



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING

ÚSTAV MATERIÁLOVÝCH VĚD A INŽENÝRSTVÍ

INSTITUTE OF MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING

**OVĚŘENÍ POUŽITELNOSTI KONCEPTU SUMY
EFEKTIVNÍCH ZBYTKOVÝCH NAPĚTÍ (SERS) PRO
HODNOCENÍ INTEGRITY POVRCHU OBRÁBĚNÝCH
MATERIÁLŮ**

VERIFYING THE POSSIBILITY OF USING THE SUM OF EFFECTIVE RESIDUALSTRESSES CONCEPT
(SERS) FOR THE EVALUATION OF MATERIALS SURFACEINTEGRITY

DIPLOMOVÁ PRÁCE

MASTER'S THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Bc. Filip Červinka

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

prof. Ing. Jiří Švejcar, CSc.

BRNO 2018

Zadání diplomové práce

Ústav: Ústav materiálových věd a inženýrství
Student: **Bc. Filip Červinka**
Studijní program: Aplikované vědy v inženýrství
Studijní obor: Materiálové inženýrství
Vedoucí práce: **prof. Ing. Jiří Švejcar, CSc.**
Akademický rok: 2017/18

Ředitel ústavu Vám v souladu se zákonem č.111/1998 o vysokých školách a se Studijním a zkušebním řádem VUT v Brně určuje následující téma diplomové práce:

Ověření použitelnosti konceptu sumy efektivních zbytkových napětí (SERS) pro hodnocení integrity povrchu obráběných materiálů

Stručná charakteristika problematiky úkolu:

Účelem práce je ověřit koncept SERS jako kritérium integrity obráběného povrchu na různých typech ocelí a porovnat s některými dalšími parametry integrity obráběného povrchu.

Cíle diplomové práce:

Cílem diplomové práce je seznámit se důkladně s metodami hodnocení integrity povrchu, zejména pak s difraktometrickou metodou měření zbytkových pnutí a zprostředkovaně pak s konceptem SERS a pokusit se ověřit jeho použitelnost pro hodnocení stavu povrchu alespoň na cementačních a ložiskových ocelích po obrábění.

Seznam doporučené literatury:

HAUK, V., HOUGARDY, H. and MACHERAUCH, E. Residual Stresses: Measurement, Calculation, Evaluation. Oberursel: DGM Informationsgesellschaft mbH, 1991, 252 s. ISBN 3-88355-169-4.

TOTTEN, G., HOWES, M. and INOUE, T. Handbook of Residual Stress and Deformation of Steel. Materials Park: A S M International, 2002. ISBN 9781615032273.

Termín odevzdání diplomové práce je stanoven časovým plánem akademického roku 2017/18.

V Brně, dne 27. 10. 2017



prof. Ing. Ivo Dlouhý, CSc.
ředitel ústavu

doc. Ing. Jaroslav Katolický, Ph.D.
děkan fakulty

Abstrakt

Diplomová práce se zabývá hodnocením integrity povrchu pro různé typy ocelí po chemicko-tepelném zpracování a obrábění. Porovnává chování metody analýzy Barkhausenova šumu s hloubkovým profilem zbytkového napětí stanoveného pomocí rentgenové difrakce při zvážení rozdílné hloubky pozorování obou metod. Cílem je ověřit koncept sumy efektivních zbytkových napětí SERS jako ukazatele vyhodnocení kvality dílů při výrobě.

Klíčová slova

Rentgenová difraktometrie, XRD, Barkhausenův šum, BNA, zbytkové napětí, integrita povrchu.

Abstract

The diploma thesis deals with surface integrity evaluation for different types of steels after case hardening and machining. This thesis compares Barkhausen noise analyses with residual stress depth profile set by X-Ray diffraction method with consideration of different penetration depth of both method. General purpose of this thesis is verify the concept of the Sum Of Effective Residual Stresses as the index of part quality evaluation during manufacturing process.

Key words

X-ray diffraction, XRD, Barkhausen noise, BNA, residual stress, surface integrity.

Bibliografická citace

ČERVINKA, F. *Ověření použitelnosti konceptu sumy efektivních zbytkových napětí (SERS) pro hodnocení integrity povrchu obráběných materiálů*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2018. 60 s. Vedoucí diplomové práce prof. Ing. Jiří Švejcar, CSc..

Prohlášení

Já, Filip Červinka, prohlašuji, že jsem diplomovou práci vypracoval samostatně a že jsem uvedl všechny použité prameny a literaturu.

V Brně dne 25.5.2018

.....

Poděkování

Děkuji tímto vedoucímu diplomové práce, prof. Ing. Jiřímu Švejcarovi, CSc.. Za cenné rady a připomínky při vypracování diplomové práce.

Děkuji firmě PCS s.r.o. za odbornou konzultaci a pomoc při plánování analýzy metodou rentgenové difraktometrie a Barkhausenova šumu.

V neposlední řadě děkuji svým rodičům a přítelkyni za podporu při vypracování závěrečné práce a oporu po celou dobu mého studia.

Obsah

1	Úvod	7
2	Cíle práce	8
3	Určující parametry pro hodnocení stavu a jakosti	9
3.1	Geometrická přesnost povrchu součásti	9
3.2	Hodnocení drsnosti povrchu	9
3.3	Vlastnosti povrchové vrstvy	9
3.3.1	Tvrdost	9
3.3.2	Pozorování struktury	13
3.4	Zbytková napětí	14
3.4.1	Vznik zbytkového napětí	14
3.4.2	Metody určování zbytkových napětí	15
3.5	Rentgenová difraktometrická metoda	17
3.5.1	Princip rentgenové difraktometrie	17
3.5.2	Metoda χ (Ψ ψ)	19
3.5.3	Metoda ω	20
3.5.4	Zdroj rentgenového záření	20
3.5.5	Penetrační hloubka	21
3.5.6	Volba vhodné radiace	22
3.5.7	Technika	23
3.5.8	Stanovení hloubkového profilu zbytkového napětí	24

3.6	Analýza Barkhausenova šumu	26
3.7	Koncept SERS (Sum Of Effective Residual Stresses)	27
4	Experimentální část diplomové práce	30
4.1	Experimentální materiál	30
4.1.1	Ložisková ocel	30
4.1.2	Nitridační ocel	30
4.1.3	Cementační ocel.....	32
4.1.4	Nástrojová ocel	33
4.2	Použité přístroje.....	34
4.3	Experimentální metodiky	34
5	Výsledky experimentů	35
5.1	Metoda Barkhausenova šumu	35
5.1.1	Ložisková ocel	35
5.1.2	Nitridační ocel	36
5.1.3	Cementační ocel.....	38
5.1.4	Nástrojová ocel	40
5.2	Difraktemrické měření zbytkového napětí.....	41
5.2.1	Ložisková ocel	41
5.2.2	Nitridační oceli	43
5.2.3	Cementační oceli.....	45
5.2.4	Nástrojové oceli	48
5.3	Výsledky konceptu SERS	50

5.3.1	Ložisková ocel	50
5.3.2	Nitridační oceli	51
5.3.3	Cementační oceli.....	52
5.3.4	Nástrojové oceli	53
6	Diskuze výsledků	56
7	Závěr.....	57
8	Citovaná literatura.....	58
	Seznam použitých zkratk a symbolů	61

1 Úvod

Dnes je možné díky rozšíření CNC strojů a obráběcích center vyrábět stále přesnější a různorodější součásti s nižšími provozními náklady a výrobními časy [1]. Vlivem tohoto vývoje je v současnosti kladen větší důraz na kvalitu a jakost výrobků. Zejména pokud se jedná o součásti používané v místech, kde je horší dostupnost a je požadována vysoká životnost a nízká poruchovost, například u větrných elektráren. Mezi takové díly lze zařadit převážně ozubená kola nebo ložiska, která jsou za provozu nejvíce zatěžována. Při snaze o dosažení co největší produktivity, nelze zanedbat ovlivnění povrchových a podpovrchových vrstev v průběhu výroby [2]. Dnes se stále používají procesy obrábění jako nejčastější dokončovací operace pro dosažení vysoké rozměrové přesnosti a kvality povrchu. Rychlost a efektivita výroby souvisí se zvolenou metodou obrábění. Při nároku na větší flexibilitu a časovou nenáročnost je vhodné jako poslední dokončovací operaci zvolit broušení. Pro náročnější podmínky budoucího provozu je nutné použití operací jako je honování či lapování s řádově delším výrobními časy, ale lepšími parametry [3].

Kvalitu a z ní vycházející životnost podobných dílů lze kontrolovat na základě přesnosti geometrie, drsnosti povrchu a výsledných vlastností povrchové vrstvy, jako je tvrdost, struktura, chemické složení a zbytkové napětí po dokončovacích operacích (zejména pak broušení). Tyto určující parametry pro hodnocení kvality povrchu dává do souvislosti právě integrita povrchu, která se zabývá problematikou hodnocení jakosti z hlediska životnosti a správné funkčnosti dílu, zakládá se na myšlence, že místo iniciace únavového lomu se zpravidla nachází na povrchu nebo v jeho těsné blízkosti, a proto je sledování parametrů povrchové vrstvy zásadní [4]. Za nejdůležitější a nejčastěji sledovanou veličinu lze považovat zbytková napětí, která významně ovlivňují stupeň možného zatížení a následné životnosti ozubených kol [4]. Pro stanovení zbytkového napětí se využívají metody fyzikální nebo mechanické. Dále se tyto metody dělí v závislosti na stupni poškození testovaného výrobku na destruktivní, semidestruktivní a nedestruktivní. Pro průmyslové použití jsou nejvhodnější metody nedestruktivní, u kterých lze rychle a bez poškození stanovit sledované parametry [2].

V dnešní době se poměrně rozšířila metoda detekce Barkhausenova šumu, která poskytuje rychlou a spolehlivou kontrolu [5]. Její určitou nevýhodou je, že na výstupu měření nelze přímo stanovit zbytkové napětí a naměřená data je nutné porovnat s referenčním vzorkem. Tuto nevýhodu řeší metoda měření zbytkového napětí pomocí rentgenové difrakce, která umožňuje naměřit zbytkové napětí přímo, avšak v podstatně delším čase. Dále ji lze použít, s pomocí odleptávání vrstev, i pro stanovení hloubkového profilu zbytkového napětí, jako metodu semidestruktivní. Nepřímo lze tyto metody použít pro porovnávání a zdokonalování procesu broušení či porovnání brusek [6].

2 Cíle práce

Cílem diplomové práce je seznámit se důkladně s metodami hodnocení integrity povrchu, zejména pak s difraktometrickou metodou měření zbytkových pnutí a zprostředkovaně pak s konceptem SERS a pokusit se ověřit jeho použitelnost pro hodnocení stavu povrchu alespoň na cementačních a ložiskových ocelích po obrábění.

3 Určující parametry pro hodnocení stavu a jakosti

Soubor parametrů pro hodnocení stavu a jakosti součástí se často označuje jako integrita povrchu. Tento obor se blíže zabývá vztahem mezi geometrickými a fyzikálními vlastnostmi daného povrchu, které dává do souvislosti k funkčním požadavkům na celý výrobek [6]. Zkoumá jakost obrobeného povrchu na základě:

- přesnosti rozměrů a tvaru součásti;
- drsnosti a mikrostruktury povrchu;
- vlastností povrchové vrstvy.

3.1 Geometrická přesnost povrchu součásti

Zahrnuje soubor geometrických parametrů daných normami ČSN 01 4682 a nově ČSN ISO 1328–1 spolu s druhou částí ČSN ISO 1328–2. Ty závisí především na přesnosti stroje a tuhosti celého systému stroj-obrobek [1].

3.2 Hodnocení drsnosti povrchu

Drsnost povrchu závisí především na způsobu obrábění, na řezné rychlosti a použitém nástroji. Hodnotí se pomocí parametrů drsnosti Ra a Rz . Lze ji stanovit kontaktním způsobem pomocí kontaktního profilometru nebo méně přesným bezkontaktním způsobem pomocí konfokálního mikroskopu při metalografickém pozorování [7].

3.3 Vlastnosti povrchové vrstvy

3.3.1 Tvrdost

Tvrdost materiálu neboli odpor vůči vzniku místní deformace se určuje na základě charakteristické deformace způsobené přesně definovaným zatěžovacím tělesem při přesně definovaném zatížení. Zkoušky tvrdosti se dělí na vrypové, vnikající, nárazové a odrazové. Dále pak podle rychlosti zatěžování na zkoušky statické a dynamické. Podle velikosti zkoušené oblasti lze hodnotit makro – a mikrotvrdosti.

Mezi nejpoužívanější zkoušky tvrdosti patří zkoušky statické. Vnikající těleso tvrdoměru se vtlačuje do povrchu zkušební vzorku s monotónně se zvyšující silou až do předepsaného zatížení, které se udržuje na konstantní úrovni po určitou stanovenou dobu. Nejčastěji používané metody měření tvrdosti jsou statické metody podle Brinella, Rockwella, Vickerse a Knoopu.

V průběhu zkoušky vznikne na povrchu tělesa trvalý vtisk v důsledku rozvoje plastických deformací v okolí vnikajícího tělesa. Po odlehčení se geometrie vtisku proměňuje a jeho velikost

je mírou odporu materiálu proti vnikání cizího tělesa. Hodnota tvrdosti se vypočte jako velikost trvalé deformace (plochy nebo hloubky vtisku) ve vztahu k působící zátěžné síle. Vnikající těleso přitom nesmí podléhat plastickým deformacím a musí proto vykazovat co nejvyšší tvrdost, modul a mez pružnosti.

a. Zkouška podle Brinella – HB

Podstatou je, že se do zkoušeného materiálu, předepsanou rovnoměrně vzrůstající silou, vtlačuje normalizovaná kulička z tvrdokovu. Tvrdost se vyjadřuje poměrem zatěžující síly k ploše vtisku vytlačené kuličkou

b. Zkouška podle Vickerse – HV

Základní princip spočívá ve vtláčování pravidelného čtyřbokého jehlanu s vrcholovým úhlem 136° při specifickém zatížení, které se zapisuje za jednotku tvrdosti (HV10 – pro zatížení 98,1 N). Dále se změří úhlopříčky vtisku, ze kterých se určí výsledná tvrdost.

c. Zkouška podle Rockwella – HRA, HRB, HRC

Podstatou zkoušky je, že se do zkoušeného materiálu vtlačuje diamantový kužel (HRA, HRC) s vrcholovým úhlem 120° , nebo pro měkčí materiály kalená kulička o průměru 1,587 mm. Mírou tvrdosti je velikost plastické deformace, která vznikne vtláčením zkušebního tělíska. Zkušební tělísko se vtlačuje do materiálu nejdříve předzátěží $F_0=98,1$ N (100 N), aby se odstranil vliv nerovnosti povrchové vrstvy. Dále se zvyšuje zatížení na předepsanou hodnotu. Po ustálení ručičky úchylkoměru se sníží zátěž na hodnotu předzátěže (100 N) a na stupnici odečte tvrdost podle Rockwella [8].

3.3.1.1 Stanovení tvrdosti při nízkém zatížení

Měření tvrdosti při nízkém zatížení probíhá obdobně jako konvenční měření tvrdosti a provádí se vtláčováním diamantového tělesa tvaru Vickersova nebo Knoopova jehlanu při nižším zatížení.

Spolu s klesajícím zatížením se zároveň zmenšují velikosti vtisku a přesnost měření tvrdosti klesá. Navíc s klesající zátěžnou silou do oblasti mikrotvrdosti již není Vickersova tvrdost (jako je tomu na základě geometrické podobnosti vtisků u hodnot makrotvrdosti) nezávislá na velikosti aplikovaného zatížení.

Díky menší velikosti vtisku se toto hodnocení tvrdosti hodí pro měření:

- malých nebo tenkých součástí;
- tenkých kovových nebo anorganických povlaků;

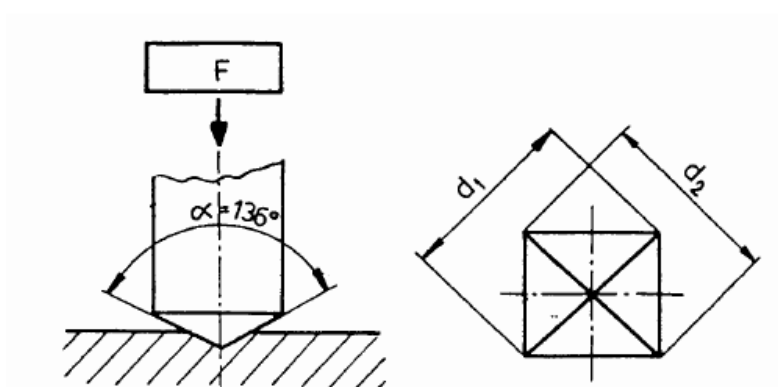
- křehkých materiálů;
- účinné hloubky povrchové vrstvy po chemicko-tepelném zpracování.

3.3.1.2 Zkouška tvrdosti podle Vickerse

Zkouška tvrdosti podle Vickerse je předepsána evropskou normou ČSN EN ISO 6507-1, a to pro tři rozdílné velikosti zatížení F .

- Zkouška tvrdosti dle Vickerse ($F \geq 49,03 \text{ N}$);
- Zkouška tvrdosti dle Vickerse při nízkém zatížení ($1,961 \text{ N} \leq F < 49,0 \text{ N}$)
- Zkouška mikrotvrdosti dle Vickerse ($0,09807 \text{ N} \leq F < 1,961 \text{ N}$).

Jako vnikající těleso je použit diamantový indentor ve tvaru pravidelného čtyřbokého jehlanu se čtvercovou základnou a vrcholovým úhlem 136° . Po vtlačování má vtisk tvar čtverce, u kterého jsou následně měřeny úhlopříčky vtisku d_1 a d_2 (viz obr. 1).



Obr. 1 Zkouška tvrdosti podle Vickerse [8]

3.3.1.3 Zkouška tvrdosti dle Knoop

Zkouška tvrdosti dle Knoop pro kovové materiály je předepsána mezinárodní normou ČSN ISO 4545, a zahrnuje zkušební zatížení do 9,807 N včetně.

Principem zkoušky je vtlačování diamantového indentoru ve tvaru jehlanu s kosočtverečnou základnou s předepsanými úhly protilehlých stran do povrchu zkušebního tělesa. Výsledná tvrdost, označovaná KP , je určena na základě měření delší úhlopříčky vtisku, která zůstane po odlehčení zkušebního zatížení F

3.3.1.4 Stanovení a ověření hloubky cementace

Stanovení hloubky cementace měřením průběhu tvrdosti je nejpřesnější a zároveň nejpoužívanější metodou. Hloubku cementace a specifikace metody stanovení této hloubky je uvedena v mezinárodní normě ČSN EN ISO 2639. Norma platí pro cementované a nitrocementované vrstvy a části, které po tepelném zpracování na konečnou tvrdost nedosahují ve vzdálenosti od povrchu rovné trojnásobku hloubky cementace tvrdost 450 HV1 [8].

Pokud tyto podmínky nejsou splněny, je hloubka cementace definována zvláštní dohodou. U ocelí, které ve zkoušené části a vzdálenosti od povrchu rovné trojnásobku hloubky cementace vykazují tvrdost převyšující 450 HV1, se toto kritérium může použít za předpokladu, že pro hloubku cementace se zvolí mezní hodnota tvrdosti převyšující 550 HV1.

Hloubka cementace se stanoví ze závislosti tvrdosti na vzdálenosti od povrchu na příčném výbrusu kolmém k povrchu. Měření se provádí na příčném výbrusu součásti v předepsaných podmínkách. Při přípravě vzorku nesmí dojít k deformačnímu a tepelnému ovlivnění hodnocené části. Vzorek se běžně připravuje broušením za mokra a leštěním na diamantových pastách, případně elektrolytickým leštěním. Při přípravě je třeba dbát na to, aby nedošlo k zaoblení hran povrchu.

Při měření průběhu mikrotvrdosti se vtisky provádí podél jedné nebo několika rovnoběžných přímk kolmých k povrchu, ležících v pásu o šířce $W = 1,5$ mm. Vzdálenost S mezi sousedními vtisky musí být nejméně 2,5násobek jejich úhlopříčky. Rozdíl mezi vzdálenostmi jednotlivých vtisků od povrchu nesmí přesáhnout 0,1 mm.

Zkušební vtisky se provádí se zatížením od HV0,1 (0,9807 N) do HV10 (9,807 N) nebo vtisky dle Knoopu, u kterých se poté proměří úhlopříčka vtisku, a to nejméně při 400násobném zvětšení.

