

TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI

FAKULTA STROJNÍ

KATEDRA MATERIÁLU



BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

HODNOCENÍ KARBONITRIDOVANÝCH VRSTEV

2000

IRENA ŠUBRTOVÁ



Obor: Strojírenství
Zaměření: Tepelné zpracování a zkoušení materiálu

Hodnocení karbonitridovaných vrstev

The Survey of Nitrocarburized Layers

KMT - B - 072

Irena Šubrtová

Vedoucí bakalářské práce: Ing. Petr Louda, CSc.

Konzultant bakalářské práce: Ing. Luboš Pavlů, ŠKODA AUTO a. s. Mladá Boleslav

Rozsah práce: Počet stran..... 67

Počet obrázků..... 21

Počet příloh..... 9

V Liberci, květen 2000.



ZADÁNÍ BAKALÁŘSKÉ PRÁCE

Jméno a příjmení

Irena ŠUBRTOVÁ

obor

Strojírenství

zaměření

Tepelné zpracování a zkoušení materiálů

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

Hodnocení karbonitridovaných vrstev

Zásady pro vypracování:

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

1. Seznamte se s problematikou karbonitridace.
2. Proveďte porovnání jednotlivých procesů karbonitridace v podmínkách výroby vyhodnocením kvality vrstev (t.j.měřením tloušťky, složení a pod.) na vzorcích dodaných ŠKODA AUTO a.s.
3. Získané poznatky zpracujte a formulujte závěry.

KMT/TEZ

53.1.12 s. přel.

V 108/2000 Sb

ANOTACE



TECHNICKÁ UNIVERZITA

FAKULTA STROJNÍ

KATEDRA MATERIÁLŮ

Hálkova 6, 461 18 Liberec

Tel.: (048) 535 3116, fax.: (048) 535 3342

E-mail: petr.louda@vslib.cz

Jméno: Irena Šubrtová
Obor: Strojírenství
Zaměření: Tepelné zpracování a zkoušení materiálu
Zadání práce: Hodnocení karbonitridovaných vrstev
Číslo práce: KMT – B – 072
Vedoucí projektu: Ing. Petr Louda, CSc.
Konzultant: Ing. Luboš Pavlů, ŠKODA AUTO a. s. Mladá Boleslav

Bakalářská práce se zabývá hodnocením vrstev vzniklých při karbonitridaci na jádrech synchronních spojek 1./2. rychlosti pro převodovku MQ200. První část práce obsahuje teoretické poznatky o karbonitridaci. V druhé části jsou u tří procesů karbonitridace (Praha – HEAT PLUS s.r.o., Jihlava – Motorpal, Kleve – IPSEN) vyhodnoceny nárůsty rozměrů jader po karbonitridaci, struktura vzniklé vrstvy a mikrotvrdost vrstvy.

ANNOTATION



TECHNICAL UNIVERSITY
FAKULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
DEPARTMENT OF MATERIAL SCIENCE

Hálkova 6, 461 18 Liberec
Tel.: (048) 535 3116, fax.: (048) 535 3342
E-mail: petr.louda@vslib.cz

Name: Irena Šubrtová
Spezialization: Engineering
Focusing: Thermal treatment and testing of materials
Theme of BSC work: The Survey of Nitrocarburized Layers
Number of BSC work: KMT – B – 072
Leader of BSC work: Ing. Petr Louda, CSc.
Consulter: Ing. Luboš Pavlů, ŠKODA AUTO a. s. Mladá Boleslav

This MSC work is dealing with the evaluation of layers which can be caused by a nitrocarburizing on the cores of synchroized clutches – the first and second gear of speed change gear MQ200. There are theoretical knowledge in the first part. In the second one, there are by 3 different processes of nitrocarburizing (Praha – HEAT PLUS s.r.o., Jihlava - Motorpal, Kleve – IPSEN). Analyse the changes the cores proportions after nitrocarburized process, the structure of arised layer and microhardness.

Prohlášení:

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

Jirina Šubertová

V Liberci, květen 2000

Obsah

	Strana:
1. Teoretická část – úvodní list	8
1. 1. Úvod	9
2. Teoretická část - Karbonitridace	10
2. 1. Soustava železo – dusík	10
2. 2. Nasycení povrchových vrstev dusíkem a uhlíkem	11
2. 3. Stupeň disociace	12
2. 4. Vliv teploty	12
2. 5. Vliv času	13
2. 6. Struktura a složení vrstev vzniklých v atmosféře složené z amoniaku a propanu	15
2. 7. Struktura a složení zón pod karbonitridačními vrstvami	17
2. 8. Nízkoteplotní karbonitridování konstrukčních ocelí a litin	18
2. 9. Rozložení mikrotvrdosti v karbonitridu ϵ	21
2. 10. Odolnost karbonitridovaných vrstev proti zadírání a opotřebení	21
2. 11. Kinetika růstu vrstvy karbonitridu ϵ	22
3. Experimentální část – úvodní list	24
3.1. Měření	25
3. 1. 1. První proces karbonitridace	26
3. 1. 2. Druhý proces karbonitridace	27
3. 1. 3. Třetí proces karbonitridace	29
3. 2. Statistické vyhodnocení	34
3. 2. 1. Použité statistické vzorce	35
3. 3. Metalografie	37
3. 3. 1. Fotografická dokumentace	37
3. 4. Metalografický rozbor vrstev	43
3. 4. 1. Vzorek karbonitridovaný v Praze ve firmě HEAT PLUS s.r.o.	43
3. 4. 2. Vzorek karbonitridovaný v Jihlavě ve firmě MOTORPAL.	43
3. 4. 3. Vzorek karbonitridovaný v Kleve ve firmě IPSEN.	43

3. 5. Měření mikrotvrdosti	44
4. Diskuse výsledků	50
5. Závěr	52
6. Seznam použité literatury	53
 P. Přílohy – úvodní list	 54
P 1. Výkres jádra synchronní spojky	55
P 2. Řez jádra pro metalografii provedenou v laboratoři TU Liberec	56
P 3 a. Kontrolní metalografie karbonitridovaného jádra z firmy HEAT PLUS	57
P 3 b. Kontrolní metalografie karbonitridovaného jádra z firmy HEAT PLUS	58
P 4. Kontrolní průběh tvrdosti jádra karbonitridovaného v HEAT PLUS	59
P 5. Firma IPSEN - umístění jader na roštu pro karbonitridaci	60
P 6. Protokol firmy IPSEN o průběhu karbonitridace.	61
P 7. Protokol firmy IPSEN o průběhu karbonitridace.	62
P 8. Kontrolní metalografie vzorku provedená firmou IPSEN.	63
P 9. Fotografie vrstev vzorku karbonitridovaného firmou IPSEN	64

1. Teoretická část

Obsah:	Úvod
	Soustava železo – dusík
	Nasycení povrchových vrstev dusíkem a uhlíkem
	Stupeň disociace
	Vliv teploty
	Vliv času
	Struktura a složení vrstev vzniklých v atmosféře složené z amoniaku a propanu
	Struktura a složení zón pod karbonitridačními vrstvami
	Nízkoteplotní karbonitridování konstrukčních ocelí a litin
	Rozložení mikrotvrdosti v karbonitridu ϵ
	Odolnost karbonitridovaných vrstev proti zadírání a opotřebení
	Kinetika růstu vrstvy karbonitridu ϵ

1. 1. Úvod

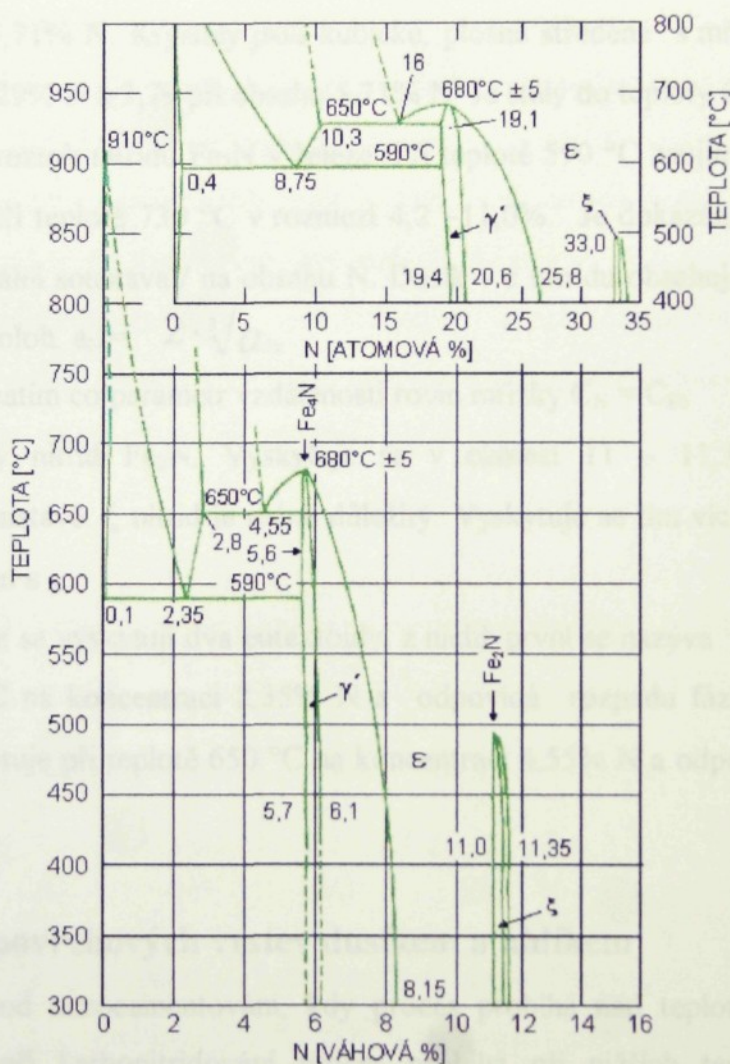
V současné době se ve firmě ŠKODA AUTO a.s. zavádí vzhledem k náběhu nové koncernové převodovky MQ200 řada nových výrobních technologií. Jedna z těchto technologií je karbonitridace jader synchronní spojky, která se bude provádět v komorové peci IPSEN v kalírně firmy ŠKODA AUTO a.s.. Bakalářská práce na toto téma byla zadána pro lepší objasnění procesů probíhajících při karbonitridaci. Dále bylo sledováno chování dílů při karbonitridaci, zvláště pak jejich rozměrové změny.

Jako chemicko-tepelné zpracování se označují způsoby difúzního sycení povrchu ocelí různými prvky (kovy, nekovy) s cílem dosáhnout rozdílných mechanických nebo fyzikálně chemických vlastností povrchu a jádra součásti. Mezi postupy nejvíce rozšířené patří sycení povrchu uhlíkem (cementování), dusíkem (nitridování), uhlíkem i dusíkem (nitrocementování, karbonitridování). Karbonitridace a nitridace byly intenzívně studovány a jsou obecně používány v průmyslových odvětvích. Karbonitridace tedy patří mezi chemicko – tepelné zpracování a je založena na sycení povrchu uhlíkem a dusíkem. Provádí se buď v solné lázni kyanidů a kyanatanů, nebo v plynné atmosféře částečně disociovaného amoniaku s přídavkem uhlovodíků. Používají se atmosféry tvořené směsí čpavku s přídavkem uhlovodíků při teplotách 600 až 630 °C a době 4 hodiny. Cílem je vytvořit souvislou vrstvu karbonitridu ϵ o tvrdosti až 1200 HV, přičemž tloušťka vrstvy je i přes 0,06 mm. Vrstvy jsou odolné proti zadírání a opotřebení, jsou vhodné u součástí namáhaných intenzívně na otěr, ale v podmínkách nižších měrných tlaků. Pro vyšší měrné tlaky je třeba použít legované oceli s vyšší pevností a tvrdostí jádra (např. klikové a vačkové hřídele leteckých motorů). Karbonitridování, nitrocementování mohou nahradit zdoluhavější cementování (ozubená kola, přesouvací vidlice, řetězová kola) – snižují se tedy i celkové náklady při výrobě. [1]

2. Karbonitridace

2. 1. Soustava železo - dusík

Karbonitridování využívá snížené eutektoidní teploty soustavy železo-dusík (590°C) proti eutektoidní teplotě soustavy železo-uhlík (720°C). Při ohřevu na teploty 600 až 630°C se povrch oceli ve vhodném prostředí obohacuje dusíkem, který se rozpouští ve feritu a difunduje do povrchových vrstev. Při dosažení určitého obsahu dusíku se ferit a perlit přemění na povrchu oceli na dusíkový austenit, který se dále obohacuje dusíkem i uhlíkem. Po ochlazení se vyloučí jemné nitridy. Tím vzniká tvrdá vrstva i bez kalení. [7]



Obr. 1. Rovnovážný diagram Fe – N [6]

Podle diagramu železo – dusík existují v soustavě fáze $\alpha, \gamma, \gamma', \epsilon, \xi$, z nichž nejdůležitější jsou fáze γ' a ϵ kde :

α ... je dusíkový ferit – tuhý roztok dusíku v železe α . Maximální rozpustnost je 0,10% A při teplotě 590 °C. Má krychlovou, prostorově středěnou mřížku. Za normální teploty je rozpustnost dusíku v železe α asi 0,015%.

γ ... dusíkový austenit – tuhý roztok dusíku v železe γ . Maximální rozpustnost dusíku je 2,8% při teplotě 650 °C. Krystalizuje v krychlové plošně středěné mřížce.

γ' ... tuhý roztok železa v nitridu Fe_4N . Tato fáze se značně přibližuje čistému nitridu a bývá označována jako γ' nitrid. V souvislosti s eutektoidní teplotou 590 °C se vyskytuje v rozmezí 5,29 – 5,71% N. Krystaly jsou kubické, plošně středěné s mřížkovým parametrem 3,78 při obsahu 5,29% N a 3,79 při obsahu 5,71% N. Je stálý do teploty 680 °C.

ϵ ... tuhý roztok nitridu Fe_2N v železe. Při teplotě 590 °C zaujímá oblast rozpustnosti 7,1 – 11,0% N a při teplotě 730 °C v rozmezí 4,2 – 11,0%. Je dokázána závislost parametru mřížky /hexagonální soustava / na obsahu N. Dusík v ϵ nitridu obsahuje proměnné množství mřížkových mezípoloh. $a_N = 2 \cdot \sqrt[3]{a_{\text{Fe}}}$

V bazální rovině, zatím co parametr vzdálenosti rovin mřížky $C_N = C_{\text{Fe}}$

ξ ... čistý nitrid Fe_2N . Vyskytuje se v rozmezí 11 – 11,35% N. Krystalizuje v ortorombické soustavě. ξ nitrid je méně důležitý. Vyskytuje se tím víc, čím méně vodíku je přítomno při vzniku ϵ .

