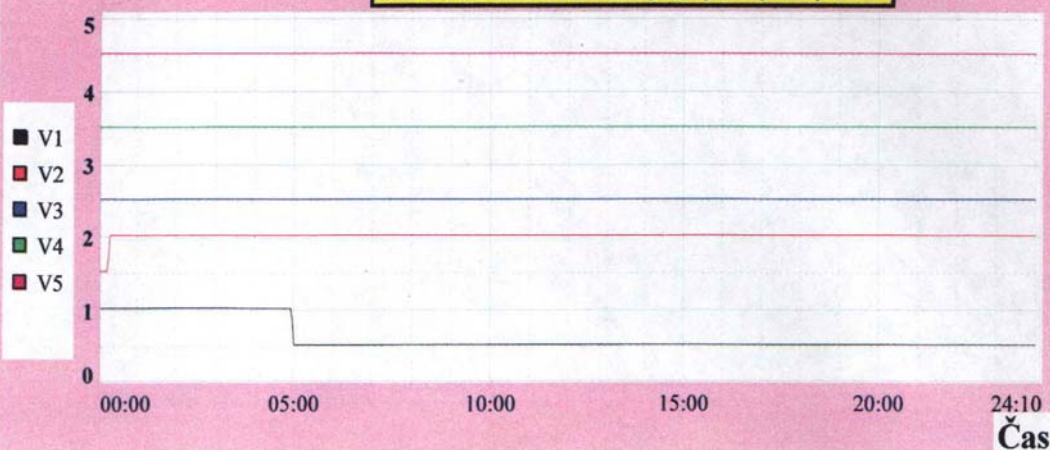
Datum 03.05.2005

°C, V, A, mbar*100

Průběh teploty recipientu, napětí, proudu, tlaku



Otevření ventilů V1, V2, V3, V4, V5



HT - PROGRES spol. s r. o. Tanvaldská 345, 463 11 Liberec 30

PROTOKOL O PRŮBĚHU PARAMETRŮ TECHNOLOGIE ION2G

Oznčení procesu 23407

Start: Čas h:m 03:16

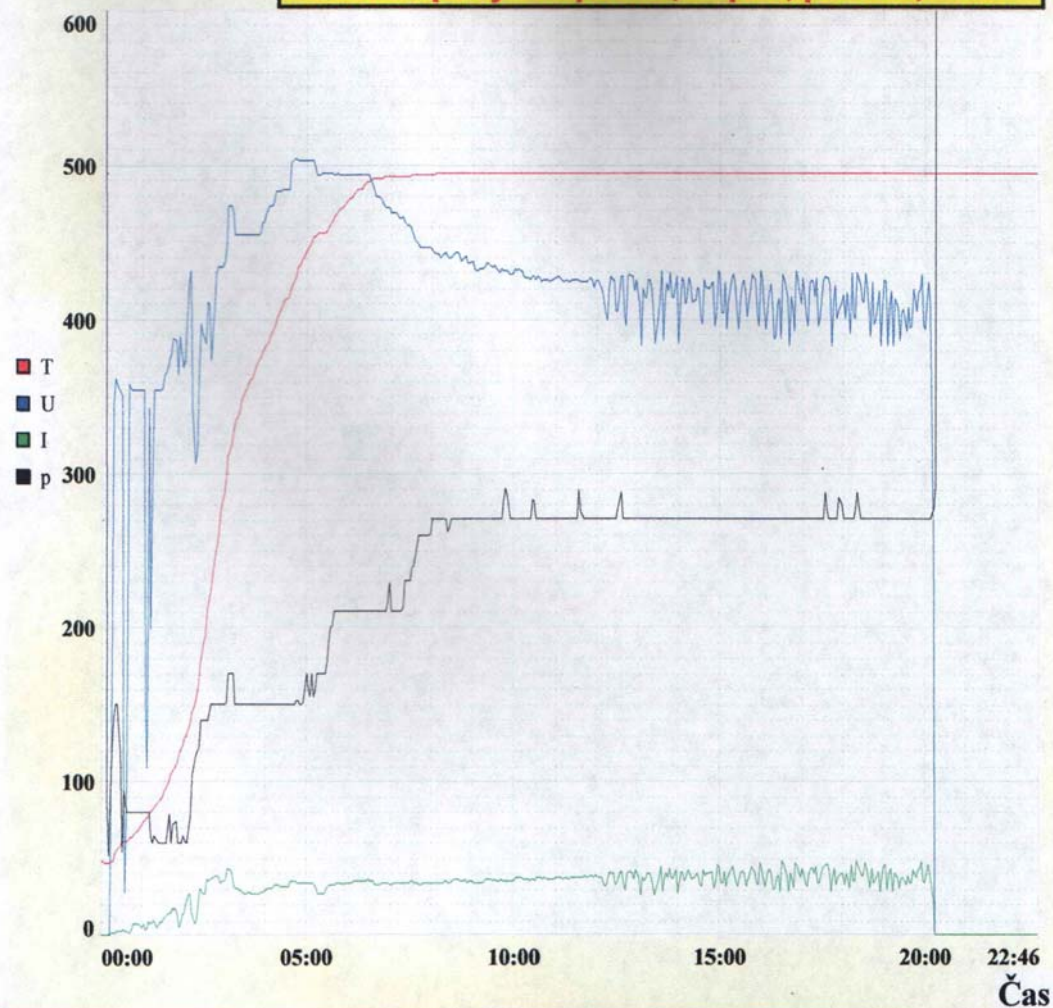
Datum 05.05.2005

Konec: Čas h:m 01:59

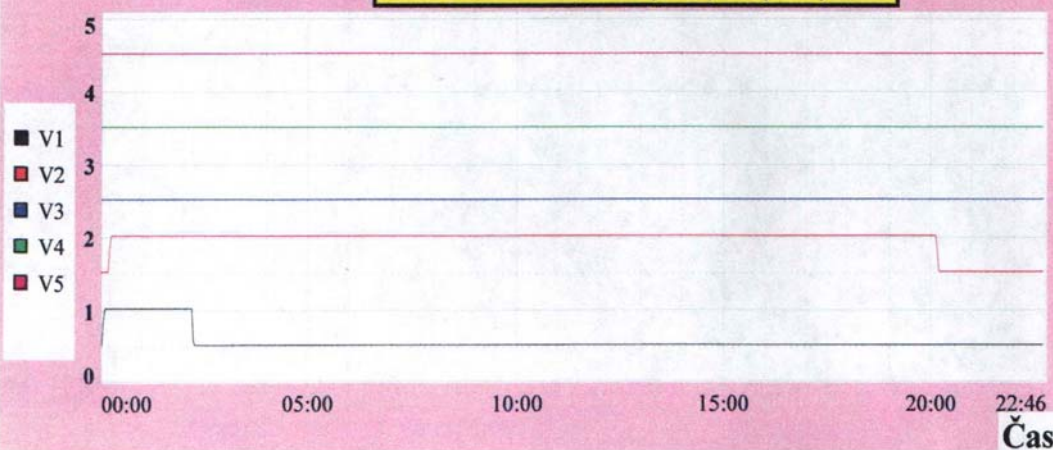
Datum 06.05.2005

°C, V, A, mbar*100

Průběh teploty recipientu, napětí, proudu, tlaku

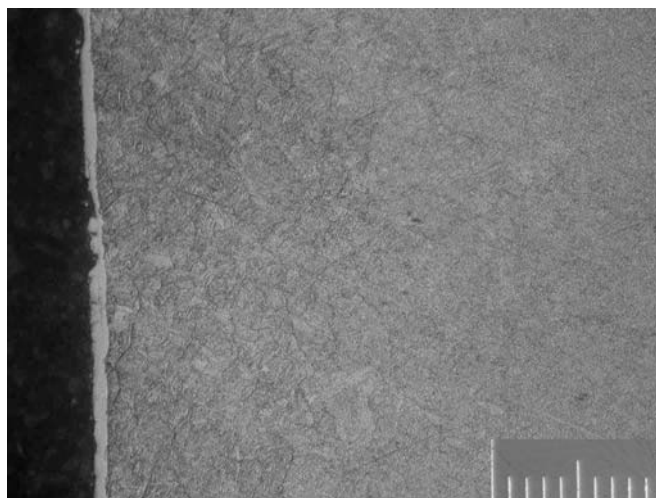


Otevření ventilů V1, V2, V3, V4, V5



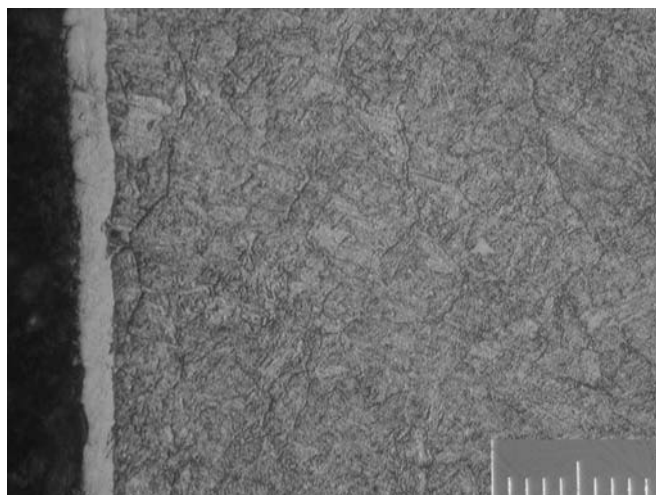
2. Fotografie mikrostruktury zbylých dvanácti vzorků