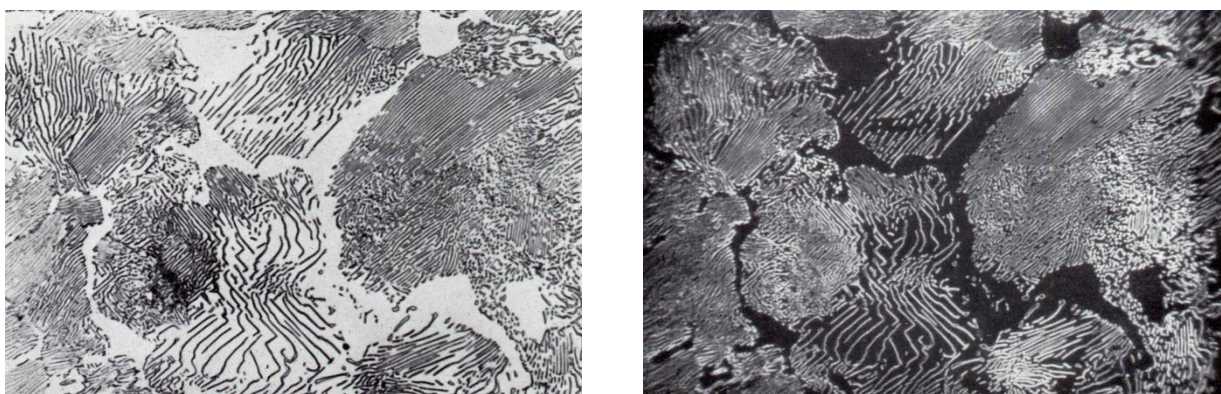
Měření se provádí ve dvou nebo více pásech a výsledky pro každý pás se zpracovávají graficky tak, aby se získaly křivky vyjadřující změny tvrdosti jako funkci vzdálenosti od povrchu.

Ze dvou sestavených křivek se pro každý pás stanoví vzdálenost od povrchu součásti, ve které je tvrdost rovna 550 HV nebo ekvivalentní hodnotě tvrdosti dle Knoopu. Tato vzdálenost reprezentuje hloubku cementace v pásu. Jestliže rozdíl mezi těmito dvěma hodnotami nepřevyší 0,1 mm, vyjádří se hloubka cementace jako průměr těchto dvou vzdáleností. Jestliže rozdíl zmíněných dvou hodnot překročí 0,1 mm, zkouška se opakuje.

3.3.2 Pozorování struktury

Ke zjišťování struktury kovů a jejich slitin se používají převážně metalografické mikroskopy, a to světelné nebo elektronové.

Na světelných mikroskopech je mikrostruktura daného vzorku pozorována na základě odrazu dopadajícího světla od povrchových nerovností. Část světelných paprsků se odráží do objektivu, anebo mimo něj a vytváří obraz struktury viditelné na obr. 2.



Obr. 2 Příklad pozorování ferito-cementické struktury ve světlém (vlevo) a tmavém poli (vpravo) [18]

Pozorování světelným mikroskopem je nejčastější a jeho rozlišení je dostačující pro většinu metalografických zkoušek. Pokud je nutné vyšší rozlišení, používá se elektronový mikroskop. Tato metoda pozorování využívá vzájemné interakce urychlených elektronů s kovovým vzorkem, při které dochází k celé řadě dějů [9]. Elektrony mohou projít materiálem vzorku, aniž by se srazily s jinými elektrony (za podmínky dostatečně slabého vzorku), nebo dojde pouze k pružné srážce, při které se dráha elektronu změní, ale nedojde k výrazné změně energie elektronu. Těchto jevů využívá transmisní elektronová mikroskopie (TEM). Detekci sekundárních elektronů (produktu nepružných srážek) a zpětně odražených elektronů využívá rastrovací elektronová mikroskopie (REM). Pokud dojde k neelastické srážce, dochází také ke vzniku spojitého nebo charakteristického rentgenového záření, kterého se využívá při mikroanalýze prvků v REM a také v TEM.

Rastrovací mikroskopie nevyžaduje dokonale rovný povrch vzorku, a je tedy vhodná pro pozorování hrubých a masivních vzorků (např. lomových ploch).

Při mikroskopickém pozorování lze zjistit strukturu, a pokud je elektronový mikroskop vybaven i analytickým příslušenstvím (EDS nebo WDS) také chemické složení. Dále je například možné stanovit velikost, tvar i způsob rozložení jednotlivých strukturních součástí a posoudit

jakost tepelného zpracování. Pro správné a objektivní pozorování metalografických vzorků je nutné zajistit správnou přípravu vzorků.

3.4 Zbytková napětí

Jsou to napětí, která se vyskytují v materiálu i po odstranění působení vnějších sil, a to i po určité době. Jsou jedním z parametrů hodnotících stav povrchu materiálu po obrábění a tepelném zpracování. Vznikají v důsledku technologických postupů výroby materiálu a mají vliv na jeho pevnostní, únavové nebo korozní charakteristiky. Zásadním způsobem ovlivňují výslednou životnost výrobku.

Zbytková napětí se dělí podle velikosti oblastí, ve kterých dosahují své rovnováhy [2], na:

- makroskopická (I. druhu) v celém objemu součásti;
- mikroskopická (II. druhu) v úrovni několika zrn;
- submikroskopická (III. druhu) na atomové úrovni.

3.4.1 Vznik zbytkového napětí

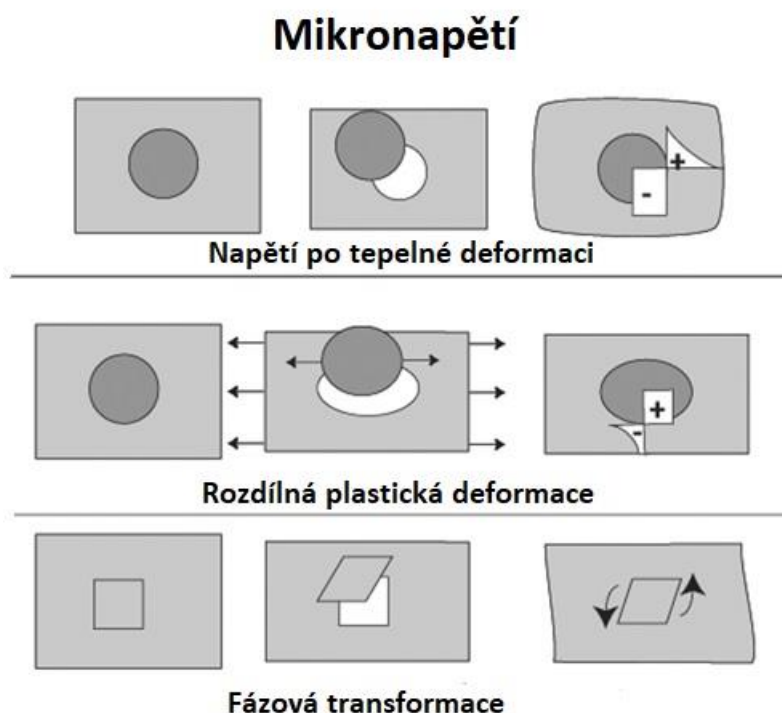
Ke vzniku zbytkových napětí dochází díky mnoha mechanismům (viz obr.3), které mohou nastat i současně. Například při různých způsobech odebrání materiálu obráběním jako jsou soustružení, frézování nebo broušení, dochází k nerovnoměrným plastickým deformacím při kontaktu nástroje s povrchem obráběného materiálu [10]. Nastává zde podobný jev jako v případě deformačního zpevnění, ovšem do řádově menších vzdáleností od povrchu (cca 50 μm). Tyto vlivy se mohou projevit jako napětí v tlaku [11].

Mezi hlavní výrobní operace, kdy je naopak vznik zbytkových napětí spolu se změnou struktury na povrchu materiálu prvořadým cílem, patří povrchové kalení, kuličkování (shot peening) nebo stále použitelnější zpevňování pomocí laser shock peening. Principem zvýšení tlakového napětí v povrchové vrstvě je v případě laser shock peeningu výrazná plastická deformace způsobená rázovou vlnou vyvolanou silným pulzním laserovým zářením. Vzhledem k podmínkám kuličkování se celý proces provádí za studena a nedochází tedy ke změně chemického složení. V závislosti na zpracovávaném materiálu lze dosáhnout hloubek zpevnění v řádech mm.

Dalším zdrojem zbytkové napjatosti je tepelné ovlivnění při chemicko-tepelném zpracování, kde dochází k nerovnoměrnému zahřátí a ochlazení součásti, v důsledku různého chemického složení, a tedy odlišné teplotní roztažnosti. U tepelného zpracování může docházet k nehomogenní elastické deformaci na rozhraní dvou fází s odlišným modulem roztažnosti, ale

podobným modulem pružnosti za vzniku tlakových a tahových napětí v okolí hranice mezi fázemi [2]. Povrch materiálu se dále také ochlazuje více a rychleji, než je tomu uvnitř. Po vychladnutí dochází ke stahování povrchové vrstvy a následné plastické deformaci za vzniku tahových napětí [5].

Také při fázových transformacích, například při přeměně zbytkového austenitu na martenzit, dochází ke změně měrných objemů a vzniku zbytkových napětí.



Obr. 3 Grafické znázornění různé příčiny vzniku mikronapětí (II. Druhu) [2]

3.4.2 Metody určování zbytkových napětí

Zbytková napětí se zjišťují pomocí několika experimentálních metod, které umožňují jejich přímé nebo nepřímé měření. Základní rozdělení metod pro měření zbytkových napětí je na destruktivní a nedestruktivní. Princip destruktivního měření spočívá v uvolnění původních zbytkových napětí porušením materiálu a vyhodnocení odezvy, většinou deformací. Princip nedestruktivních technik spočívá v nalezení vztahů mezi fyzikálními nebo krystalografickými vlastnostmi materiálu a zbytkovým napětím [4].

Mechanické metody jsou založeny na měření změny napětí při uvolnění stávajících zbytkových napětí nebo při vnášení zbytkových napětí v průběhu daného technologického

procesu. Používají se průhybové metody, odvrtávací metoda, metody dělení a indentační metody.

Difrakční metody se využívají pro měření zbytkového napětí u krystalických materiálů, které využívají specifických vlastností rozptylu záření na krystalové mřížce. Používá se rentgenové záření, synchrotronové záření, neutronové záření a elektronový svazek [12].

Metody využívající fyzikálních vlastností materiálu jsou založené na změně některých specifických vlastností materiálu v závislosti na napětí, kterému je vystaven. Používají se elektromagnetické, ultrazvukové, piezospektroskopické, termomechanické nebo fotoelastické techniky. K hodnocení přítomnosti a úrovně zbytkové napjatosti lze s výhodou využít také mikromagnetickou metodu založenou na analýze Barkhausenova šumu. Jednotlivé měřicí techniky lze vzájemně kombinovat. Nejčastěji používané z výše uvedených metod jsou odvrtávací metoda, difrakční metody.

Odvrtávací metoda měří makroskopická zbytková napětí v blízkosti povrchu materiálu. Její princip spočívá v odvrtání malého otvoru do povrchu materiálu, který způsobí uvolnění zbytkových napětí a s tím spojené deformace v okolí otvoru. Deformace v okolí otvoru se měří, nejčastěji pomocí odporových tenzometrů nebo pomocí laserové interferometrie (ESPI) zobrazené na obr. 4. Na základě měření deformace se pomocí tzv. kalibračních koeficientů určených pomocí analytického modelu, s předpokladem izotropního materiálu při známém Youngovu modulu pružnosti, zpětně vyhodnotí zbytkové napětí v materiálu [13].



Obr. 4 Ilustrace odvrtávací metody od fy. Stresstech. [13]

Vzhledem k zaměření diplomové práce budou difrakční metodám, jmenovitě rentgenové difrakci a analýze Barkhausenova šumu věnovány samostatné kapitoly 3.5 a 3.6.

3.5 Rentgenová difraktometrická metoda

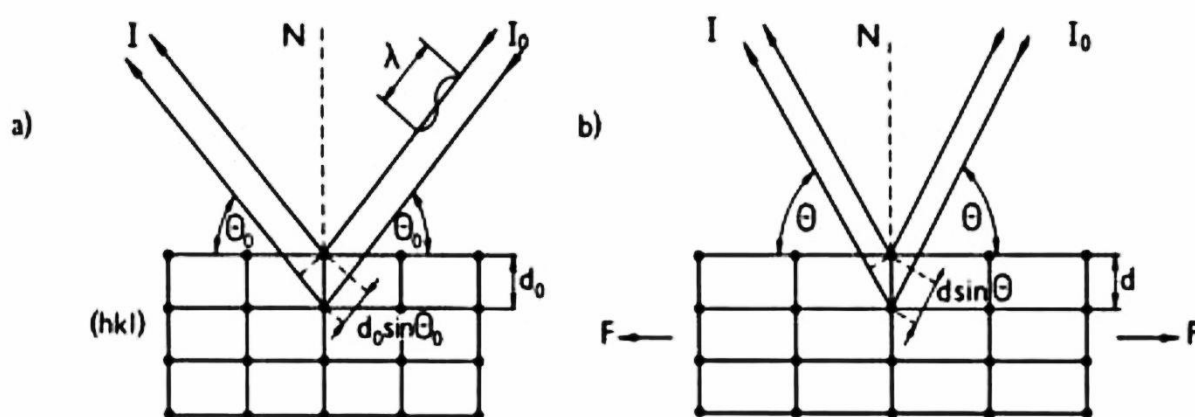
Tato metoda spočívá v interakci rentgenového záření s krystalickou mřížkou daného materiálu, kovu nebo keramiky. Následně se podle změny meziatomové vzdálenosti v charakteristické rovině a Youngova modulu pružnosti E určí, za předpokladu lineární elastické deformace, vnitřní napětí.

3.5.1 Princip rentgenové difraktometrie

Základní princip spočívá ve vzájemném působení rentgenového paprsku a krystalické mřížky, při kterém dochází ke konstruktivní, nebo destruktivní interferenci rozptýleného rentgenového záření. Využívá se zde Braggova zákona [14]:

$$n\lambda = 2d\sin(\theta), \quad (1)$$

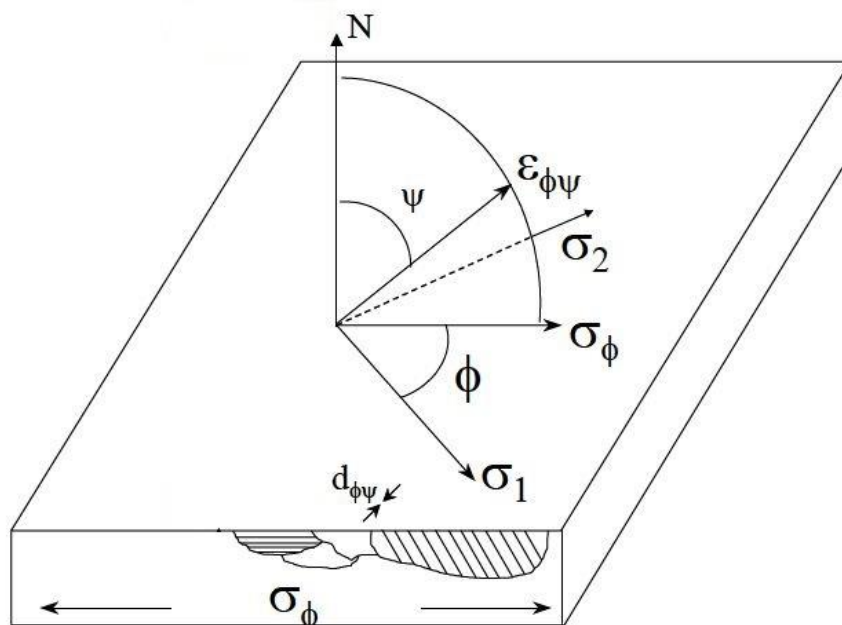
kdy Braggův úhel θ , ve kterém dopadají paprsky na charakteristický systém rovin určeným pomocí Millerových indexů (hkl) , je závislý na vlnové délce záření λ , na řádu reflexe n a na mezirovinné vzdálenosti d . Na obr. 5 je vidět, jak se mění úhel θ u nezatížené a zatížené krystalické mřížky silou F .



Obr. 5 Změna Braggova úhlu při zatížení krystalické mřížky silou F [21]

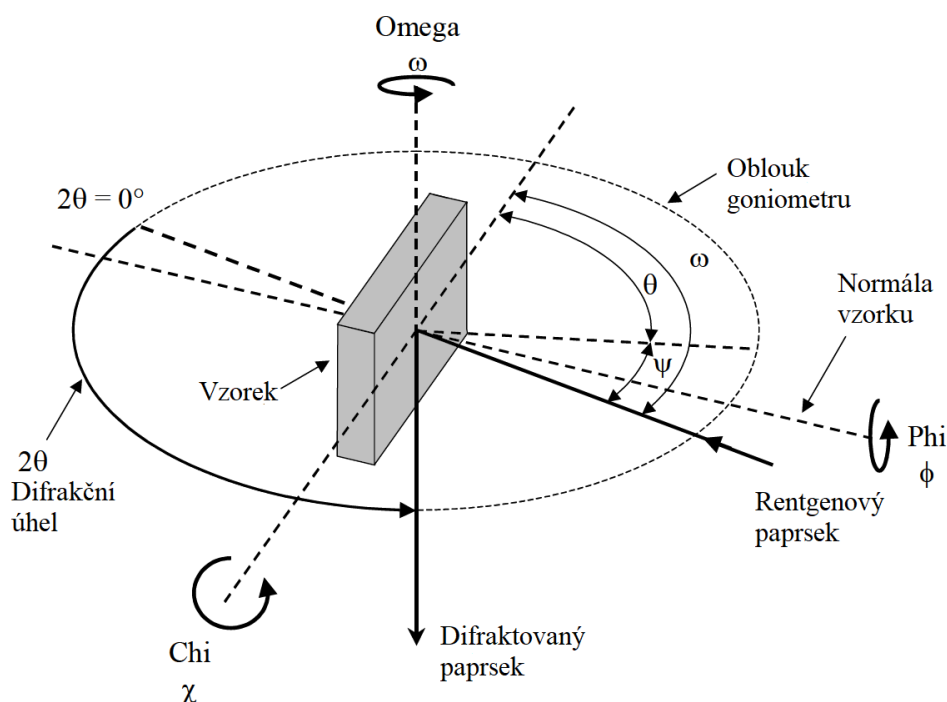
U nezatížené mřížky, viz obr. 5a, je úhel dopadajícího svazku paprsků θ_0 , intenzitě I_0 a vlnové délce λ odpovídající mezi-rovinné vzdálenosti d_0 . V případě zatížení silou F , viz obr. 5b, se mřížka zdeformuje a v daném směru se mezirovinná vzdálenost d zvětší, přičemž zde dochází zároveň ke změně Braggova úhlu θ [14]. Tedy pokud dojde ke změně vlnové délky záření, změní se úhel θ a naopak. Za předpokladu známé vlnové délky záření λ a úhlu θ , lze určit změnu velikosti d , ze které následně můžeme určit relativní prodloužení ϵ .

Dále lze využít lineární elastickou deformaci a za předpokladu dvouosé napjatosti vyjádřit požadované napětí pomocí mezi-rovinné vzdálenosti d_0 referenčního vzorku bez napětí, naměřené mezi-rovinné vzdálenosti d_ψ daného vzorku a úhlu natočení ψ , viz obr. 6.



Obr. 6 Zobrazení poměrné deformace určené pomocí úhlů Φ a ψ [14]

Pro stanovení napjatosti pomocí rentgenové difrakce se nejvíce používají metody využívající úhlů χ , ψ a ω (viz obr.7). Mezi tyto metody patří metoda χ a metoda ω . Dalším důležitým parametrem je osa rotace ϕ na základě, které se stanovuje orientace napětí při rotaci vzorku.



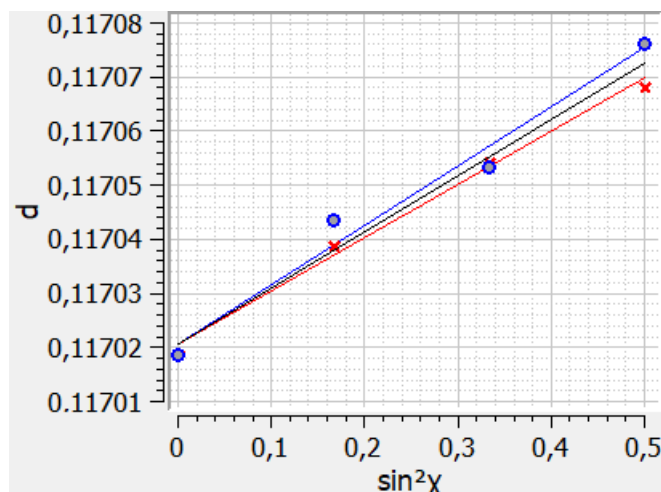
Obr. 7 Zobrazení důležitých úhlu goniometru v soustavě vzorku [14]

3.5.2 Metoda Chí χ (Psi ψ)

Pro výpočet mezi-rovinné vzdálenosti d_ψ se využívá metoda zvaná Chí χ , kde se mění úhel ψ , který svírá rentgenový paprsek s normálou plochy vzorku. Změnou tohoto úhlu se docílí měření mezirovinných vzdáleností zrn s jinou orientací. Poté lze určit napětí ve směru, ve kterém dochází ke změně úhlu ψ viz vztah (2) [14]

$$\sigma_\theta = \frac{E}{(1 + \nu)\sin^2\psi} \left(\frac{d_\psi - d_0}{d_0} \right). \quad (2)$$

Samotné měření spočívá v ozařování vzorku pod různými úhly Psi ψ . V každém náklonu se uloží a vyhodnotí difrakční obrazec (difrakční pík). Z polohy maxima píku se následně určí mezirovinná vzdálenost difrakční roviny hkl. Po dosažení d_ψ a samotné hodnotě úhlu ψ se podle rovnice (2) určí napětí ve směru osy θ . Tento postup se provede automaticky v programu přístroje pro všechny dříve zvolené úhly ψ (viz obr. 8). Volba úhlů je závislá na geometrii vzorku a přístroje, přičemž je vhodné dosáhnout co největších úhlů. Je dán nejmenší počet náklonů, a to tři, vzhledem k realizovatelnosti výpočtu. Přesnost takového měření je závislá na statistické kvalitě naměřených píků a počtu náklonů.