V diagramu se vyskytují dva eutektoidy, z nichž první se nazývá braunit a nachází se při teplotě 590 °C na koncentraci 2,35% N a odpovídá rozpadu fáze $\gamma \rightarrow \alpha + \gamma'$. Druhý eutektoid se vyskytuje při teplotě 650 °C na koncentraci 4,55% N a odpovídá rozpadu $\epsilon \rightarrow \gamma + \gamma'$. [2]

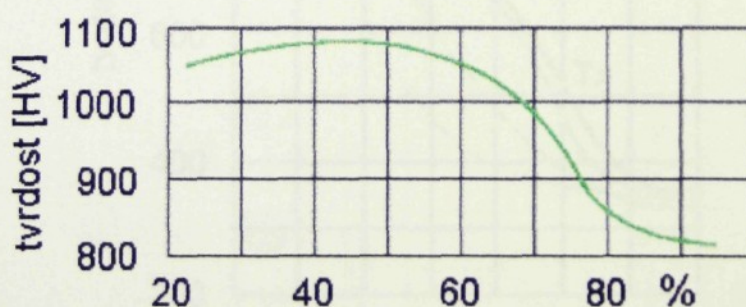
2. 2. Nasycení povrchových vrstev dusíkem a uhlíkem

Na rozdíl od nitrocementování, kdy proces probíhá nad teplotou A_{c1} a ve vrstvě převažuje uhlík, při karbonitridování proces probíhá při nižších teplotách a ve vrstvě převažuje dusík. Oba tyto pochody se mohou realizovat buď v plynné atmosféře nebo solné lázni. Složení aktivních prostředí i technologie procesů jsou odvozeny od postupů cementování a nitridování. Nitrocementování probíhá obvykle za teplot 820 až 860 °C v atmosféře s přídavkem amoniaku a vzniká vrstva tloušťky 0,4 až 0,8 mm. Doba trvání procesu bývá 2 až 5 hodin.

Karbonitridační prostředí se skládá z částečně disociovaného amoniaku s přidavkem uhlovodíků. Poměr plynů v peci se určuje z průtočného množství, které se stanoví měřením. Teplota procesu 570 až 650 °C, doba procesu 2 až 4 hodiny. Na povrchu karbonitridované součásti vzniká vrstva karbonitridu ϵ . Tloušťka vrstvy bývá asi 0,06 mm. Pod touto vrstvou se nachází ferit obohacený dusíkem. Výsledná vrstva dosahuje tvrdosti až 1000 HV je odolná proti zadírání a opotřebení. Předností karbonitridace před nitridací je větší rozměrová stálost součástí a zvýšená odolnost proti otěru. Karbonitridační procesy se ukázaly jako výhodné pro chemicko-tepelné zpracování nástrojů na průtlačné lisování slitin hliníku. [2]

2. 3. Stupeň disociace

K disociaci amoniaku dochází vlivem teploty bezprostředně až v atmosféře pece. Na začátku výzkumů nitridačních procesů se přikládal stupni disociace rozhodující význam. Později se ukázala jako nejdůležitější teplota. Pro vznik nitridů je důležitá termodynamická aktivita dusíku, která je na stupni disociace závislá. [4] udává, že termodynamickou analýzou bylo zjištěno, že aktivita dusíku při sycení fáze ϵ / ϵ má rozhodující vliv / je závislá na parciálním tlaku nedisociovaných molekul amoniaku a molekul vodíku. Závislost tvrdosti povrchové vrstvy na stupni disociace vyjadřuje obr.2. [2]



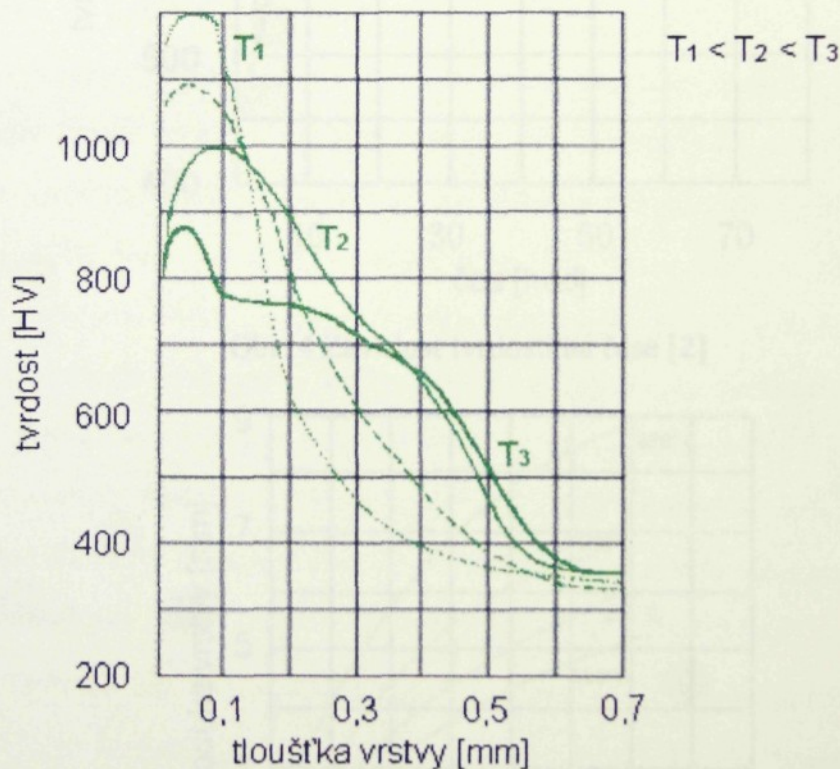
Obr. 2 Závislost tvrdosti vrstvy na stupni disociace
(teplota 520 °C, čas 24 hod. jsou konstantní) [2]

2. 4. Vliv teploty

Teplota je nejdůležitějším parametrem pro řízení charakteru nitridační vrstvy. Vliv teploty na tvrdost vrstvy a hloubku nitridační vrstvy lze vyjádřit dvěma pravidly:

- Čím vyšší je nitridační teplota, tím hlubší je nitridovaná vrstva a naopak.
- Čím nižší je nitridační teplota, tím je tvrdší nitridovaná vrstva a naopak.

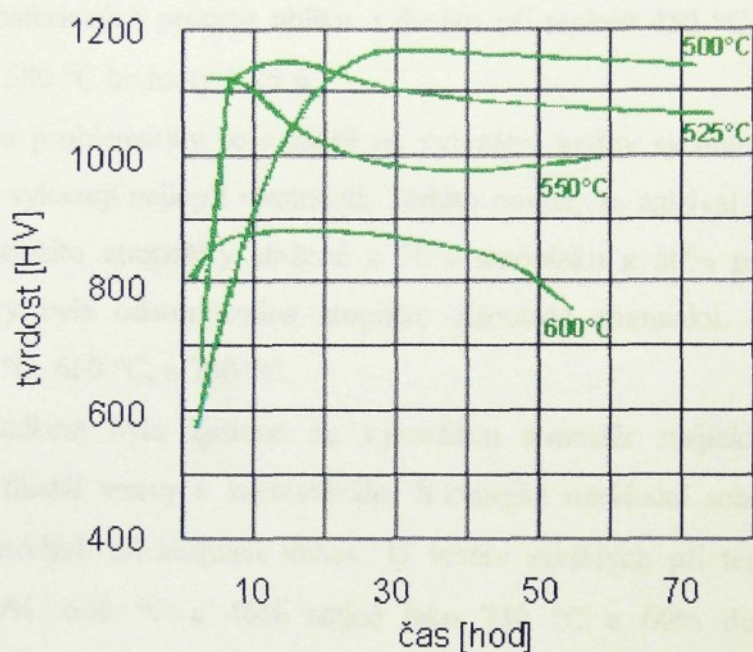
Při vyšších teplotách se tvoří příliš tlustá vrstvička, která jehlicemi zasahuje do jádra materiálu. U některých ocelí (například ocelí legovaných chromem) může docházet za vyšších teplot ke tvorbě síťoví, které má za následek křehnutí nitridované vrstvy a při namáhání (např. na nástrojích) může dojít k vylamování vrstvy, ale pro nitridaci je potřebná delší doba. Volba nitridační teploty je závislá na požadovaném charakteru vrstvy a je v podstatě kompromisem obou základních pravidel. [2]



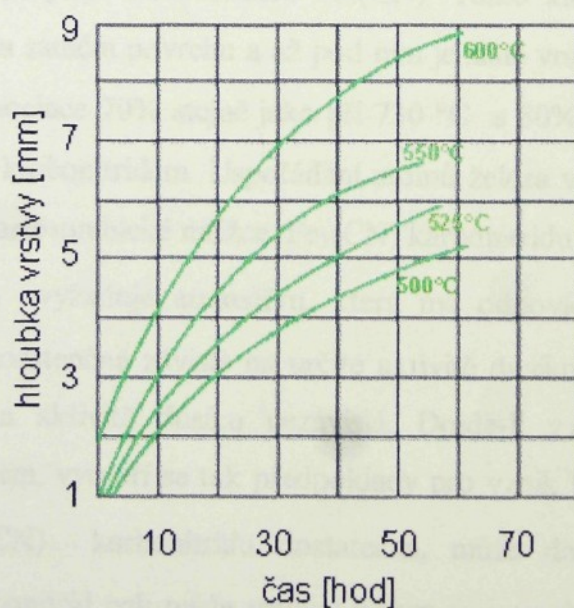
Obr. 3 Vliv teploty na tvrdost a hloubku nitridační vrstvy [2]

2. 5. Vliv času

Nitridační vrstvy vznikají velmi pomalu. Příčinou pomalého vzniku nitridačních vrstev jsou difúzní pochody a vznik nitridů na povrchu materiálů. Vyšší obsah jemně uloženého cementitu brzdí difúzi dusíku do materiálu a z toho vyplývá, že nitridace zušlechtěných materiálů je časově náročnější než nitridace materiálů pouze žíhaných. Závislost tvrdosti vrstvy na čase určuje obrázek 4. Vliv času na hloubku nitridované vrstvy ukazuje obrázek 5.



Obr. 4 Závislost tvrdosti na čase [2]



Obr. 5 Závislost hloubky vrstvy na čase [2]

2. 6. Struktura a složení vrstev vzniklých v atmosféře složené z amoniaku a propanu

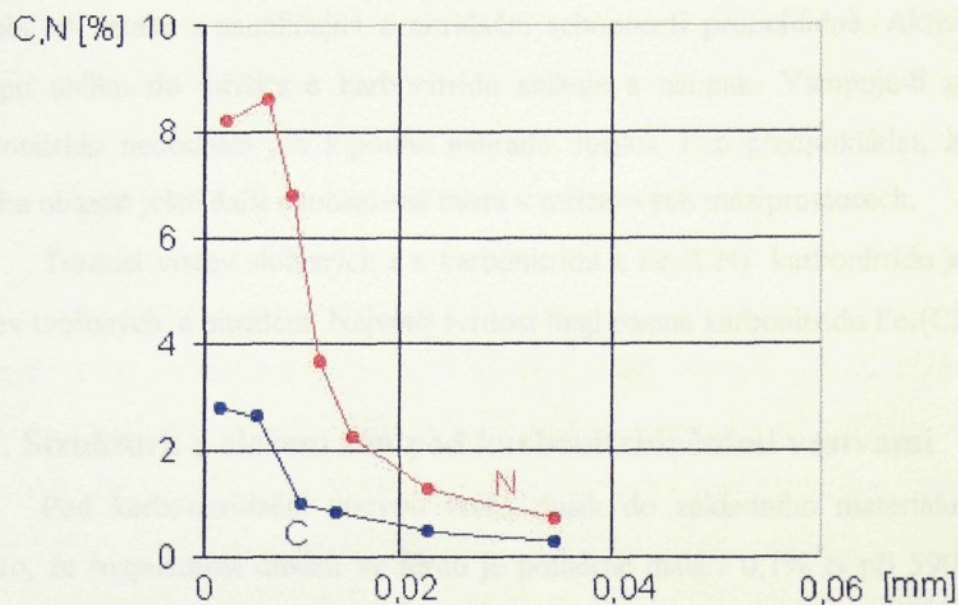
Nejdůležitější komponentou při karbonitridaci je karbonitrid ϵ . Vzniká při současně difúzi dusíku a uhlíku a jeho vznik je možné vysvětlit tím, že v perlitickém feritu a cementitu je aktivita uhlíku a dusíku stejná, zatím co aktivita v ϵ karbonitridu a cementitu stejná není (blíží se termodynamické rovnováze). ϵ karbonitrid se vyznačuje velkou rozpustností uhlíku. Poměr atmosférických procent uhlíku a dusíku při teplotě 450 °C nabývá maximální hodnoty 1,2 Å a při 580 °C hodnoty 1,25 Å.

Výzkum této problematiky se zaměřil na vytváření vrstev syčením dusíku a uhlíku, protože tyto vrstvy vykazují nejlepší vlastnosti. Těmito pokusy se zabýval Ing.B.Přenosil [4]. V pokusech bylo použito atmosféry složené z 50% amoniaku a 50% propanu. Nitridační schopnost atmosféry byla odstupňována stupněm disociace amoniaku. Pro výzkum byly použity teploty 580 °C, 660 °C, a 730 °C.