Vzorek č. 11



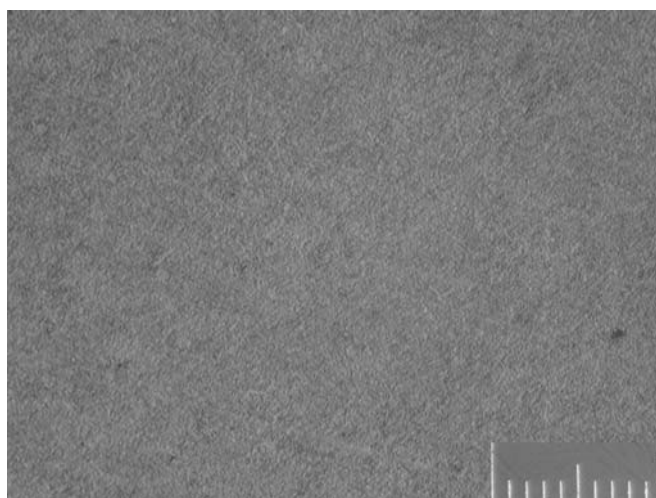
zvětšeno 200x

1 dílek = 0,01mm



zvětšeno 500x

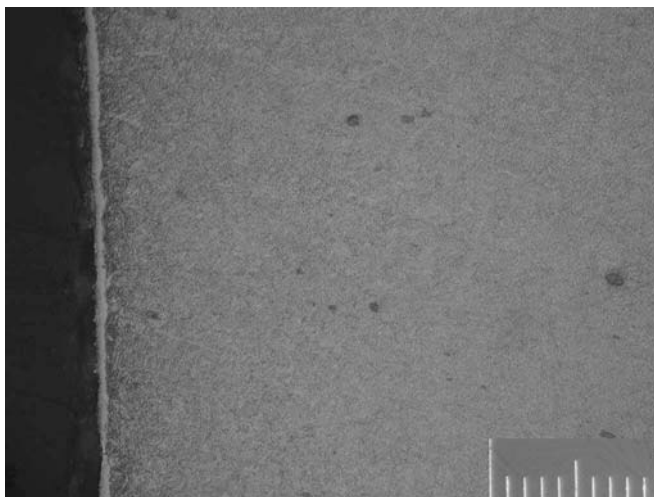
1 dílek = 0,01mm



zvětšeno jádro 500x

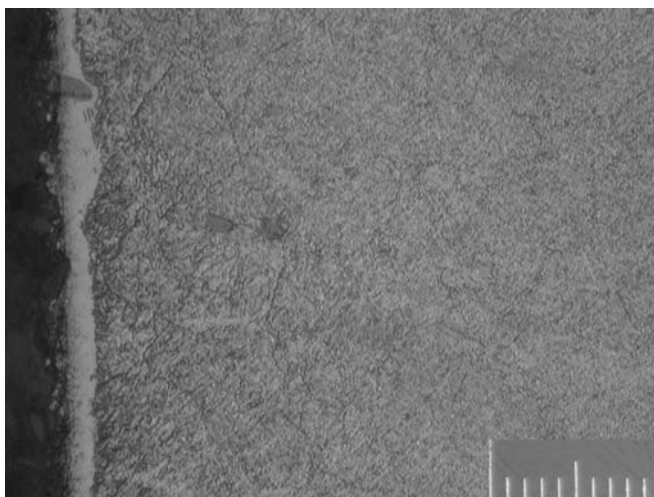
1 dílek = 0,01mm

Vzorek č. 21



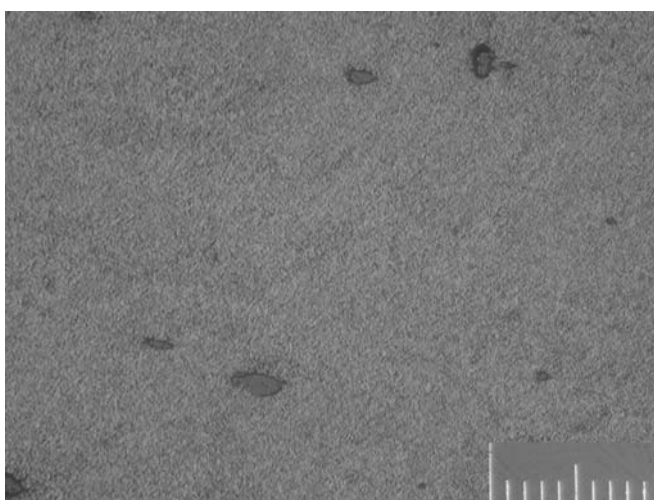
zvětšeno 200x

1dílek = 0,01mm



zvětšeno 500x

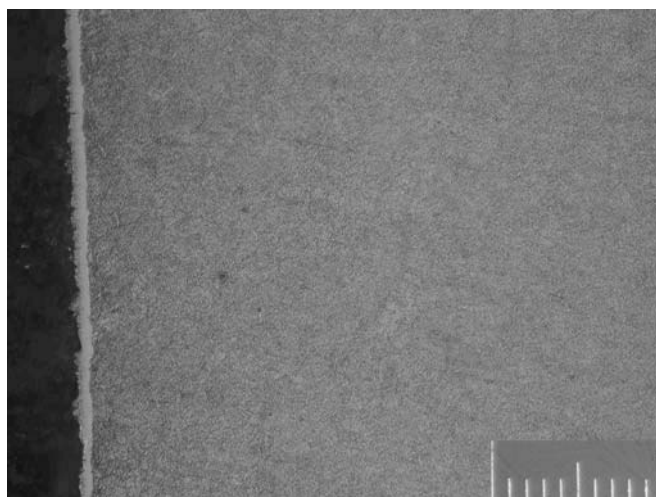
1dílek = 0,01mm



zvětšeno jádro 500x

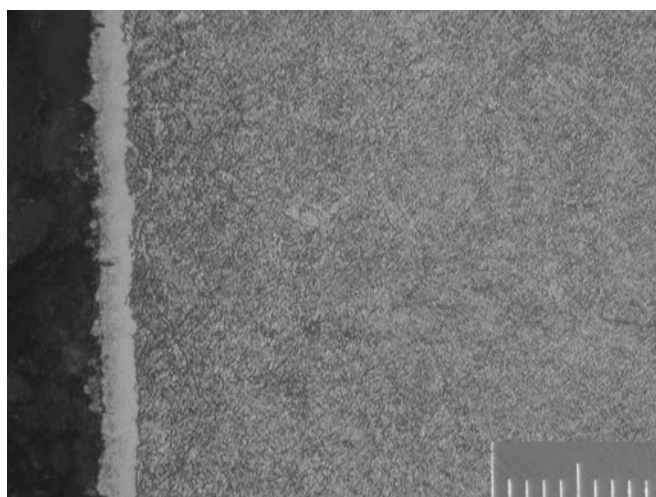
1dílek = 0,01mm

Vzorek č. 31



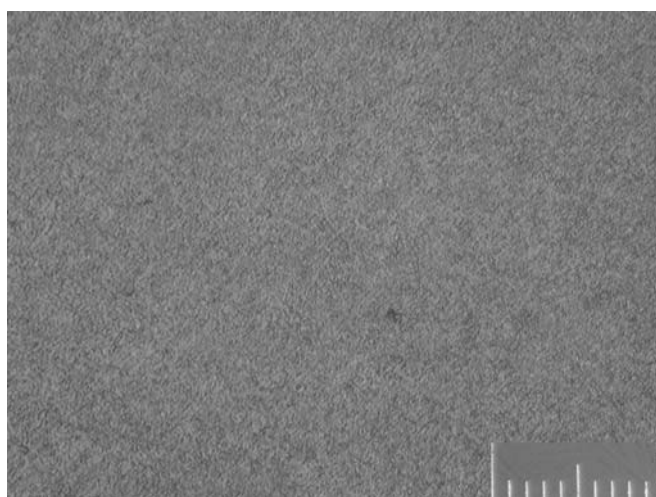
zvětšeno 200x

1dílek = 0,01mm



zvětšeno 500x

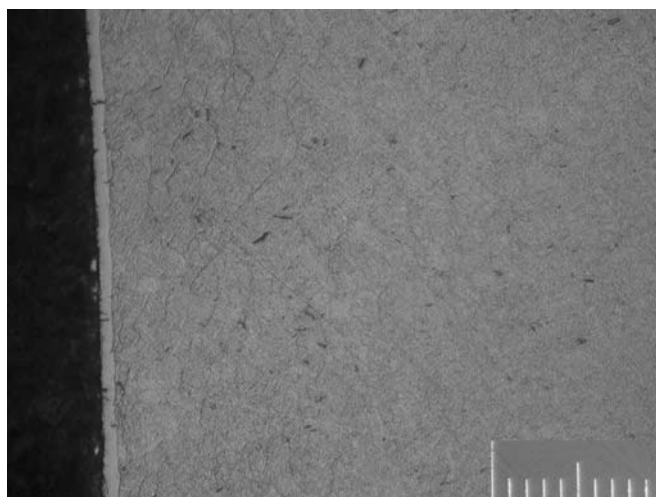
1dílek = 0,01mm



zvětšeno jádro 500x

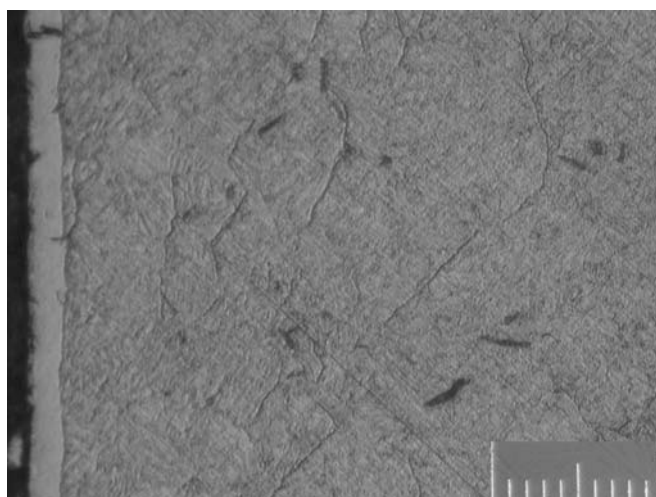
1dílek = 0,01mm

Vzorek č. 12



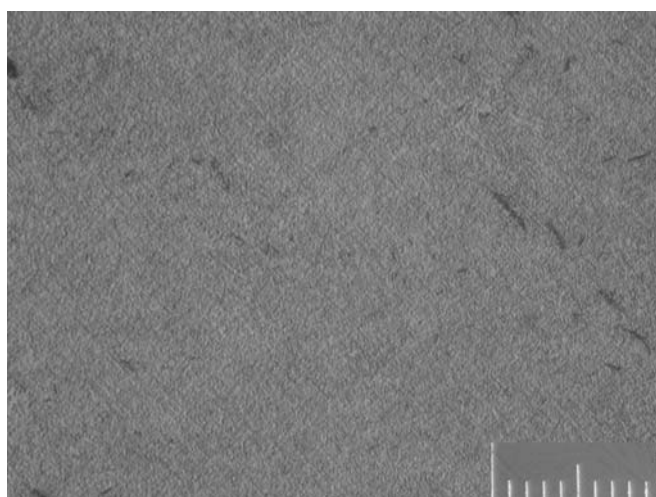
zvětšeno 200x

1 dílek = 0,01mm



zvětšeno 500x

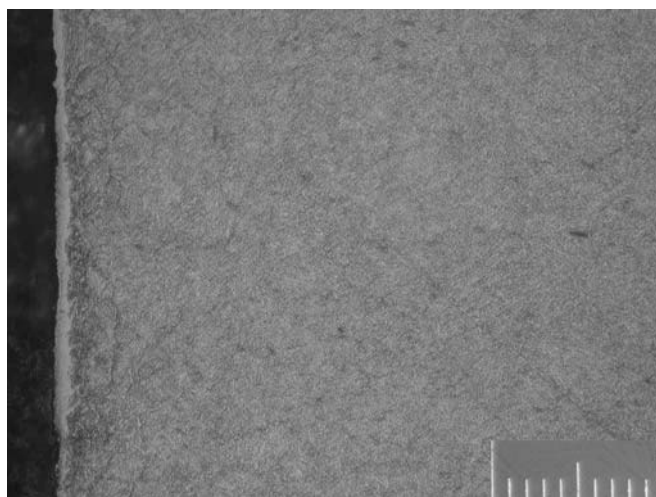
1 dílek = 0,01mm