Obr. 8 Výsledný graf lineární závislosti d na $\sin^2 \psi$ při tahovém napětí

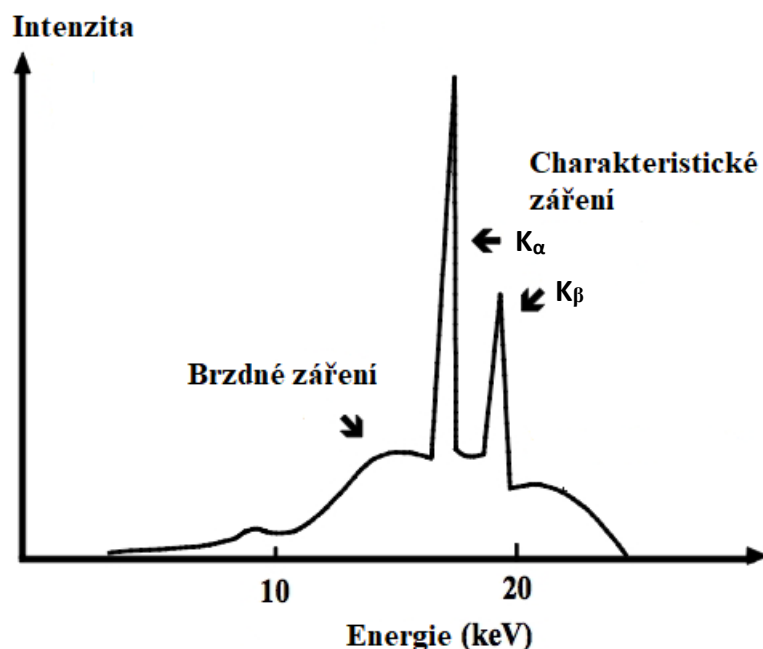
3.5.3 Metoda ω

Tato metoda využívá změnu úhlu ω , který leží ve stejné rovině jako difrakční úhel 2θ . Z tohoto úhlu lze odečíst i úhel ψ a díky jinému uspořádání oproti metodě χ lze dosáhnout lepší kvality difrakčního obrazce u vzorků s větší texturou povrchu v případě správné orientace vzorku.

3.5.4 Zdroj rentgenového záření

Jako zdroj rentgenového záření se pro napěťovou analýzu rentgenovou difrakcí používá rentgenka. Je to speciální elektronka s dvěma elektrodami zatavenými ve vakuové trubici. Jako katoda slouží wolframová spirála, která je zahřívána elektrickým proudem na vysokou teplotu, při které dochází k emisi elektronů. Tyto elektrony jsou urychlovány vysokým napětím na terčík anody z vhodného materiálu, kde dochází k excitaci a zpětné deexcitaci za vzniku charakteristického rentgenového záření zobrazeného na obr. 9. Pro terčík se nejčastěji používá jako materiál Cu, Mn, Cr, Co nebo Fe. Materiál terčíku určuje výslednou vlnovou délku rentgenova záření. [14]

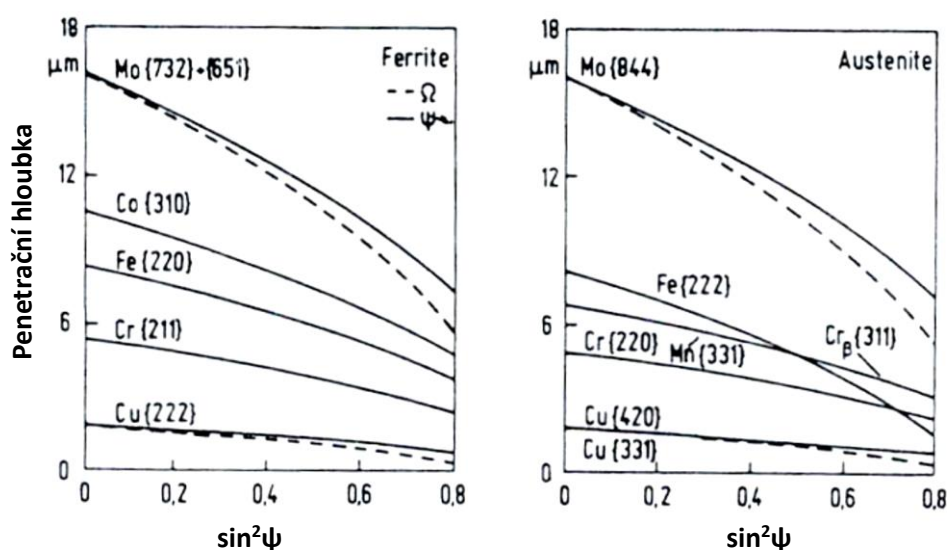
Při průchodu vysoce urychlených elektronů silným elektrickým polem v okolí terčíku dochází k vychýlení dráhy elektronu za vzniku brzdného záření, které se vyznačuje celým spektrem vlnových délek.



Obr. 9 Graf spektra RTG záření [19]

3.5.5 Penetrační hloubka

Většina difrakčních paprsků pochází z velmi slabé povrchové vrstvy, protože u celé řady kovových materiálů dochází ve větších hloubkách k silné absorpci rentgenového záření. Získaná informace tedy odpovídá pouze povrchové vrstvě ozařovaného materiálu. Penetrační hloubka proto závisí na koeficientu absorpce daného materiálu, rozměru rentgenového paprsku a na typu použitého rentgenového záření. Přesné stanovení je tudíž poměrně složité. Následující grafy na obr. 10 ukazují závislost penetrační hloubky pro fáze železa ferit a austenit při rozdílném úhlu $\sin^2\psi$ a použitém záření [14].



Obr. 10 Závislost penetrační hloubky na $\sin^2\psi$ [14]

3.5.6 Volba vhodné radiace

Zvolení správného druhu použité rentgenky má zásadní vliv na měření. Volba se odvíjí od tří důležitých parametrů, a to vlnové délky RTG záření, difrakčního úhlu a vhodné difrakční roviny.

Od vlnové délky se odvíjí celá řada parametrů jako je absorpce záření, hloubka vniku, úhel difrakce. Je nutné volit větší vlnové délky z důvodů menší energie záření, a tedy i menší vlastní fluorescence ozařovaného materiálu, která snižuje hloubku vniku. Například pro železo je lepší použít Cr rentgenku, protože má nižší energii než Cu.

Difrakční úhel tedy z Braggova zákona vychází z vlnové délky, kterou je nutné vybrat tak, aby byly difrakční úhly v praxi zachytitelné. Z důvodu geometrie difraktometru je proto vhodné volit co největší úhly θ . Například pro difrakci záření Cr pro železo na krystalografické rovině {220} má difrakční úhel 2θ hodnotu $156,4^\circ$.

Při výběru krystalografické roviny je nutné přihlížet na počet ekvivalentních rovin pro zaručení statistické rovnoměrnosti náhodného rozložení krystalů (zrn). Také je nutné zvážit jejich deformační mechanismy, tedy zda nepatří vybrané difrakční roviny do skluzových systémů dané krystalové mřížky, na kterých může docházet ke snadné relaxaci zbytkových napětí. Například pro Fe tj. mřížku BCC je to soubor rovin typu {110}, {112} a {123}.

Při zvážení opětovné reprodukovatelnosti a porovnatelnosti výsledků je nutné dodržet výše zmíněné parametry. Změna volby krystalografické roviny změní výsledek měření stejně tak i změna použitého záření. [14]

3.5.7 Technika

3.5.7.1 Laboratorní difraktometry:

Laboratorní systémy jsou velice výkonné, ovšem nepřenosné, používají se pouze v laboratořích a jejich využití v terénu je tedy nemožné. Na druhou stranu jsou schopny hodnotit jak zbytkové napětí, tak mřížkové parametry krystalických materiálů. Ukázka takového difraktometru je na obr. 11.



Obr. 11 Laboratorní difraktometr od fy. Oxford [20]

3.5.7.2 Mobilní difraktometry

Mobilní difraktometry jsou navrženy jen pro měření zbytkového napětí, a proto jsou mnohem menší a lehčí viz obr.12. Je možné je poměrně snadno přenášet do terénu, například k mostním konstrukcím a bez nutnosti oddělování vzorku stanovit zbytkové napětí. Dále jsou navrženy pro měření malých a hůře dostupných zakřivených míst, jako jsou například paty zubů ozubených kol.

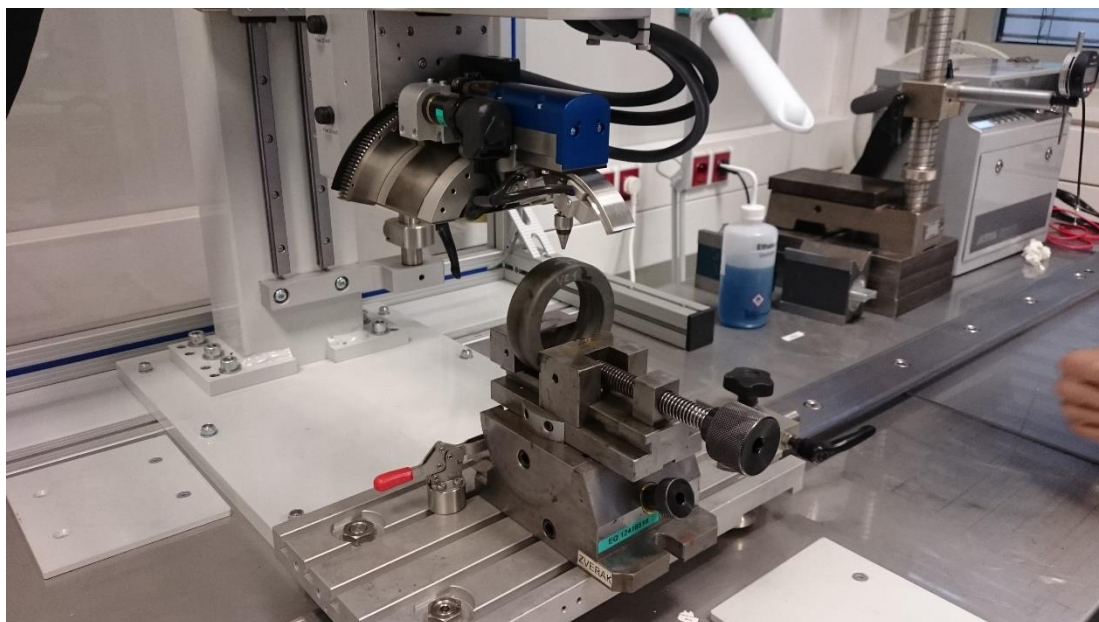


Obr. 12 Mobilní difraktometr Xstress Mini od fy. Stresstech [13]

3.5.8 Stanovení hloubkového profilu zbytkového napětí

Princip spočívá v hodnocení zbytkového napětí pomocí rentgenového difraktometru v různých hloubkách pod povrchem vzorku. Toho se docílí střídavým odleptáváním a měřením zbytkového napětí dané vrstvy materiálu (za předpokladu dostatečně masivního vzorku). Tedy nejdříve dochází k měření zbytkové napětí v požadovaném místě vzorku a poté se odleptá požadovaná vrstva materiálu, která se následně změří pomocí mikrometru.

Takto se opakovaně postupuje až do požadované hloubky. Následně lze získat závislost zbytkového napětí na hloubce pod povrchem měřeného vzorku. Ukázku leptacího stanoviště lze vidět na obr. 13. Leptáním dochází k částečnému porušení vzorku v místě pozorování, ale při vhodné volbě tohoto místa nemusí dojít k poškození dílu a tuto metodu je možné použít jako semidestruktivní.



Obr. 13 Ukázka stanoviště analýzy XRD

3.5.8.1 Leptání

Způsob odstraňování vrstev materiálu na povrchu vzorku je dán normou ISO EN 15305-2008. Tato norma dovoluje používat pouze chemické nebo elektrolytické leptání/leštění, které neovlivňuje zbytkové napětí vzorku měřeného pomocí rentgenové difraktometrie.

Zkoumané místo, na které dopadá rentgenový paprsek při měření, je závislé na použité koncovce, tedy je to oblast v řádu milimetrů, není proto třeba leptat celý povrch vzorku, ale jen

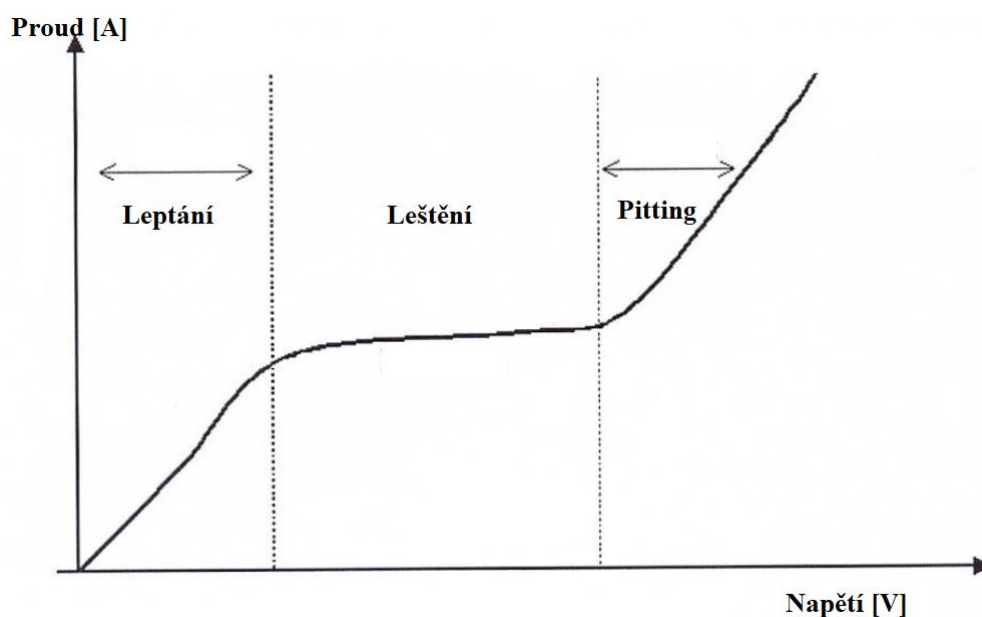
malou část. Proto se pro tato měření používají mobilní elektrolytické leptací přístroje, které leptají pouze dále měřenou oblast o průměru 5-10 mm v závislosti na použitém adaptéru.

Leptání probíhá elektrolyticky pomocí elektrolytu, který je čerpán na vzorek při současném udržení elektrického oblouku mezi elektrolytem a vzorkem. Touto reakcí dochází k úběru materiálu podle Faradayova zákona:

$$\Delta m = k \cdot I \cdot t, \quad (3)$$

kde Δm je hmotností úbytek materiálu přímo úměrný protékajícímu elektrickému proudu I , času t a materiálové konstantě k .

Pro dodržení podmínek elektrolytického leptání je nutné zajistit konstantní hodnotu napětí a proudu. Při nedodržení těchto parametrů může docházet k nechtěnému pittingu a nerovnoměrnému leptání, kterým dochází k poškození povrchu vzorku. Průběh elektrolytického leštění a leptání je zobrazen v grafu závislosti proudu na napětí obr. 14.

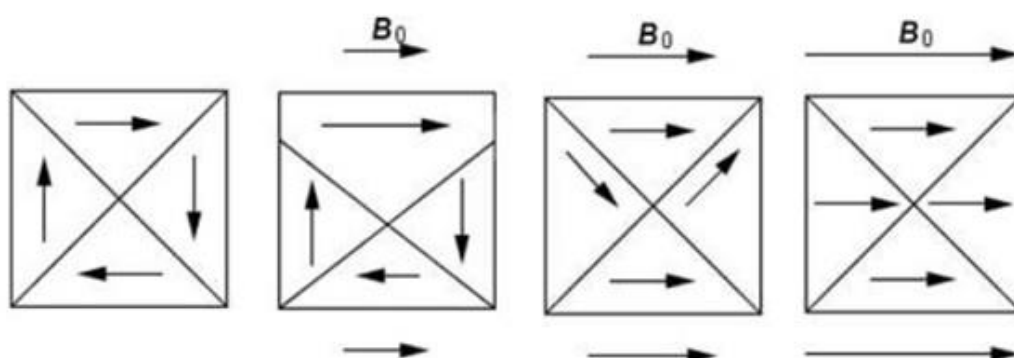


Obr. 14 Graf závislosti proudu na napětí pro elektrolytické leptání [14]

3.6 Analýza Barkhausenova šumu

Tato metoda využívá magnetické odezvy feromagnetických materiálů ve střídavém magnetickém poli, při kterém se objevuje tzv. Barkhausenův šum. Tento jev vzniká nespojitými přeskoky magnetických doménových stěn uvnitř krystalu ve střídavém magnetickém poli. Je to metoda nedestruktivní, velice rychlá a vhodná pro kontrolu strukturních nebo napěťových změn ocelových dílů [15].

Principem této metody je využití nespojitých přeskoků doménových stěn při magnetizaci. Při umístění feromagnetického materiálu do magnetického pole H dojde k pohybu doménových stěn ve směru magnetického pole a následné magnetické indukci B_0 viz obr. 15.

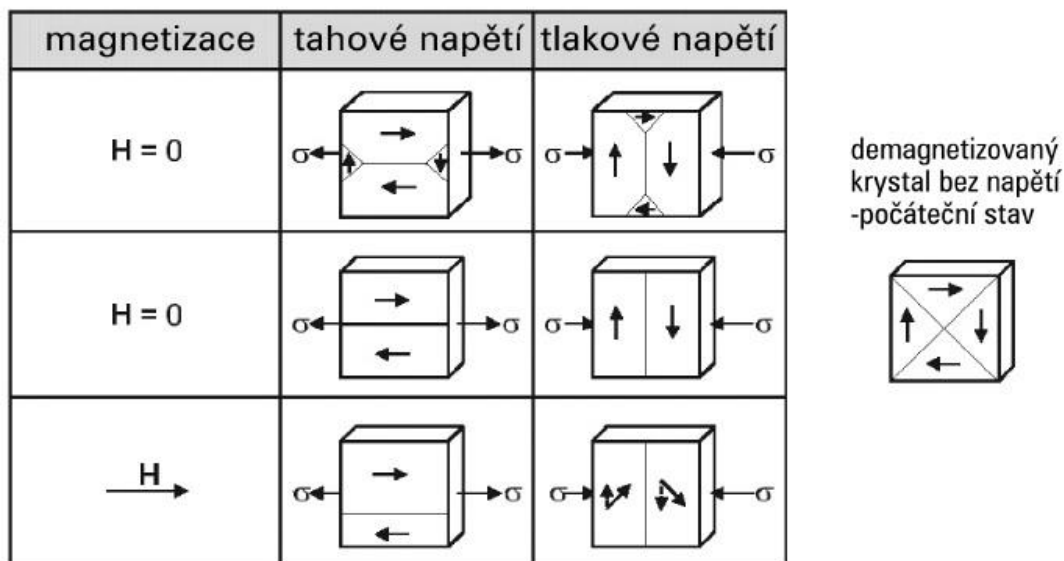


Obr. 15 Proces magnetizace domén v magnetickém poli [15]

Jak z obrázku plyne, tak pokud je intenzita magnetického pole dostatečně velká dojde k přeskoku opačně orientovaných domén ve směru pole.

Při umístění vzorku do střídavého magnetického pole dojde k opětovným změnám magnetického momentu uvnitř zrna. Tyto opětovně nespojitě skoky se projevují jako Barkhausenův šum. Pohyby doménových stěn jsou ovlivněny závěrnými doménami nacházející se nejbližší hranic zrn a dále jsou pak silně omezeny přítomností dislokací. Pohyblivost domén je tedy závislá na struktuře materiálu, jejímž znakem je tvrdost. Tvrdost materiálu je do značné míry ovlivněna počtem dislokací a velikostí hranice zrn. Proto při měření vzorku s vyšší tvrdostí dochází, z důvodu horší pohyblivosti doménových stěn, k útlumu amplitudy Barkhausenova šumu.