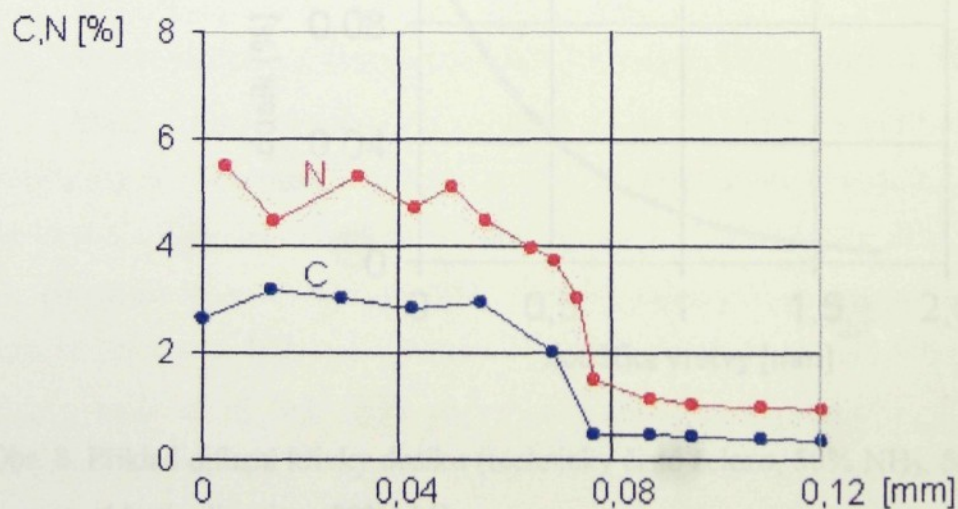
Prvním výsledkem bylo zjištění, že s použitím atmosfér majících větší nitridační schopnost vznikají tlustší vrstvy ϵ karbonitridu. S klesající nitridační schopností atmosféry klesá i tloušťka vzniklých nitridačních vrstev. U vrstev vzniklých při teplotách 580°C a stupni disociace 40%, 660 °C a 40% stejně jako 730 °C a 60% dochází k vzniku ϵ karbonitridu. Při teplotách 660 °C a stupni disociace 60% nebo 730 °C a 70% se společně s ϵ karbonitridem ve vrstvách vyskytuje i karbonitrid $\text{Fe}_3(\text{CN})$. Tento karbonitrid je izomorfní s cementitem. Vyskytuje se na samém povrchu a až pod ním je silná vrstva ϵ karbonitridu. Při teplotách 660 °C a stupni disociace 70% stejně jako při 730 °C a 80% vznikají vrstvy, které jsou tvořeny pouze $\text{Fe}_3(\text{CN})$ karbonitridem. Uspořádání atomů železa v hexagonální mřížce ϵ karbonitridu je těsnější než v ortorombické mřížce $\text{Fe}_3(\text{CN})$ karbonitridu. [2]

Vznik ϵ karbonitridu vyžaduje atmosféru, která má odpovídající schopnost sytit povrch dusíkem. Je to fáze existenčně závislá na určité aktivitě dusíku. Existence $\text{Fe}_3(\text{CN})$ karbonitridu je na obsahu a aktivitě dusíku nezávislá. Dojde-li v atmosféře ke snížení schopnosti sytit povrch dusíkem, vytvoří se tak předpoklady pro vznik $\text{Fe}_3(\text{CN})$ karbonitridu. Je-li aktivita dusíku v $\text{Fe}_3(\text{CN})$ karbonitridu dostatečná, může dojít k rovnováze s ϵ karbonitridem a $\text{Fe}_3(\text{CN})$ karbonitrid pak může vznikat pouze na povrchu vrstvy, kde je větší nauhličovací schopnost. Pod povrchem tvořeným $\text{Fe}_3(\text{CN})$ karbonitridem se nachází silná

vrstva ϵ karbonitridu, pro kterou jsou zde z hlediska difúze dusíku a uhlíku výhodnější podmínky. [2]



Obr. 6. Rozdělení dusíku a uhlíku v karbonitridované vrstvě (50% NH_3 , 50% C_3H_8 , 580 °C, 4 hodiny, stupeň disociace 20%).[4]



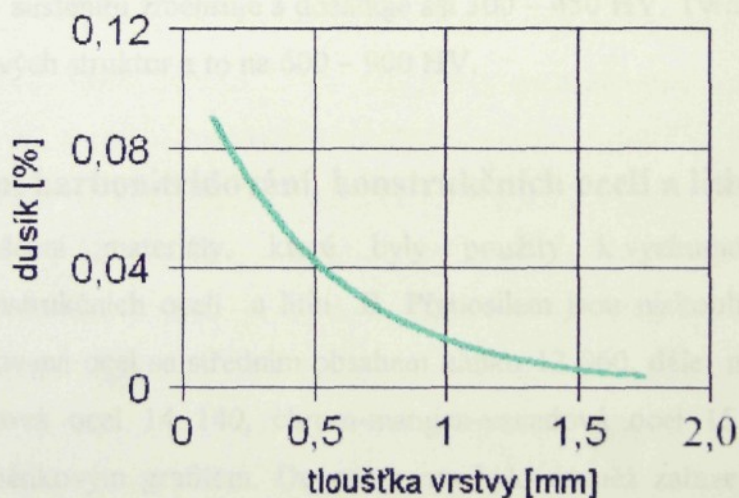
Obr. 7. Rozdělení dusíku a uhlíku v $\text{Fe}_3(\text{CN})$ karbonitridované vrstvě (50% NH_3 , 50% C_3H_8 , 730 °C, 4 hodiny, stupeň disociace 60%).[4]

Se stoupající disociací amoniaku poněkud klesá obsah uhlíku v karbonitridu. Tento pokles je však velmi malý. Je nutno podotknout, že změny obsahu uhlíku a dusíku v ϵ karbonitridu nesouvisí jen se změnami nitridační a nauhličující schopnosti atmosféry, ale jsou také závislé na termodynamických aktivitách uhlíku a dusíku. Termodynamické aktivity působí ve vztahu s nauhličující a nitridační schopností protichůdně. Aktivita dusíku se při vstupu uhlíku do mřížky ϵ karbonitridu snižuje a naopak. Vstupuje-li uhlík do mřížky ϵ karbonitridu nedochází jen k pouhé náhradě dusíku. Lze předpokládat, že uhlík umožňuje dusíku obsadit ještě další neobsazená místa v mřížkových meziprostorech.

Tvrdost vrstev složených z ϵ karbonitridu a $\text{Fe}_3(\text{CN})$ karbonitridu je větší než tvrdost vrstev tvořených ϵ nitridem. Největší tvrdost mají pásma karbonitridu $\text{Fe}_3(\text{CN})$. [2]

2. 7. Struktura a složení zón pod karbonitridačními vrstvami

Pod karbonitridační vrstvou vniká dusík do základního materiálu difúzí do feritu. Přesto, že rozpustnost dusíku ve feritu je poměrně malá / 0,1% N při 590 °C / je difúze do feritu asi 50 krát větší než do austenitu. Na obrázku 8 je příklad difúzní křivky pod karbonitridační vrstvou pro technicky čisté železo.



Obr. 8 Příklad difúzní křivky dusíku (technicky čisté železo, 50% NH_3 , 50% C_3H_8 , 580 °C, 4 hod., disociace 20%). [4]

Na tvar křivky nemá vliv provádí-li se nitridace v amoniaku nebo v lázni. U ocelí s vyšším obsahem uhlíku je difúze dusíku omezena přítomností cementitu a proto je hloubka proniknutí dusíku podstatně menší.

Při teplotách nad 590 °C neprobíhá difúze přímo do základního materiálu, ale objeví se zde ještě oblast N – C – austenit. Šíře tohoto austenitického pásma je závislá na teplotě nitridačního procesu. Obsah dusíku a uhlíku na vnější hranici austenitického pásma je dán dusíkovou a uhlíkovou aktivitou na vnitřní straně karbonitridační oblasti. Se stoupající teplotou obsah dusíku ve vrstvě klesá a obsah uhlíku stoupá.

Při ochlazení na vzduchu se tvoří v blízkosti vnitřní strany karbonitridační vrstvy vedle perlitu ještě martenzit. Teplota začátku martenzitické přeměny je vlivem dusíku snížena, takže ve výsledné struktuře zůstává ještě 70% až 90 % zbytkového austenitu. V blízkosti vnitřní hranice austenitické oblasti, kde obsah dusíku a uhlíku je nižší, se tvoří při ochlazení směsi struktur, ve kterých převažují mezistupňové struktury / troosit, sorbit, velmi jemný perlit/. V oblasti produktů rozpadu austenitu může docházet k tvorbě pittingů. Nelze však jednoznačně určit, jestli tyto pittingy nejsou způsobeny přítomností zbytkového austenitu.

Tvrдость vrstvy pod zónou karbonitridů, která dosahuje tvrdosti až 1200 HV, se v oblasti zbytkového austenitu zmenšuje a dosahuje asi 300 – 450 HV. Tvrдость opět stoupá až v oblasti mezistupňových struktur a to na 600 – 900 HV.

2. 8. Nízkoteplotní karbonitridování konstrukčních ocelí a litin [3]

Hlavní zkušební materiály, které byly použity k výzkumu nízkoteplotního karbonitridování konstrukčních ocelí a litin B. Přenosilem jsou nízkouhlíková nelegovaná ocel 12 010 a nelegovaná ocel se středním obsahem uhlíku 12 060, dále manganová ocel 14 240, chrom-manganová ocel 14 140, chrom-mangan-vanadová ocel 15 241 a očkovaná perlitická litina s lupénkovým grafitem. Do programu bylo rovněž zařazeno technicky čisté železo – materiál 12 013, které poskytuje možnost eliminovat vliv přísadových prvků na strukturu a tvorbu karbonitridované vrstvy. Studiemi karbonitridovaných vrstev byl získán komplex poznatků o jejich struktuře a složení v souvislosti s rozložením tvrdosti a zejména v souvislosti s odolností proti zadírání a opotřebení. Další komplex poznatků se týká kinetiky růstu vrstev. Studie únavy pevnosti přinesla údaje o absolutních hladinách meze únavy materiálů dosahuje karbonitridací a dále údaje o relativním vzrůstu meze únavy po karbonitridaci v porovnání se základním materiálem. Přinesla rovněž poznatky o účinku

rychlosti ochlazování po karbonitridaci. Závěry úkolu představují souhrn materiálových dat, jejichž znalost je podmínkou pro technicko-ekonomicky optimální volbu materiálů pro karbonitridaci.

Byly sledovány vrstvy karbonitridované při 620 °C v atmosféře 70% čpavku a 30% propanu při stupni disociace čpavku 50%.

Na materiálu 12 013 vzniká po dvou hodinách vrstva karbonitridu, jejíž homogenost porušují pouze zcela ojedinělé mikropóry v povrchových oblastech. U vrstvy ze 4 hodinového pochodu lze pozorovat úzký povrchový lem obsahující mikropóry, který zasahuje do zhruba 1/5 oblasti karbonitridu. U vrstvy z 8 hodinového pochodu se tloušťka lemu s mikropóry výrazně nezvětšila, objevily se však jednotlivé mikropóry zasahující mimo tento lem do větší hloubky v oblasti karbonitridu. Tvorba mikropórů byla teoreticky objasněna jakožto důsledek vylučování molekulární formy dusíku z atomárního dusíku na interstitických polohách mřížkového uspořádání kationtů železa v karbonitridu ϵ . [5]

Jestliže porovnáme sklon k tvorbě zmíněných mikropórů ve vrstvách z kyanid-kyanatanových lázní a ve vrstvách z plynné atmosféry je četnost a hloubka průniku mikropórů podstatně menší. Vrstvy z plynné atmosféry se totiž odlišují od vrstev z lázně v tom, že jsou nasyceny vodíkem (jehož parciální tlak v karbonitridační atmosféře je značný).

U materiálu 12 010, který se od materiálu 12 013 nejméně odlišuje svým složením, lze konstatovat, že pozorováním struktur při největších dosažitelných zvětšeních ukázalo závažnou odlišnost: na rozdíl od materiálu 12 013 vzniká u oceli 12 010 v povrchových oblastech velké množství oxidických částic, zatímco tvorba pórů je téměř eliminována.

Náchylnost k většímu množství oxidických částic u oceli 12 010 v porovnání s materiálem 12 013 možno připsat především přítomnosti křemíku a v menší míře rovněž vyššímu obsahu manganu - jakožto prvků, které mají vyšší afinitu ke kyslíku než železo.

Struktura karbonitridované vrstvy na oceli 12 060 se z hlediska kvalitativních rozdílů neodlišovala od vrstvy na oceli 12 010. I zde nastávala v povrchových oblastech karbonitridu vnitřní oxidace a struktura obsahovala jen sporadické jednotlivé mikropóry. Rozdíly se však projevíly v průniku vnitřní oxidace, která zde byla zřetelně větší než u oceli 12 010. U vrstvy ze 4 hod. pochodu byla vnitřní oxidací zasažena asi 1/2 vrstvy.

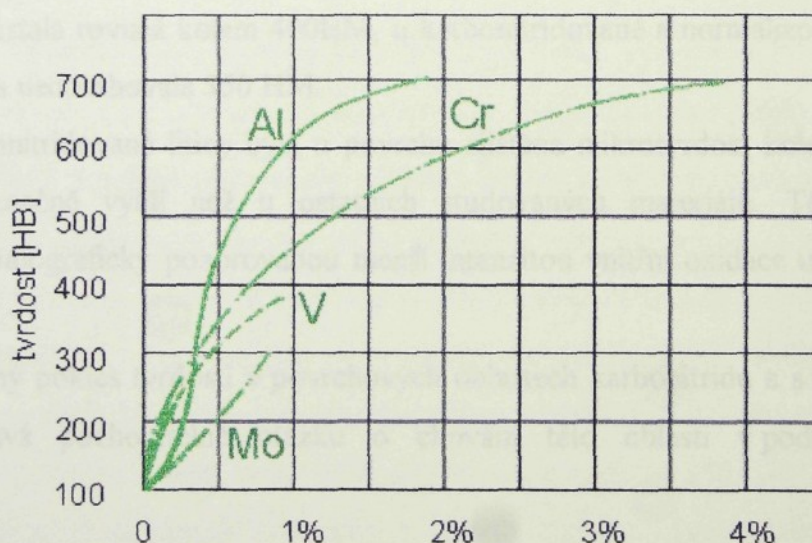
Strukturní charakteristika spočívající ve vyvinuté vnitřní oxidaci a v minimálním výskytu mikropórů platí - jak se ukázalo - rovněž pro další sledované oceli 14 140, 14 240 a 15 241. U oceli 14 140 je relativní průnik vnitřní oxidace (vztažený k tloušťce vrstvy karbonitridu ϵ) přibližně stejný jako u oceli 12 060. Ve vrstvě ze 4 hod. pochodu je vnitřní

oxidací zasažena asi 1/2 oblasti karbonitridu ϵ . U ocelí 14 240 a 15 241 zaujímá oblast menší než u ocelí 12 060 a 14 140.

Stejně jako u ostatních materiálů i u karbonitridované litiny byla vrstva téměř prosta mikropórů. Vcelku překvapivé je, že u tohoto materiálu s vysokým obsahem křemíku je hloubka i intenzita vnitřní oxidace poměrně malá.

Zcela obdobně jako u litiny i u ocelí 13 251 se relativně vysoká přísada křemíku projevila nikoliv vysokou, ale naopak v porovnání s ostatními materiály menší náchylností k vnitřní oxidaci. Naproti tomu vysoký obsah uhlíku v oceli 19 221 vedl k výraznému zintenzivnění vnitřní oxidace více než 3/4 tloušťky vrstvy karbonitridu a je tedy ze všech zkoušených materiálů relativně nejhlubší.

Lze tedy říci, že vnitřní oxidace je podmíněna přítomností prvků s vysokou afinitou ke kyslíku v základní hmotě. Zdá se, že k rozvoji vnitřní oxidace v karbonitridu ϵ plně postačuje obsah křemíku a manganu v nelegovaných uhlíkových ocelích. Je překvapivé, že vysoké obsahy křemíku se naopak zdají sklon k vnitřní oxidaci opět potlačovat. Hloubka průniku vnitřní oxidace vzrůstá s rostoucím obsahem uhlíku v oceli.



Obr. 9 Poměrné zvyšování tvrdosti slitin železa s různými prvky po nitridování v závislosti na jejich obsahu - obecně [2]

2. 9. Rozložení mikrotvrlosti v karbonitridu ϵ [3]

Vnitřní oxidace v povrchových oblastech vrstev je spojena s význačným poklesem tvrdosti v těchto oblastech.