zvětšeno jádro 500x

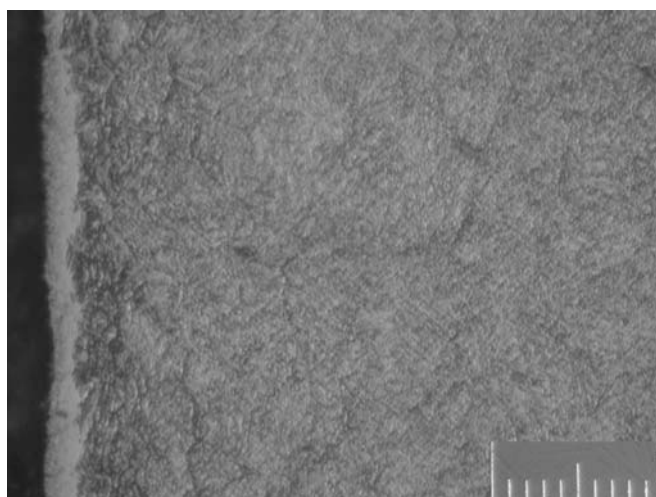
1 dílek = 0,01mm

Vzorek č. 22



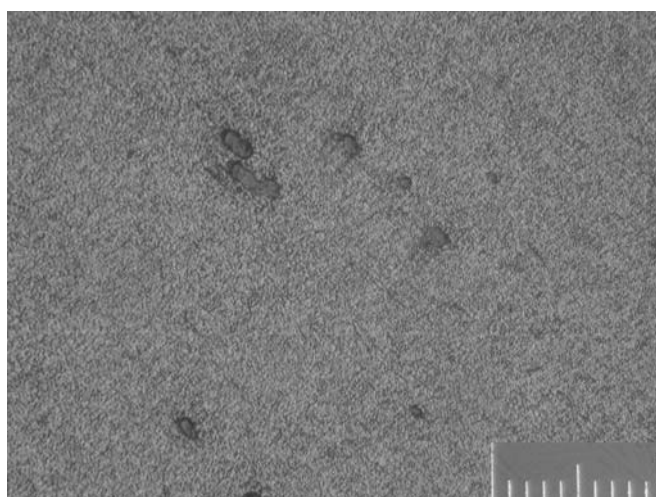
zvětšeno 200x

1dílek = 0,01mm



zvětšeno 500x

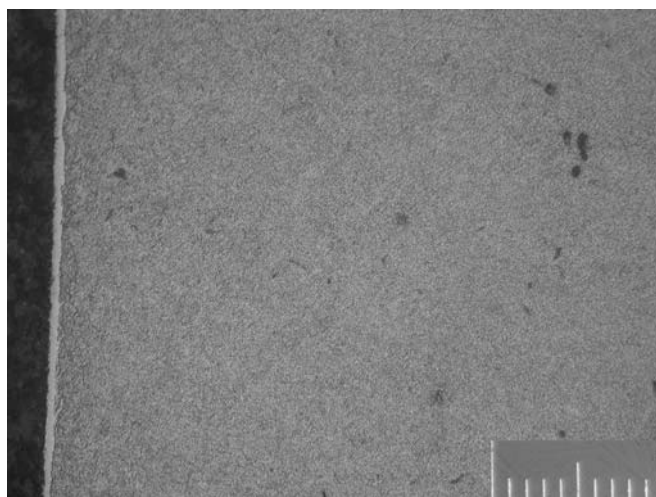
1dílek = 0,01mm



zvětšeno jádro 500x

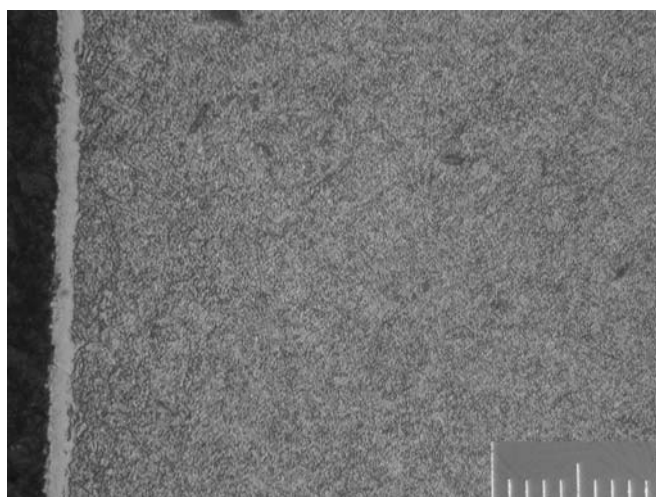
1dílek = 0,01mm

Vzorek č. 32



zvětšeno 200x

1dílek = 0,01mm



zvětšeno 500x

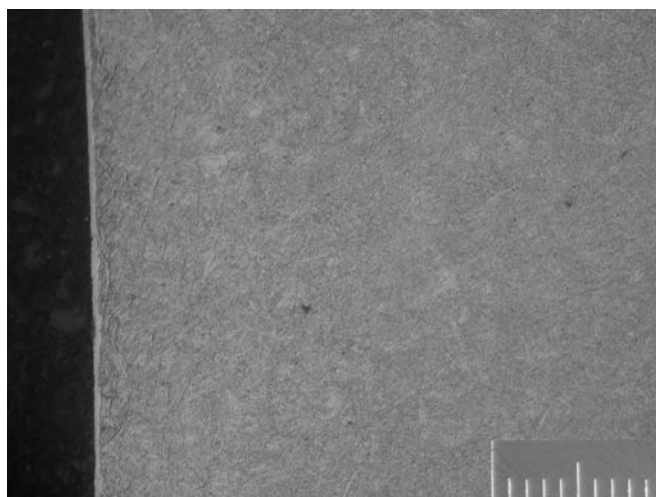
1dílek = 0,01mm



zvětšeno jádro 500x

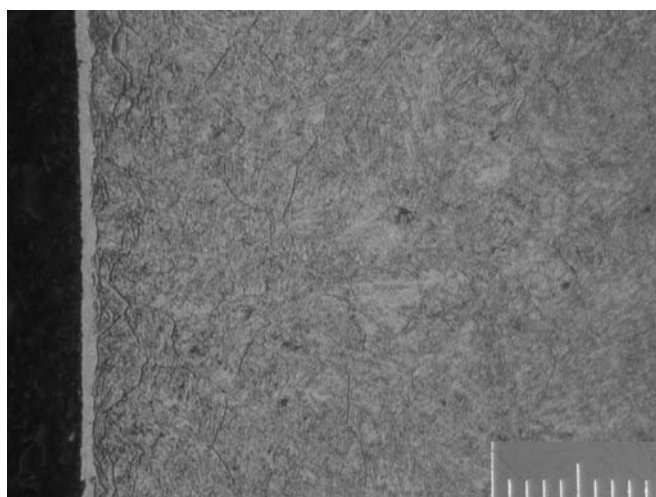
1dílek = 0,01mm

Vzorek č. 13



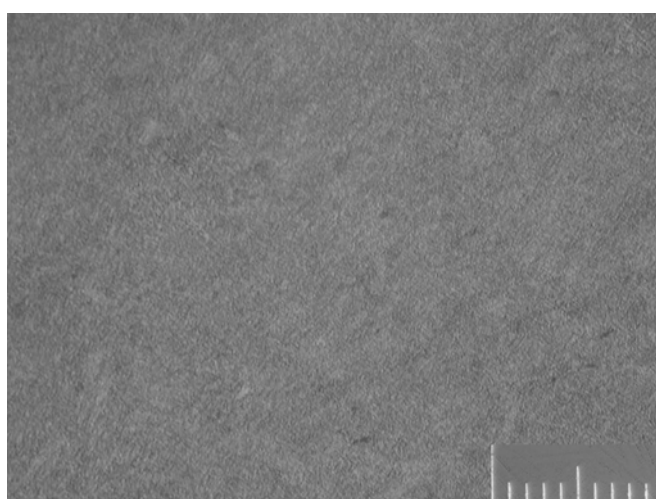
zvětšeno 200x

1dílek = 0,01mm



zvětšeno 500x

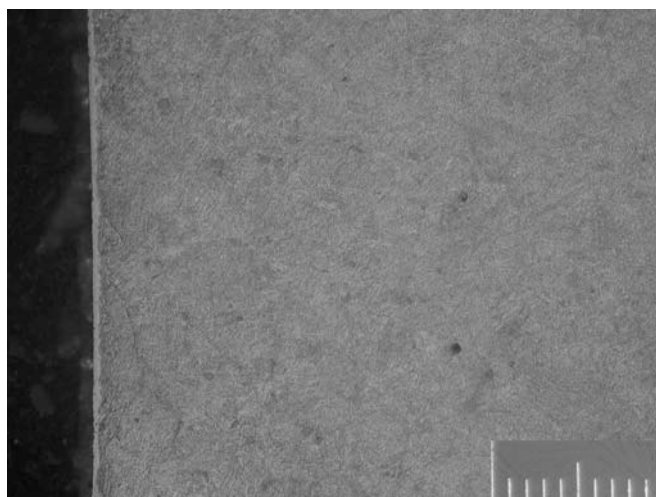
1dílek = 0,01mm



zvětšeno jádro 500x

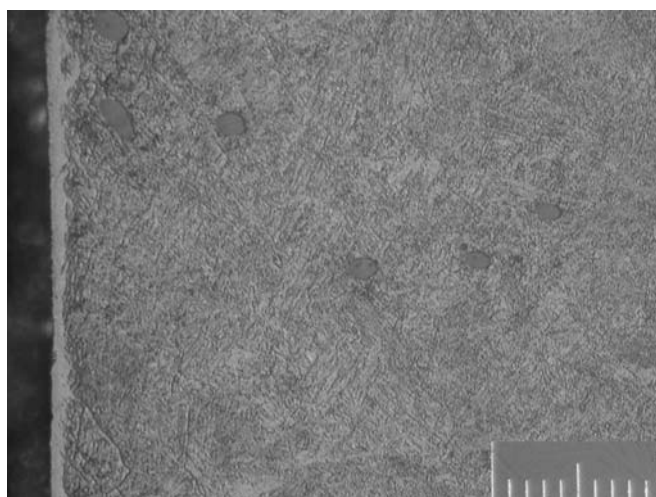
1dílek = 0,01mm

Vzorek č. 23



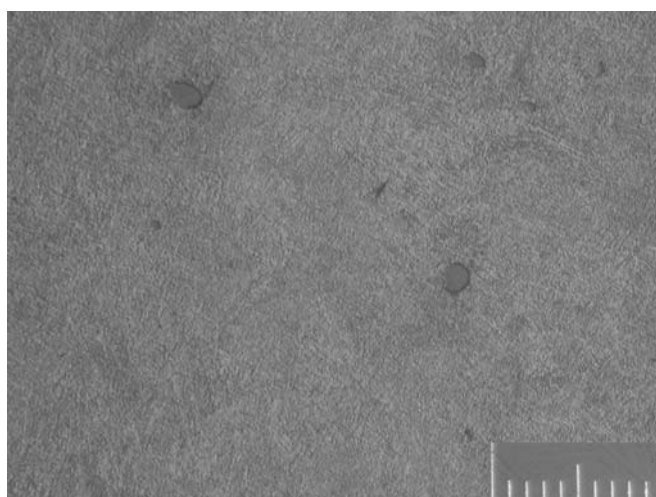
zvětšeno 200x

1dílek = 0,01mm



zvětšeno 500x

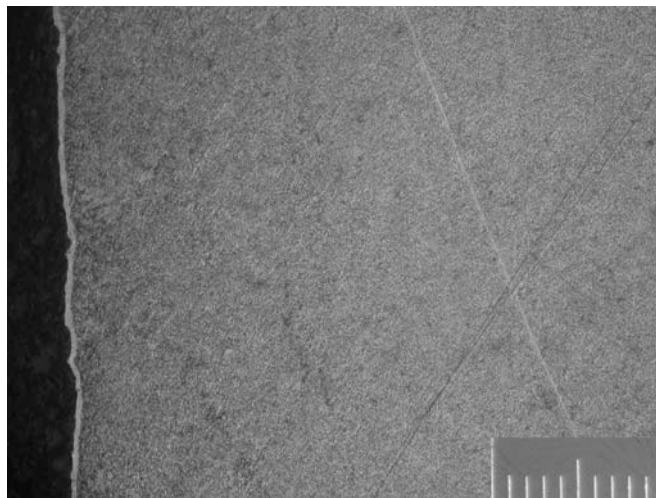