K ovlivnění velikosti magnetizace dochází také vlivem přítomnosti zbytkových napětí, které v závislosti na směru zatížení ovlivňují pohyb doménových stěn. Při tahovém zbytkovém napětí dochází k růstu domén ve směru napětí a při tlakovém napětí se zvětšují domény s magnetickým momentem kolmým na směr zatěžování viz obr. 16.



Obr. 16 Změny magnetických domén při zatížení [15]

V případě umístění zatíženého vzorku do magnetického pole dojde při namáhání tahem ke zvýšení amplitudy Barkhausenova šumu a při tlakovém napětí dojde k její snížení.

Na základě těchto vlastností je metoda analýzy Barkhausenova šumu poměrně spolehlivým ukazatelem změny struktury a napětí materiálu v průběhu výroby. Využívá se především pro kontrolu brusných spálenin, kvality svařování nebo strukturní změny po kalení.

3.7 Koncept SERS (Sum Of Effective Residual Stresses)

Pro kontrolu dílu při výrobě je z hlediska ztrát nutné použít metody, které žádným způsobem nepoškodí daný výrobek. To je v celé řadě případů velice komplikované. Jako nejvhodnější nedestruktivní metody se jeví mikro-magnetické analýzy nebo měření pomocí rentgenové difrakce. Výhodami magnetických metod je jejich rychlost a hloubka vniku a z ní plynoucí velikost analyzované oblasti, stejně tak jejich vysoká citlivost na strukturu a zbytkové napětí.

V poslední době je poměrně rozšířená metoda analýzy Barkhausenova šumu, která je poměrně uživatelsky přívětivá a rychlá. Jako nevýhodu je možné brát fakt, že výstupem této metody je parametr, který se musí porovnat s etalonem. Stanovit hraniční hodnotu pro vyřazení je tedy občas obtížné. Pro tyto případy se uvažuje právě koncept vážené sumy zbytkových napětí stanovený na základě výsledků rentgenové difrakce. Podstatou je objasnit napěťové chování

povrchových vrstev po kritických finálních výrobních operacích jako je teplené zpracování nebo broušení.

Koncept SERS spočívá v různé absorpční hloubce používaných metod měření, jako je rentgenová difrakce a Barkhausenův šum [16]. S touto penetrační hloubkou úzce souvisí i velikost analyzované oblasti měnící se s hloubkou pod povrchem materiálu. Důležitým bodem je tedy obsáhnout při měření celou oblast, kde může docházet k negativním vlivům. Nejčastěji to jsou obrobené vrstvy, kde se zbytkové napětí pohybuje v tahových hodnotách. Tahové zbytkové napětí se negativně podílí na únavě konkrétních dílů v náročných podmínkách jako je tomu např. u ložisek či ozubených kol.

Suma SERS tedy vychází z hloubky penetrace Barkhausenova signálu v materiálu, v závislosti na jeho elektricko-magnetických vlastnostech jako je permeabilita μ , konduktivita σ , frekvence f a hloubka pod povrchem δ . Hloubka vniku je charakterizována rovnicí (3):

$$\delta = \frac{1}{\sqrt{\pi\mu\sigma f}}. \quad (3)$$

Dále v materiálu dochází k útlumu Barkhausenova signálu v závislosti na zvoleném frekvenčním pásmu ($f_1 - f_2$), na vzdálenosti od povrchu x , a to podle rovnice (4):

$$D_{(x)} = \frac{\int_{f_1}^{f_2} g(f) \exp[-Ax\sqrt{f}] df}{\int_{f_1}^{f_2} g(f) df}, \quad (4)$$

kde $g(f)$ odpovídá způsobu změny amplitudy na frekvenci, $A = \sqrt{\pi\mu/\rho}$

Při uvážení náhodného spojitého šumu se hodnota funkce $g(f)=1$ a celá rovnice se výrazně zjednoduší:

$$D_{(x)} = \frac{\int_{f_1}^{f_2} \exp[-Ax\sqrt{f}] df}{\int_{f_1}^{f_2} df}. \quad (5)$$

Pokud chceme experimentálně porovnat Barkhausenův signál pouze s hloubkovým profilem zbytkového napětí ve vzorku, lze tuto rovnici zjednodušit pouze na konstantu A zahrnující materiálové charakteristiky a po ponechání pouze jedné budící frekvence je útlum roven exponenciálnímu poklesu vzdálenosti x od povrchu ku penetrační hloubce δ :

$$U = A \cdot \exp\left(-\frac{x}{\delta}\right). \quad (6)$$

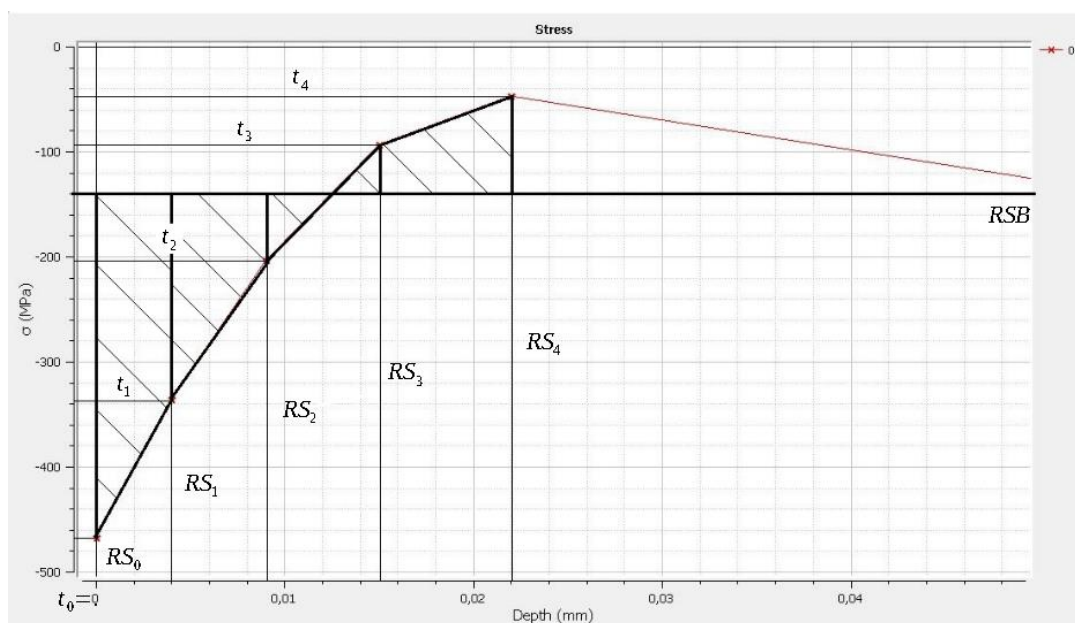
V případě použití této rovnice útlumu (5), by bylo nutné ověřit hodnoty dílčích parametrů, pro různé materiály. Proto byl učiněn pokus zjednodušit tuto rovnici pouze na funkci exponenciální závislosti útlumu v hloubce x , při zvažení hloubky vniku δ :

$$F = \exp\left(-\frac{x}{\delta}\right). \quad (7)$$

Na základě dříve provedených experimentů, lze vypočítat hloubku vrstvy, ve které dochází k největší změně napětového pole, způsobené nerovnoměrnou plastickou deformací. Hloubka takovéto vrstvy odpovídá zhruba $20\mu\text{m}$. Při snaze kvantifikovat závislost zbytkového napětí na amplitudě Barkhausenova šumu byla sestavena vážená suma efektivních zbytkových napětí, kdy přírůstek zbytkového napětí je úměrný funkci útlumu F v dané hloubce x .

$$SERS = \sum_{i=1}^n F_i \left(\frac{RS_i + RS_{i-1}}{2} - RS_B \right) (t_i - t_{i-1}), \quad (7)$$

kde lze použít pouze hodnoty změřené pomocí experimentu rentgenovou difrakcí.



Obr. 17 Grafické zobrazení výpočtu SERS

Hlavní myšlenkou je tedy porovnat integritu povrchových vrstev v podobě zbytkového napětí v různých částech výroby s analýzou Barkhausenova šumu v podobě vážené sumy SERS, která v sobě zohledňuje různou hloubku vniku obou metod. Suma SERS tedy odpovídá přibližně obsahu ploch zobrazených na obr. 17.

4 Experimentální část diplomové práce

Experiment se skládá z analýzy vzorků z běžné produkce, a to v různých fázích výroby jako je tepelné zpracování, frézování, tvrdé soustružení a broušení. Při výběru vzorků byl brán ohled na součásti, které jsou odebrány přímo z procesu výroby, a reprezentují tedy kritické vlastnosti integrity povrchu vyskytující se v běžné praxi.

4.1 Experimentální materiál

Vzorky jsou vyrobeny ze čtyř tříd vysokopevnostních ocelí používaných na vysoce namáhané součásti, kde je požadována nejlepší možná kvalita povrchu a s ní úzce související dlouhá životnost. Byla vybrána ložisková ocel 100Cr6, cementační ocel 16MnCr5, nitridační ocel 14 340 a nástrojová ocel 19 313. Chemické složení všech materiálů bylo provedeno pomocí opticko-emisního spektrometru Oxford FOUNDRY-MASTER.

Každý materiál je reprezentován součástí s jiným tvarem, přičemž převažují vzorky ve tvaru kroužků, především vnitřních nebo vnějších ložiskových kroužků, ale také kroužky zdvihátek ventilů. Mezi zkoumanými díly jsou i ozubená kola po cementaci.

4.1.1 Ložisková ocel

Vzorky kroužků zdvihátek vyrobené z ložiskové oceli převážně 100Cr6, které jsou po kalení a následném popuštění. Kroužky pocházejí z velkosériové výroby s následným broušením. Hodnocení integrity povrchu bylo provedeno na celkem 4 vzorcích s různým stupněm poškození pojmenované A1, A2, A3, A4. Před provedením všech pozorování bylo ověřeno chemické složení pomocí optické emise a je uvedeno v tabulce č.1:

Tabulka 1 Chemické složení oceli 100Cr6

[hm. %]	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Cu	Al	Mo	V
Měření	0,99	0,27	0,39	0,013	0,004	1,41	0,02	0,04	0,031	0,001	0,006
	0,90-	0,15-	0,30-	max	max	1,30-	max	max			
Norma	1,10	0,35	0,50	0,027	0,030	1,65	0,30	0,25	-	-	-

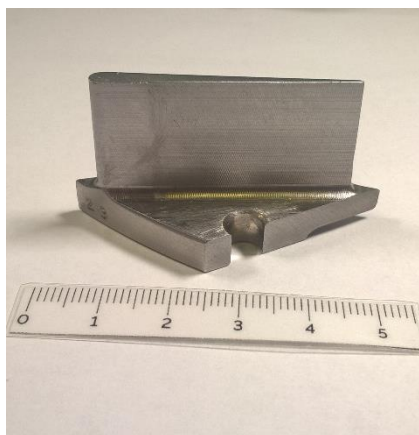
Chemické složení tedy dobře odpovídá normě včetně nízkého obsahu nežádoucích prvků jako je P, S a Cu.

4.1.2 Nitridační ocel

Nitridovanými vzorky byly 2 lopatky difuzoru čerpadla z materiálu podle chemického složení nejbližší martenzitické korozivzdorné oceli X15Cr13 viz tabulka 2:

Tabulka 2 Chemické složení DIN X15Cr13

[hm. %]	C	Si	Mn	Cr	Ni	Cu	Co	P	S
Měření	0,14	0,51	0,37	12,7	0,07	0,02	0,014	0,011	0,003
Norma	0,12 - 0,17	max 1	max 1	12,5 - 13,5	-	-	-	-	-



Obr. 18 Vzorek B1 (vlevo) a vzorek B2 (vpravo)

První vzorek pojmenovaný B1 nebyl nitridován a byl ve stavu po obrábění. Druhý vzorek pojmenovaný B2 byl nitridován (viz obr. 18).

Dalšími vzorky byly 2 kroužky vyrobené z nitridační oceli 14 340 a v obou případech zakaleny a popuštěny. Vzorek pojmenovaný B3 byl poté soustružen a vzorek B4 broušen. Chemické složení je zobrazeno v tabulce 3:

Tabulka 3 Chemické složení oceli 14 340

[hm. %]	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni	Al	Co	Cu	Ti	V
Měření	0,36	0,35	0,73	0,013	0,014	1,55	0,009	0,03	1,07	0,003	0,004	0,004	0,006
Norma	0,28	0,17											
	-	-	0,5 -	max	max	1,3 -			0,9 -				
	0,38	0,37	0,9	0,035	0,035	1,9	-	-	1,3	-	-	-	-

4.1.3 Cementační ocel

Pro tento druh ocelí byla zvolena ozubená kola po cementaci s následným broušením. Z analyzovaných kol byl vyříznut metalografickou pilou vždy jeden zub a ten dále zkoumán (viz obr. 19). V tomto případě byla použita ocel 21MnCr5. Vzorky nesou označení C1 a C2. Chemické složení s nízkým obsahem nečistot je uvedeno v tabulce 4.

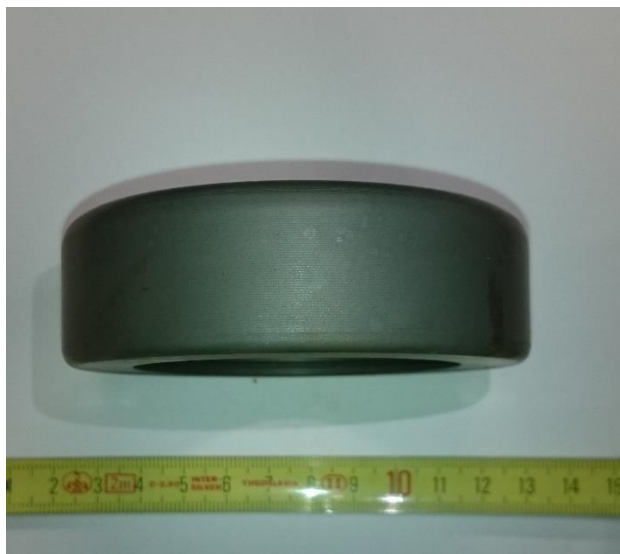


Obr. 19 Zobrazení typu vzorků C1 a C2

Tabulka 4 Chemické složení oceli 21MnCr5

[hm. %]	C	Mn	Si	P	S	Cr	Ni	Mo	Al	Cu
Měření	0,21	1,26	0,25	0,014	0,019	1,27	0,02	0,02	0,034	0,03
Norma	0,18 - 0,24	1,1 - 1,4	0,15 – 0,35	max 0,03	max 0,03	1,0 - 1,3	-	-	0,015 - 0,05	-

Dalším vzorkem s označením C3 je ložiskový kroužek po cementaci, který nebyl žádným způsobem obroben viz obr. 20. Je vyroben z cementační oceli 16MnCr5 a nebylo zde provedeno ověření chemického složení, ale vzhledem k tomu, že kus pochází z velkosériové výroby neměl by zde být problém se záměnou materiálu. Tento vzorek byl vybrán pro ověření napětového stavu dílu po tepelném zpracování s následným popuštěním.



Obr. 20 Zobrazení vzorku C3

4.1.4 Nástrojová ocel

Vzorky vyrobené z nástrojové oceli 19 313 a 19 573 jsou soustružené a broušené kroužky s předchozím kalením a popuštěním. Vzorek D1 z oceli 19 313 po tvrdém soustružení a vzorek D2 ze stejného materiálu je broušený. Kroužek D3 je z oceli 19 573 a je ve stavu po tvrdém soustružení a vzorek D4 ze stejného materiálu je po procesu broušení. Na vzorku D2 a D4 bylo znovu provedeno ověření chemického složení pomocí opticko-emisní spektrometrie, které je uvedeno v tabulce 5:

Tabulka 5 Chemické složení oceli 19 313 a 19 573

[hm. %]	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni	Al	Co	Cu	V	W
Měření													
19 313	0,9	0,32	2	0,019	0,006	0,34	0,011	0,03	0,023	0,004	0,035	0,09	-
Norma		0,15											
	0,8-	-	1,75			0,2 -		max				0,1 -	
	0,9	0,35	- 2,1	-	-	0,4	-	0,35	-	-	-	0,2	-
Měření													
19 573	1,49	0,26	0,39	0,026	0,001	11,8	0,92	0,13	0,008	0,02	0,07	0,93	0,12
Norma		0,20				11,0							
	1,4 -	-	0,20-	max	max	-	0,6 -					0,8 -	
	1,65	0,45	0,45	0,03	0,035	12,5	0,95	-	-	-	-	1,2	-

4.2 Použité přístroje

Pro měření byly použity přístroje od výrobce Stresstech Rollscan 300 a novější verze Rollscan 350 v kombinaci s ručním univerzálním snímačem SN6248 a ručním zubovým snímačem S1-18-12-01. Data byla pomocí softwaru Viewscan.

Hodnocení zbytkového napětí proběhlo na rentgenovém difraktometru Stresstech Xstress 3000 a goniometru G2R. Hodnocení zbytkového napětí probíhalo ve směru obrábění pomocí metody $\sin\psi^2$. Bylo použito charakteristické záření chromové rentgenky o vlnové délce 2,2897 Å.

4.3 Experimentální metodiky

Chemické složení všech materiálů bylo provedeno pomocí opticko-emisního spektrometru Oxford FOUNDRY-MASTER.

Dále byly vzorky analyzovány Barkhausenovým analyzátozem Rollscan 300. Měření bylo provedeno na povrchu každého vzorku a vyhodnoceno hodnotou magneto-elastického parametru MP, který je stanoven na základě integrální hodnoty amplitudy Barkhausenova šumu.

Dalším měřeným parametrem byl hloubkový profil zbytkového napětí stanovený pomocí rentgenové difrakce na přístroji Stresstech Xstress 3000 G2R. Pro měření bylo použito záření chromové rentgenky o vlnové délce 2,2897 Å při parametrech $U = 30$ kV a $I = 9$ mA.

Pro stanovení hloubkového profilu byla použita teoretická řada vzdáleností pod povrchem: 5, 10, 20, 50, 100, 200 μm. Leptání bylo provedeno na elektrolytickém leptacím zařízení ATM Kristall 650. Tato řada má zachytit průběh zbytkových napětí po broušení a tepelném zpracování, kde nejvyšší hodnoty se nejčastěji nacházejí okolo 20 μm pod broušeným povrchem [17]. Tato řada je pouze orientační, protože s ohledem na způsob provedení hloubkového profilu zbytkového napětí nelze zajistit přesnost v řádu μm. Leptání je elektro-chemický proces, který je ovlivněn chemickým složením, ale i například vnitřním napětím, proto nelze předem odhadnout přesnou hloubku leptání. Vzhledem k tvaru jednotlivých vzorků nebylo možné zajistit měření více směrů napětí pro všechny vzorky, ale vždy bylo provedeno měření ve směru obrábění, pokud bylo realizováno.

5 Výsledky experimentů

5.1 Metoda Barkhausenova šumu

Data jsou vyhodnocena pomocí grafu závislosti hodnoty MP na místě měření, které je závislé na geometrii a tvaru vzorku. Pro všechna měření byla použita magnetizace o frekvenci 125 Hz, která je běžně používána pro kalené nebo jinak zpevněné materiály s vyšší tvrdostí povrchu. Další parametry jsou uvedeny u každé sady materiálu zvlášť.

5.1.1 Ložisková ocel

Měření probíhalo univerzálním snímačem v tangenciálním směru (ve směru broušení) na jednom místě v polovině délky kroužku viz obr. 21.



Obr. 21 Zobrazení směru a místa měření

Parametry měření

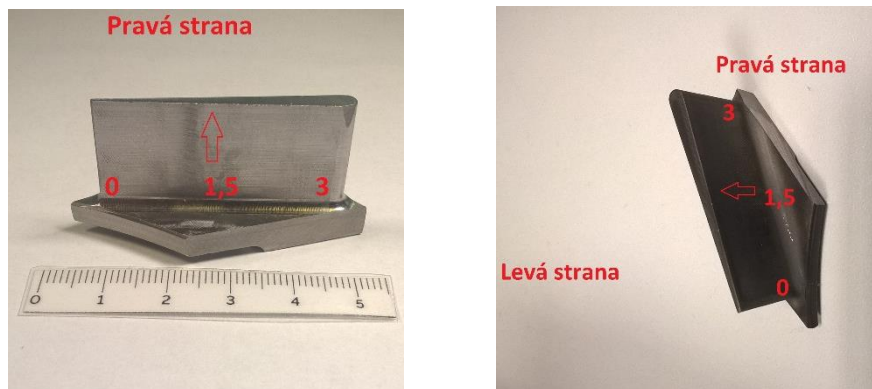
Magnetizační napětí	5 V
Magnetizační frekvence	125 Hz
Snímač	Univerzální (S1-18-12-01)
Použitý filtr	70–200 kHz

Tabulka 6 Výsledky BNA ložiskové oceli

Vzorek	Hodnoty MP tang. [-]
A1	35
A2	62
A3	40
A4	57

5.1.2 Nitridační ocel

Lopatky difuzoru, vzorky B1 a B2, byly analyzovány zubovým snímačem na třech místech označených 0; 1,5 a 3 ve směru znázorněném na obr. 22. Analyzována byla levá i pravá strana lopatky a výsledky byly použito pro stanovení nejvhodnějšího místa pro měření zbytkového napětí pomocí XRD.