Materiál 12 013, u něhož se vnitřní oxidace téměř nevyvinula, je tvrdost v povrchových oblastech vysoká (nad 1400 HM) a neliší se v podstatě od tvrdosti v místech vzdálenějších od povrchu.

Naproti tomu u ostatních materiálů odpovídá oblast snížené tvrdosti oblasti, v níž byla zjištěna vnitřní oxidace.

Vzrůst intenzity vnitřní oxidace s rostoucí dobou pochodu se projevil určitým poklesem tvrdosti povrchu vrstev u delších časů.

Projevily se rovněž určité rozdíly u vrstev na různých materiálech. Pro ilustraci těchto rozdílů si povšimněme např. vrstev po 4 hodinovém pochodu. Tvrdost povrchu respektive v jeho bezprostřední blízkosti, zůstává zde u nelegovaných uhlíkových ocelí 12 010 a 12 060 nad 400 HM, u oceli 19 221 však klesá k hodnotě kolem 300 HM. V tom se zřejmě odráží účinek rostoucího obsahu uhlíku na zvětšení intenzity vnitřní oxidace.

U oceli 14 240 je tvrdost v povrchových oblastech kovu 450 HM a rovněž u oceli 15 241 zůstává nad 400 HM.

Je vcelku překvapivé, že tvrdost v blízkosti povrchu u karbonitridované a zušlechtěné oceli 14 140 zůstala rovněž kolem 400 HM, u karbonitridované a normalizované oceli 14 140 však byla nižší a nedosahovala 350 HM.

U karbonitridované litiny byla u povrchu zjištěna mikrotvrdot kolem 650 HM, tedy mikrotvrdot značně vyšší než u ostatních studovaných materiálů. Tento poznatek je v souladu s metalograficky pozorovanou menší intenzitou vnitřní oxidace u karbonitridované litiny.

Význačný pokles tvrdosti v povrchových oblastech karbonitridu ϵ s rozvinutou vnitřní oxidací vyvolává pochopitelně otázku o chování této oblasti v podmínkách zadírání a opotřebení.

2. 10. Odolnost karbonitridovaných vrstev proti zadírání a opotřebení [3]

Povšimněme si nejprve zkoušek odolnosti proti zadírání při suchém tření které Přenosil provedl na karbonitridovaných ocelích 12 010, 12 060, 14 140 a na litině a to vždy ve srovnání se základním materiálem. Závěr vyjádřil tím, že karbonitridované vrstvy – přes vnitřní oxidaci a sníženou tvrdost v povrchových oblastech – si zachovávají velmi vysokou

odolnost proti zadírání. Jeho uvedené výsledky v podstatě nasvědčují příznivým kluzným vlastnostem částic vzniklých vnitřní oxidací jež se zřejmě uplatňují i v podmínkách snížené tvrdosti povrchových oblastí.

Při zkouškách na stroji Amsler se Přenosil snažil získat přímé porovnání mezi povrchovou oblastí s vnitřní oxidací na jedné straně a mezi hlubšími oblastmi karbonitridu ϵ prostými vnitřní oxidace na straně druhé. Z výsledků bylo patrné, že opotřebení povrchových oblastí s vnitřní oxidací není zákonitě větší (naopak v některých případech byly změřeny menší hodnoty) než u vnitřních zón čistého karbonitridu ϵ .

Lze říci, že provedené studie zadírání při suchém tření a studie opotřebení při mazání nasvědčují tomu, že vnitřní oxidace není faktorem, který by zásadním způsobem negativně postihoval praktickou kvalitu vrstev karbonitridu ϵ .

2. 11. Kinetika růstu vrstvy karbonitridu ϵ

Již dříve se projevila obecná zákonitost – že totiž závislost tloušťky vrstev na době je přibližně lineární. Největší odchylky od této lineární závislosti se podle Přenosila vyskytují u zušlechťených ocelí 14 140 a 15 241 a u litiny a to v tom smyslu, že vrstvy z 2 hodinového pochodu jsou u těchto materiálů relativně nápadně slabé, zřetelně tenčí než by odpovídali tloušťce lineárně extrapolované ze silnějších vrstev. Obecná platnost lineární závislosti tloušťky vrstev karbonitridu ϵ na době byla zjištěna v rámci [6]. Jak bylo zde zdůrazněno je výsledná lineární závislost výsledkem superpozice dvou difúzních dějů, jednak difúzního růstu karbonitridu ϵ a jednak odčerpávání uhlíku a dusíku z vnitřního rozhraní karbonitridu do uhlíko-dusíkového austenitu a dalšího úniku dusíku z vnitřního rozhraní austenitické oblasti difúzí ve feritu základní hmoty. Kdyby vrstva karbonitridu vznikala jednoduchým difúzním pochodem a nikoli jako superpozice výše zmíněných mechanismů, zcela by nevyhnutelně platila klasická parabolická závislost vyplývající přímo z Fickových rovnic pro difúzi.

Celkové srovnání vrstev, které Přenosil provedl u ocelí 14 240, 14 140 a 15 241, dává možnost závěru o vlivu jednak manganu a jednak chromu. Tyto závěry jsou vyjádřeny v následujících dvou bodech.

1. Je možno konstatovat, že přísada 1,7% manganu (u oceli 14 240) nemá zřetelný nepříznivý účinek na kinetiku růstu vrstev.
2. Přísada 1,8% chromu u oceli 15 241 působí retardačně na růst karbonitridu ϵ , a to jak tehdy, jestliže se karbonitriduje normalizovaný materiál, tak i tehdy, jestliže se

karbonitriduje materiál zušlechťený. Retardační efekt přísady 1% chromu u oceli 14 140 se projevil zřetelně jen u zušlechťené základní hmoty.

Výsledný efekt chromu lze vztahovat k jeho přítomnosti jednak ve feritu a jednak v karbidické fázi základní hmoty. Chrom ve feritu základní hmoty vytváří reakci a difundujícím dusíkem stabilní nitrid CrN , který precipituje ve formě disperzních částic. Tyto částice účinkují jako prostorová zábrana difúze dusíku a uhlíku v karbonitridu ϵ .

Normalizovaný stav, jakožto stav více se blížíci termodynamické rovnováze, se od zušlechťeného stavu odlišuje relativně vyšším obsahem chromu ve feritu a relativně menším obsahem chromu v cementitu.

Ve světle poznatků o nepříznivém efektu zušlechťování se proto dá soudit, že ve výsledném vlivu chromu převažuje brždění difúzního toku v karbonitridu ϵ disperzními částicemi nitridu CrN .

Výsledky studia kinetiky růstu vrstev u materiálů 13 251, (s 1,82% Si) a u litiny (s 1,49% Si) lze shrnout v závěru, že přítomnost křemíku je provázena význačným zmenšením rychlosti růstu vrstev.

Nepříznivý účinek přísady křemík je z teoretického hlediska snadno vysvětlitelný a dá se říci, že jej z tohoto hlediska bylo možno očekávat. Účinný poloměr křemíku je totiž v poloměru ke vzdálenosti bazálních rovin v mřížce karbonitridu ϵ tak malý, že lze pochybovat o interstitickém uložení křemíku rozpouštěného v této fázi. Je pak samozřejmé, že přítomnost křemíku na interstitických polohách interferuje s interstitickou difúzí dusíku a uhlíku v karbonitridu ϵ .

3. Experimentální část

Obsah:	Měření
	První proces karbonitridace
	Druhý proces karbonitridace
	Třetí proces karbonitridace
	Statistické vyhodnocení
	Použité statistické vzorce
	Metalografie
	Fotografická dokumentace
	Metalografický rozbor vrstev
	Vzorek karbonitridovaný v Praze ve firmě HEAT PLUS s.r.o.
	Vzorek karbonitridovaný v Jihlavě ve firmě MOTORPAL
	Vzorek karbonitridovaný v Kleve ve firmě IPSEN
	Měření mikrotvrdosti

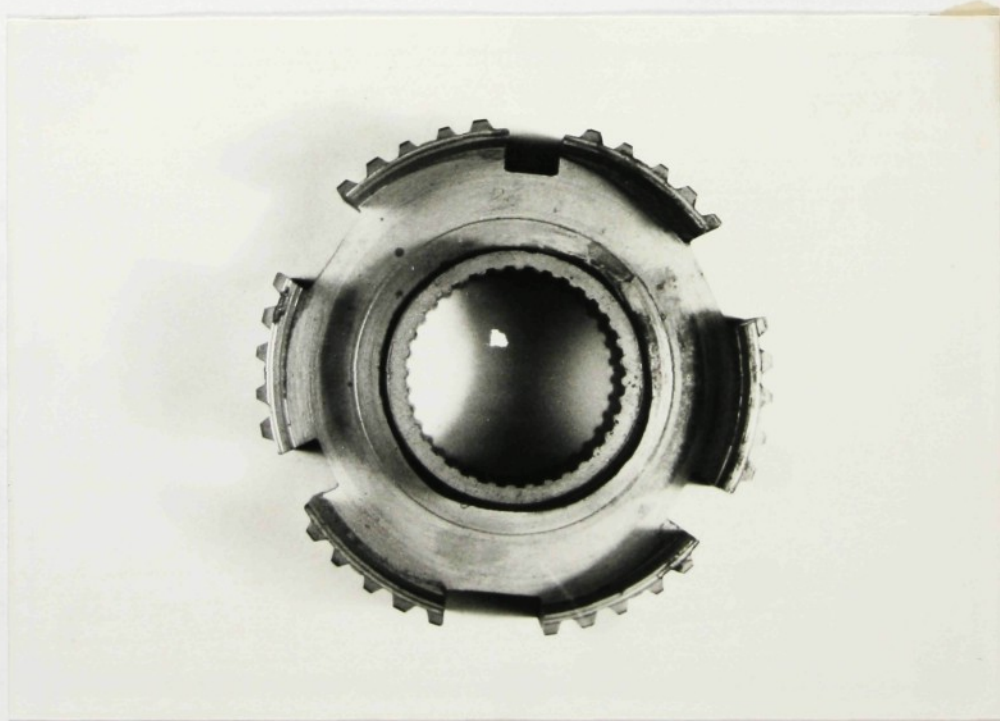
3. 1. Měření

V měrovém středisku firmy ŠKODA AUTO a.s. bylo provedeno proměření jader synchronní spojky. Účelem bylo porovnání rozměrů vybraných jader před a po karbonitridaci. Měření proběhlo na měřicím stroji OPTON UHC 850 – 3D.

Jádra byla při měření upnuta na kuželovém trnu. Na jednotlivých jádrech byla měřena kinematika vnějšího drážkování. Pro statistické sledování nárůstu rozměru po karbonitridaci byla využita míra přes kuličky. Z celkového počtu 27 kusů jader bylo proměřeno a označeno 15 kusů. Chemické složení materiálu jader je uvedeno v tabulce č. 1. Fotografie jádra jsou na obrázku č. 10 a. a 10 b. Výkres jádra je v příloze P1.

Tab.1.Chemické složení materiálu jader v %.

C	Si	Mn	P	S	Cr
0,5	0,15	0,65		0,06	
-	-	-	≤ 0,035	-	≤ 0,2
0,55	0,35	0,9		0,08	



Obr. 10a. Fotografie jádra synchronní spojky



Obr. 10b. Fotografie jádra synchronní spojky

3. 1. 1. První proces karbonitridace

Tento proces byl proveden ve firmě HEAT PLUS spol. s r.o., Praha 5 a to v šachtové peci typu Monocarb RSHZM č.1 (dodavatel ZES Praha).

Karbonitridace byla provedena na 9 jádrech synchronní spojky z čehož 5 vzorků bylo změřeno a označeno již ve firmě ŠKODA AUTO a.s. .

Jádra byla spolu se zátěží (zmetky) odmašťována 60 minut perchlorem v zařízení LIFT.

Pec byla zahřátá na 400 °C a byla do ní vložena vsázka. Vytápění pece bylo vypnuto. Po dobu 0,5 hod. se mufle pece proplachovala dusíkem. Průtok dusíku byl 1,5 m³/hod. při tlaku v mufli minimálně 0,5 kPa. Teplota v peci klesla po 1/2 hodině ze 400 °C na 368 °C. Potom bylo vytápění pece opět zapnuto, na regulátoru nastavena teploty karbonitridace 580 °C a pec se proplachovala dusíkem další 3 hodiny. Po uplynutí doby prodlevy proplachu a po dosažení teploty karbonitridování se do pece začal vhnět čpavek

o konstantním průtoku $2 \text{ m}^3/\text{hod}$. Po uplynutí cca. 10 minut se do mufle začal vpouštět ještě zemní plyn a konstantním průtoku 100 l/hod . Tlak v mufli se udržoval minimálně na $0,5 \text{ kPa}$. Doba karbonitridace byla 4 hodiny. Po ukončení doby výdrže na karbonitridační teplotě byla pec vypnuta a byl zastaven průtok zemního plynu. Průtok čpavku byl snížen a do pece byl připuštěn dusík o průtoku $0,5 \text{ m}^3/\text{hod}$. Po uplynutí cca. 20 minut byl průtok čpavku úplně zastaven a průtok dusíku se zvýšil na $1 \text{ m}^3/\text{hod}$. Takto byla pec proplachována po dobu 3 hodin. Potom zůstal ventil přívodu dusíku do mufle otevřen (dusík musí proplachovat i během přemístění mufle do ochlazovací šachty). Pak byl nastaven tlak v mufli minimálně na 2 kPa . Hermeticky uzavřená mufle (odpojené hadice pro odpadní plyn, přívod zemního plynu a čpavku) byla přemístěna i se vsázkou do ochlazovací šachty, kde byla ponechána chladnout na cca. $300 - 320 \text{ }^\circ\text{C}$. Po dosažení této teploty byl zapnut ventilátor v šachtě pro rychlochlazení. Takto byla mufle i se vsázkou ochlazována až do úplného zchlazení, kdy bylo možno vsázku z mufle vyjmout.

Při tomto postupu nebyla sledována disociace čpavku. Jádra byla po karbonitridaci opět přeměřena v měřicím středisku firmy ŠKODA AUTO a.s.. Výsledky měření jsou uvedeny v Tab.2. na straně 31.

Z tabulky je patrné, že minimální průměrná hodnota nárůstu ze tří provedených měření jádra po karbonitridaci je $0,0347 \text{ mm}$ a maximální průměrná hodnota nárůstu ze tří provedených měření jádra je $0,0418 \text{ mm}$. Průměrný nárůst rozměrů jader po karbonitridaci provedené v Praze ve firmě HEAT PLUS s.r.o. je tedy $0,03735 \text{ mm}$.