1dílek = 0,01mm



zvětšeno jádro 500x

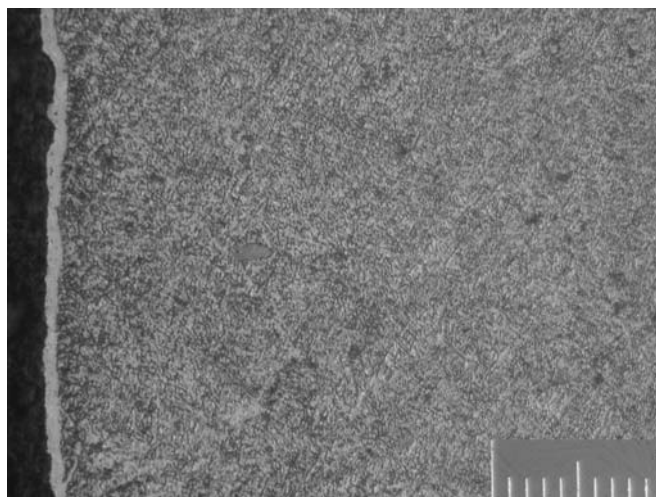
1dílek = 0,01mm

Vzorek č. 33



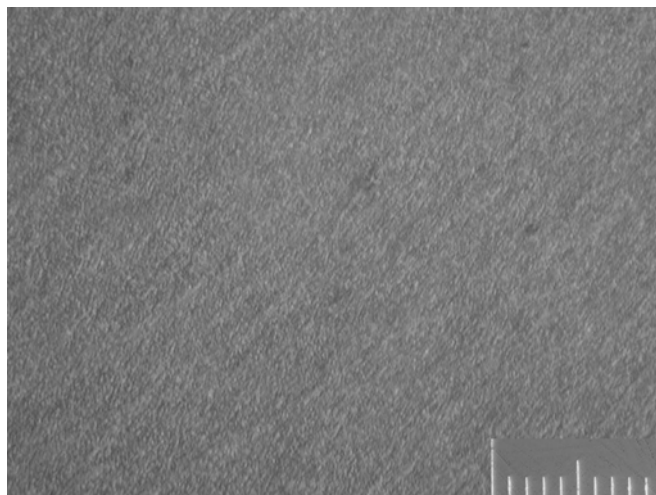
zvětšeno 200x

1dílek = 0,01mm



zvětšeno 500x

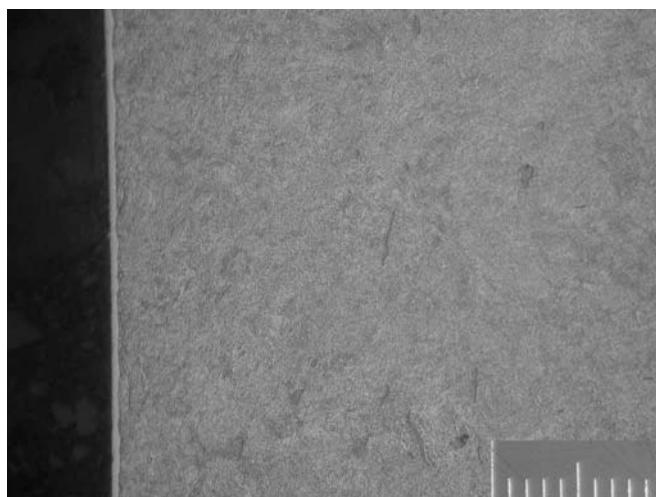
1dílek = 0,01mm



zvětšeno jádro 500x

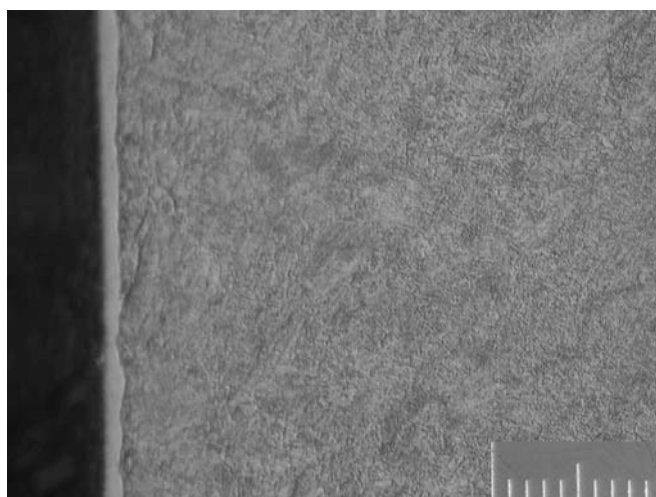
1dílek = 0,01mm

Vzorek č. 14



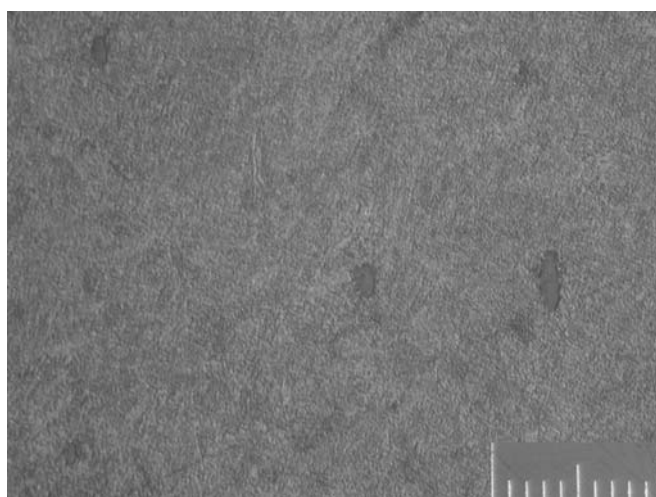
zvětšeno 200x

1dílek = 0,01mm



zvětšeno 500x

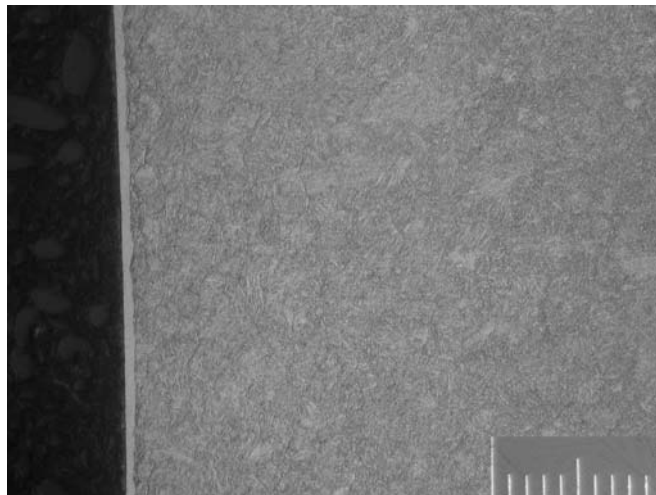
1dílek = 0,01mm



zvětšeno jádro 500x

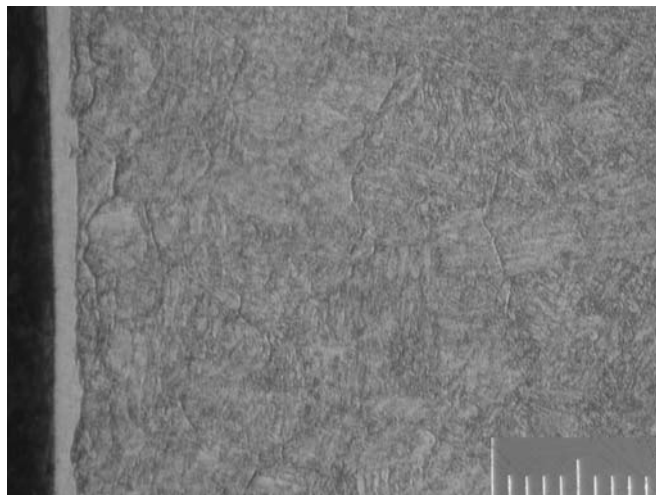
1dílek = 0,01mm

Vzorek č. 24



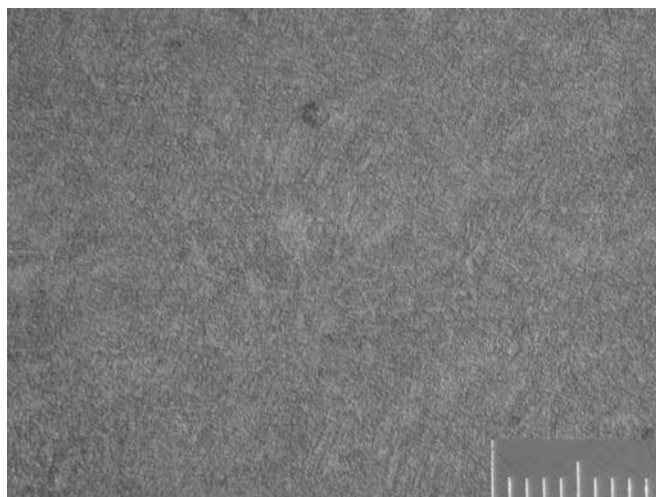
zvětšeno 200x

1dílek = 0,01mm



zvětšeno 500x

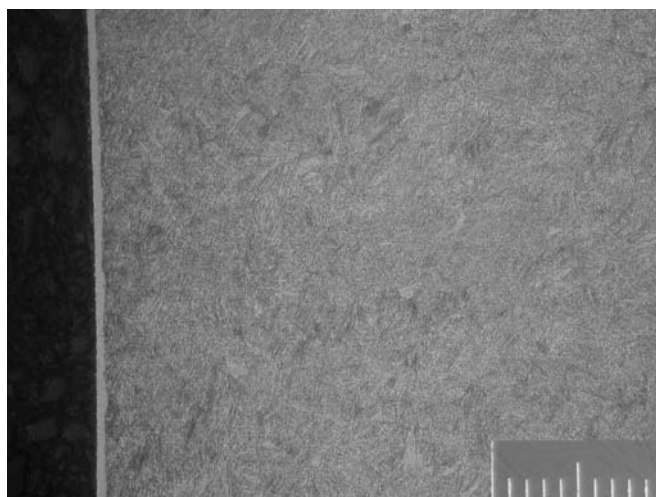
1dílek = 0,01mm



zvětšeno jádro 500x

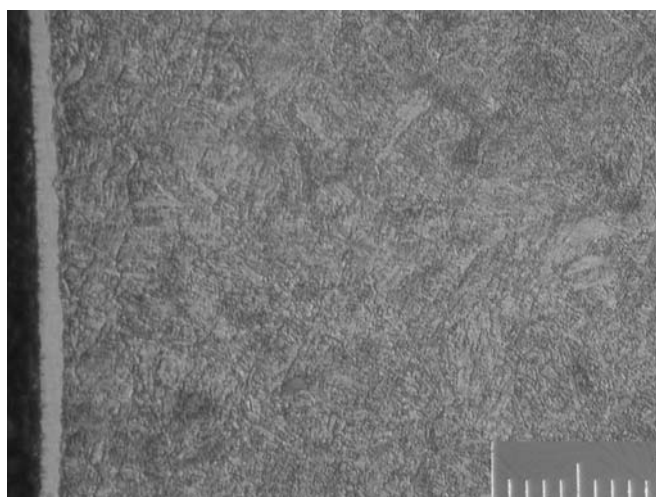
1dílek = 0,01mm

Vzorek č. 34



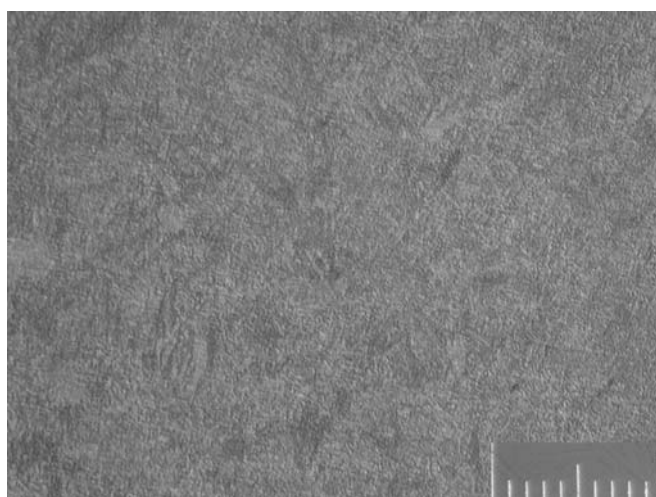
zvětšeno 200x