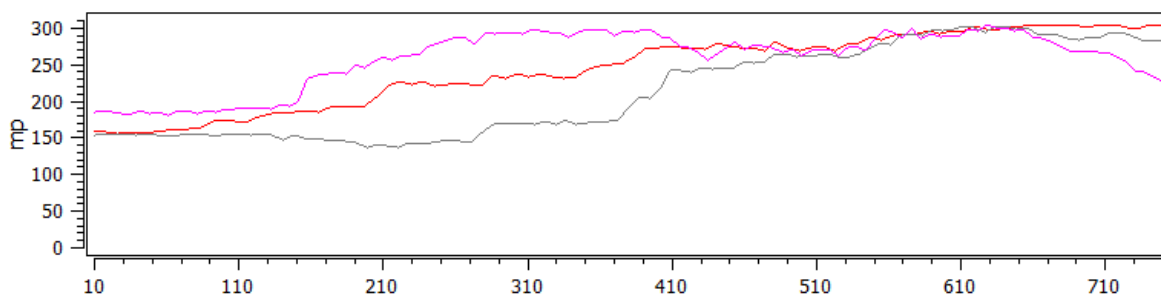


Obr. 22 Zobrazení měřených míst vzorku B1 (vlevo) a B2 (vpravo)

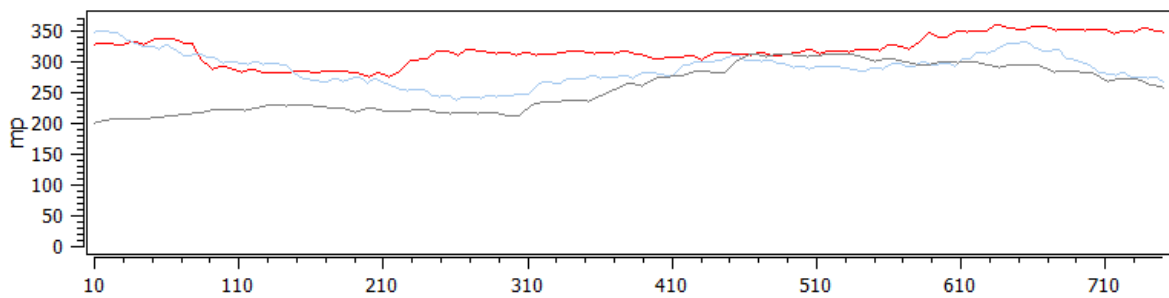
Parametry měření

Magnetizační napětí	4 V
Magnetizační frekvence	125 Hz
Snímač	Zubový odpružený (S1-164-15-04)
Použitý filtr	70–200 kHz

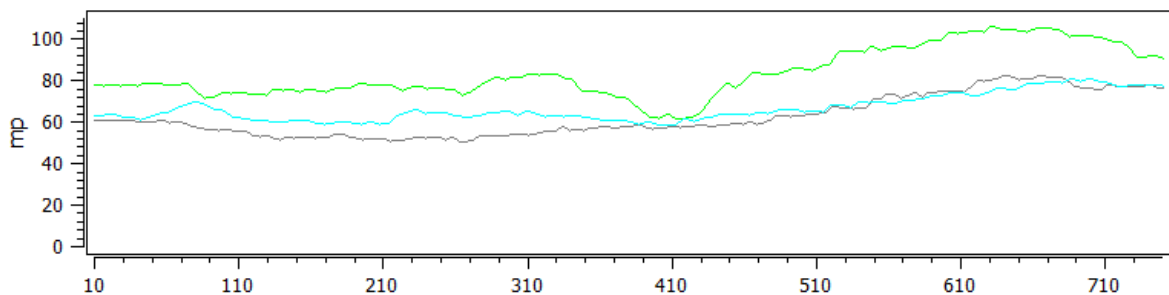
Hodnoty MP jsou vyneseny do grafu na obr. 23. – 26. v závislosti na poloze od tělesa difusoru ve třech liniích šířky lopatky a to 0; 1,5 a 3 cm



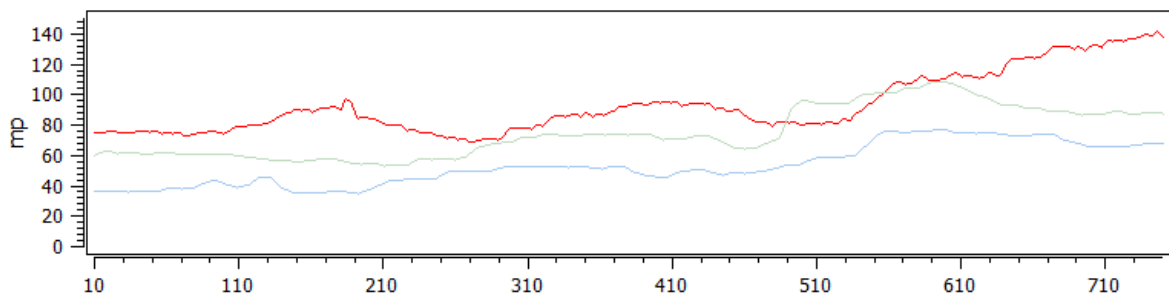
Obr. 23 Výsledný graf pro vzorek B1 levá strana



Obr. 24 Výsledný graf pro vzorek B1 pravá strana



Obr. 25 Výsledný graf pro vzorek B2 levá strana



Obr. 26 Výsledný graf pro vzorek B2 pravá strana

Z grafů je patrný velký rozdíl hodnot MP před nitridací a po obrábění, liší se až trojnásobně.

Měření pro vzorky B3 a B4 bylo provedeno ručně bez použití softwaru Viewscan a nebylo tedy exportováno do aplikace. Výsledky byly vyhodnoceny ve dvou směrech a to ve směru obrábění a směru kolmém na obrábění. Výsledné hodnoty každého vzorku odpovídají maximálním hodnotám v každém měřeném směru a jsou uvedeny v tabulce 7.

Parametry měření

Rollscan 350

Magnetizační napětí	15 V
Magnetizační frekvence	125 Hz
Snímač	Univerzální (SN6248)
Použitý filtr	70–200 kHz

Tabulka 7 Výsledné hodnoty MP pro vzorky B3 a B4

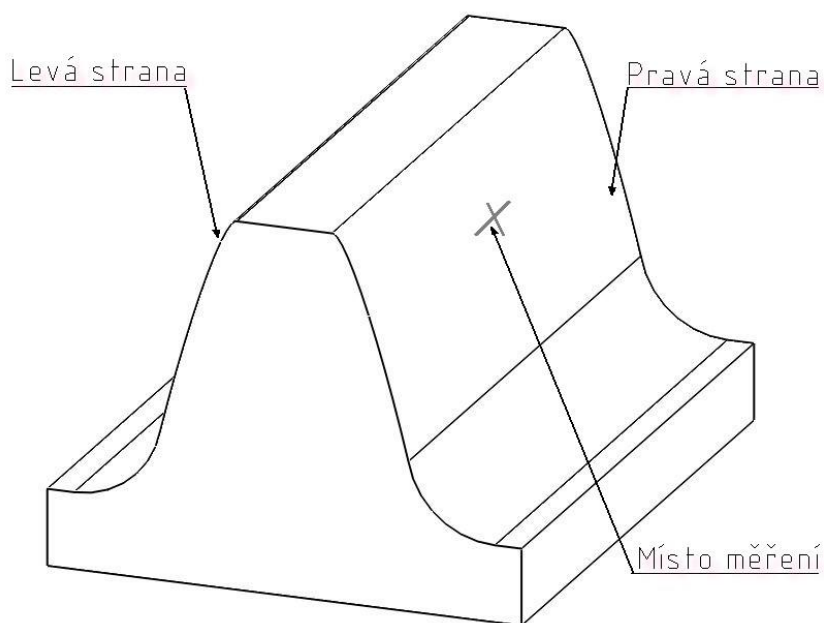
Vzorek	Hodnoty MP v kolmém směru	Hodnoty MP ve směru obrábění
B3	92	420
B4	117	206

5.1.3 Cementační ocel

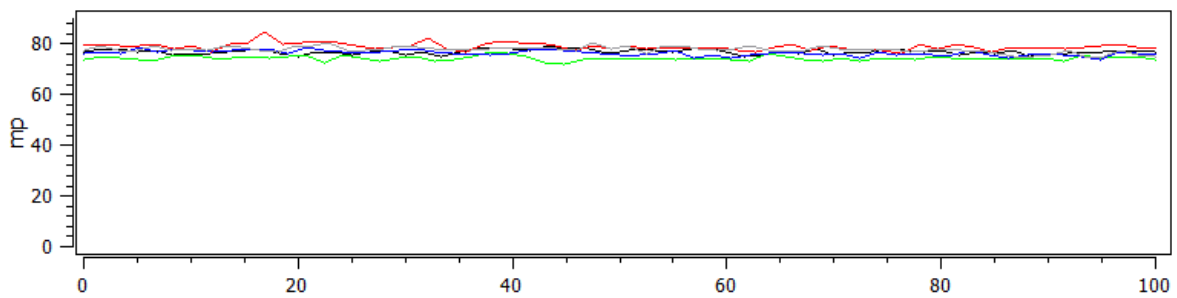
Vzorky C1 a C2 byly analyzovány metodou Barkhausenova šumu po oddělení metalografickou pilou a následně změřeny na obou broušených stranách (viz obr. 27). Každé místo měření bylo vybráno s ohledem na pozdější měření zbytkového napětí. Výsledné hodnoty jsou průměrem ze čtyř měření ve směru broušení. Grafy z měření BN jsou zobrazeny na obr. 28. – 31.

Parametry měření C1 a C2

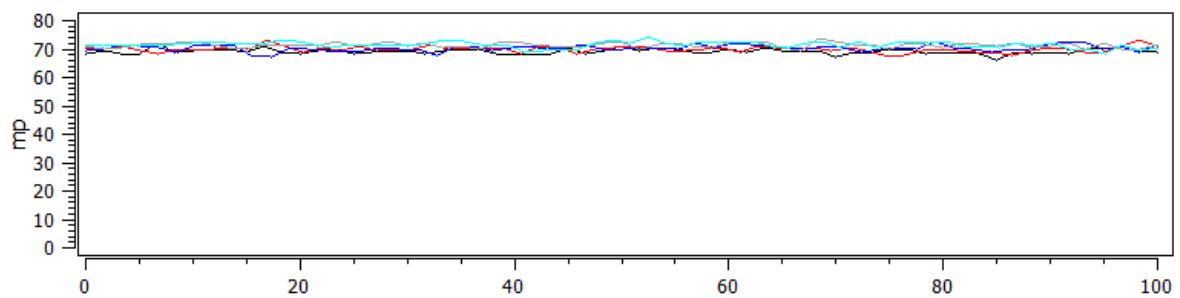
Magnetizační napětí	15 V
Magnetizační frekvence	225 Hz
Snímač	Univerzální (S1-18-12-01)
Použitý filtr	70–200 kHz



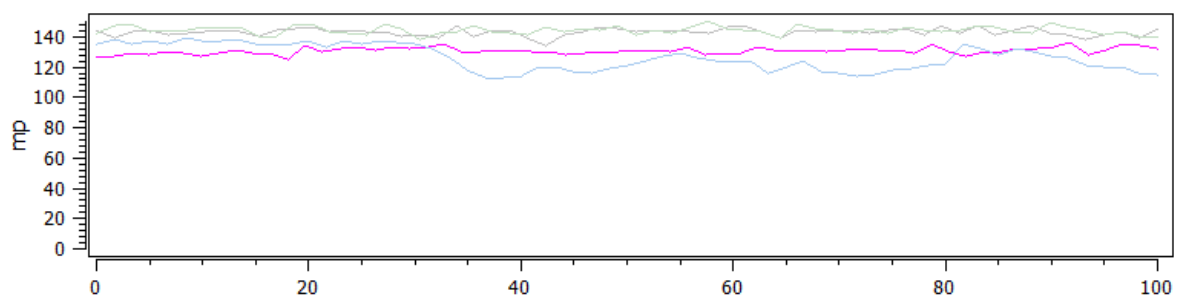
Obr. 27 Ilustrace značení vzorků C1 a C2



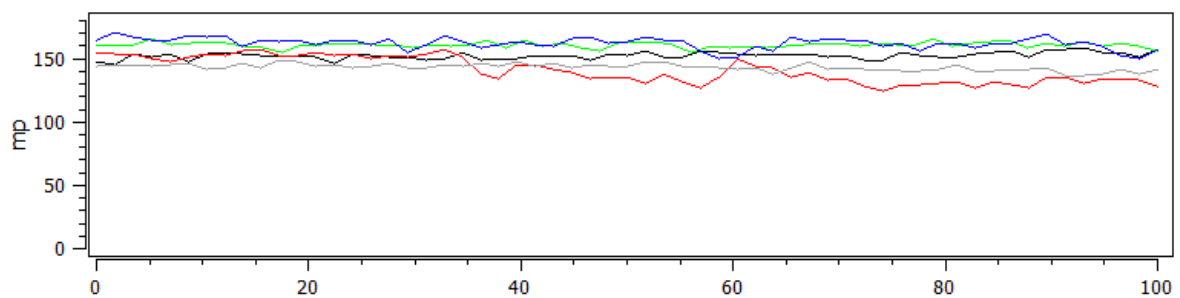
Obr. 28 Výsledný graf MP pro vzorek C1 levá strana



Obr. 29 Výsledný graf MP pro vzorek C1 pravá strana

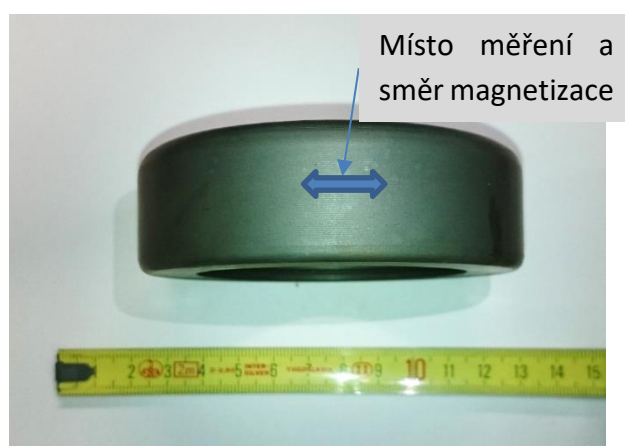


Obr. 30 Výsledný graf MP pro vzorek C2 levá strana



Obr. 31 Výsledný graf MP pro vzorek C2 pravá strana

Vzorek C3 byl měřen bez následného obrobení po tepelném zpracování v náhodném místě po obvodu uprostřed šířky viz obr. 32. Směr magnetizace byl zvolen pouze tangenciální. Výsledné hodnoty MP jsou zobrazeny v tabulce 8.



Obr.32 Zobrazení místa a směru magnetizace

Parametry měření C3

Magnetizační napětí	7,5 V
Magnetizační frekvence	125 Hz
Snímač	Univerzální (S1-18-12-01)
Použitý filtr	70–200 kHz

Tabulka 8 Výsledné hodnoty MP pro cementační ocel

Vzorek	Hodnoty MP
C1 – levá	77
C1 – pravá	70
C2 – levá	136
C2 – pravá	152
C3	66

5.1.4 Nástrojová ocel

Kroužky D1, D2, D3 a D4 byly měřeny ručně bez použití softwaru pro export dat. Ručním snímáním byla vybrána nejvyšší hodnota magneto-elastického parametru MP.

Parametry měření

Rollscan 350

Magnetizační napětí	15 V
Magnetizační frekvence	125 Hz
Snímač	Univerzální (SN6248)
Použitý filtr	70–200 kHz

Všechna měření byla provedena ve dvou směrech, a to ve směru obrábění a ve směru kolmém na směr obrábění. Výsledky měření jsou uvedeny pro všechny vzorky v tabulce 9.

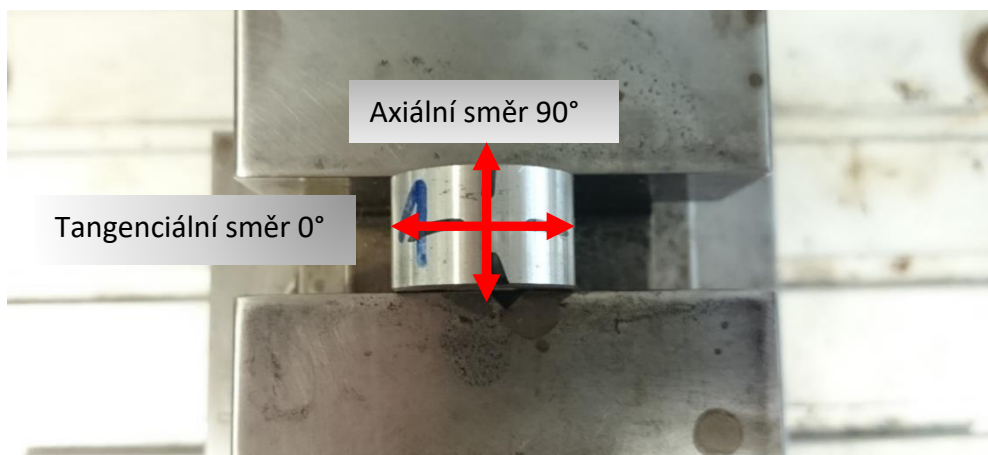
Tabulka 9 Výsledné hodnoty MP pro nástrojové oceli

Vzorek	Hodnoty MP kolmo na směr obrábění	Hodnoty MP ve směru obrábění
D1	45	210
D2	123	210
D3	17	270
D4	24	85

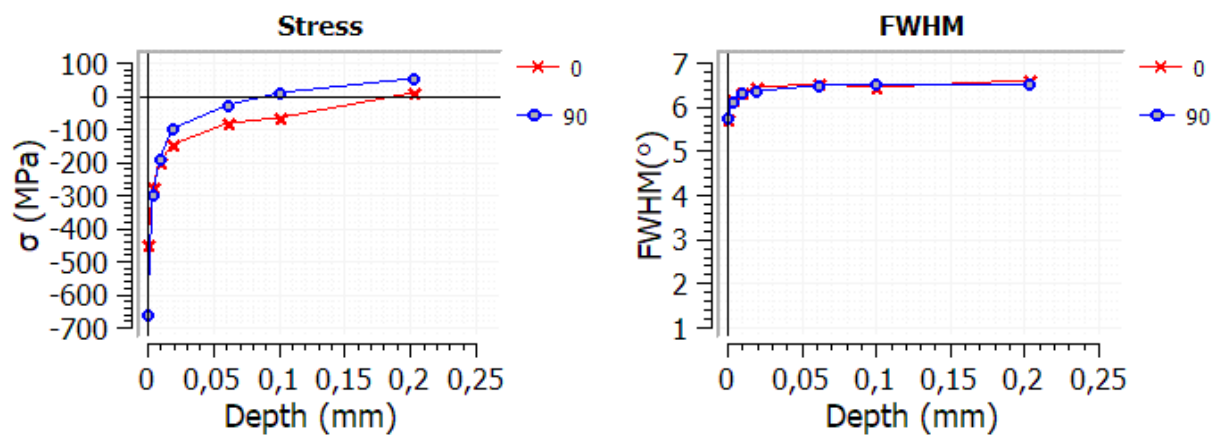
5.2 Difraktometrické měření zbytkového napětí

5.2.1 Ložisková ocel

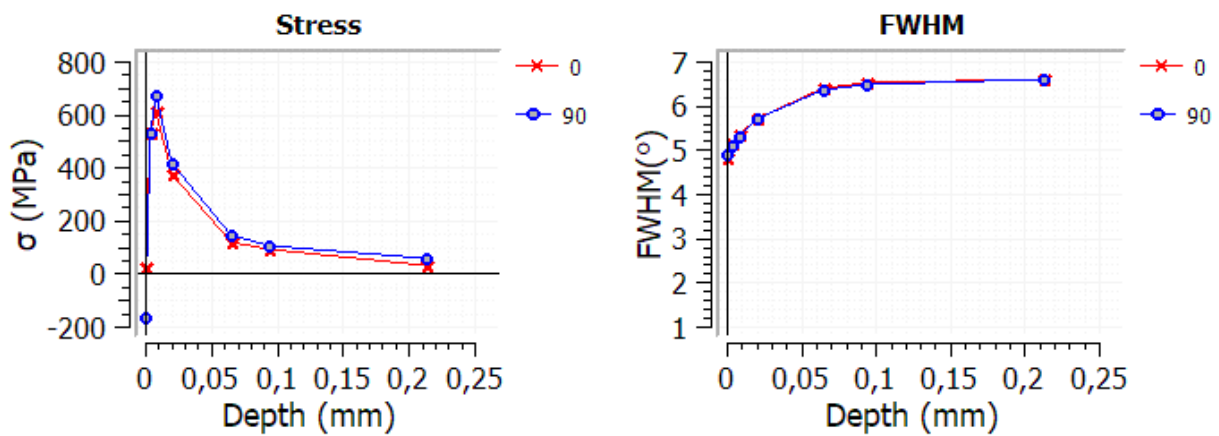
Měření zbytkového napětí na vzorcích A1, A2, A3 a A4 bylo provedeno ve dvou směrech (viz. obr 33) na místech předem analyzovaných metodou BNA, při použití 2 mm kolimátoru a expozičním čase 15 s. Napětí bylo určeno na základě 7 různých úhlů ψ v rozmezí $\pm 45^\circ$. Výsledky jsou zobrazeny na obr. 34 – 37.