3. 1. 2. Druhý proces karbonitridace

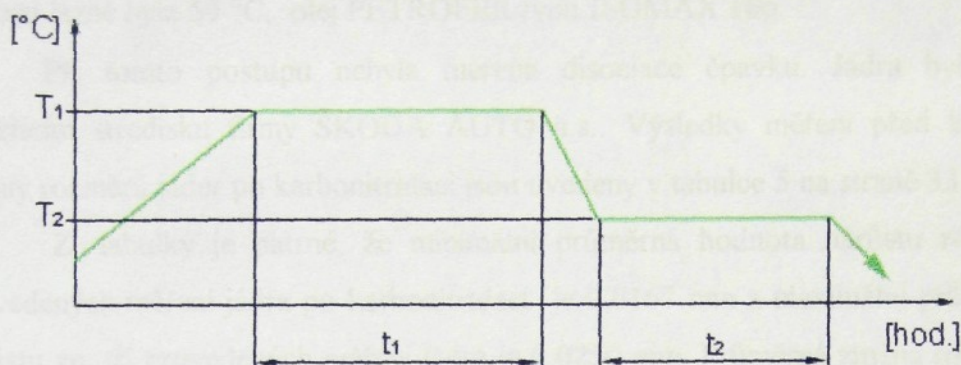
Na dalších 9 (5 změřených a označených) jádrech byla provedena karbonitridace ve firmě Motorpal, Jihlava. Proces proběhl v peci IPSEN DAC – 4 - ESR. Vsázka byla před založením do pece vyprána v perchlorové pračce Lift Gr 4 .

Teplota karbonitridace, množství endoplynu a čpavku pouštěného do pece a doba karbonitridace v souvislosti s požadovanou tloušťkou vrstvy jsou uvedeny v následující tabulce Tab.3.

Tab.3. Množství endoplynu a čpavku vpouštěného do pece

Tloušťka požadované vrstvy	Teplota karbonitridace T1 (°C)	Doba karbonitridace t1(min.)	Množství endoplynu (m ³ /hod.)	Množství čpavku (m ³ /hod.)
8 - 12 μm	570	210	2,4	1,6

Vsázka byla do pece založena zhruba při 120 °C. Pec se dále ohřívala s konstantním přívodem endoplynu v množství 4 m³/hod. až na teplotu 450 °C. Následně se uzavřel přívod endoplynu, čímž pokleslo množství plynu přiváděného do pece, a otevřel se přívod čpavku. Průtok čpavku byl nastaven na 1,6 m³/hod. a průtok endoplynu na 2,4 m³/hod. Po ohřátí na 570 °C a výdrži na karbonitridační teplotě 210 minut se vsázka ochladila na teplotu 450 °C, přičemž se množství plynů přiváděných do pece nezměnilo. Po dosažení teploty 450 °C se automaticky vypnul přívod čpavku a otevřela se druhá větev přívodu endoplynu. Množství endoplynu přiváděného do pece bylo stejné jako při ohřevu, tj. 4 m³/hod. Po ukončení procesu, tzn. zchlazení vsázky na 200 °C a doběhnutí dochlazovacího času (doba prodloužení chladnutí) byla z pece vsázka při cca 90 °C vyjmuta. Schématické znázornění režimu je znázorněn na obrázku č. 11.



T_1 ... teplota karbonitridace

t_1 ... doba karbonitridace

T_2 ... teplota prodlouženého chlazení

t_2 ... čas prodlouženého chlazení (dochlazovací čas)

Obr. 11. Schematické znázornění režimu

Ani při tomto procesu nebyla sledována disociace čpavku. Jádra byla po karbonitridaci opět přeměřena v měřicím středisku firmy ŠKODA AUTO a.s.. Výsledky měření jsou uvedeny v Tab.4. na straně 32.

Z této tabulky je zřejmé, že minimální průměrná hodnota nárůstu rozměrů ze tří provedených měření jádra po karbonitridaci je 0,0228 mm a maximální průměrná hodnota nárůstu ze tří provedených měření jádra je 0,0264 mm. Průměrná změna rozměrů jader po karbonitridaci provedené v Jihlavě ve firmě MOTORPAL je tedy 0,02497 mm.

3. 1. 3. Třetí proces karbonitridace

Posledních devět jader synchronní spojky z toho pět změřených bylo karbonitridováno ve firmě IPSEN v Kleve (BRD). Vsázka byla před vložením do pece IPSEN typu TQF - 4 - GMR opět vyprána v perchloru. Uložení jader v koši pro karbonitridaci viz. příloha P5.

Do pece byl vháněn čpavek a endoplyn v poměru 3 : 3 tedy 3 m³/hod čpavku a 3 m³/hod. endoplynu. Ohřev na teplotu karbonitridace trval 16 minut samotná výdrž na teplotě potom 150 minut. Protokol o průběhu karbonitridování v příloze P6, P7. Vsázka

byla po konci procesu zchlazena z karbonitridační teploty 580 °C v olejové lázni. Teplota olejové lázně byla 59 °C, olej PETROFER typu ISOMAX 166.

Při tomto postupu nebyla měřena disociace čpavku. Jádra byla přeměřena v měřicím středisku firmy ŠKODA AUTO a.s.. Výsledky měření před karbonitridací a změny rozměrů jader po karbonitridaci jsou uvedeny v tabulce 5 na straně 33.

Z tabulky je patrné, že minimální průměrná hodnota nárůstu rozměrů ze tří provedených měření jádra po karbonitridaci je 0,0167 mm a maximální průměrná hodnota nárůstu ze tří provedených měření jádra je 0,0250 mm. Průměrná změna rozměrů jader po karbonitridaci provedené v Kleve ve firmě IPSEN je tedy 0,02147 mm.

Použité zkratky v následujících tabulkách:

P - průměrná hodnota

S - směrodatná odchylka

R – rozptyl

min – minimální hodnota

max – maximální hodnota

Tabulka č. 2.

1. Proces - karbonitridace Praha firma HEAT PLUS s.r.o.												
č. jádra	měření před karbonitridací				měření po karbonitridaci				rozdíl po - před karbonitridací			
	1	2	3	průměr	1	2	3	průměr	1	2	3	průměr
5.	73,3665	73,3704	73,3743	73,3704	73,3983	73,4051	73,4118	73,4051	0,0318	0,0347	0,0375	0,0347
6.	73,3634	73,3705	73,3776	73,3705	73,4002	73,4074	73,4146	73,4074	0,0368	0,0369	0,0370	0,0369
7.	73,3685	73,3722	73,3758	73,3722	73,4046	73,4089	73,4131	73,4089	0,0361	0,0367	0,0373	0,0367
8.	73,3640	73,3698	73,3698	73,3679	73,4025	73,4097	73,4168	73,4097	0,0385	0,0399	0,0470	0,0418
1.	73,3677	73,3713	73,3749	73,3713	73,4040	73,4080	73,4120	73,4080	0,0363	0,0367	0,0371	0,0367
min	73,3634	73,3698	73,3698	73,3679	73,3983	73,4051	73,4118	73,4051	0,0318	0,0347	0,0370	0,0347
max	73,3685	73,3722	73,3776	73,3722	73,4046	73,4097	73,4168	73,4097	0,0385	0,0399	0,0470	0,0418
P	73,36602	73,37084	73,37448	73,37045	73,40192	73,40782	73,41366	73,40780	0,03590	0,03698	0,03918	0,03735
S	0,00201	0,00083	0,00259	0,00144	0,00236	0,00157	0,00186	0,00157	0,00222	0,00167	0,00391	0,00237
R	0,00000	0,00000	0,00001	0,00000	0,00001	0,00000	0,00000	0,00000	0,00000	0,00000	0,00002	0,00001

Tabulka č. 4.

2. Proces - karbonitridace Jihlava firma MOTORPAL																
č. jádra	měření před karbonitridací						měření po karbonitridaci						rozdíl po - před karbonitridací			
	1	2	3	průměr	1	2	3	průměr	1	2	3	průměr	1	2	3	průměr
2.	73,3703	73,3735	73,3766	73,3735	73,3961	73,3993	73,4025	73,3993	0,0258	0,0258	0,0259	0,0258	0,0258	0,0258	0,0259	0,0258
9.	73,3657	73,3709	73,3762	73,3709	73,3897	73,3957	73,4016	73,3957	0,0240	0,0248	0,0254	0,0247	0,0240	0,0248	0,0254	0,0247
10.	73,3706	73,3738	73,3769	73,3738	73,3932	73,3966	73,4000	73,3966	0,0226	0,0228	0,0231	0,0228	0,0226	0,0228	0,0231	0,0228
11.	73,3633	73,3720	73,3806	73,3720	73,3860	73,3970	73,4081	73,3970	0,0227	0,0250	0,0275	0,0251	0,0227	0,0250	0,0275	0,0251
12.	73,3676	73,3720	73,3764	73,3720	73,3927	73,3984	73,4040	73,3984	0,0251	0,0264	0,0276	0,0264	0,0251	0,0264	0,0276	0,0264
min	73,3633	73,3709	73,3762	73,3709	73,3860	73,3957	73,4000	73,3957	0,0226	0,0228	0,0231	0,0228	0,0226	0,0228	0,0231	0,0228
max	73,3706	73,3738	73,3806	73,3738	73,3961	73,3993	73,4081	73,3993	0,0258	0,0264	0,0276	0,0264	0,0258	0,0264	0,0276	0,0264
P	73,36750	73,37244	73,37734	73,37243	73,39154	73,39740	73,40324	73,39739	0,02404	0,02496	0,02590	0,02497	0,02404	0,02496	0,02590	0,02497
S	0,00277	0,00107	0,00165	0,00105	0,00343	0,00129	0,00275	0,00129	0,00127	0,00122	0,00165	0,00121	0,00127	0,00122	0,00165	0,00121
R	0,00001	0,00000	0,00000	0,00000	0,00001	0,00000	0,00001	0,00000	0,00000	0,00000	0,00000	0,00000	0,00000	0,00000	0,00000	0,00000

Tabulka č.5.

3. Proces - karbonitridace Kleve firma IPSEN													
č. jádra	měření před karbonitridací			měření po karbonitridaci			rozdíl po - před karbonitridací			průměr	průměr		
	1	2	3	průměr	1	2	3	průměr	1	2	3	průměr	průměr
3.	73,3656	73,3688	73,3720	73,3688	73,3873	73,3938	73,4003	73,3938	0,0217	0,0250	0,0283	0,0250	0,0250
4.	73,3582	73,3665	73,3747	73,3665	73,3821	73,3899	73,3977	73,3899	0,0239	0,0234	0,0230	0,0234	0,0234
15.	73,3687	73,3746	73,3805	73,3746	73,3876	73,3913	73,3950	73,3913	0,0189	0,0167	0,0145	0,0167	0,0167
13.	73,3695	73,3744	73,3794	73,3744	73,3888	73,3855	73,4021	73,3921	0,0193	0,0111	0,0227	0,0177	0,0177
14.	73,3732	73,3761	73,3790	73,3761	73,3986	73,4006	73,4027	73,4006	0,0254	0,0245	0,0237	0,0245	0,0245
min	73,3582	73,3665	73,3720	73,3665	73,3821	73,3855	73,3950	73,3899	0,0189	0,0111	0,0145	0,0167	0,0167
max	73,3732	73,3761	73,3805	73,3761	73,3986	73,4006	73,4027	73,4006	0,0254	0,0250	0,0283	0,0250	0,0250
P	73,36704	73,37208	73,37712	73,37208	73,38888	73,39222	73,39956	73,39355	0,02184	0,02014	0,02244	0,02147	0,02147
S	0,00504	0,00374	0,00323	0,00375	0,00538	0,00498	0,00287	0,00376	0,00253	0,00542	0,00446	0,00354	0,00354
R	0,00003	0,00001	0,00001	0,00001	0,00003	0,00002	0,00001	0,00001	0,00001	0,00003	0,00002	0,00001	0,00001

3. 2. Statistické vyhodnocení

Pro porovnání výsledků hodnot nárůstu obvodového průměru po karbonitridaci mezi jednotlivými procesy, byla použita testovací hypotéza analýzy rozptylu pro hladinu významnosti 5%. Výsledky jsou uvedeny v tabulce č. 6.

Výsledky této metody ukazují, že rozdíly hodnot nárůstu obvodového průměru u karbonitridačních procesů jsou významné.

Tabulka č. 6.

ANALÝZA ROZPTYLU				
Procesy				
jádro	Praha	Jihlava	Kleve	
1	0,03467	0,02583	0,02500	
2	0,03690	0,02473	0,02343	
3	0,03670	0,02283	0,01670	
4	0,04180	0,02507	0,01770	
5	0,03670	0,02637	0,02453	
P	0,18677	0,12483	0,10737	
S	0,0024	0,0012	0,0035	
R	0,0000056	0,0000015	0,0000125	
ΣYi	0,18677	0,12483	0,10737	Y ₀₀ = 0,419
průměr-yio	0,037	0,025	0,021	y ₀₀ = 0,028

součet čtverců	=	stupně volnosti	rozptyl
mezi procesy - Q1	0,000696	2	0,0003482
reziduální - Q2	0,000098	12	0,0000082
celkový - Qcel.	0,000794	14	0,0000567

testovací kritérium			
T =	255,69	≥ F krit = 2,77 ⇒	rozdíly jsou významné

Pro přesnější určení významnosti nárůstů po tepelném zpracování byl použit srovnávací t-test s nerovností rozptylů pro hladinu významnosti 5%. Výsledky jsou uvedeny v tabulce č.7. Výsledky t-testu ukazují, že rozdíly v nárůstech po karbonitridování u různých procesů jsou významné.