1dílek = 0,01mm



zvětšeno 500x

1dílek = 0,01mm



zvětšeno jádro 500x

1dílek = 0,01mm

3. Atesty materiálů 42CrMO4, 34CrMo4, 50CV4TSQ

05.SRP'2004 13:28 +420 655 472670

THRALL VAGONKA STUDENKA

#3105 P.001/001



THRALL VAGONKA STUDENKA, a.s.
Butovická ul.
742 13 STUDENKA

Ihr Auftrag - Your order - Votre ordre: Aviso - Advise note - Avis:

51325852

37030 01276

Werks Nr. - Our order - Ref. d'usine:

7000011094 / 000010

Waggon No:

8154- 5978384-2

- ☒ EN10204 2.2 Werkszeugnis - Test report - Relevé de contrôle
☒ EN10204 2.3 Werksprüfzeugnis - Specific test report - Relevé de contrôle spécifique
☒ EN10204 3.1B Abnahmeprüfzeugnis - Inspection certificate - Certificat de réception

Number: 2003 02 000643.

Lieferung - Delivery - Livraison	Gewicht - Weight - Poids	Güte - Quality - Qualité	Norm - Standard - Norme
RUNDSTAHL D. 70 mm 3000-6000 mm	T23455 2585 kg	42CRMO4HH U	EN10083/1-91.0 420220.79