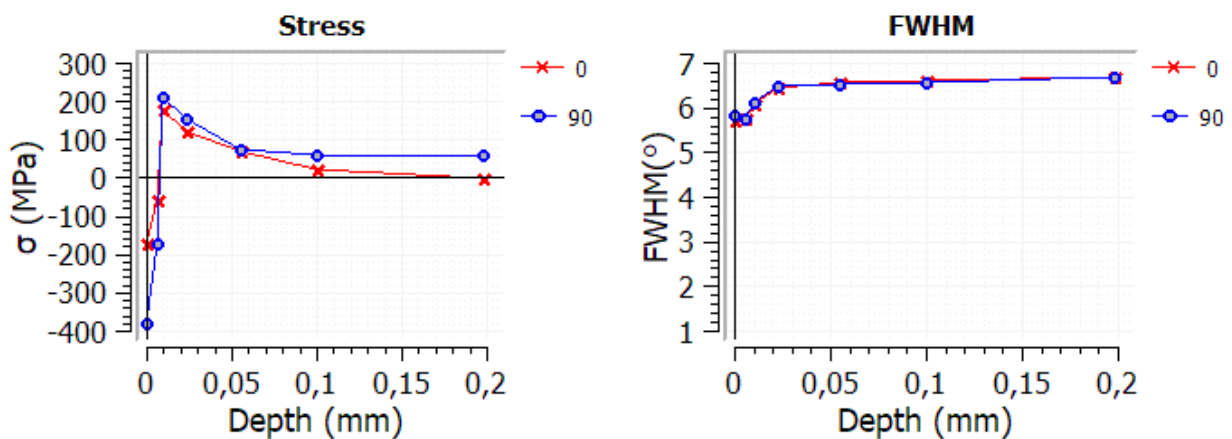
Obr. 33 Zobrazení upevnění vzorku spolu s vyznačenými směry měření



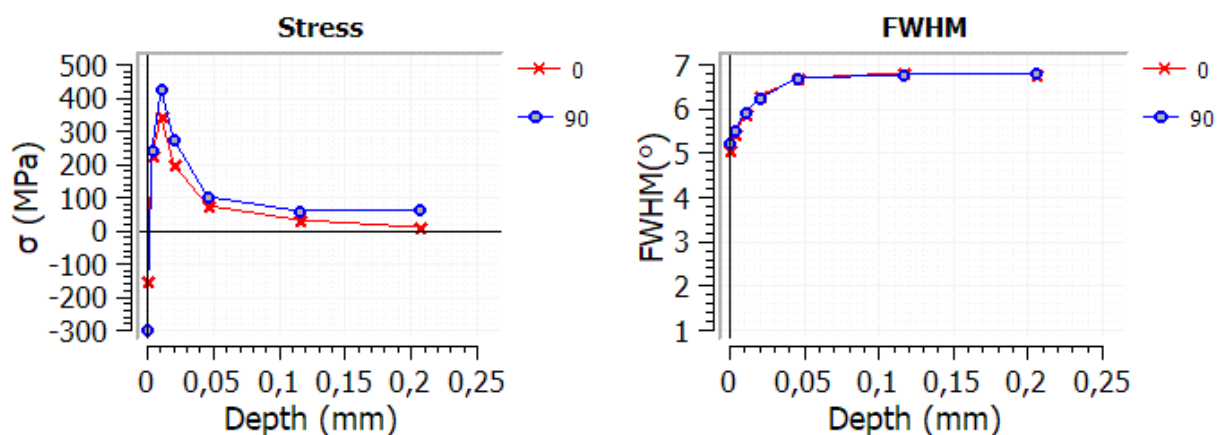
Obr. 34 Vzorek A1: výsledný hloubkový profil napětí a FWHM



Obr. 35 Vzorek A2: výsledný hloubkový profil napětí a FWHM



Obr. 36 Vzorek A3: výsledný hloubkový profil napětí a FWHM

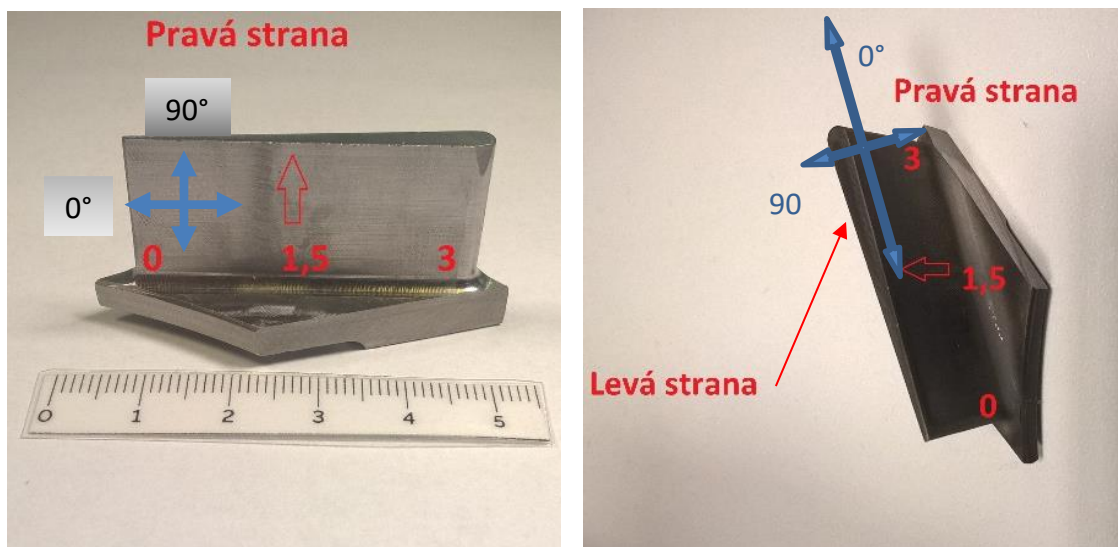


Obr. 37 Vzorek A4: výsledný hloubkový profil napětí a FWHM

Na vzorcích A2 a A4 jsou vidět poměrně vysoké hodnoty tahových napětí, které jsou z pohledu životnosti nežádoucí. Vzorek A3 má tyto tahové hodnoty napětí sice o cca 200 MPa nižší, ale stále významné z pohledu kvality povrchu.

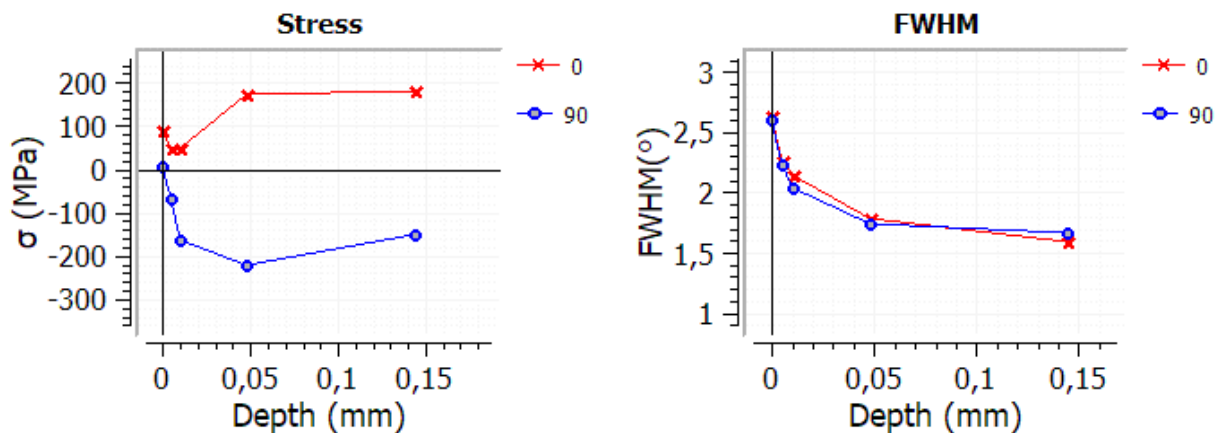
5.2.2 Nitridační oceli

Zbytkové napětí bylo stanoveno ve dvou směrech 0° a 90° (viz obr. 38). Na vzorku B1 bylo na základě Barkhausenovi analýzy vybráno místo ve vzdálenosti 3 cm uprostřed na levé straně lopatky. U vzorku B2 bylo na základě stejného způsobu měřeno místo ve vzdálenosti 0 cm na levé straně uprostřed. Místa byla volena také s ohledem na možnosti měření difraktometru. Expoziční čas rentgenového ozáření byl 5 s pro vzorek B1 a 7 s pro vzorek B2 z důvodu udržení intenzity difrakčního obrazce u nitridovaného kusu.

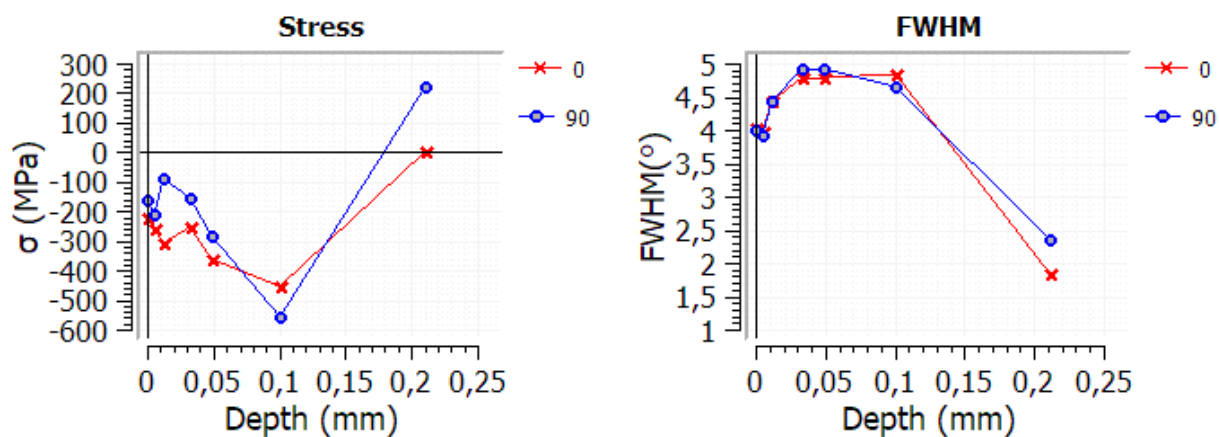


Obr. 38 Zobrazení míst a směrů měření vzorku B1 (vlevo) a B2 (vpravo)

Dále měření proběhlo při 7 různých úhlech ψ v rozmezích $\pm 45^\circ$. Výsledky jednotlivých měření jsou zobrazeny na obr. 39. a 40.



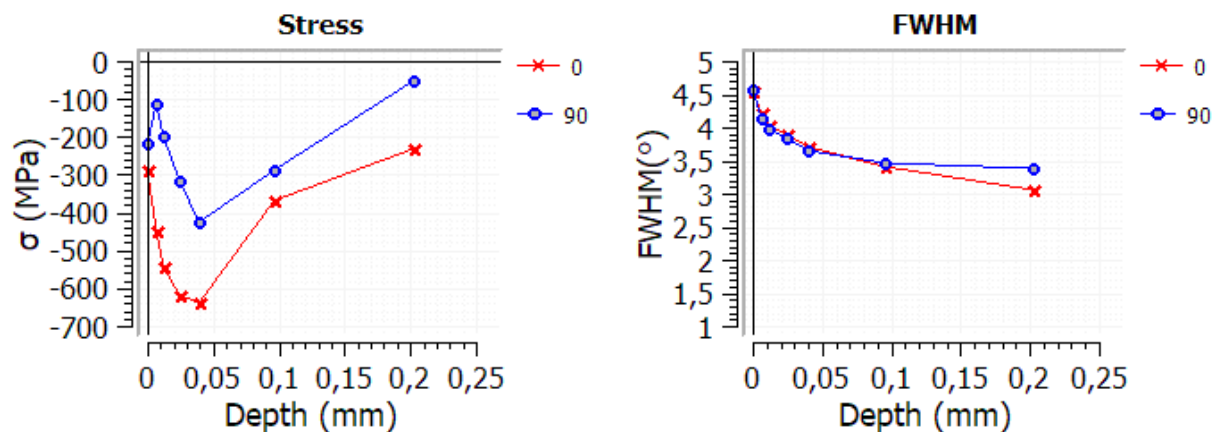
Obr. 39 Vzorek B1: výsledný hloubkový profil napětí a FWHM



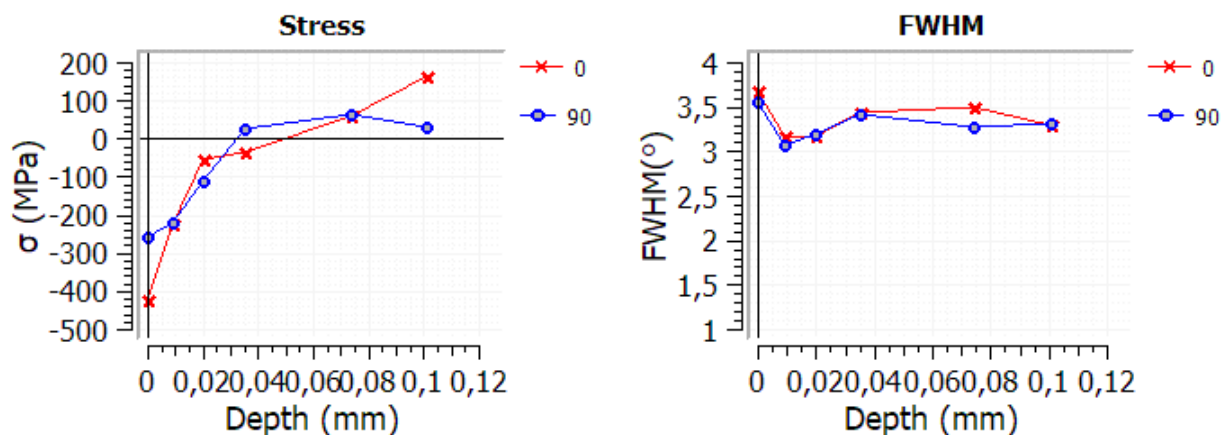
Obr. 40 Vzorek B2: výsledný hloubkový profil napětí a FWHM

Z výsledků zbytkových napětí v obou směrech je vidět velký rozdíl mezi směrem 90° a 0° , který je zároveň shodný se směrem obrábění. Tento rozdíl je pravděpodobně způsobem plastickou deformací ve směru obrábění.

Vzorky B3 a B4 byly měřeny v místě předchozí BN analýzy ve směru obrábění 90° a ve směru kolmém 0°. Expoziční čas byl nastaven na 10 sekund s 2 mm kolimátorem a se 7 náklony ψ v rozsahu $\pm 45^\circ$. Výsledky jsou zobrazeny na obr.41. - 42.



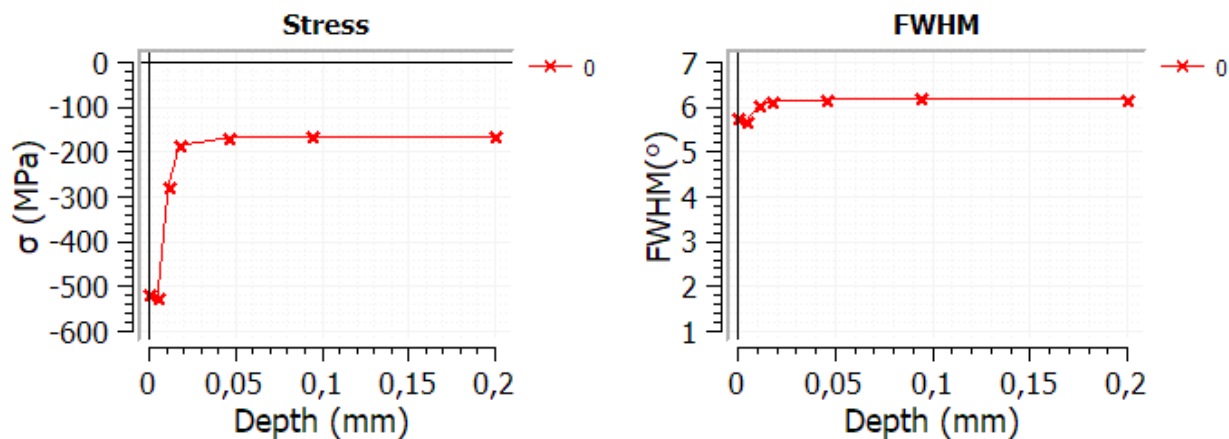
Obr. 41 Vzorek B3: výsledný hloubkový profil napětí a FWHM



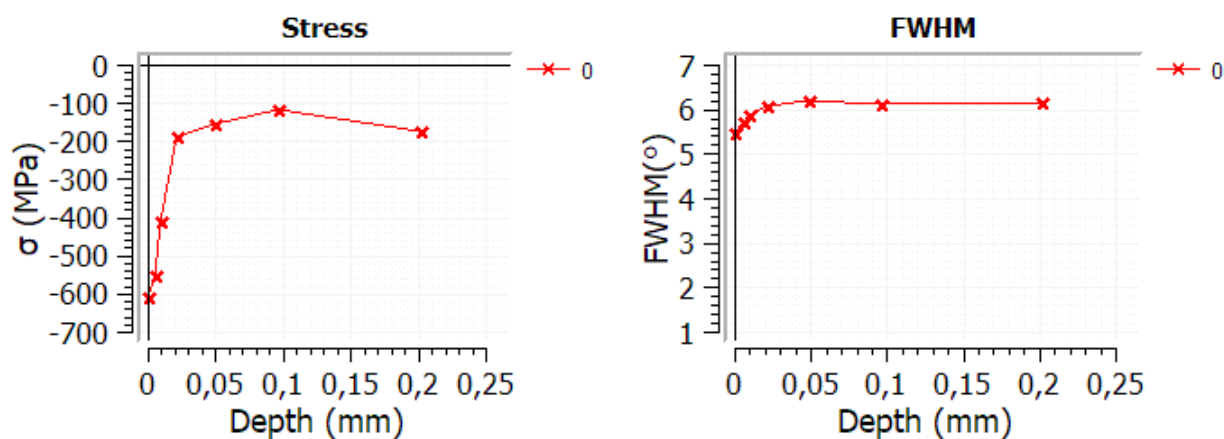
Obr. 42 Vzorek B4: výsledný hloubkový profil napětí a FWHM

5.2.3 Cementační oceli

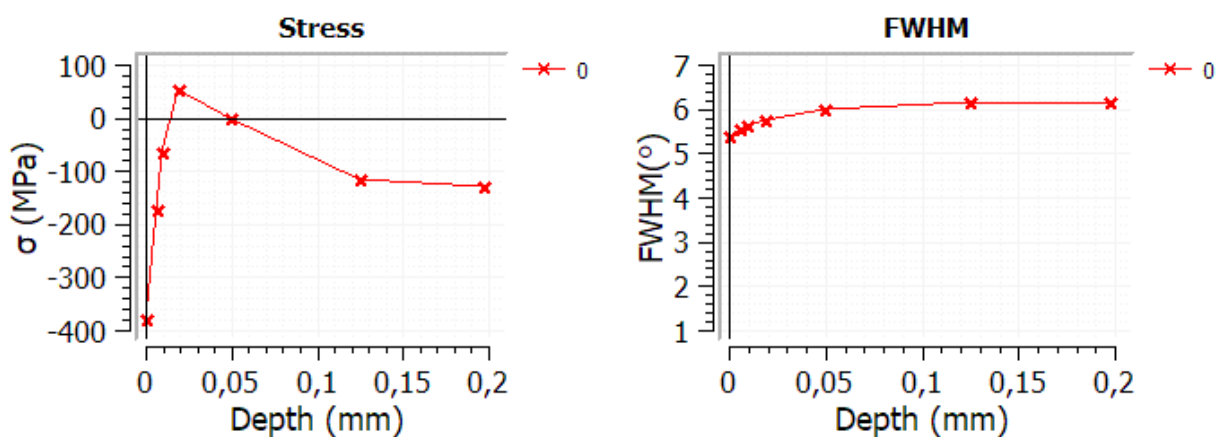
Měření zbytkového napětí na vzorcích C1 a C2, které odpovídají vyříznutým zubům, proběhlo uprostřed šířky zubu přibližně v polovině jeho výšky ve směru broušení 0°. Stejně jako v případě analýzy BN všechna měření proběhla na obou stranách zubu při dodržení stejné konvence značení jako je na obr. 27. Expoziční čas byl nastaven na 12 sekund s 2 mm kolimátorem a se 7 náklony ψ v rozsahu $\pm 45^\circ$. Výsledky jsou zobrazeny na obr. 43. - 46.



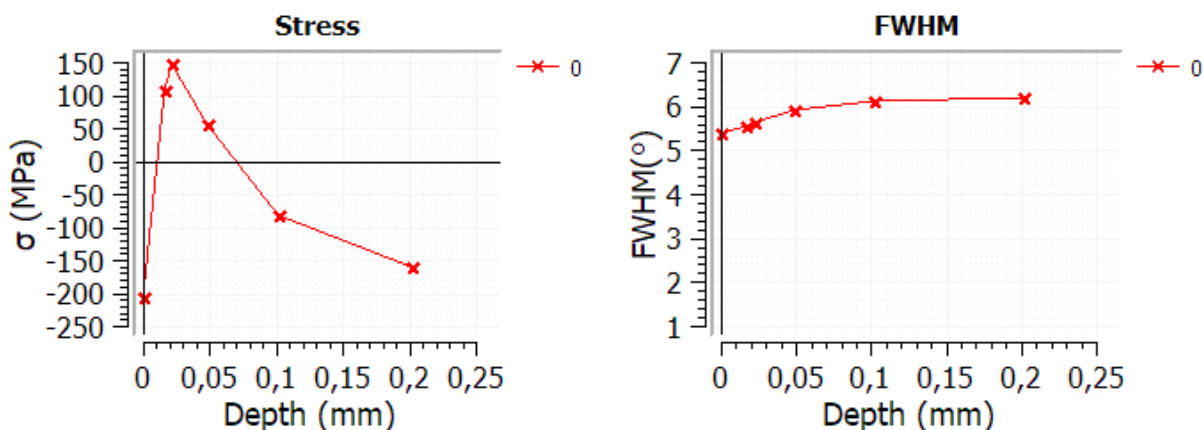
Obr. 43 Vzorek C1 levá strana: výsledný hloubkový profil napětí a FWHM



Obr. 44 Vzorek C1 pravá strana: výsledný hloubkový profil napětí a FWHM



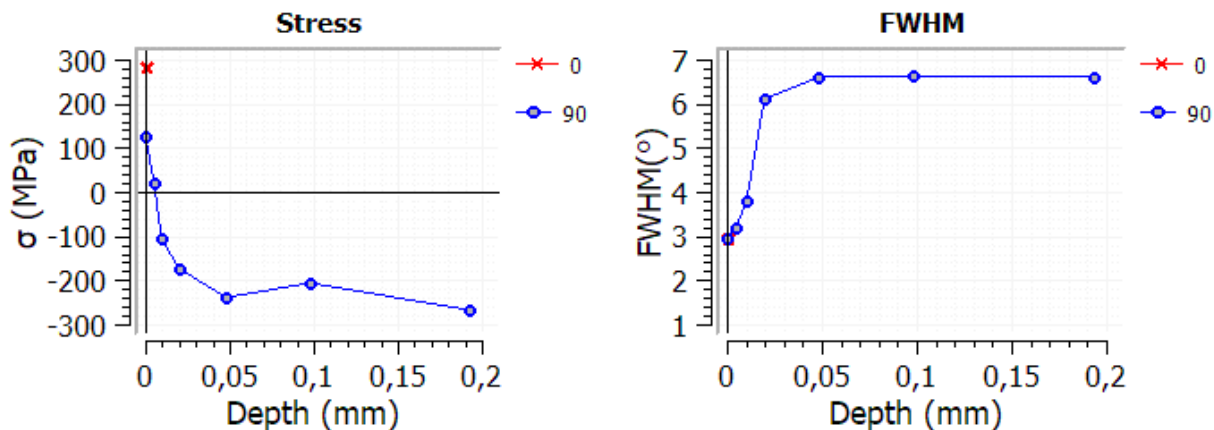
Obr. 45 Vzorek C2 levá strana: výsledný hloubkový profil napětí a FWHM



Obr. 46 Vzorek C2 pravá strana: výsledný hloubkový profil napětí a FWHM

Při porovnání výsledků obou vzorků je vidět značný rozdíl v průběhu hloubkového profilu zbytkových napětí. Vzorek C1 má napětí v tlaku po celé hloubce povrchové vrstvy, ale u vzorku C2 dochází k výraznému zvýšení napětí až do hodnot cca 150 MPa v tahu, které mohou mít vliv na zhoršení životnosti součásti.

Ložiskový kroužek po cementaci s označením C3, byl změřen v tangenciálním směru v místě předchozí analýzy Barkhausenova šumu. Byl použit 2 mm kolimátor s expozičním časem 10 sekund při 7 náklonech ψ v rozsahu $\pm 45^\circ$. Výsledky jsou zobrazeny na obr. 47.

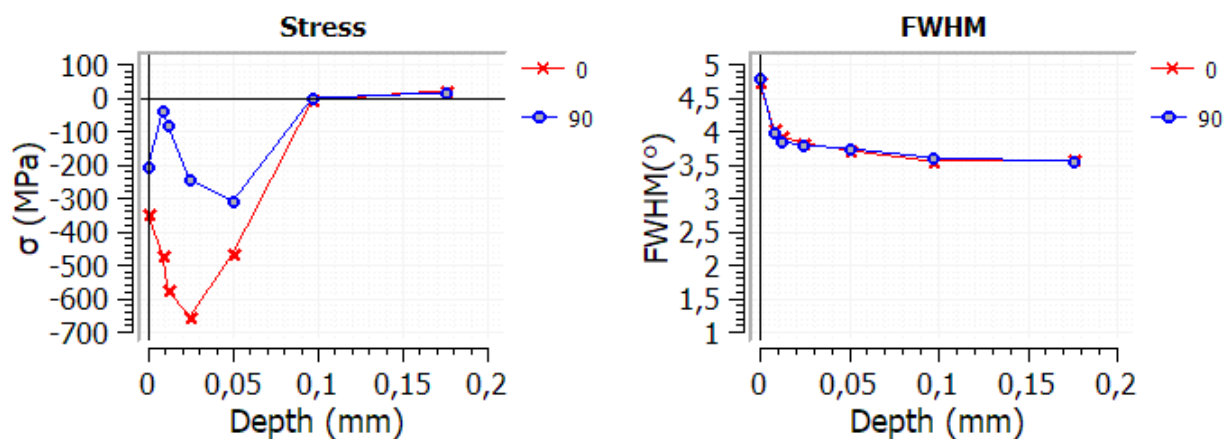


Obr. 47 Vzorek C3: výsledný hloubkový profil napětí a FWHM

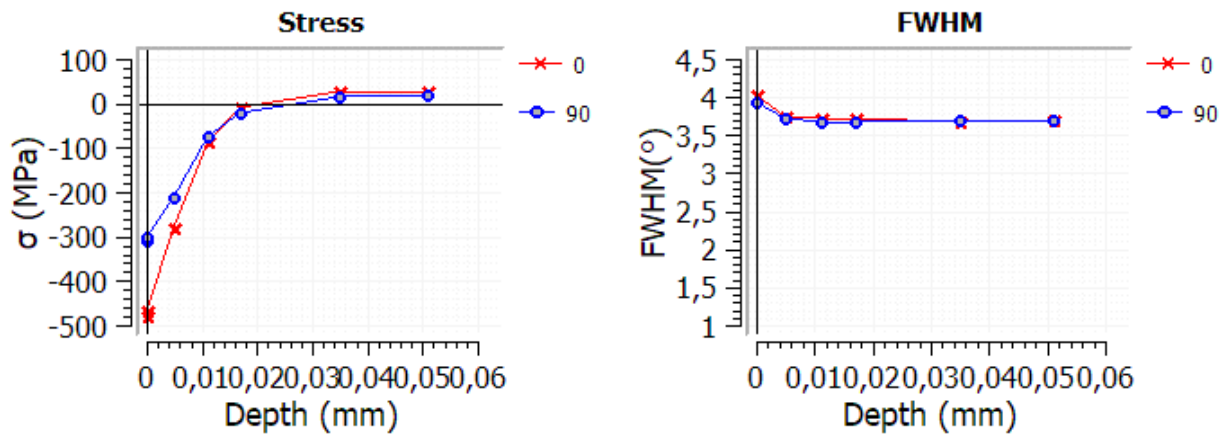
Při pohledu na výsledný hloubkový profil zbytkového napětí je vidět výrazný pokles FWHM v těsné blízkosti povrchu, který je zřejmě způsoben přítomností slabé oduhličené vrstvy po cementaci, která má nižší tvrdost a tahové zbytkové napětí. Nicméně tato vrstva o tloušťce cca 20 μm , která se obrobí, nemá na finální stav povrchu významný vliv.

5.2.4 Nástrojové oceli

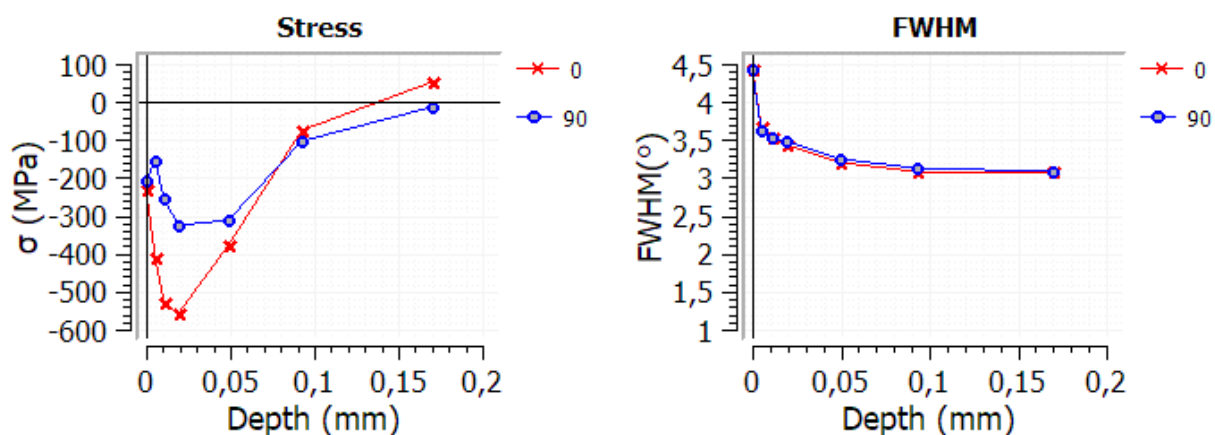
Místo měření vzorků D1, D2, D3 a D4 odpovídá předchozí analýze BN, přičemž bylo provedeno ve dvou směrech. Ve směru obrábění 90° a ve směru na něj kolmém, tedy 0° . Expoziční čas byl nastaven na 10 sekund s 2 mm kolimátorem a se 7 náklony ψ v rozsahu $\pm 45^\circ$. Výsledky jsou zobrazeny na obr. 48. - 51.



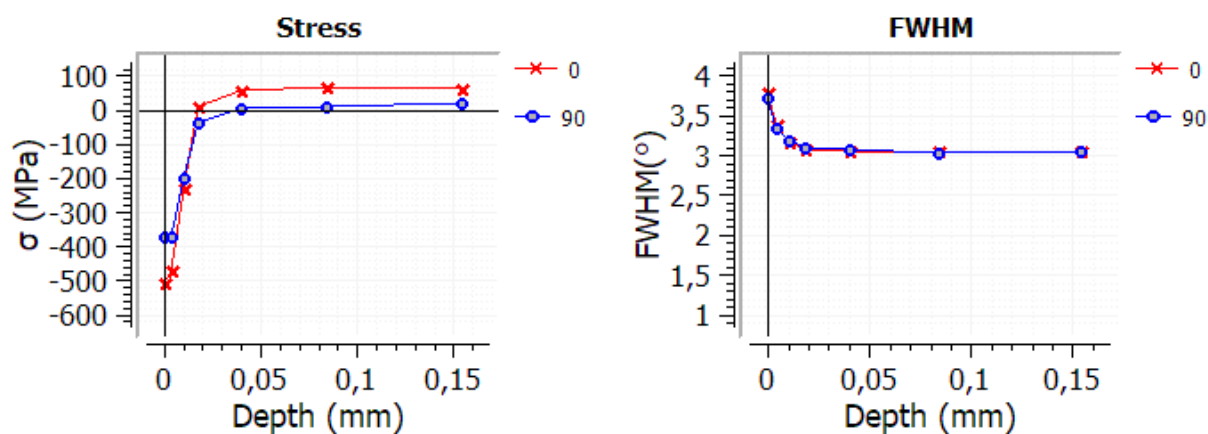
Obr. 48 Vzorek D1: výsledný hloubkový profil napětí a FWHM



Obr. 49 Vzorek D2: výsledný hloubkový profil napětí a FWHM



Obr. 50 Vzorek D3: výsledný hloubkový profil napětí a FWHM



Obr. 51 Vzorek D4: výsledný hloubkový profil napětí a FWHM

Z porovnání výsledků je vidět silné plastické ovlivnění povrchové vrstvy okolo 10 μm , která byla u vzorku D1 a D3 soustružena. Z výsledků zbytkového napětí je vidět silné deformační zpevnění až do hloubky 50 μm . U broušených vzorků D2 a D4 je vidět vysoké napětí v tlaku, které roste až k rovnovážné nulové hodnotě.

5.3 Výsledky konceptu SERS

Na základě výsledků měření hloubkových profilů zbytkového napětí jsem spočítal sumu efektivních zbytkových napětí SERS pro každý vzorek. Pro výpočet jsem uvažoval hloubku vniku δ 0,02 mm pro každý materiál na základě předpokladu nejčastějšího výskytu napětových změn po obrábění. Z těchto parametrů vychází řada hodnot faktoru útlumu F na hloubce x uvedená v tabulce 10:

Tabulka 10 Řada funkce útlumu F

Hloubka x [mm]	Faktor útlumu F [-]
0,004	0,397
0,008	0,325
0,020	0,218
0,065	0,052
0,094	0,008

Výše uvedené hodnoty se pro jednotlivé měření mění v závislosti na odchylce leptací hloubky, ale řádově odpovídají těmto hodnotám. Dalším parametrem je hodnota pozadí RS_B , kterou jsem stanovil jako hodnotu napětí v největší hloubce, kde jsou hodnoty pro všechny vzorky rovnovážné. Hodnota pozadí tedy odpovídá zbytkovému napětí v hloubce přibližně 0,2 mm.

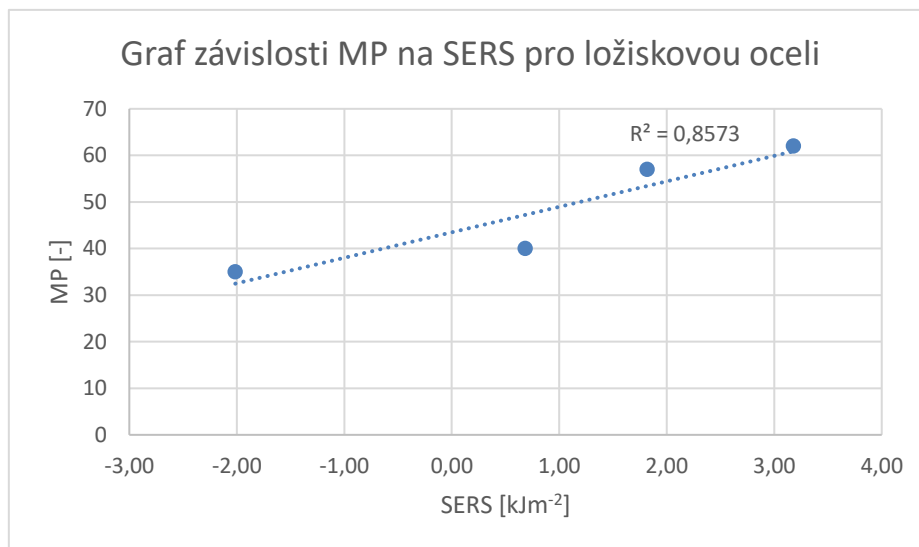
Následující hodnoty parametru SERS jsem následně pro každou sadu materiálu porovnal pomocí korelačního koeficientu.

5.3.1 Ložisková ocel

Pro výpočet sumy SERS byly použity pouze výsledky z měření zbytkového napětí ve směru broušení odpovídající označení 90°. Výsledky jsou uvedeny včetně korelačního koeficientu v tabulce 11 a zobrazeny v grafu na obr. 52.

Tabulka 11 Výsledné porovnání SERS pro ložiskovou ocel

Vzorek	Parametr SERS [kJm^{-2}]	MP [-]
K1 90°	-2,01	35
K4 90°	3,18	62
K5 90°	0,68	40
K6 90°	1,82	57
Korelační koeficient		0,92588



Obr. 52 Graf závislosti MP na SERS pro ložiskovou oceli

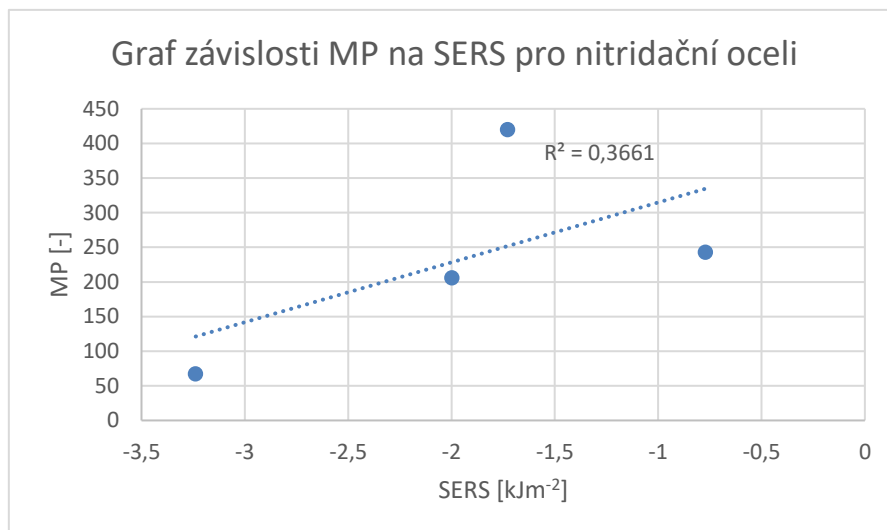
Z grafu je vidět poměrně dobrá výsledná závislost parametru SERS na hodnotách magneto-elastického parametru MP s korelačním koeficientem 0,925 při spolehlivosti souboru dat $R^2 = 0,86$. Dalším poměrně vypovídajícím parametrem je velikost parametru SERS. Vzorky vykazující nízké hodnoty Barkhausenova šumu a zároveň hloubkový profil s vysokými hodnotami napětí v tlaku mají výrazně zápornou hodnotu SERS. Toto zjištění odpovídá teorii sumy efektivních napětí jako elastické hodnotě deformační energie uvnitř materiálu, která souvisí s charakterem napětí.

5.3.2 Nitridační oceli

Pro porovnání parametrů získaných pomocí metody BNA a SERS byly levé strany lopatek vzorků B1 a B2 ve směru obrábění. Stejně tak byly vybrány hodnoty pro vzorky B3 a B4, tedy hodnoty MP získané ve směru broušení. Výsledek je zobrazen v následující tabulce 12 a grafu na obr. 53. Pro výpočet parametru SERS

Tabulka 12 Výsledné porovnání SERS pro nitridační ocel

Vzorek	Parametr SERS [kJm ⁻²]	MP [-]
B1	-0,77	243
B2	-3,23	67
B3	-1,72	420
B4	-1,99	206
Korelační koeficient		0,605



Obr. 53 Graf závislosti MP na SERS pro nitrídační oceli

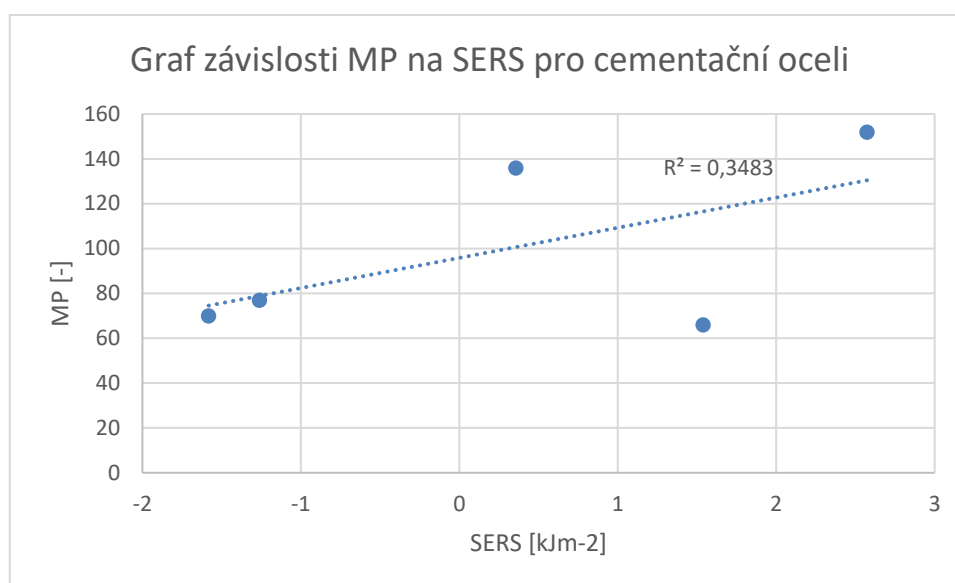
Z korelačního koeficientu je vidět horší závislost parametru MP na SERS. Příčina může být v jiném zpracování povrchu jednotlivých vzorků, a tedy odlišným stavem struktury, která se může z pohledu magnetických vlastností výrazně lišit. Pro tuto sadu výsledků suma efektivních zbytkových napětí neodpovídá integritě povrchu hodnocené pomocí Barkhausenova šumu.

5.3.3 Cementační oceli

Koeficient SERS byl vypočítán na základě hloubkových profilů vzorků C1 a C2 pro obě strany zubů a následně i pro vzorek C3, kde byly použity hodnoty ze směru broušení. Na základě těchto hodnot bylo provedeno porovnání sumy SERS s magneto-elastickým parametrem MP. Výsledné hodnoty jsou uvedeny v tabulce 13 a obr. 54.

Tabulka 13 Výsledné porovnání SERS pro cementační ocel

Vzorek	Parametr SERS [kJm ⁻²]	MP [-]
C1-levá	-1,26	77
C1-pravá	-1,58	70
C2-levá	0,36	136
C2-pravá	2,57	152
C3	1,54	66
Korelační parametr		0,590153



Obr. 54 Graf závislosti MP na SERS pro cementační oceli

Z grafu je vidět, že vzorek C3 významně zhoršuje korelační závislost. Při porovnání pouze hodnot vzorků C1 a C2 se korelační koeficient změní na 0,94, což je poměrně dobrá shoda dat. Ukazuje se, že nastavení pro analýzu Barkhausenova šumu je závislé na povrchové struktuře po cementaci a stavu povrchu obecně.

5.3.4 Nástrojové oceli

Pro sestavení sumy efektivních zbytkových napětí byla použita data ze všech měření v obou směrech. Hodnoty MP byly porovnány s parametrem SERS v každém směru měření zvlášť a poté stejná skupina obrábění zvlášť. Výsledkem je tedy porovnání tří souborů dat v tabulce 14.

Tabulka 14 Porovnání SERS pro nástrojovou ocel pro různé směry měření

Vzorek	SERS [kJm ⁻²] Směr kolmý	MP [-] Směr kolmý	SERS [kJm ⁻²] Směr obrábění	MP [-] Směr obrábění
D1	-4,95	45	-1,66	210
D2	-1,27	123	-0,96	210
D3	-4,11	17	-1,99	270
D4	-1,91	24	-1,45	85
Korelační koef.		0,57	Korelační koef.	-0,36

Z výsledné tabulky 14 vyplývá, že zde není téměř žádná závislost mezi hodnotami ve směru obrábění, a i ve směru kolmém na obrábění je velice nízká. Proto jsem provedl jiné rozřídění souboru podle způsobu obrábění, abych zamezil odlišným změnám struktury po

broušení a soustružení. Soubor měření je tedy rozdělen ne podle směru měření, ale podle způsobu dokončovací operace viz tabulka 15 a 16.

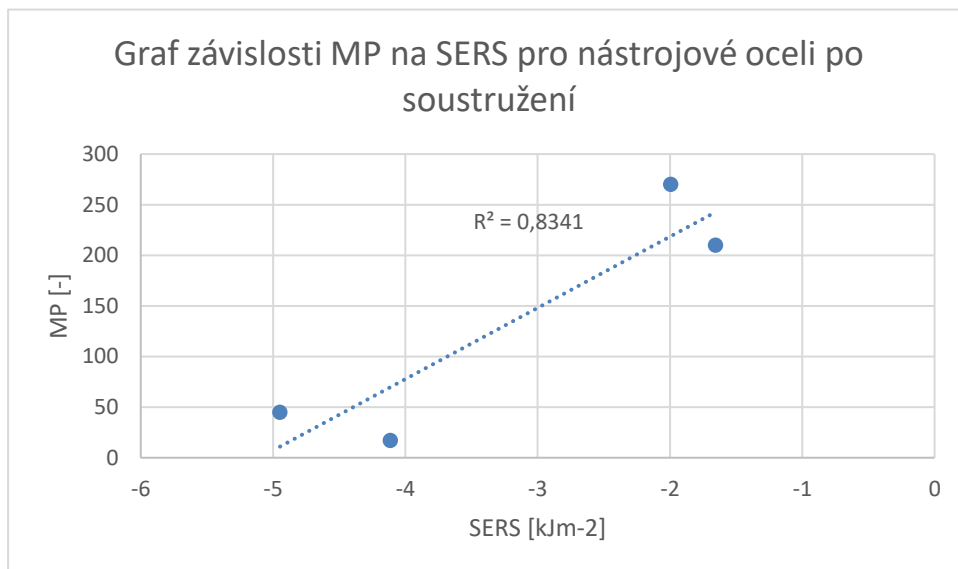
Tabulka 15 Výsledné porovnání SERS pro nástrojovou ocel po soustružení

Vzorek	SERS [kJm^{-2}]	MP [-]
D1 – směr kolmý	-4,95	45
D1 – směr soustružení	-1,66	210
D3 – směr kolmý	-4,11	17
D3 – směr soustružení	-1,99	270
Korelační koef.		0,91

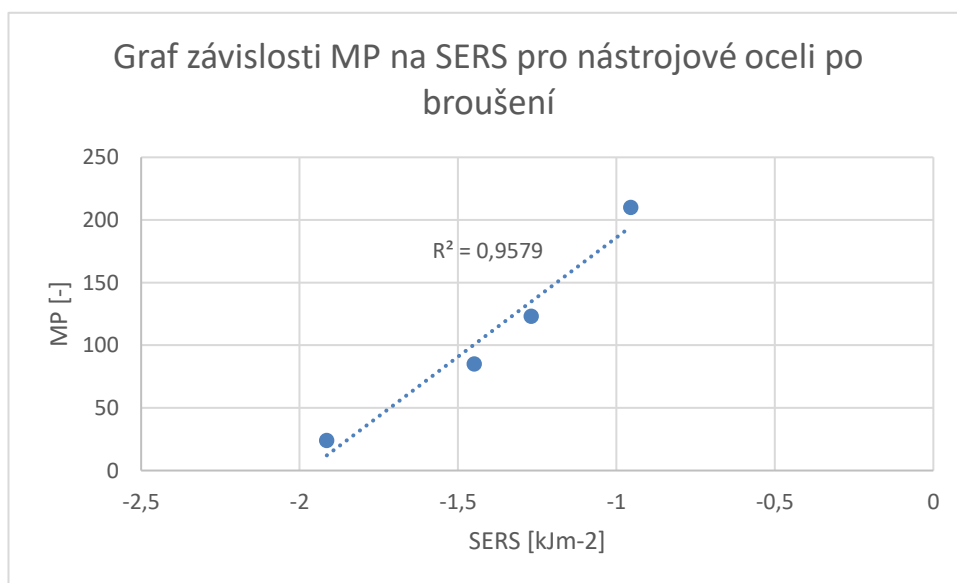
Tabulka 16 Výsledné porovnání SERS pro nástrojovou ocel po broušení

Vzorek	SERS [kJm^{-2}]	MP [-]
D2 – směr kolmý	-1,27	123
D2 – směr broušení	-0,96	210
D4 – směr kolmý	-1,91	24
D4 – směr broušení	-1,45	85
Korelační koef.		0,97

Po roztřídění je na obr. 55. a 56. vidět poměrně dobrá závislost mezi soustruženými vzorky s korelačním koeficientem 0,91 a téměř lineární závislost mezi vzorky broušenými s korelačním koeficientem 0,97.



Obr. 55 Graf závislosti MP na SERS pro nástrojové oceli po soustružení



Obr. 56 Graf závislosti MP na SERS pro nástrojové oceli po broušení

Z grafu na obr. 55 je vidět odlišné chování hodnot Barkhausenova šumu pro směr kolmý na obrábění, kdy vzorek s vyšší hodnotou MP má nižší sumu SERS. Což neodpovídá modelu konceptu SERS.

6 Diskuze výsledků

Na základě pozorování tahových hodnot napětí (až 610 MPa) lze určit nevhodné parametry výroby, tak jak tomu bylo v případě vzorků A2, A3, A4, C2. Z jednotlivých průběhů je také vidět, že k nejzásadnějším změnám zbytkového napětí dochází přibližně okolo 20 μm pod povrchem. Při vyhodnocení šířky difrakčního píku FWHM lze také odhalit i nežádoucí změnu struktury jako je oduhličení na povrchu cementovaného dílu. Dále je také možné vidět růst šířky FWHM s vyšší koncentrací dislokací, které jsou nositelem zpevnění povrchové vrstvy. Poté se ukázalo, že napětí ve větších hloubkách (100 μm) klesají až k nulovým hodnotám. Následným porovnáním výsledků a průběhu hloubkového profilu zbytkového napětí lze tedy určit míru ovlivnění po výrobních operacích a dostat tak přehled o stavu povrchové vrstvy.

Z porovnání těchto výsledků lze usoudit na zvýšení magneto-elastického parametru při změně struktury. Především je pozorovatelný velký rozdíl při soustružení, kde dochází k výrazným plastickým deformacím, jejichž výsledkem je přednostně orientovaná struktura ve směru obrábění. Dalším kritériem pro hodnocení ovlivnění povrchu se ukázala velká citlivost na přítomnost tahových zbytkových napětí na vzorku C2 (150 MP), který vykazoval dvakrát vyšší hodnoty než vzorek C1 (70 MP). Prokázalo se tedy, že metoda analýzy Barkhausenova šumu dobře reflektuje výslednou integritu povrchu tvrdých feromagnetických dílů z běžné výroby.

Dále se také ukázala nevýhoda velkého rozptylu hodnot MP pro různé nastavení magnetizační frekvence a napětí stejně tak použitého snímače v závislosti na materiálu. Tyto nedostatky však nemají významný vliv pro použití ve velkosériové výrobě, kde se používá omezený počet materiálu a je možné toto měření standardizovat na základě ověření destrukční zkouškou jako je například XRD analýza zbytkového napětí nebo leptací zkouška.

Po dalším výzkumu se s ohledem na výše zmíněné výsledky nabízí možné řešení použití konceptu sumy efektivních zbytkových napětí SERS pro stanovení hraniční hodnoty MP pro indikaci špatných dílů z pohledu integrity povrchu. Na základě výsledků se prokázala velice dobrá korelace parametru SERS s hodnotami Barkhausenova šumu. Jako další přednost této metody lze považovat konzistentní výsledné hodnoty SERS, které pro všechny vzorky s tahovými hodnotami zbytkového napětí dosahuje kladných hodnot, které si lze představit jako energii uloženou v podobě elastické deformace. Pro všechny nevyhovující díly (A2, A3, A4, C2) vykazovala suma SERS hodnoty výrazně nad -1 kJ/m^2 . Tato hodnota by se dala použít pro stanovení mezní hodnoty vyřazení daného dílu. Nicméně je nutné porovnat tento koncept detailněji pro danou dokončovací operaci, při různých parametrech obrábění.

7 Závěr

Cílem této práce bylo ověřit koncept SERS především tvrdých vysokopevnostních ocelí používaných v náročných podmínkách s cílem vysoké životnosti součástí. Na základě výsledků byla ukázaná poměrně dobrá korelace hodnot stanovených pomocí analýzy Barkhausenova šumu s hodnotami konceptu SERS a tato metoda by po dalším výzkumu mohla sloužit pro hodnocení výsledné integrity povrchu, především broušených dílů.

8 Citovaná literatura

- [1] KOČMAN, Karel a Jaroslav PROKOP. *Technologie obrábění*. 2. Brno: CERM, 2001. ISBN 80-214-1996-2.
- [2] WITHERS, P J. Residual stress and its role in failure. *Reports on Progress in Physics* [online]. 2007, **70**(12), 2211-2264 [cit. 2018-05-13]. DOI: 10.1088/0034-4885/70/12/R04. ISSN 0034-4885. Dostupné z: <http://stacks.iop.org/0034-4885/70/i=12/a=R04?key=crossref.595db726860ce6f8a244246e705396a0>
- [3] JERMOLAJEV, Štěpán. *Kontinuální odvalovací broušení čelního ozubení*. Vysoké učení učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, Ústav strojírenské technologie, 2013, 106 s. Diplomová práce. Vedoucí práce Doc. Ing. Jaroslav Prokop, Csc.
- [4] KOČMAN, K. a B. BUMBÁLEK. *Vliv zbytkových napětí na únavu zatěžovaných součástí*. VUT Brno: VZ UST-FSI, 2002.
- [5] SCHMIDOVÁ, Lucie. *Hodnocení parametrů integrity povrchu a využití poznatků pro zefektivnění obrábění ozubených kol*. Technická univerzita v Liberci, Fakulta strojní, Katedra obrábění a montáže, 2014, 116 s. Disertační práce. Vedoucí práce Doc. Ing. Jan Jersák, CSc.
- [6] DÖMÉNY, T. *Analýza vlivu parametrů procesu broušení na integritu obrobené plochy se zaměřením na zbytková napětí*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2009, 65 s. Diplomová práce. Vedoucí práce Ing. Ildikó Putzová, Ph.D.
- [7] *Integrita povrchu* [online]. b.r. [cit. 2016-03-17]. Dostupné z: http://integrita.zcu.cz/download/skola2/plzen_prez1.pdf
- [8] DOLEŽAL, P. a B. PACAL. *Hodnocení mikrotvrdosti struktur materiálů* [online]. In: . Vysoké učení technické v Brně, b.r., s. 41 [cit. 2016-05-22].
- [9] Volume 9: Metallography and Microstructures. In: *ASM Handbook: Volume 9 Metallography and Microstructures*. Materials Park: ASM International, 2004. ISBN 978-0-87170-706-2.
- [10] SALLEM, Haifa a Hédi HAMDI. Analysis of Measured and Predicted Residual Stresses Induced by Finish Cylindrical Grinding of High Speed Steel with CBN Wheel. *Procedia CIRP* [online]. 2015, **31**, 381-386 [cit. 2018-05-19]. DOI: 10.1016/j.procir.2015.03.080. ISSN 22128271. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S2212827115003959>

- [11] BALART, M.J., A. BOUZINA, L. EDWARDS a M.E. FITZPATRICK. The onset of tensile residual stresses in grinding of hardened steels. *Materials Science and Engineering: A* [online]. 2004, **367**(1-2), 132-142 [cit. 2018-05-19]. DOI: 10.1016/j.msea.2003.10.239. ISSN 09215093. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0921509303012759>
- [12] PÍŠEK, František, Aleš VETIŠKA a Jiří ŠKAREK. *Nauka o materiálu. II., 2. svazek*. 1. vyd. Praha: Československá akademie věd, 1959, 658 s.
- [13] *Stresstech group* [online]. b.r. [cit. 2016-05-22]. Dostupné z: <http://www.stresstechgroup.com/content/en/1034/74659/Xstress%203000%20G2%20%20%20G2R.html>
- [14] FITZPATRICK, M.E., A.T. FRY, P. HOLDWAY, F.A. KANDIL, J. SHACKLETON a L. SUOMINEN. Determination of residual stresses by X-ray diffraction. In: *Measurement Good Practice Guide No. 52* [online]. Teddington, 2005, s. 77 [cit. 2016-05-22]. ISSN 1368-6550.
- [15] BLAŽÍČEK, Dominik. *Strukturní vlastnosti podpovrchových vrstev broušených ozubených kol a jejich vazba na parametry z analýzy Barkhausenova šumu*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2016, 56 s. Bakalářská práce. Vedoucí práce Ing. Zina Pavlouškové, Ph.d.
- [16] MALEC, J., F. ČERVINKA a D. BLAŽÍČEK. Using the Sum of Effective Residual Stress (SERS) concept for determination of surface damage level and for experimental determination of BN penetration depth by different frequencies for bearing steel type 100Cr6. In: *ICBM12 Conference Proceedings*. Dresden, Germany, 2017, s. 121-127. ISBN 978-952-98852-1-6.
- [17] JAWAHIR, I.S., E. BRINKSMIEIER, R. M'SAOUBI, D.K. ASPINWALL, J.C. OUTEIRO, D. MEYER, D. UMBRELLO a A.D. JAYAL. Surface integrity in material removal processes: Recent advances. *CIRP Annals* [online]. 2011, **60**(2), 603-626 [cit. 2018-05-19]. DOI: 10.1016/j.cirp.2011.05.002. ISSN 00078506. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0007850611002046>
- [18] *Základy přípravy vzorků pro optickou metalografii* [online]. b.r. [cit. 2016-05-22]. Dostupné z: <http://fyzika.upol.cz/cs/system/files/download/vujtek/texty/znm2-1.pdf>
- [19] MoAnodeSpectra.jpg. In: *Wikimedia Commons* [online]. Applied Imaging Technology: Liddell NA & Maher KP, 2001 [cit. 2018-05-16]. Dostupné z: <https://commons.wikimedia.org/wiki/File:MoAnodeSpectra.jpg>

- [20] Powder diffractometer Fy. Oxford. In: *UCONN UNIVERSITY OF CONNECTICUT* [online]. Connecticut 06269: Institute of Materials Science, 2018 [cit. 2018-05-16]. Dostupné z: https://www.ims.uconn.edu/wp-content/uploads/sites/190/2013/12/boxford_XCalibur.jpg
- [21] KRAUS, Ivo a Nikolaj GANEV. *Difrakční analýza mechanických napětí*. Vyd. 1. Praha: České vysoké učení technické, 1995. ISBN 80-010-1366-9.

Seznam použitých zkratek a symbolů

Zkratka	Význam
(hkl)	Millerovo označení systému atomových rovin
BCC	kubická prostorově centrovaná mřížka
BN	Barkhausenův šum
BNA	Analýza Barkhausenova šumu
CNC	počítačem řízený obráběcí stroj
EDS	energieově disperzní spektrometrie
FWHM	šířka profilu v polovině jeho výšky
HB	tvrdost podle Brinella
HRA	tvrdost podle Rockwella určená diamantovým kuželem
HRB	tvrdost podle Rockwella určená ocelovou kuličkou
HRC	tvrdost podle Rockwella určená diamantovým kuželem
HV	tvrdost podle Vickerse
KP	tvrdost podle Knoop
REM	rastrovací elektronová mikroskopie
RTG	rentgenové záření
TEM	transmisní elektronová mikroskopie
WDS	vlnově disperzní spektrometrie
XRD	rentgenová difrakce

Symbol	Rozměr	Veličina
SERS	kJ/m^2	suma efektivních zbytkových napětí
B_0	T	magnetická indukce
d	nm	mezirovinná vzdálenost jednotlivých atomových rovin
d_0	nm	mezirovinná vzdálenost nezatíženého vzorku
d_ψ	nm	mezirovinná vzdálenost ve směru kolmém na směr měření
E	Mpa	Youngův modul pružnosti
F	N	Síla zatížení mřížky
f	Hz	magnetizační frekvence
H	A/m	intenzita magnetického pole
I	A	elektrický proud

k	-	materiálová konstanta odleptávání
MP	-	magneto-elastický parametr
n	-	řád reflexe záření
Ra	μm	průměrná aritmetická úchylka profilu
Rz	μm	střední hloubka drsnosti
t	s	čas leptání
δ	mm	hloubka vniku
Δm	g	hmotnost odleptaného materiálu
ε	-	relativní deformace
θ	°	Bragův úhel
θ_0	°	Bragův úhel při nezatíženém stavu
λ	nm	vlnová délka rentgenová záření
μ	H/m	absolutní permeabilita
ν	-	Poissonova konstanta
σ	S/m	konduktivita
Φ	°	úhel rotace vzorku kolem normály vzorku
χ	°	úhel rotace vzorku kolmo k normále vzorku
ω	°	úhel difrakce v rovině θ
ψ	°	doplňek úhlu ω v rovině difrakce θ