Tabulka č. 7.

t - test		
----------	--	--

podmínka pro nevýznamnost $T \leq T_{KRIT}$

t-test pro Prahu a Jihlavu		
T =	52,0637	≥ Tkrit = 2,306

t-test pro Jihlavu a Klevu		
T =	10,4389	≥ Tkrit = 2,306

t-test pro Prahu a Klevu		
T =	41,6821	≥ Tkrit = 2,306

3. 2. 1. Použité statistické vzorce [8]

$$S - \text{směrodatná odchylka} = \sqrt{\frac{n \sum x^2 - (\sum x)^2}{n^2}} \quad (1)$$

$$R - \text{rozptyl} = \frac{n \sum x^2 - (\sum x)^2}{n^2} \quad (2)$$

Analýza rozptylu

součet čtverců:

mezi procesy

$$Q_1 = \frac{Y_{io}^2}{n_i} - \frac{Y_{oo}^2}{n} \quad (3)$$

reziduální

$$Q_2 = \sum \sum y_{ij}^2 - \sum \frac{Y_{io}^2}{n_i} \quad (3)$$

celkový

$$Q_{CELK} = Q_1 + Q_2 = \sum (y_{ij} - y_{oo})^2 \quad (4)$$

testovací kritérium

$$T = \frac{\frac{Q_1}{4-1}}{\frac{Q_2}{n-4}} \leq F_{KRIT} = F_{0,05;k_1;k_2} = F_{0,05;3;36} \Rightarrow \text{nevýznamnost} \quad (5)$$

t-test s nerovností rozptylů

testovací kritérium

$$T = \frac{|\bar{x}_1 - \bar{x}_2|}{\sqrt{\frac{S_1^2}{n_1} + \frac{S_2^2}{n_2}}} \quad (6)$$

pro $S_1 \neq S_2$

$T \leq T_{KRIT} \Rightarrow \text{nevýznamnost}$

Seznam použitých zkratek:

$\bar{x}$ – průměrná hodnota

n – počet měření

Y_{oo} – součet měření

y_{oo} – průměrná hodnota

3. 3. Metalografie

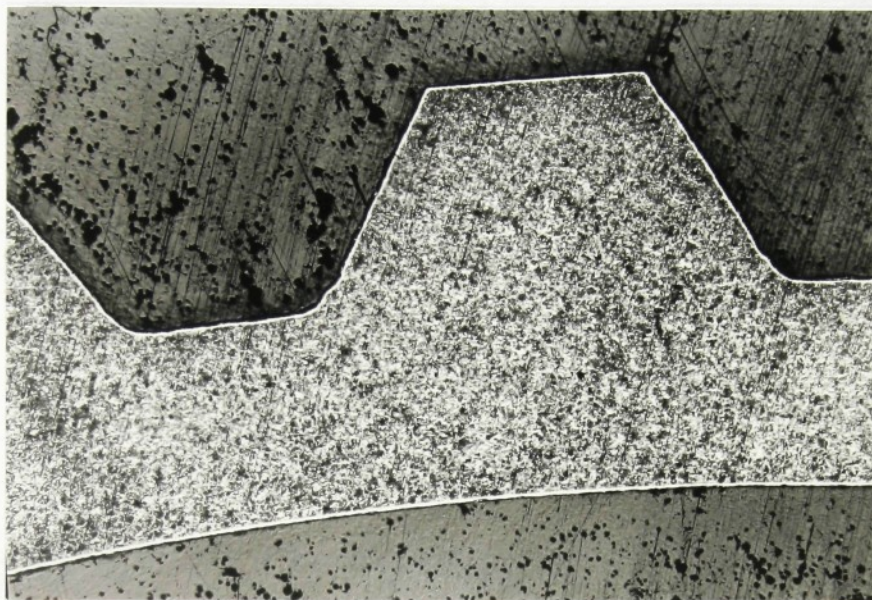
Pro zhodnocení metalografie tloušťky vrstev a mikrotvrdosti bylo nutné provést metalografické výbrusy. Pro výbrusy byl po ukončení procesů karbonitridace použit jeden neoznačený vzorek z každého procesu.

Tyto tři jádra byla v laboratoři Katedry materiálů TU Liberec rozřezána rozbrušovacím kotoučem firmy MTH s kapalinovým chlazením. Naznačený způsob řezu viz příloha P2. Části profilů vnějšího ozubení jader byly zality částečně v dentakrylu a bakelitu v tlakovém stroji Beuhler – Simplimet 2. Metalografické vzorky byly nejprve broušeny na brusných kotoučích různé zrnitosti. Od brusného papíru AW – C o zrnitosti 122, AW-C o zrnitosti 280, F29 o zrnitosti 400, dále F17 s zrnitostí 600, Grit600 se zrnitostí 1200 až po brusný papír WS Flex Hermer se zrnitostí 2000.

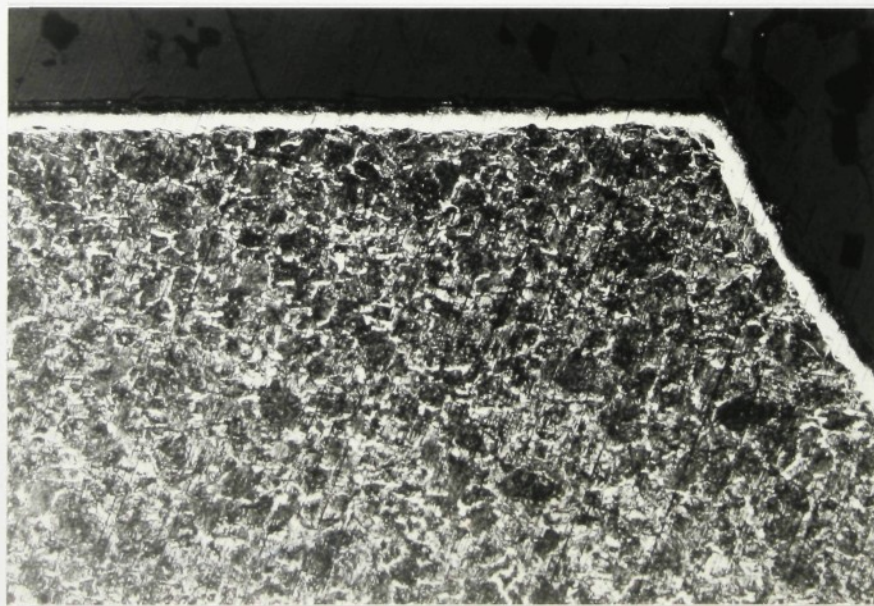
Po broušení vzorků následovalo leštění vzorků na leštícím kotouči s přídavkem diamantové pasty. Vzorky se průběžně oplachovaly technickým lihem. Takto připravené vzorky byly naleptány nitalem – tříprocentním roztokem kyseliny dusičné.

3. 3. 1. Fotografická dokumentace

U jednotlivých vzorků byl také v laboratoři Katedry materiálů TU Liberec vyfotografován reliéf zubů vnějšího ozubení kola při 15tinásobném zvětšení, dále byla vyfotografována karbonitridační vrstva na hlavě a z části na boku zubu při 200násobném zvětšení. A na konec samotná karbonitridační vrstva při 500tinásobném zvětšení.



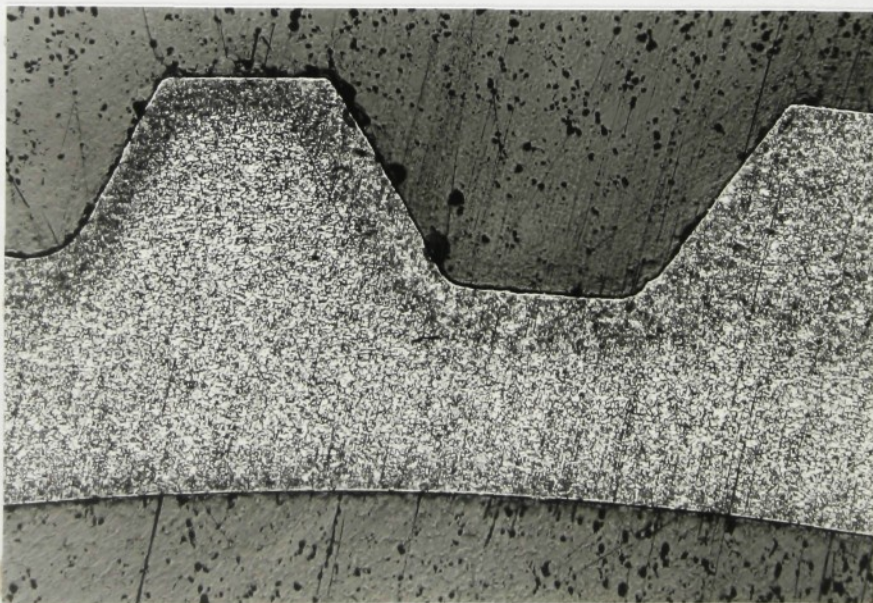
Obr. 12. Reliéf vnějšího ozubení jádra, 15 x zvětšeno, leptáno Nitalém, Karbonitridováno
ve firmě HEAT PLUS Praha



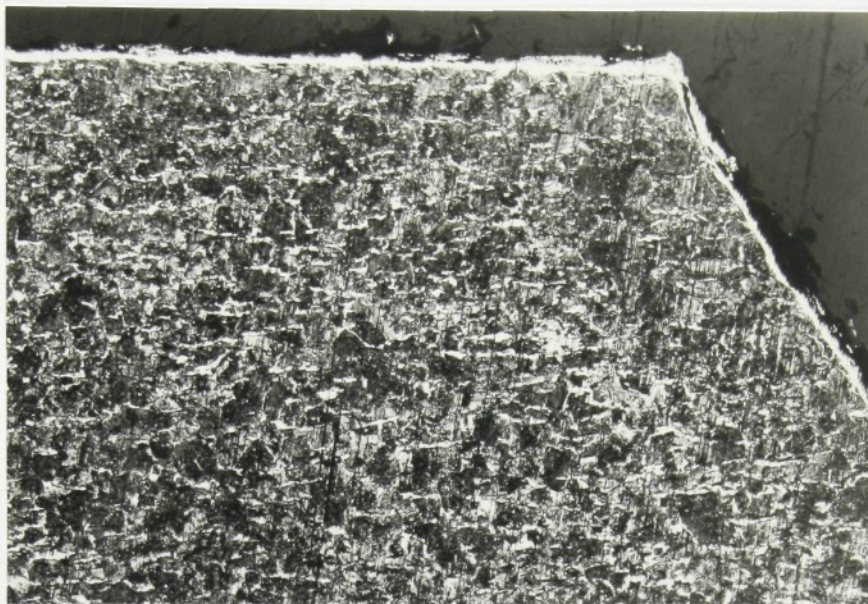
Obr. 13. Zub vnějšího ozubení, 200 x zvětšeno, leptáno Nitalém, karbonitridováno ve
firmě HEAT PLUS Praha



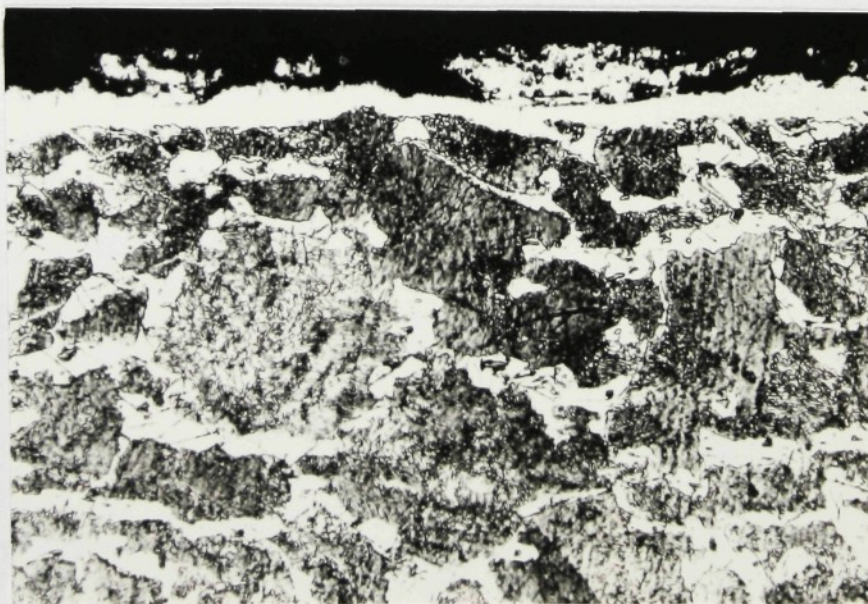
Obr. 14. Vrstva, 500 x zvětšeno, leptáno Nitalém, karbonitridováno ve firmě HEAT PLUS
Praha



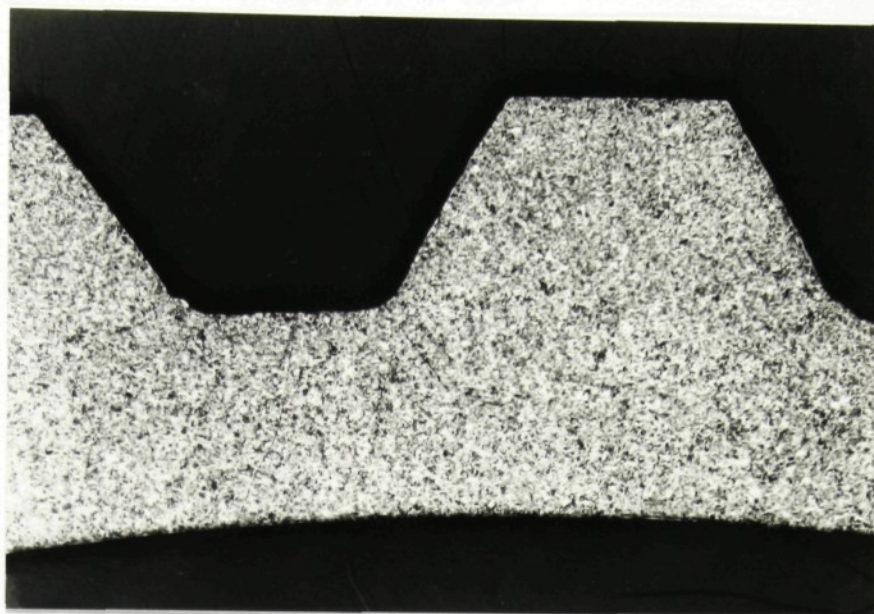
Obr. 15. Reliéf vnějšího ozubení jádra, 15 x zvětšeno, leptáno Nitalém, karbonitridováno
ve firmě MOTORPAL Jihlava



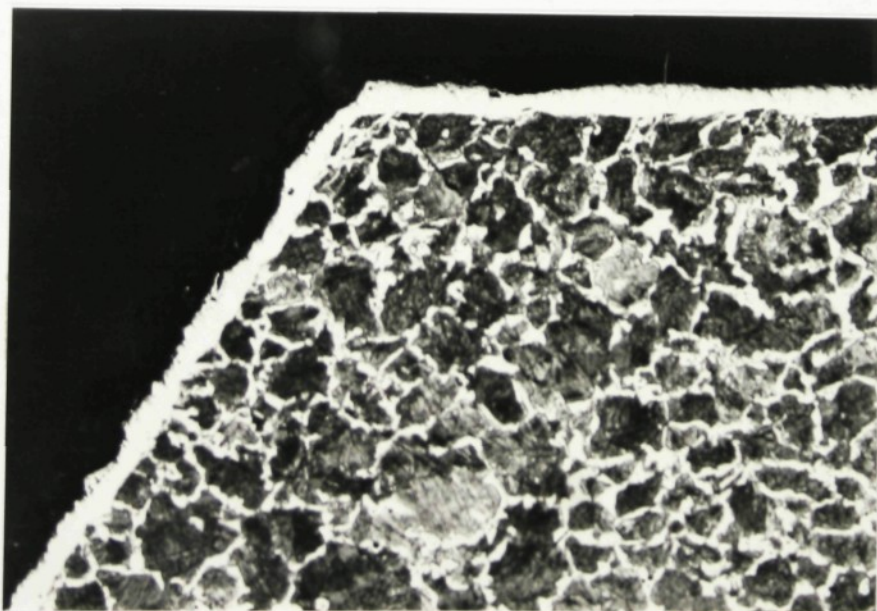
Obr. 16. Zub vnějšího ozubení, 200 x zvětšeno, leptáno Nitalém, karbonitridováno ve firmě MOTORPAL Jihlava



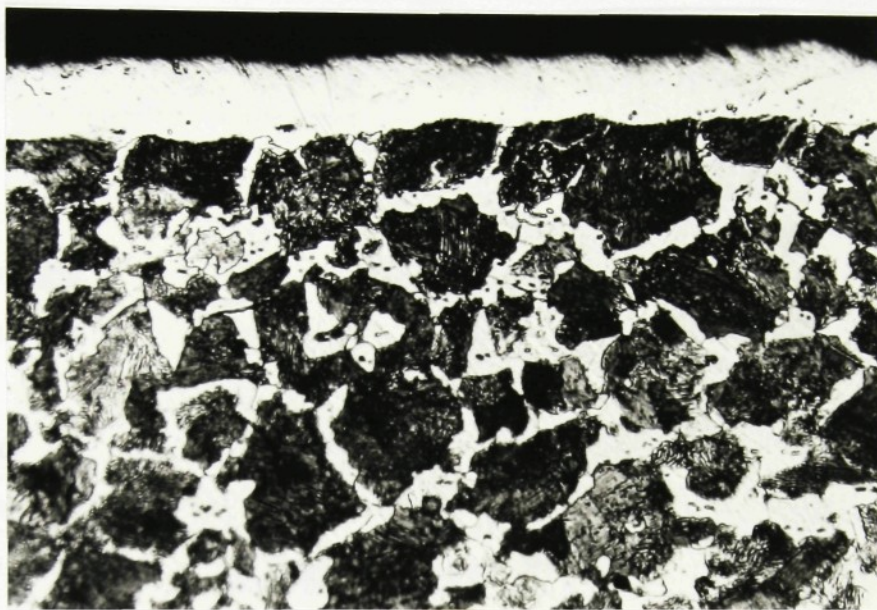
Obr. 17. Vrstva, 500 x zvětšeno, leptáno Nitalém, karbonitridováno ve firmě MOTORPAL Jihlava



Obr. 18. Reliéf vnějšího ozubení jádra, 15 x zvětšeno, leptáno Nítalem, karbonitridováno ve firmě IPSEN Kleve



Obr. 19. Zub vnějšího ozubení, 200 x zvětšeno, leptáno Nítalem, karbonitridováno ve firmě IPSEN Kleve



Obr. 20. Vrstva, 500 x zvětšeno, leptáno Nitalém, karbonitridováno ve firmě IPSEN Kleve

3. 4. Metalografický rozbor vrstev

3. 4. 1. Vzorek karbonitridovaný v Praze ve firmě HEAT PLUS s.r.o.

Vyhodnocení tloušťky vrstvy u vnějšího ozubeného věnce v příčném řezu:

Tloušťka ϵ fáze je zde 32 μm , minimálně 30 μm a maximálně 34 μm . Póry dosahují do hloubky 16 - 22 μm . (Pata zubu ϵ fáze 30 μm z toho póry 10 μm .)

Vyhodnocení tloušťky vrstvy u vnitřního průměru vnějšího ozubení:

Šířka ϵ fáze 32 μm z toho póry 16 μm .

Jehlicové nitridy se vyskytují v hloubce až 0,3 mm pod vrstvou.

Kontrolní metalografie z firmy HEAT PLUS viz. příloha P3a, P3b.

3. 4. 2. Vzorek karbonitridovaný v Jihlavě ve firmě MOTORPAL.

Vyhodnocení tloušťky vrstvy u vnějšího ozubeného věnce v příčném řezu:

Šířka ϵ fáze je 12 – 16 μm , ojediněle maximálně 18 μm . Z toho póry dosahují hloubky 8 až 10 μm . (Bok zubu ϵ fáze 15 μm - potrhaná a vylamující se část s póry.)

Jehlicové nitridy dosahují do hloubky 0,15 mm od vrstvy.

Vyhodnocení tloušťky vrstvy u vnitřního průměru vnějšího ozubení:

Šířka ϵ fáze je 12 – 16 μm ojediněle maximálně 18 μm .

Jehlicové nitridy se objevují do hloubky 0,12 – 0,14 mm.

3. 4. 3. Vzorek karbonitridovaný v Kleve ve firmě IPSEN.

Vyhodnocení tloušťky vrstvy příčného řezu vnějšího ozubeného věnce:

Šířka ϵ fáze je 20 μm , minimální 16 μm a maximální 22 μm . Z toho póry dosahují do hloubky 10 μm . Jehlicové nitridy nezjištěny.

Vyhodnocení tloušťky vrstvy u vnitřního průměru vnějšího ozubení:

Šířka ϵ fáze je 20 μm . Z toho póry dosahují do hloubky 10 μm .

Jehlicové nitridy nebyly zjištěny.

Kontrolní metalografie z firmy IPSEN viz. příloha P8. Metalografie vzorku karbonitridovaného ve firmě IPSEN zpracovaného ve firmě ŠKODA AUTO a.s. viz. příloha P9.

3. 5. Měření mikrotvrdosti

Bylo provedeno v Žitavě na tvrdoměru FISCHERSCOPE typ HP 100 XY (umožňuje měřit zátěžnou silou 0,4 – 1000 mN) s indentorem MK230 Vickers. Předběžné výsledky měření mikrotvrdosti zátěžnou silou 20 mN jsou uvedeny v následující tabulce Tab. 8.

U všech vzorků roste tvrdost materiálu směrem k vrstvě. Z výsledků je patrné, že u procesů v Praze a Jihlavě je tvrdost substrátu pod vrstvou větší než u vzorku z Klevé. Tvrdost samotné vrstvy je pak u všech vzorků přibližně srovnatelná

Tab.8.

zátěžná síla F = 20 mN	tvrdost [HV]	hloubka vpichu h [μm]	oblast
1. Proces PRAHA	473,10	0,40	substrát
	359,90	0,45	
	452,00	0,41	
	521,00	0,38	
	539,20	0,38	
	1373,50	0,23	vrstva
	859,80	0,29	
	953,50	0,28	
	1107,30	0,26	
2. Proces JIHLAVA	380,20	0,44	substrát
	548,10	0,37	
	361,60	0,45	
	599,20	0,35	
	576,30	0,36	
	949,70	0,28	vrstva
	1074,20	0,26	
3. Proces KLEVE	298,00	0,50	substrát
	285,40	0,51	
	347,30	0,46	
	323,40	0,48	
	1190,70	0,25	vrstva
	1185,70	0,25	

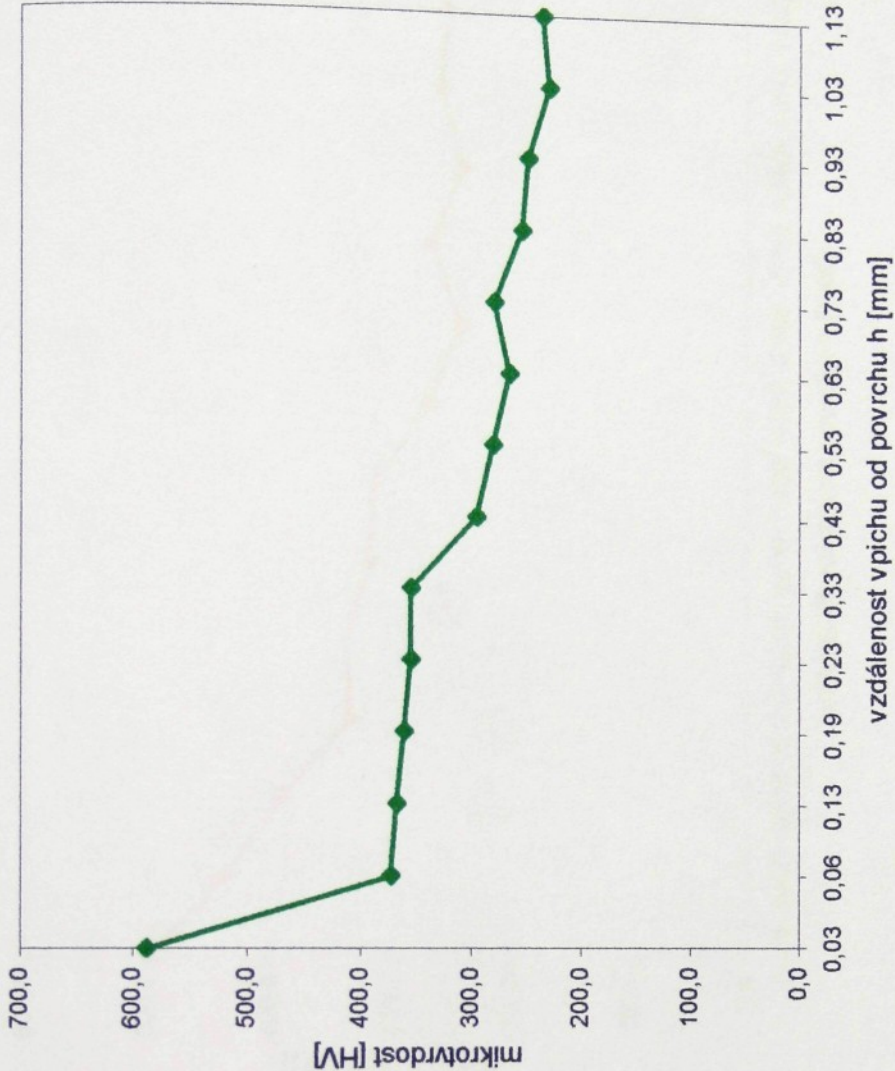
Další měření mikrotvrdomosti bylo provedeno na tvrdoměru ZWICK 3212 v laboratoři TU Liberec na Katedře materiálů. Účel tohoto dalšího měření bylo získat závislost mikrotvrdomosti na vzdálenosti od povrchu. Výsledky mikrotvrdomosti ze tří různě karbonitridovaných vzorků jsou uvedeny ve tabulkách 9, 10, 11. Hodnoty mikrotvrdomosti jsou zde vyobrazeny i graficky.

Kontrolní průběh tvrdosti vzorku z firmy HEAT PLUS viz. příloha P4.

tabulka č. 9.

První proces PRAHA			
zátěž 0,2 kg			
číslo vpichu	mikrotvrdost [HV]	vzdálenost vpichu od povrchu h [mm]	
1.	587,9	0,030	
2.	372,5	0,060	
3.	366,9	0,130	
4.	360,4	0,190	
5.	354,3	0,230	
6.	354,5	0,330	
7.	295,6	0,430	
8.	280,6	0,530	
9.	265,0	0,630	
10.	279,0	0,730	
11.	253,7	0,830	
12.	248,5	0,930	
13.	229,0	1,030	
14.	235,4	1,130	

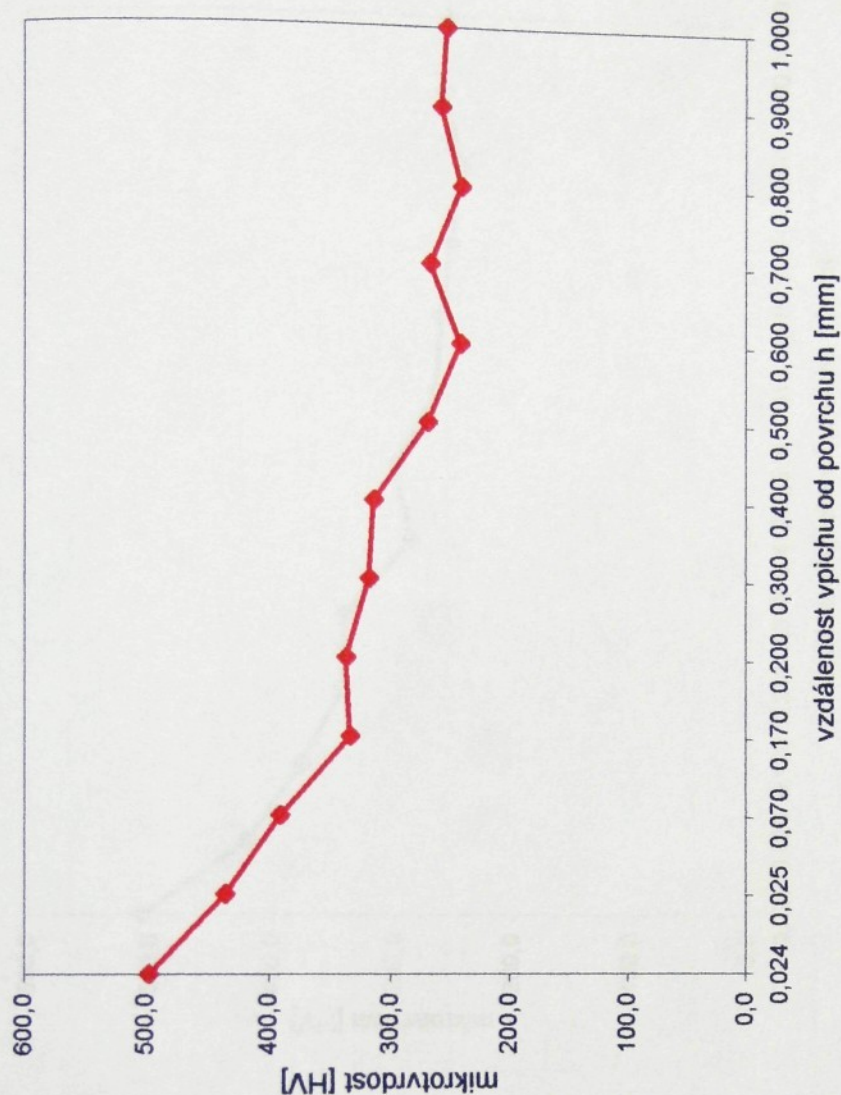
průběh mikrotvrdosti



tabulka č. 10.

Druhý proces JIHLAVA			
zátěž 0,2 kg	číslo vpichu	mikrotvrdost [HV]	vzdálenost vpichu od povrchu h [mm]
	1.	497,5	0,024
	2.	436,0	0,025
	3.	390,8	0,070
	4.	333,3	0,170
	5.	336,9	0,200
	6.	318,1	0,300
	7.	314,2	0,400
	8.	268,8	0,500
	9.	241,4	0,600
	10.	266,5	0,700
	11.	240,0	0,800
	12.	256,9	0,900
	13.	252,7	1,000

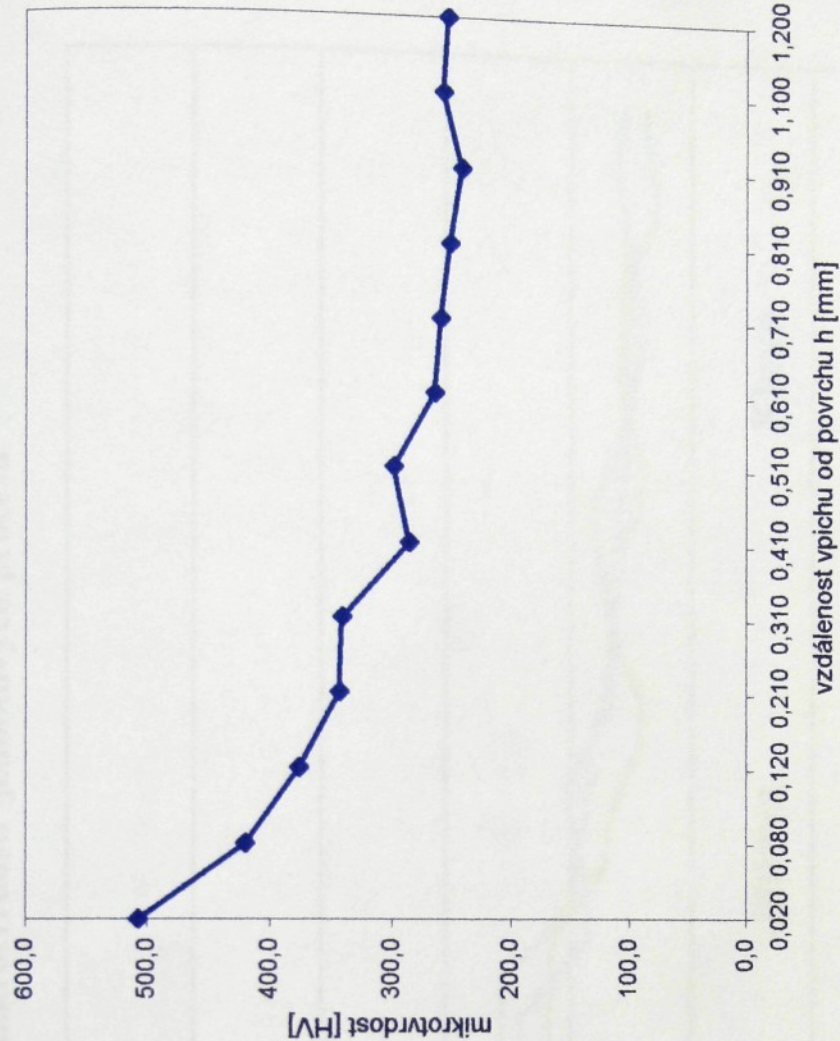
průběh mikrotvrdosti



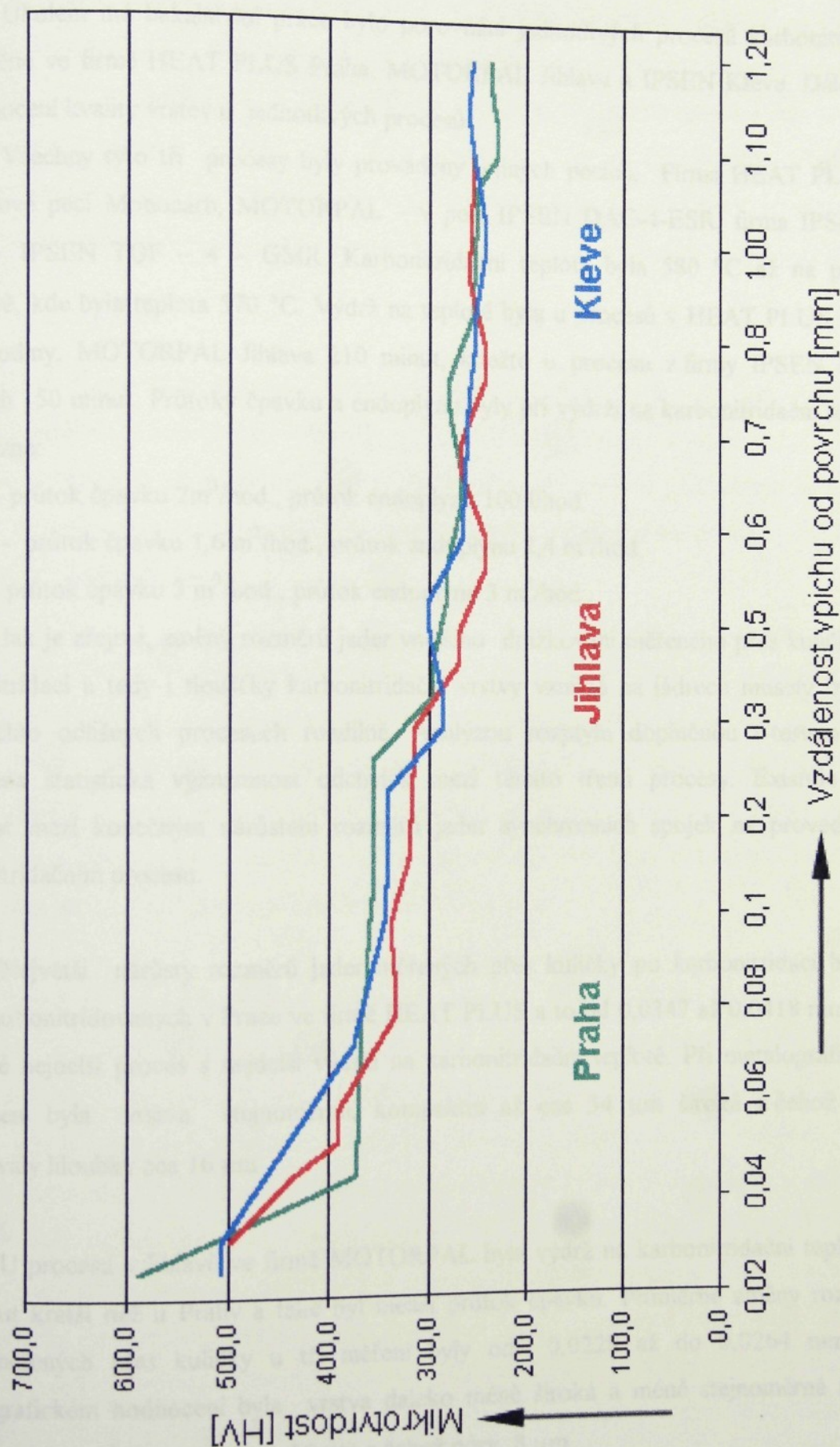
tabulka č. 11.

Třetí proces KLEVE			
zátěž 0,2 kg	číslo vpichu	mikrotvrdost [HV]	vzdálenost vpichu od povrchu h [mm]
	1.	507,2	0,020
	2.	420,0	0,080
	3.	376,6	0,120
	4.	343,3	0,210
	5.	341,0	0,310
	6.	285,5	0,410
	7.	298,4	0,510
	8.	264,2	0,610
	9.	259,3	0,710
	10.	251,6	0,810
	11.	241,7	0,910
	12.	257,1	1,100
	13.	253,2	1,200

průběh mikrotvrdosti



Obr. 21. Porovnání mikrotvrdosti jednotlivých procesů



4. Diskuse výsledků

Úkolem mé bakalářské práce bylo porovnání jednotlivých procesů karbonitridace prováděné ve firmě HEAT PLUS Praha, MOTORPAL Jihlava a IPSEN Kleve. Dále pak vyhodnocení kvality vrstev u jednotlivých procesů.

Všechny tyto tři procesy byly prováděny v jiných pecích. Firma HEAT PLUS – v šachtové peci Monocarb, MOTORPAL – v peci IPSEN DAC-4-ESR, firma IPSEN – v peci IPSEN TQF – 4 – GMR. Karbonitridační teplota byla 580 °C až na proces v Jihlavě, kde byla teplota 570 °C. Výdrž na teplotě byla u procesů v HEAT PLUS Praha čtyři hodiny, MOTORPAL Jihlava 210 minut, kdežto u procesu z firmy IPSEN Kleve pouhých 150 minut. Průtoky čpavku a endoplynu byly při výdrži na karbonitridační teplotě opět různé:

Praha – průtok čpavku 2 m³/hod., průtok endoplynu 100 l/hod.

Jihlava - průtok čpavku 1,6 m³/hod., průtok endoplynu 2,4 m³/hod.

Kleve - průtok čpavku 3 m³/hod., průtok endoplynu 3 m³/hod..

Jak je zřejmé, změny rozměrů jader vnějšího drážkování měřeného přes kuličky po karbonitridaci a tedy i tloušťky karbonitridační vrstvy vzniklé na jádrech musely být při takovýchto odlišných procesech rozdílné. Analýzou rozptylu doplněnou t-testem byla potvrzena statistická významnost odchylek mezi těmito třemi procesy. Existuje tedy závislost mezi konečným nárůstem rozměrů jader synchronních spojek na provedeném karbonitridačním procesu.

Největší nárůsty rozměrů jader měřených přes kuličky po karbonitridaci byly u jader karbonitridovaných v Praze ve firmě HEAT PLUS a to od 0,0347 až 0,0418 mm, což byl také nejdelší proces s nejdelší výdrží na karbonitridační teplotě. Při metalografickém hodnocení byla vrstva stejnoměrná, kompaktní až cca 34 μm široká z čehož póry dosahovaly hloubky cca 16 μm.

U procesu v Jihlavě ve firmě MOTORPAL byla výdrž na karbonitridační teplotě o 30 minut kratší než u Prahy a také byl menší průtok čpavku. Průměrné změny rozměrů jader měřených přes kuličky u tří měření byly od 0,0228 až do 0,0264 mm. Při metalografickém hodnocení byla vrstva daleko méně široká a méně stejnoměrná než u procesu v Praze. Šířka vrstvy cca 16 μm z čehož póry 8 μm.

Celkově nejkratší proces (nejen výdrží na karbonitridační teplotě, ale jako jediný proces, kdy byla vsázka přímo z karbonitridační teploty zchlazena v oleji, čímž byla na minimum zkrácena doba ochlazení vsázky, což technologické zařízení u ostatní procesů neumožňovalo) byl proveden ve firmě IPSEN v Kleve. Při tomto procesu byl nejvyšší průtok čpavku. Změny rozměrů jader byly od 0,0167 mm až 0,0250 mm. Vrstva při metalografickém rozboru byla rovnoměrná široká cca 20 μm z toho póry 10 μm . Dále nebyl zjištěn výskyt jemných nitridů v substrátu pod vrstvou na rozdíl od předešlých dvou procesů.

Předpis pro karbonitridaci jader synchronních spojek je 8 – 25 μm . Tudíž byl splněn u procesů v Jihlavě MOTORPAL a Kleve IPSEN. Proces v Praze HEAT PLUS vykazuje opravdu kvalitní širokou vrstvu, ale v hodnocení musíme přihlédnout ke značné délce a složitosti celého technologického postupu karbonitridace a nakonec i k překročení předpisu pro karbonitridaci.

Nutno dodat že všechny technologické procesy karbonitridace byly u daných firem dlouhodobě používány a odzkoušeny, takže nebyla měřena disociace čpavku, ani nebylo možné měnit prováděný technologický postup. Pokud by se hodnotila karbonitridační vrstva vzniklá stejným technologickým postupem karbonitridace a ve stejném pecním zařízení jen s jinými průtoky čpavku a endoplynu, což by bylo lepší pro hodnocení vrstev, byla by také rozhodující disociace čpavku u těchto procesů.

Běžně se po karbonitridaci neprovádí kontrola mikrotvrdosti, není ani uvedena v předpisu pro karbonitridování, pravděpodobně vzhledem k náročnosti tohoto měření. U provedeného poměrného měření mikrotvrdosti s velmi malou zátěžnou silou byla zjištěna jemná difference u vzorku karbonitridovaného firmou IPSEN v Kleve oproti ostatním procesům. Tvrdost substrátu pod přibližně stejně tvrdou vrstvou jako u ostatních procesů, byla menší než u ostatních procesů. Při metalografickém rozboru u vzorku z tohoto nejkratšího procesu ovšem nebyla zjištěna přítomnost jemných nitridů v substrátu pod vrstvou. Následným měřením mikrotvrdosti a to při podstatně větší zátěži se však průběh tvrdosti u vzorku karbonitridovaného v firmou IPSEN v Kleve přibližně shodoval s průběhem tvrdosti u ostatních vzorků. Proto lepší srovnání průběhů mikrotvrdosti u takto vzniklých vrstev a substrátu pod vrstvami, by bylo vhodné provádět při malé zátěžné síle.

5. Závěr

V rámci předložené bakalářské práce bylo provedeno:

1. podrobné popsání jednotlivých technologických postupů karbonitridace provedených ve firmách HEAT PLUS s.r.o., MOTORPAL a IPSEN
2. přesné měření jader synchronních spojek před a po karbonitridaci
3. statistické vyhodnocení odchylek mezi těmito třemi procesy analýzou rozptylu doplněnou t – testem
4. hodnocení nárůstů rozměrů jader po těchto procesech karbonitridace
5. metalografické zhodnocení takto vzniklých karbonitridovaných vrstev a substrátu pod vrstvou u všech třech procesů
6. měření mikrotvrdosti jak při malé zátěžné síle 20 mN, tak i větším zatížení 0,2 kg.

Závěrem lze říci, že pro karbonitridaci jader s předpisem 8 – 25 μm , byl pravděpodobně nejvýhodněji proveden proces karbonitridace ve firmě IPSEN v Kleve. Byl to proces s nejkratším technologickým postupem karbonitridace tedy krátkou dobou výdrže na karbonitridační teplotě, minimální dobou ohřevu a zchlazení vsázky, to vše s velmi dobrou výslednou vrstvou.

6. Použitá literatura

1. PLUHAŘ, J. a kol. : Nauka o materiálech. SNTL/ALFA 1989
2. PRAUSE, J. : Vliv atmosféry a opracování oceli na vlastnosti povrchové vrstvy při karbonitridaci v plynu . Vysoká škola strojní a textilní v Liberci 1984/85
3. ING. PŘENOSIL, B., DrSc. : Výzkum nízkoteplotního karbonitridování konstrukčních ocelí a litiny. duben 1969
4. ING. PŘENOSIL, B., DrSc. : Gefüge der badnitrierten und Ammoniakatmosphäre mit Kohlenwasserstoffzusatz hergestellten Schichten = Härterei – Technische . Mittellungen 1/65
5. ING. PŘENOSIL, B., DrSc. : Výzkumná zpráva . SVÚM Z-64-1474
6. ING. PŘENOSIL, B., DrSc. : Nitrocementace. Praha 1974
7. MACEK, K. : Nauka o materiálu II . SNTL 1986
8. Odborná konzultace u ing. L. MOCE, CSc.

P. Přílohová část

Obsah:	Výkres jádra synchronní spojky
	Řez jádra pro metalografii
	Kontrolní metalografie karbonitridovaného jádra
	Kontrolní průběh tvrdosti karbonitridovaného jádra
	Firma IPSEN - umístění jader na roštu pro karbonitridaci
	Protokol firmy IPSEN o průběhu karbonitridace.
	Kontrolní metalografie vzorku
	Fotografie karbonitridovaných vrstev