HEMISCHE ZUSAMMENSETZUNG - CHEMICAL ANALYSIS - COMPOSITION CHIMIQUE (%)

Schmelze Melt Charge No	C	Mn	Si	P	S	Cr	Ni	Cu	Mo
23295	0,43	0,80	0,30	0,018	0,033	1,07	0,04	0,10	0,17
Strangguss	Al	Sn	V	Ti	N				
	0,037	0,006	0,007	0,002	0,004				

MECHANISCHE WERTE - MECHANICAL VALUES - QUALITÉS MECHANIQUES

Schmelze Melt Charge No	Streckgrenze Yield point Limite d'élast. R (MPa)	Zugfestigkeit Tensile strength Resistance R _m (MPa)	Bruchdehnung Extension Allongement A ₅ (%)	Brucheinschn. Contraction Contraction Z (%)	Schlagarbeit Energy of impact Resilience KV (J)	Reinheitsgrad nach DIN 50 602	Brinell harte HB
23295	1114 1124	1194 1202	15,4 15,6	57,8 56,7	55 61 54		

Probestück D.10 mm vergütet.
Verwechslungsprüfung d. Spektrotest 100%.
Material wurde 100% Oberfläche Defekt geprüft.
Radioaktivität wird nicht festgestellt.

Hardbarkeit nach Jomini:

mm	1,5	3	5	7	9	11	13	15	20	25	30	35	40	45	50
HRC	59	58	58	57	57	56	55	55	52	50	46	45	43	42	41

Ing. Petr ZEMAN
nezavislý oprávněný zástupce
unabhängiger berechtigter Vertreter



Die obengenannten Erzeugnisse entsprechen den Bestimmungsvorschriften - Products conform with the prescription of order

V Kladně dne: 14.02.03

T-PRINT 8022-67 D

T2 TK-2-2/16

MATIERE:

Acier 34 CD 4 à resulfuration contrôlée avec inclusions globulaires, suivant normes NF A 35-552, NFA 04-108 et PH 900089916K.

MODE D'ELABORATION:

Elaboration four électrique-dégazage sous vide-voie lingot -traitement inclusionnaire pour globulisation des sulfures.

COMPOSITION CHIMIQUE: (sur produit)

C%	SI%	Mn%	Cr%	Mo%	S%	P%
0.35 à 0.37	0.10 à 0.40	0.60 à 1.05	0.90 à 1.20	0.15 à 0.25	0.065 à 0.095	≤ 0.025

Seront également indiqués sur le relevé de contrôle du fournisseur:

- Les éléments destinés à faciliter la globulisation des sulfures et leurs teneurs respectives.
- Les teneurs en Al, Ni, Cu, N₂ et H₂.

CORROYAGE:

Le taux de corroyage doit être au moins égal à 3. HT Progress Bimé

TREMPABILITE JOMINY:

Conditions de prélèvement et d'essais suivant norme NF A 35-552. La courbe de trempabilité devra se situer dans la bande Jominy figurant ci-dessous:

DISTANCE (mm)	1	5	3	5	7	9	11	13	15	20	25	30	35	40	50
DOSETE ROCKWELL C	Min	55	54	53	51.5	49.5	47	45	43	39.5	37.5	36	35	34	33
	Max	58	58	57.5	57	56	54.5	53	51	47	44	42	41	40	39

RESULFURATION CONTROLEE AVEC INCLUSIONS GLOBULAIRES:

Conditions de prélèvement et d'essais suivant norme NFA 04-108. Forme des sulfures et proportion de sulfures globulaires et filiformes suivant normes NF A 04-108 et PH 900089916K: Images type A à D, soit, à titre indicatif, un facteur de forme $\frac{\text{Longueur de l'inclusion}}{\text{épaisseur de l'inclusion}} \leq 8$.

DEFINITIONS:

OCCEL NA ROTARY TYPUS, E

GROSSEUR DU GRAIN:

Conditions de prélèvement et d'essais suivant norme NF A 35-552. L'indice de grosseur de grain austénitique, évalué suivant les normes NF A 35-552 et NF A 04-102 (méthode BECHET-BEAUJARD) à un grossissement de 100, devra être supérieur ou égal à 6.

CARACTERISTIQUES MECANQUES: (traction et résilience)

- Evaluées sur éprouvettes prélevées dans la barre traitée.
- Conditions de trempé-revenu de la barre et de prélèvement de l'éprouvette dans la barre trempée-revenue suivant norme NF A 35-552.

Les caractéristiques mécaniques à l'état trempé-revenu seront conformes à la norme NF A 35-552.

ETAT DE LIVRAISON:

- *Traitement thermique: à définir par le forgeron.
- *Dureté: à définir par le forgeron.
- *Aspect: absence de crique, ligne d'inclusion, pour tout autre type de défaut, acceptation suivant classe 2 définie à la norme NF A 35-552.
- *Défauts internes: absence de crique, porosité, retassure ou tout autre défaut de compacité.

OCCEL 34 CD 4 N15131

blitz re çgn 15142

DIT 34 CD 4

PRO INFORMATI

1^{re} UTILISATION

MATIERE

CODE-ARTICLE:

PIECE BRUTE:

FORME:

NATURE:

MASS:

B.E. ÉMETTEUR

BE PB

DESSINÉ

le: 16/12/91

par: POCHÉ

VERIFIÉ

le:

par:

FORMAT ORIGINAL A3

FEUILLE: /

900114168V

ÉCHELLE

200 mm

ORIGINAL

ÉCHELLE

200 mm

D1

F1

MATIERE: ACIER 50CV4 JSQR (Trempe Superficielle Qualité Roulement).**ORIGINE:** ASCOMETAL. (usine de Fos sur mer).**COMPOSITION CHIMIQUE:**

C %	Mn %	Si %	Cr %	V %	S %	P %	Ca %	Ti %
0,49 ± 0,55	0,70 ± 1,00	0,40 ± 0,40	0,90 ± 1,20	0,10 ± 0,20	0,015 ± 0,025	≤ 0,025	≤ 0,0002	≤ 0,005

DURETE SUPERFICIELLE:

Après austénitisation 850°C - 30 minutes et trempe à l'eau.

L'extrémité trempée de l'éprouvette Jominy devra présenter une dureté superficielle HRC supérieure ou égale à 63.

TREMPABILITE:

La courbe de trempabilité de l'acier 50 CV 4 devra se situer dans la bande Jominy réduite définie ci-dessous.

Distance mm.	Dureté Rockwell C	
	min.	max.
1,5	61	64
3	61	64
5	60	63,5
7	59	63
9	57,5	62
11	56	61,5
13	54	60,5
15	52,5	60
20	49,5	58
25	47	56
30	45,5	55
35	43,5	53
40	41,5	51
50	39,5	49

SPÉCIFICATIONS

TOLÉRANCES GÉNÉRALES : ±

GROSSEUR DE GRAIN:

L'indice de grosseur de grain austénitique évalué suivant les normes NF A 35-552 et NF A 04-102 (méthode BECHET-BEAUJARD) à un grossissement 100, devra être supérieur ou égal à 6.

PROPRETE INCLUSIONNAIRE: - Selon ASTM-E45-méthode A -

Nature des inclusions	Série fine	Série épaisse
A (sulfures)	≤ 3	≤ 2
B (aluminates)	≤ 2	≤ 0,5
C (silicates)	0	0
D (oxydes globulaires)	≤ 0,5	≤ 0,5

ETAT DE LIVRAISON: (A définir par le forgeron)

- Dureté à définir par le forgeron.. 02.2.04
- Aspect: Absence de crique, ligne d'inclusion, repli.
- Défauts internes: Absence de crique, porosité, retassure, ou autres défauts de compacité.
- Microstructure: Absence de structure en bandes.

OCCEL NA ROTARY A DRAHY MK
 Caporale ESN 15260, NFA35-571 (510V4)
 MOUEURS T.F.

1 ^{re} UTILISATION		F1 - ORIGINE NON SPECIFIEE		4682	F
MATERIE		PROTOTYPE		3999	F
CODE-ARTICLE :	1/02/92	DIFFERENTES			
PIECE BRUTE :		PLAN DEBAILL		D1 - SPECIFICATIONS	
FORME :	16/01/91	ETAT AVANT MODIFICATION		N° NOTE	
NATURE :	DATE	HOMOLOGATION INTERNE		43999	
MASSE :	11/07/92	LANCEMENT PROTOTYPE			
B.E. ÉMETTEUR	17/01/94				
ACIER 50CV4 JSQR					
Tous droits de reproduction, communication, utilisation, propriété industrielle, relatifs à ce plan sont réservés. ART. 408 DU CODE PÉNAL 132 ET SUIVANTS DU CODE CIVIL LOIS DES 47.009.11.3.1957 ET 13.7.1978					
B.P. N° 106		F-60411 VERBERIE Cedex			
le 14/07/94		le 14/07/94			
par M. B. B.		par M. B. B.			
VERBÉ		VERBÉ			
le 14/07/94		le 14/07/94			
par M. B. B.		par M. B. B.			
FORMAT ORIGINAL	A3	FEUILLE	/	9001141431	F

ECHELLE

ORIGINALE : 200 mm

G

H

PRO INFORMATI

Čestné prohlášení

Byl jsem seznámen s tím, že na mou diplomovou práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 Sb. o právu autorském, zejména paragraf 60 - školní dílo.

Beru na vědomí, že Technická univerzita v Liberci (TUL) nezasahuje do mých autorských práv užitím mé diplomové práce pro vnitřní potřebu TUL.

Užiji-li diplomovou práci nebo poskytnu-li licenci k jejímu využití, jsem si vědom povinnosti informovat o této skutečnosti TUL; v tomto případě má TUL právo ode mne požadovat úhradu nákladů, které vynaložila na vytvoření díla, až do jejich skutečné výše.

Diplomovou práci jsem vypracoval(a) samostatně s použitím uvedené literatury a na základě konzultací s vedoucím diplomové práce a konzultantem

V Liberci dne 27.5.2005

Podpis: