

Otvrdnjavanje površine alatnog čelika K490MC nitriranjem i prevlačenjem iz parne faze

Šargač, Juraj

Master's thesis / Diplomski rad

2021

Degree Grantor / Ustanova koja je dodijelila akademski / stručni stupanj: **University of Zagreb, Faculty of Mechanical Engineering and Naval Architecture / Sveučilište u Zagrebu, Fakultet strojarstva i brodogradnje**

Permanent link / Trajna poveznica: <https://urn.nsk.hr/urn:nbn:hr:235:189571>

Rights / Prava: [In copyright](#)/[Zaštićeno autorskim pravom.](#)

Download date / Datum preuzimanja: **2024-07-31**

Repository / Repozitorij:

[Repository of Faculty of Mechanical Engineering
and Naval Architecture University of Zagreb](#)



SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

DIPLOMSKI RAD

Juraj Šargač

Zagreb, 2021.

SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

DIPLOMSKI RAD

Mentor:

Prof. dr. sc. Darko Landek, dipl. ing.

Student:

Juraj Šargač

Zagreb, 2021.

Izjavljujem da sam ovaj rad izradio samostalno koristeći znanja stečena tijekom studija i navedenu literaturu.

Zahvaljujem se mentoru ovog rada, prof. dr. sc. Darku Landeku, na velikom uloženom trudu, ljubaznosti i pruženoj pomoći pri izradi rada. Također sam zahvalan ostalim djelatnicima Zavoda za materijale za pruženu pomoć pri provedbi eksperimenata.

Zahvaljujem se cjelokupnom osoblju Fakulteta strojarstva i brodogradnje u Zagrebu za pruženo znanje tijekom studija.

Naposlijetku, najveća hvala roditeljima, rodbini, te svim prijateljima i kolegama koji su mi bili podrška i veselje tijekom studiranja.

Juraj Šargač



SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE



Središnje povjerenstvo za završne i diplomске ispite
Povjerenstvo za diplomske radove studija strojarstva za smjerove:
proizvodno inženjerstvo, računalno inženjerstvo, industrijsko inženjerstvo i menadžment,
inženjerstvo materijala te mehatronika i robotika

Sveučilište u Zagrebu Fakultet strojarstva i brodogradnje	
Datum:	Prilog:
Klasa: 602-04/21-6/1	
Ur. broj: 15-1703-21	

DIPLOMSKI ZADATAK

Student: **JURAJ ŠARGAČ** Mat. br.: 0035209453

Naslov rada na hrvatskom jeziku: **Otvrdnjavanje površine alatnog čelika K490MC nitriranjem i prevlačenjem iz parne faze**

Naslov rada na engleskom jeziku: **Hardening of K490MC tool steel surface by nitriding and vapor deposition**

Opis zadatka:

Čelik Böhler K490MC pripada skupini visokolegiranih alatnih čelika za hladni rad, povišene žilavosti i otpornosti na trošenje. Nakon kaljenja i visokotemperaturnog popuštanja ovaj čelik moguće je dodatno toplinski obrađivati nitriranjem, prevlačenjem iz parne faze te dupleks postupcima. U radu treba opisati svojstva i primjenu visokolegiranih alatnih čelika za hladni rad proizvedenih metalurgijom praha te mogućnosti otvrdnjavanja površina nitriranjem i prevlačenjem iz parne faze.

U eksperimentalnom dijelu rada treba predložiti parametre i provesti postupke nitriranja u solnoj kupci TENIFER, nitriranja u plazmi i prevlačenja prevlakom PACVD TiN/TiCN na uzorcima čelika Böhler K490MC. Na otvrdnutim uzorcima ispitati tvrdoću i analizirati mikrostrukturu. Na temelju rezultata ispitivanja predložiti postupak toplinske obrade kojim će se postići kombinacija visoke tvrdoće i optimalne dubine površinski otvrdnutog sloja.

Navesti u radu korištenu literaturu i stručnu pomoć.


Zadatak zadan:
30. rujna 2021.

Rok predaje rada:
2. prosinca 2021.

Predvideni datum obrane:
13. prosinca do 17. prosinca 2021.

Zadatak zadao:

prof. dr. sc. Darko Landek

Predsjednica Povjerenstva:

prof. dr. sc. Biserka Runje

SADRŽAJ

SADRŽAJ	I
POPIS SLIKA	III
POPIS TABLICA.....	V
POPIS OZNAKA	VI
SAŽETAK.....	VII
ABSTRACT.....	VIII
1. UVOD.....	1
2. VISOKOLEGIRANI ALATNI ČELICI ZA HLADNI RAD PROIZVEDENI METALURGIJOM PRAHA	2
2.1. Visokolegirani alatni čelici za hladni rad.....	2
2.2. Metalurgija praha	2
2.3. Čelik K490 MC.....	3
3. POSTUPCI NITRIRANJA.....	8
3.1. Dijagram stanja željezo-dušik.....	8
3.2. Nitriranje u solnoj kupci	9
3.3. Nitriranje u plazmi	11
4. PLAZMOM POTPOMOGNUTO KEMIJSKO PREVLAČENJE IZ PARNE FAZE.....	13
4.1. Osnove postupka PACVD	13
4.2. Plazmom potpomognuta priprema površine za PACVD prevlaku TiN.....	15
4.3. Usporedba svojstava nitriranih i prevučениh površina.....	16
4.4.. Tvrdi TiN slojevi nanešeni postupkom PACVD s niskim faktorom trenja	17
5. Metode ispitivanja	19
5.1. Ispitivanje tvrdoće.....	19
5.2. Određivanje debljine adhezivnosti prevlake	20
5.2.1. Određivanje debljine prevlake kalotestom.....	20
5.2.2. Ispitivanje adhezivnosti prevlake prema normi VDI 3198.....	22

6. Ispitni uzorci i plan ispitivanja	24
6.1. Plan pokusa i izrada uzoraka.....	24
6.2. Toplinska obrada uzoraka	26
7. Rezultati ispitivanja	29
7.1. Ispitivanje mikrotvrdoće	29
7.1.1. Površinska tvrdoća	29
7.1.2. Određivanje efektivne dubine nitriranja (NHD).....	31
7.2. Karakterizacija PACVD prevlake TiN/TiCN	38
7.2.1. Određivanje debljine prevlake kalotestom i ispitivanje adhezivnosti prevlake prema normi VDI 3198	38
7.2.2. Analiza mikrostrukture	40
7.2.3. Ispitivanje tvrdoće.....	41
7.3. Analiza mikrostrukture	42
7.3.1. Priprema uzoraka	42
7.3.2. Uzorci nitrirani u plazmi	44
7.3.3. Uzorci nitrirani u solnoj kupci	47
8. ZAKLJUČAK.....	49
LITERATURA.....	50
PRILOZI.....	52

POPIS SLIKA

Slika 1.	Usporedba svojstava čelika K490 MC s drugim alatnim čelicima [4].....	4
Slika 2.	Mikrostruktura čelika K490 MC iz kataloga proizvođača [4]	4
Slika 3.	Dijagram postupka toplinske obrade čelika K490 MC [4].....	5
Slika 4.	Krivulje popuštanja čelika K490 MC [4]	6
Slika 5.	Alat za oblikovanje deformiranjem izrađen od čelika K490 MC	7
Slika 6.	Primjer alata za preradu polimera izrađenog od čelika K490 MC [6]	7
Slika 7.	Fazni dijagram sustava Fe-N [8]	8
Slika 8.	Shematski prikaz poprečnog presjeka površinskog sloja nakon nitriranja u plazmi [8]	9
Slika 9.	Dijagram postupka termokemijske obrade čelika C45[9].....	10
Slika 10.	Ovisnost dubine nitriranja o vremenu obrade za različite čelike [10].....	11
Slika 11.	Primjeri dijelova pogodnih za nitriranje u plazmi [11]	12
Slika 12.	Strojni dio za vrijeme nitriranja u plazmi [11]	12
Slika 13.	Shematski prikaz postupka PACVD [12].....	13
Slika 14.	PACVD postrojenje instalirano na FSB-u [12].....	14
Slika 15.	Ovisnost stupnja adhezivnosti prevlake o udjelu dušika u plinskoj atmosferi [14]	15
Slika 16.	SEM slika prevlaka: a) TiN/TiCN, b) PN/TiCN [13]	17
Slika 17.	Promjene faktora trenja na testu klizanja u ovisnosti o udjelu klora [15].....	18
Slika 18.	Utjecaj udjela klora na tvrdoću i Youngov modul [15].....	18
Slika 19.	Tvrdomjer INSTRON Wilson-Wolpert Tukon 2100B	19
Slika 20.	Korisničko sučelje za automatizirano ispitivanje tvrdoće na uređaju INSTRON Wilson-Wolpert Tukon 2100B	20
Slika 21.	Kalotest [16]	21
Slika 22.	Princip određivanja debljine prevlake iz dimenzija kalote	21
Slika 23.	Rockwellov tvrdomjer primijenjen za ispitivanje adhezivnosti prevlake	22
Slika 24.	Procjena adhezivnosti prevlake prema normi VDI 3198 [16].....	23
Slika 25.	Dimenzije uzoraka.....	24
Slika 26.	Izgled uzoraka za nitriranje i vanjska dimenzija	24
Slika 27.	Dijagram postupka kaljenja i trostrukog popuštanja	26

Slika 28.	Dijagram postupka kaljenja s dubokim hlađenjem i popuštanjem.....	26
Slika 29.	Dijagram postupka nitriranja u plazmi.....	27
Slika 30.	Dijagram postupka nitriranja u solnoj kupci.....	28
Slika 31.	Dijagram postupka prevlačenja PACVD.....	28
Slika 32.	Površinske tvrdoće A serije uzoraka prije nitriranja u plazmi.....	29
Slika 33.	Površinske tvrdoće B serije uzoraka prije nitriranja u plazmi.....	30
Slika 34.	Površinske tvrdoće A serije uzoraka nakon nitriranja u plazmi.....	30
Slika 35.	Površinske tvrdoće B serije uzoraka nakon nitriranja u plazmi.....	31
Slika 36.	Određivanje efektivne dubine nitriranja (<i>NHD</i>) na primjeru uzorka AX9.....	32
Slika 37.	Krivulje tvrdoće za uzorke A01NP i A03NP.....	33
Slika 38.	Krivulje tvrdoće za uzorke AX1NP i AX3NP.....	33
Slika 39.	Krivulje tvrdoće za uzorke B01NP i B03NP.....	33
Slika 40.	Krivulje tvrdoće za uzorke BX1NP i BX3NP.....	34
Slika 41.	Efektivne dubine nitriranja za uzorke nitrirane u plazmi.....	34
Slika 42.	Granične tvrdoće (HV_g) za uzorke nitrirane u plazmi.....	35
Slika 43.	Krivulje tvrdoće za uzorke A09 i AX9.....	35
Slika 44.	Krivulje tvrdoće za uzorke B09 i BX9.....	36
Slika 45.	Efektivne dubine nitriranja za uzorke nitrirane u solnoj kupci.....	36
Slika 46.	Granične tvrdoće (HV_g) za uzorke nitrirane u solnoj kupci.....	37
Slika 47.	Uređaj CALOTESTER.....	38
Slika 48.	Prikaz otiska kalotesta na svjetlosnom mikroskopu.....	39
Slika 49.	Mikroskopski prikaz otiska Rockwell C indentora.....	40
Slika 50.	Mikrostruktura rubnog sloja uzorka s PACVD prevlakom.....	40
Slika 51.	Uzorci u polimernoj masi.....	42
Slika 52.	Uređaj za brušenje uzoraka.....	43
Slika 53.	Uređaj za poliranje uzoraka.....	43

POPIS TABLICA

Tablica 1. Parametri PACVD postupka za prevlake PN/TiCN i TiN/TiCN [13]	16
Tablica 2. Kemijski sastav čelika K490 MC [4]	24
Tablica 3. Parametri toplinske obrade i oznake uzorka.....	25
Tablica 4. Parametri nitriranja u plazmi	27
Tablica 5. Parametri postupka prevlačenja prevlakom PACVD TiN/TiCN	28
Tablica 6. Slike mikrostrukture uzoraka A serije, nitriranih u plazmi	45
Tablica 7. Slike mikrostrukture uzoraka B serije, nitriranih u plazmi	46
Tablica 8. Slike mikrostrukture uzoraka nitriranih u solnoj kupci.....	48

POPIS OZNAKA

Oznaka	Jedinica	Opis
d	μm	unutarnji promjer utisnute kalote
D	μm	vanjski promjer utisnute kalote
D_u	μm	promjer granice dvaju prevlaka u kalotestu
e	μm	debljina prevlake
e_{opt}	μm	debljina prevlake očitana na optičkom mikroskopu
e_{TiN}	μm	izračunata debljina prevlake TiN
e_{uk}	μm	izračunata debljina cjelokupne prevlake
HF		stupanj adhezivnosti prevlake
HV _j		tvrdoća jezgre
HV _g		granična tvrdoća
HV _{sr}		srednja vrijednost tvrdoće
NHD	mm	efektivna dubina nitriranja
R	mm	polumjer kuglice kalotesta
x	$\mu\text{m}, \text{mm}$	udaljenost otiska od površine uzorka kod ispitivanja tvrdoće

SAŽETAK

U radu su opisana svojstva i primjena visokolegiranih alatnih čelika za hladni rad proizvedenih metalurgijom praha te mogućnosti otvrdnjavanja površina nitiranjem i prevlačenjem iz parne faze. U eksperimentalnom dijelu provedena je toplinska obrada uzoraka od čelika Böhler K490 MC postupcima kaljenja, visokotemperaturnog popuštanja, dubokog hlađenja, nitiranja u solnoj kupci i u plazmi te plazmom potpomognutim kemijskim prevlačenjem iz parne faze (PACVD) prevlakom TiN/TiCN. Provedena su ispitivanja tvrdoće, analiza mikrostrukture na svjetlosnom mikroskopu i karakterizacija PACVD prevlake. Nitiranjem u solnoj kupci ili plazmi postignute su maksimalne tvrdoće površinskog sloja između 1100 HV 0,1 do 1300 HV 0,1. Efektivne dubine nitiranja svih uzorka nitiranih u plazmi iznose između 0,10 do 0,12 mm. Uzorci nitirani u solnoj kupci TENIFER postigli su efektivne dubine nitiranja od 0,10 do 0,20 mm. Postignuta je PACVD prevlaka TiN/TiCN dobre adhezivnosti debljine 2,3 μm . Rezultati svih provedenih ispitivanja pokazuju dobru obradivost čelika K490 MC nitiranjem i prevlačenjem u području temperatura visokog popuštanja od 500 °C do 580 °C.

Ključne riječi: *visokolegirani alatni čelici za hladni rad, metalurgija praha, nitiranje u plazmi, nitiranje u solnoj kupci, TENIFER, PACVD*

ABSTRACT

This thesis describes properties and applications of high-alloyed powder metallurgy cold work tool steels as well as possibilities of surface hardening by nitriding and vapour deposition of hard coatings. In the experimental part, heat treatment of samples was conducted and it included quenching, high-temperature tempering, deep cooling, salt bath and plasma nitriding and plasma assisted chemical vapour deposition (PACVD) of TiN/TiCN coating. Results of heat treatment were tested by microhardness measurement and microstructure analysis by optical microscopy. Also, the characterisation of PACVD coating was conducted. Maximum surface hardness achieved by salt bath or plasma nitriding was between 1100 HV 0.1 and 1300 HV 0.1. Nitriding hardening depth of plasma nitrided samples was between 0.10 and 0.20 mm. Plasma assisted chemical vapour deposition (PACVD) was successfully conducted and 2.3 μm thick TiN/TiCN coating with good adhesiveness was produced. Results of these experiments have shown that K490 MC steel is very suitable for nitriding and vapour deposition processes in the range of high-temperature tempering temperatures, i.e. between 500 °C to 580 °C.

Keywords: *high alloy cold work tool steel, powder metallurgy, plasma nitriding, salt bath nitriding, TENIFER, PACVD*

1. UVOD

U industriji prerade metala i polimera često se koriste vrlo skupi alati komplicirane geometrije. Za njihovu izradu koriste se čelici od kojih se zahtjeva dobra otpornost na trošenje i žilavost. Alati za hladno oblikovanje metala deformiranjem uobičajeno se izrađuju od visokolegiranih alatnih čelika za hladni rad. Ova skupina čelika može postići zahtijevana svojstva osnovnim postupcima toplinske obrade, kaljenjem i popuštanjem ili suvremenijim postupcima modificiranja i/ili prevlačenja površine. Neki se postupci modificiranja i prevlačenja površine mogu kombinirati, tako da je danas moguće čak u istom uređaju provesti npr. nitiranje u plazmi i prevlačenje tvrdim slojevima. Ovim postupcima mogu se proizvesti dijelovi i alati kojima je žilavost jezgre nepromijenjena, a svojstva površine su bitno izmijenjena nanošenjem tvrdih prevlaka neoksidne keramike, npr. TiN, TiCN, TiBN itd. Zbog dobre otpornosti na trošenje i koroziju, alati izrađeni od čelika modificirane ili prevučene površine mogu imati i do nekoliko puta dužu trajnost od neprevučениh čelika.

Suvremenom tehnologijom metalurgije praha danas se proizvode srednjelegirani i visokolegirani alatni čelici za hladni rad. Osnovne prednosti ove tehnologije u primjeni na alatne čelike jesu postizanje vrlo homogenog kemijskog sastava i mikrostrukture, iz čega proizlaze dobra mehanička, tribološka i tehnološka svojstva.

Cilj ovog rada je istražiti mogućnosti povišenja otpornosti na trošenje visokolegiranog alatnog čelika za hladni rad dobivenog metalurgijom praha oznake Böhler K490 MC primjenom nitiranja u solnoj kupci i u plazmi ioniziranih plinova te mogućnosti prevlačenja površine dvoslojnom prevlakom TiN/TiCN.

2. VISOKOLEGIRANI ALATNI ČELICI ZA HLADNI RAD PROIZVEDENI METALURGIJOM PRAHA

2.1. Visokolegirani alatni čelici za hladni rad

Visokolegirani alatni čelici za hladni rad su čelici koji imaju udio bar jednog legirnog elementa veći od 5 %, a primjenjuju se na radnim temperaturama do 200 °C. Najvažniji legirni element ove skupine čelika je krom (Cr), a ovi se čelici često legiraju i vanadijem (V), molibdenom (Mo) i volframom (W). Promjenom udjela ugljika i legirnih elemenata postižu se poželjna svojstva poput visoke otpornosti na trošenje i otpornosti na koroziju, a nad ovim se čelicima uvijek provodi toplinska obrada kako bi se postigla zahtijevana svojstva. Toplinska obrada uključuje kaljenje i popuštanje, a dodatno i postupke modificiranja i/ili prevlačenja površine. Kod ovih je čelika u nekoj mjeri važna i žilavost, koja je najčešće u suprotnosti s visokom tvrdoćom, odnosno otpornošću na trošenje, pa se prethodno navedenim postupcima nastoji postići kompromis u ovim svojstvima kako bi se ostvarili postavljeni zahtjevi na alatni materijal. Također je važna i dobra obradivost i što manja promjena dimenzija nakon toplinske obrade jer se na proizvode od ovih čelika često postavljaju i strogi zahtjevi na točnost dimenzija. Visokolegirani alatni čelici za hladni rad uobičajeno se primjenjuju za alate u postupcima oblikovanja metala deformiranjem, alate za preradu polimera, medicinske instrumente i sl. [1].

2.2. Metalurgija praha

Metalurgija praha je tehnologija proizvodnje metalnih prahova i proizvoda kompaktiranjem i sinteriranjem tih prahova. Postupcima metalurgije praha mogu se dobiti čelični proizvodi čija su svojstva jednaka ili bolja od proizvoda dobivenih konvencionalnim postupcima proizvodnje čelika.

Metalni prahovi se dobivaju postupcima iz tekućeg ili krutog stanja raznim mehaničkim, elektrolitičkim ili kemijskim metodama. Nakon proizvodnje i miješanja prahova odabiru se postupci koji dovode do dobivanja gotovog proizvoda.

Postupci daljnje proizvodnje u metalurgiji praha mogu se podijeliti u dvije skupine:

- 1) konvencionalne postupke (engl. *Press-and-Sinter*)
- 2) postupke „pune gustoće“ (engl. *Full Density Processes*)

Konvencionalni postupci uključuju toplo ili hladno kompaktiranje praha na oblik približan završnom obliku čime se dobiva predoblikovani sirovac. Nakon toga slijedi zagrijavanje sirovca na temperaturu malo nižu od temperature tališta, što se naziva sinteriranjem. Tim postupkom materijal očvršćuje i zatim slijede postupci završne obrade.

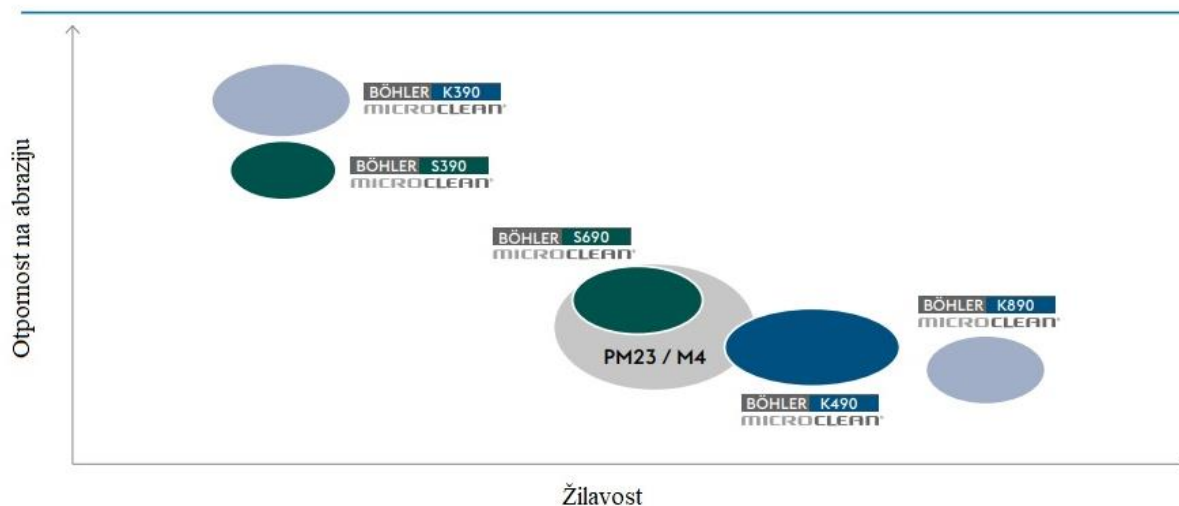
Postupcima „pune gustoće“ objedinjuju se postupci kompaktiranja i sinteriranja istodobnom primjenom visokog tlaka i temperature, čime se može postići i 100 % gustoće zbog potpune redukcije poroznosti [2].

Najvažnije prednosti metalurgije praha nad konvencionalnim postupcima su: proizvodnja dijelova komplicirane geometrije, uskih tolerancija, homogene mikrostrukture i gustoće te oblikovanih i kontroliranih svojstava [3].

2.3. Čelik K490 MC

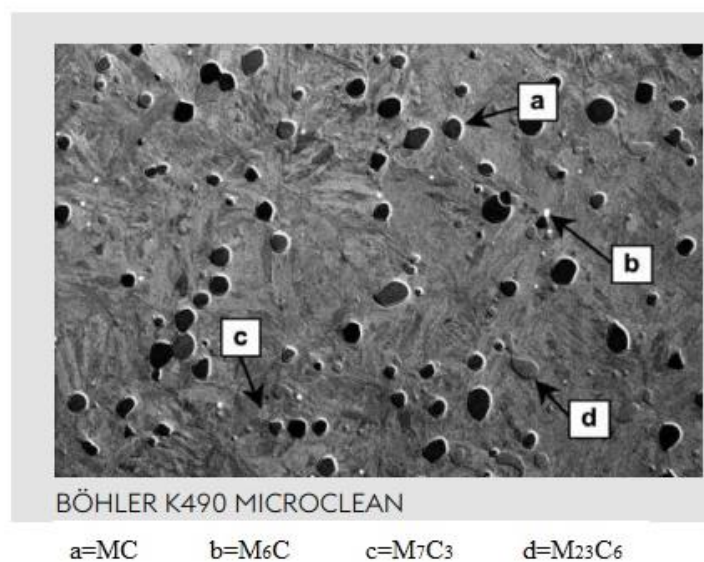
Čelik K490 MC (MicroClean) je visokolegirani alatni čelik za hladni rad proizveden metalurgijom praha koji proizvodi tvrtka Böhler. Proizvođač navodi kako je ovaj čelik izrazito konkurentan ostalim alatnim čelicima za hladni rad zbog dobre kombinacije visoke otpornosti na trošenje i visoke žilavosti za ovu skupinu čelika. Glavne prednosti čelika K490 MC su: mogućnost postizanja visoke tvrdoće (do 64 HRC), vrlo dobra žilavost, visoka otpornost na abrazijsko i adhezijsko trošenje, visoka tlačna čvrstoća, jednostavnost toplinske obrade, dobra obradivost strojnom obradom te općenita stabilnost mehaničkih svojstava.

U katalogu proizvođača [4] nalazi se dijagram prikazan na slici 1. koji prikazuje usporedbu svojstava čelika K490 MC u odnosu na druge alatne čelike za hladni rad. Svojstva prema kojima se vrši usporedba su otpornost na abrazijsko trošenje i žilavost. Čelici prikazani na dijagramu su također proizvodi istog proizvođača, a čelici oznaka PM 23 i M4 su ekvivalentni brzoreznim čelicima čije su oznake prema EN normama HS 6-5-3 i HS 6-5-4. [5]



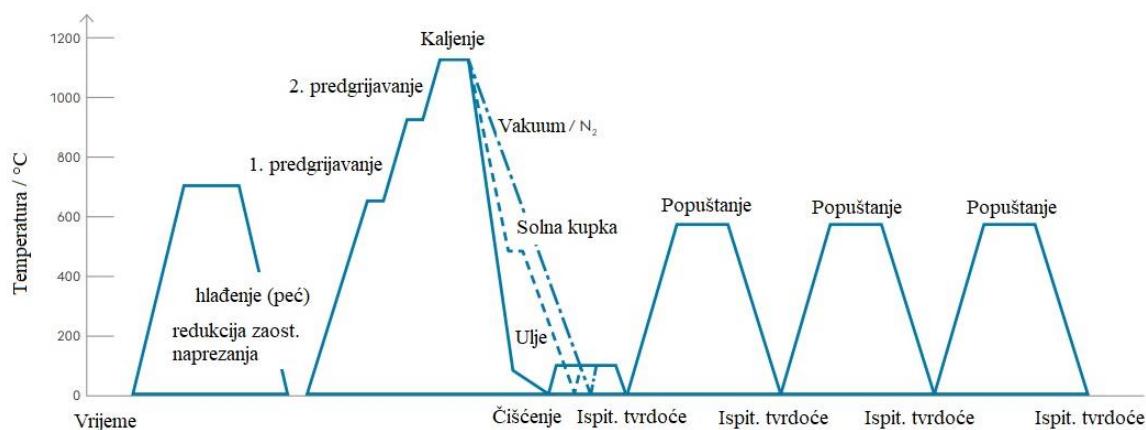
Slika 1. Usporedba svojstava čelika K490 MC s drugim alatnim čelicima [4]

Tehnologijom metalurgije praha postiže se visoka čistoća kemijskog sastava i homogenost strukture čelika K490 MC, a legiranjem karbidotvorcima kao što su Cr, Mo, V, W i Nb postiže se stvaranje karbida tipa MC, M_6C , M_7C_3 i $M_{23}C_6$. Mikrostruktura ovog čelika s označenim karbidima je prikazana na slici 2., koja je preuzeta iz kataloga proizvođača.



Slika 2. Mikrostruktura čelika K490 MC iz kataloga proizvođača [4]

Čelik K490 MC se toplinski obrađuje žarenjem za redukciju zaostalih naprezanja, kaljenjem u ulju (uz dva stadija predgrijavanja zbog visokog udjela legiranih elemenata), solnoj kupki ili u struji inertnog plina, te zatim s nekoliko stadija srednjeg ili visokog popuštanja kako bi se postigla optimalna žilavost. Dijagram cjelokupnog postupka toplinske obrade prema preporuci proizvođača prikazuje Slika 3. [4].

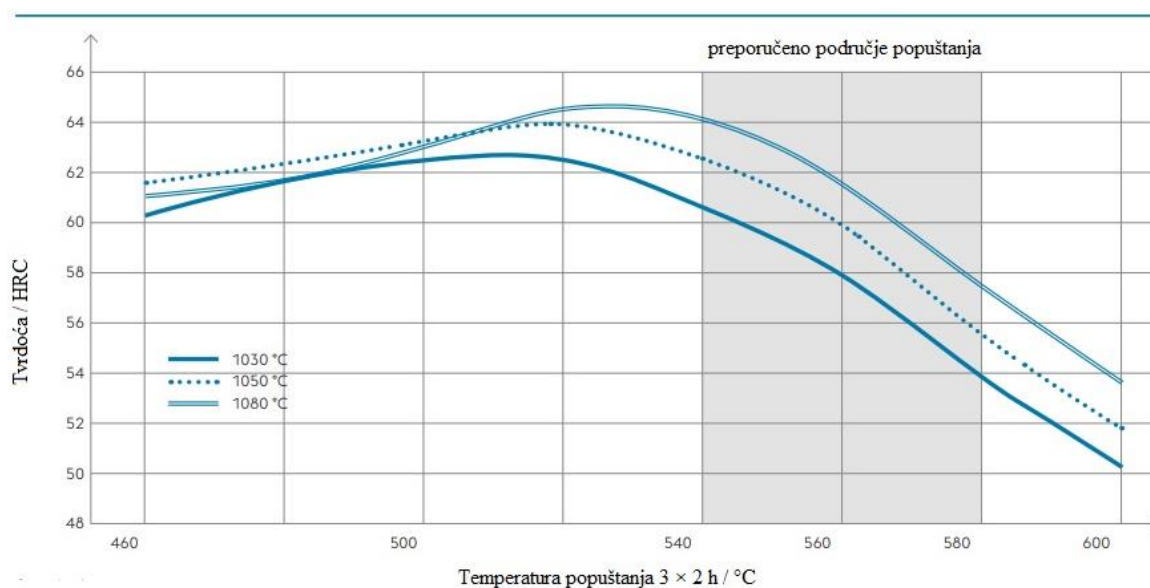


Slika 3. Dijagram postupka toplinske obrade čelika K490 MC [4]

U katalogu proizvođača [4] su preporučeni konkretni parametri postupaka toplinske obrade:

- žarenje za redukciju zaostalih naprezanja: 650-700 °C/1-2 h u neutralnoj atmosferi, hlađenje u peći
- kaljenje: 1030-1080 °C/20-30 min, gašenje u ulju ili u struji N₂
- popuštanje: visokotemperaturno (detaljno u dijagramu na Slici 4.), minimalno 2 h, hlađenje na zraku, provesti popuštanje minimalno tri puta.

Na dijagramu na slici 4. prikazane su tri krivulje popuštanja čelika K490 MC, gdje svaka krivulja pripada uzorcima koji su austenitizirani na različitim temperaturama (1030 °C, 1050 °C, 1080 °C). Na tim krivuljama uočava se pojava sekundarnog otvrdnuća zbog transformacije zaostalog austenita u sekundarni martenzit i izlučivanja karbida popuštanja. Preporučeno područje temperatura popuštanja je između 540 °C i 580 °C i u tom opsegu temperatura postižu se tvrdoće u rasponu od 54 do 64 HRC.



Slika 4. Krivulje popuštanja čelika K490 MC [4]

Čelik K490 MC se uobičajeno primjenjuje za različite alate u tehnologiji oblikovanja deformiranjem i preradi polimera. Tipični alati izrađeni od ovog čelika su kalupi za hladno kovanje, matrice i žigovi za duboko vučenje, štancanje, probijanje i valjanje, alati za valjanje navoja i dr. Slika 5. prikazuje primjer alata za oblikovanje metala deformiranjem izrađenog od čelika K490 MC.



Slika 5. Alat za oblikovanje deformiranjem izrađen od čelika K490 MC

Alatna primjena čelika K490 MC za alate za preradu polimera obuhvaća kalupe za injekcijsko prešanje, kalupe za puhanje i dr. Može se primijeniti i kao materijal za izradu industrijskih noževa za meke materijale [4]. Primjer alata za preradu polimera izrađenog od čelika K490 MC prikazan je na slici 6.



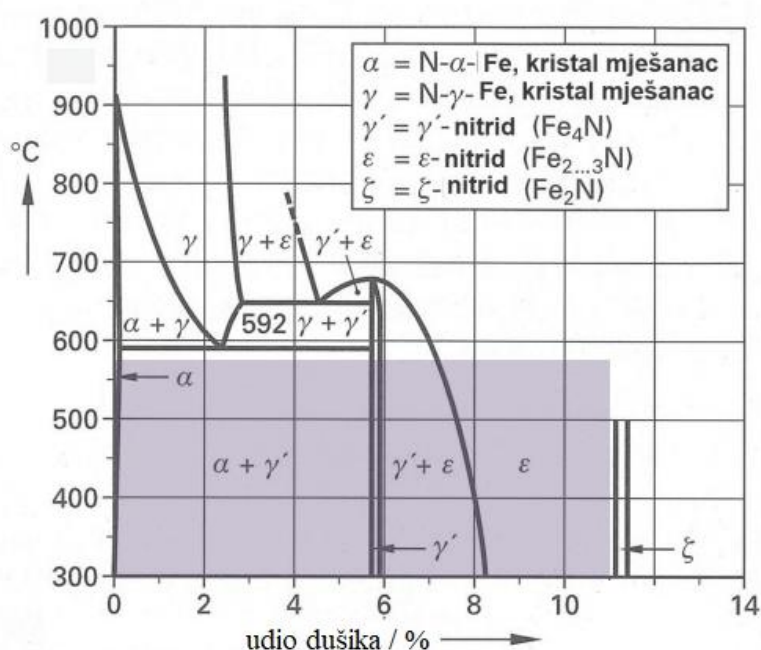
Slika 6. Primjer alata za preradu polimera izrađenog od čelika K490 MC [6]

3. POSTUPCI NITRIRANJA

3.1. Dijagram stanja željezo-dušik

Nitriranje je termokemijski postupak modificiranja čelika difuzijom dušika u površinski sloj do dubina 1,00 mm. Ovaj se postupak provodi pri temperaturama nižim od temperature A_1 , od 450 °C kod nitriranja u plazmi ioniziranih plinova, do 600 °C kod nitriranja u plinu ili u solnoj kupci. S obzirom na temperature postupka, čelik ne prolazi strukturne promjene, a ni značajne promjene volumena ili deformacije. Svojstva koje se postižu nitriranjem su visoka tvrdoća površine, otpornost na kontaktne pritiske, povećanje dinamičke izdržljivosti, otpornost na adhezijsko trošenje i otpornost na koroziju [7].

S obzirom na temperaturu postupka te potencijal dušika iz medija za nitriranje, mogu nastati strukturne faze koje su navedene na dijagramu stanja sustava Fe-N na slici 7.

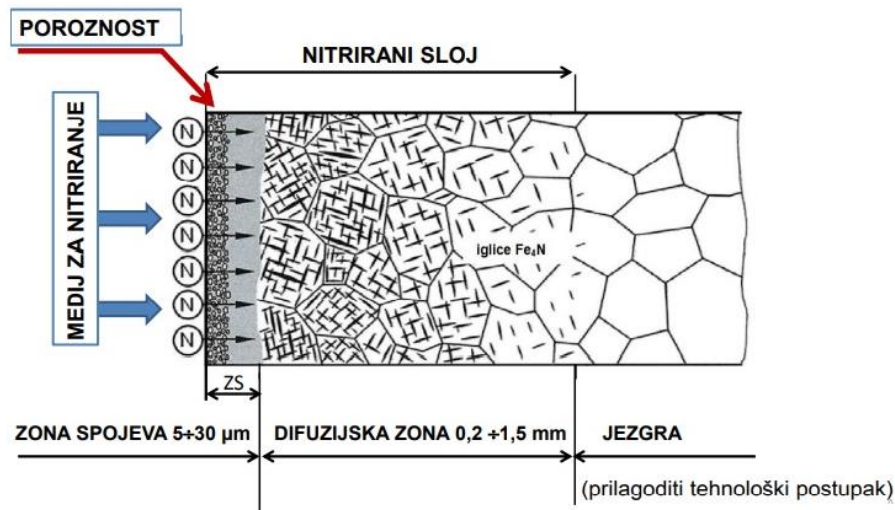


Slika 7. Fazni dijagram sustava Fe-N [8]

Postupcima nitriranja površina osnovnog materijala modificira se stvaranjem kristala mješanaca ili intermetalnih spojeva željeza i dušika. Morfološki se to manifestira pojavom zone spojeva i difuzijske zone, što je shematski prikazano na slici 8. Debljina navedenih slojeva varira o parametrima postupka. Općenito vrijedi pravilo da s povećanjem temperature i trajanja procesa raste i debljina zone spojeva. Zona spojeva je tvrda i krhka, a izborom

određenih parametara i postupaka (npr. nakon nitriranja u solnoj kupci) može postati i djelomično porozna.

Postupkom nitriranja u plazmi može se postići difuzija dušika bez stvaranja zone spojeva, što je poželjno za stvaranje potpornog sloja za daljnje nanošenje tvrdih prevlaka [7].



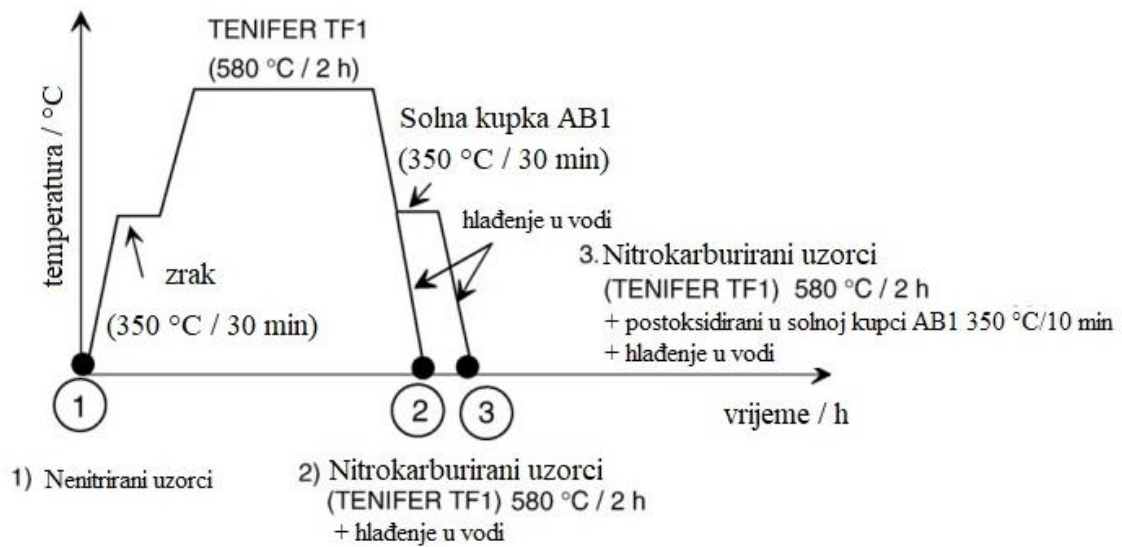
Slika 8. Shematski prikaz poprečnog presjeka površinskog sloja nakon nitriranja u plazmi [8]

Nitriranje se može provoditi u raznim medijima, odnosno sredstvima: čvrstim, tekućim, plinovitim ili u plazmi ioniziranih plinova [8].

3.2. Nitriranje u solnoj kupci

Nitriranje se može provoditi u tekućem sredstvu otopljene soli koji ima određeni potencijal dušika za difuziju u osnovni materijal. Ovaj je postupak često se primjenjuje u industriji jer je vrlo ekonomičan, a postiže dobre rezultate. Solne kupke često se sastoje od spojeva cijanida (KCN i KCNO), koji sadrže i ugljik, pa se takav postupak može smatrati nitrokarburiranjem. Najčešći je komercijalni postupak TENIFER s cijanidnim i cijanatnim solima, a koristi se i kupka nitrata i nitrita AB1. Često se TENIFER postupak kombinira s postupkom naknadne oksidacije, kojim se dodatno poboljšava korozivna otpornost [9].

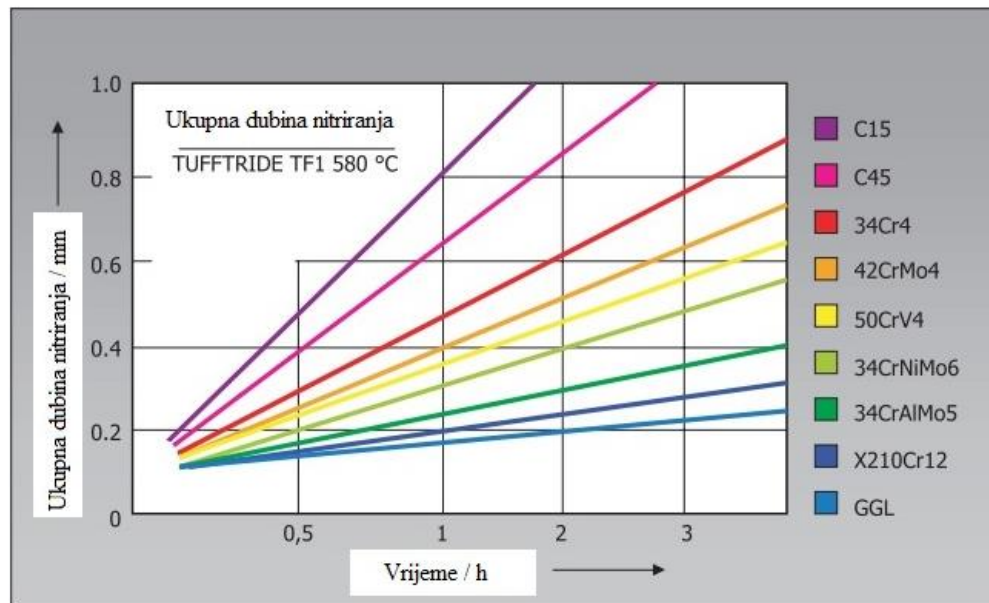
Dijagram jednog postupka nitrokarburiranja i postoksidacije ugljičnog čelika prikazan je na slici 9.



Slika 9. Dijagram postupka termokemijske obrade čelika C45[9]

Parametri nitriranja često se određuju prema preporukama proizvođača solnih kupki i uređaja za provođenje ovih postupaka. Dijagram na slici 10. preuzet je iz priručnika tvrtke HEF Durferrit koja proizvodi soli za nitriranje [10]. Na tom dijagramu mogu se vidjeti ovisnosti dubine nitriranja o vremenu obrade za različite čelike u postupku TUFFTRIDE, pri temperaturi od 580 °C.

Tvrdoće koje se očekuju nakon nitriranja ili nitrokarburiranja pri određenim parametrima i za različite čelike mogu se očitati iz tablica koje također pružaju proizvođači soli.



Slika 10. Ovisnost dubine nitiranja o vremenu obrade za različite čelike [10]

3.3. Nitiranje u plazmi

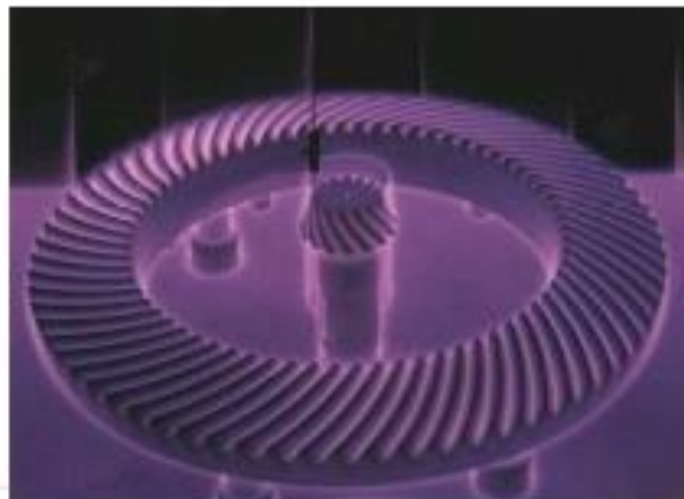
Nitiranje u plazmi ioniziranih plinova ili ionsko nitiranje je suvremeni postupak nitiranja. Osnova ovog postupka je ioniziranje dušika iz plinovitog stanja djelovanjem električnog polja. Reaktivni ioni dušika pod utjecajem električnog polja i povišene temperature dobivaju veliku kinetičku energiju i difundiraju u površinu obratka, stvarajući kristale mješance i intermetalne spojeve nitride ili karbonitride. Ovaj postupak može se precizno kontrolirati u smislu kontrole sastava i debljine nastalih slojeva, a može se i automatizirati. Kao što je već rečeno, može se postići i nitirana površina bez zone spojeva, što je osobito korisno pri integraciji ovog procesa s PACVD postupkom prevlačenja tvrdim slojevima [8].

Slika 11. prikazuje primjere strojnih dijelova koji su pogodni za nitiranje u plazmi, prema preporuci tvrtke Rübige, koja je proizvođač opreme za postupke modificiranja i prevlačenja u plazmi.



Slika 11. Primjeri dijelova pogodnih za nitriranje u plazmi [11]

Slika 12. prikazuje strojni dio tijekom nitriranja u plazmi.



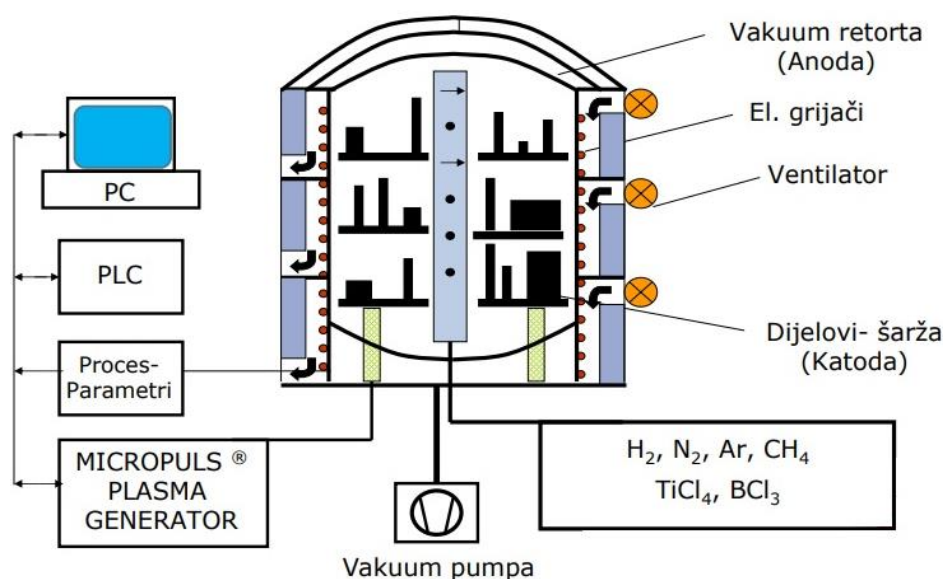
Slika 12. Strojni dio za vrijeme nitriranja u plazmi [11]

Nedostaci ovog postupka su relativno veliki investicijski troškovi i opasnost od pregrijavanja dijelova složene geometrije. Zbog kompleksnosti procesa do danas još nije postavljen općeprihvaćeni fizikalni model nitriranja u plazmi [7].

4. PLAZMOM POTPOMOGNUTO KEMIJSKO PREVLAČENJE IZ PARNE FAZE

4.1. Osnove postupka PACVD

Plazmom potpomognuto prevlačenje iz parne faze (PACVD – engl. *Plasma Assisted Chemical Vapour Deposition*) je varijacija CVD postupka u kojem plazma potpomaže postupak kemijskog prevlačenja iz parne faze i zato se postupak provodi pri bitno nižim temperaturama nego CVD postupak. Naime, temperature CVD postupka su u opsegu 800-1000 °C, a temperature PACVD postupka su u opsegu 470-580 °C. Takve niže temperature postupka manje utječu na strukturu materijala i izazivaju manje dimenzijske promjene dijelova, što je prednost u odnosu na CVD. To također znači da nakon ovog postupka nije potrebna naknadna toplinska obrada dijelova. Shematski prikaz retorte za PACVD postupak i njenih sastavnih dijelova prikazan je na slici 13. [12].



Slika 13. Shematski prikaz postupka PACVD [12]

Kao što se može vidjeti iz sheme, PACVD postupak ima relativno mnogo radnih parametara koji utječu na stvaranje prevučениh slojeva. Ti parametri su: iznos napona plazme, oblik i trajanje naponskog impulsa, protok plinova (Ar, N₂, H₂) i prekursora (TiCl₄, BCl₃, AlCl₃), tlak, trajanje i temperatura prevlačenja i dr. [13].

Prednosti PACVD postupka su mnogostruke. U jednom stroju može se prije prevlačenja tvrdim slojem provesti čišćenje površine i nitriranje u plazmi, a sve u jednom kontinuiranom procesu. Ovaj je postupak prikladan za dijelove većih dimenzija i kompliciranijih oblika, a također tijekom procesa nema potrebe za pomicanjem šarže jer se ne radi o *line-of-sight* postupku. PACVD postupak je vrlo ekonomičan zbog niskih troškova rada vakuumpumpe, a također je i ekološki prihvatljiv jer se otpadni plinovi obrađuju i nema štetnih emisija za okoliš. Slika 14. prikazuje PACVD postrojenje instalirano na Fakultetu strojarstva i brodogradnje [12].



Slika 14. PACVD postrojenje instalirano na FSB-u [12]

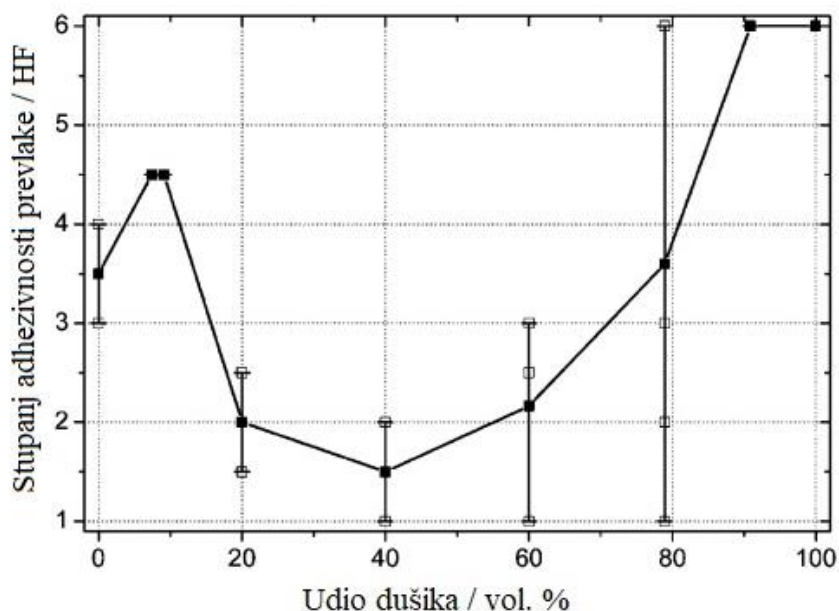
S obzirom na relativno velik broj tehnoloških parametara u postupku PACVD, mnoga istraživanja su provedena za razne kombinacije parametara u svrhu dobivanja raznih vrsta slojeva na raznim čelicima. U nastavku slijedi pregled rezultata nekih od ovih istraživanja koja su usmjerena uglavnom na alatne čelike za hladni ili topli rad te na slojeve spojeva TiN i TiCN.

4.2. Plazmom potpomognuta priprema površine za PACVD prevlaku TiN

Uređaji za PACVD nude mogućnost pripreme površine osnovnog materijala prije nanošenja tvrde prevlake djelovanjem atmosfere procesnih plinova pri niskom tlaku. Priprema površine je osobito važna za visokolegirane čelike, jer se kod čelika s visokim udjelom kroma ostvarivanje dobre adhezivnosti prevlake pokazalo problematičnim. U radu [14] cilj je bio utvrditi sastav plinske atmosfere za postizanje optimalnih rezultata prevlačenja visokolegiranog alatnog čelika za hladni rad s 11,5 % kroma (DIN 1.2379, AISI D2) prevlakom TiN.

Ispitivanja adhezivnosti prevlake su pokazala da se optimalna adhezivnost prevlake (sa stupnjem HF 1 prema normi VDI 3198) postiže smjesom plinova koja se sastoji od 40 vol. % N_2 i 60 vol. % H_2 , kojom se ostvaruje stvaranje difuzijske zone dušika. Uloga vodika u plinskoj atmosferi je važna u fazi čišćenja površine otprašivanjem (engl. *sputter cleaning*, *sputtering*). Naime, pri niskom tlaku u komori isparavaju hlapljive tvari iz supstrata i važno je da se zatim povežu s nekom reaktivnom kemijskom tvari iz atmosfere kako bi trajno napustile supstrat.

Dijagram na slici 15. pokazuje ovisnost stupnja adhezivnosti prevlake o udjelu dušika [14].



Slika 15. Ovisnost stupnja adhezivnosti prevlake o udjelu dušika u plinskoj atmosferi [14]

4.3. Usporedba svojstava nitriranih i prevučenih površina

U radu [13] su uspoređeni rezultati PACVD prevlačenja visokolegiranog alatnog čelika za topli rad X4Cr5MoWSiV:

a) prevlačenje s dva sloja - TiN i TiCN

b) nitriranje u plazmi (PN – engl. *Plasma Nitriding*) s naknadnim prevlačenjem slojem TiCN.

Nitrirani sloj i sloj TiN u oba slučaja služe kao potporni međuslojevi koji trebaju osigurati dobru adheziju prevlake na površinu čelika. Parametri PACVD postupka iz rada [13] prikazani su u Tablici 1.

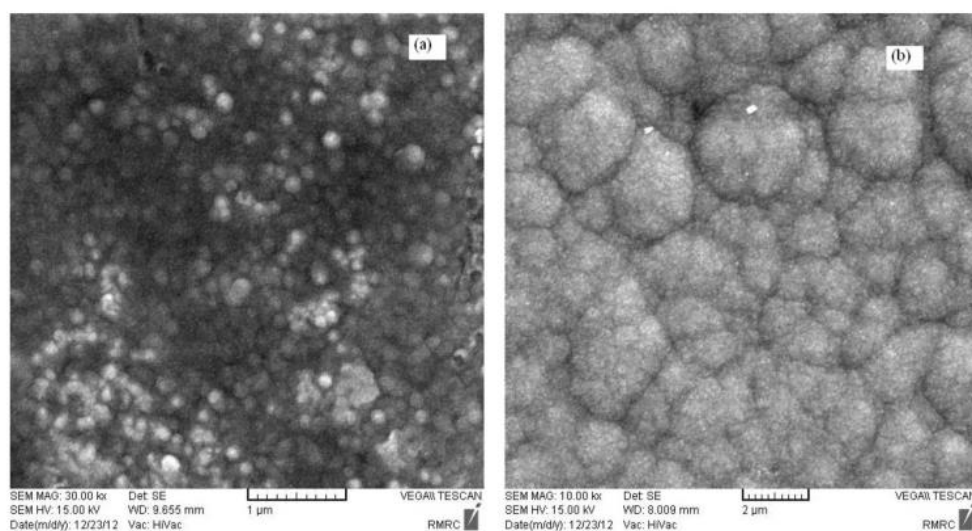
Tablica 1. Parametri PACVD postupka za prevlake PN/TiCN i TiN/TiCN [13]

Parametar	Vrijednost
pulsirajući napon	650 V
radni ciklus	33 %
temperatura	470 °C
vrijeme PACVD	120 min
CH ₄ /(CH ₄ +N ₂) omjer protoka	50 %
ukupni tlak	2 mbar
temperatura prevlačenja TiN	470 °C
trajanje prevlačenja TiN	120 min
trajanje nitriranja	120 min
temperatura nitriranja	470 °C

Nakon prevlačenje provedena su ispitivanja kemijskog sastava, morfologije, tvrdoće i otpornosti na trošenje nanesenih slojeva. Zanimljivo je da se kombinacija TiN/TiCN pri navedenim parametrima pokazala boljom u svim značajkama od PN/TiCN. Prva prevlaka ima višu tvrdoću, bolju adhezivnost na supstrat i niži koeficijent trenja. To je naizgled nelogično jer je nitrirani sloj niže tvrdoće od sloja TiN i zbog toga bi trebao predstavljati bolju podlogu jer pruža manji gradijent tvrdoće. Slika 16. prikazuje SEM snimku mikrostrukture oba uzorka, iz čega se može vidjeti da prevlaka s podlogom TiN ima homogeniju i finiju strukturu od

drugog uzorka. Grublja struktura i veća veličina kristalnih zrna dovodi i do veće površinske hrapavosti. [13]

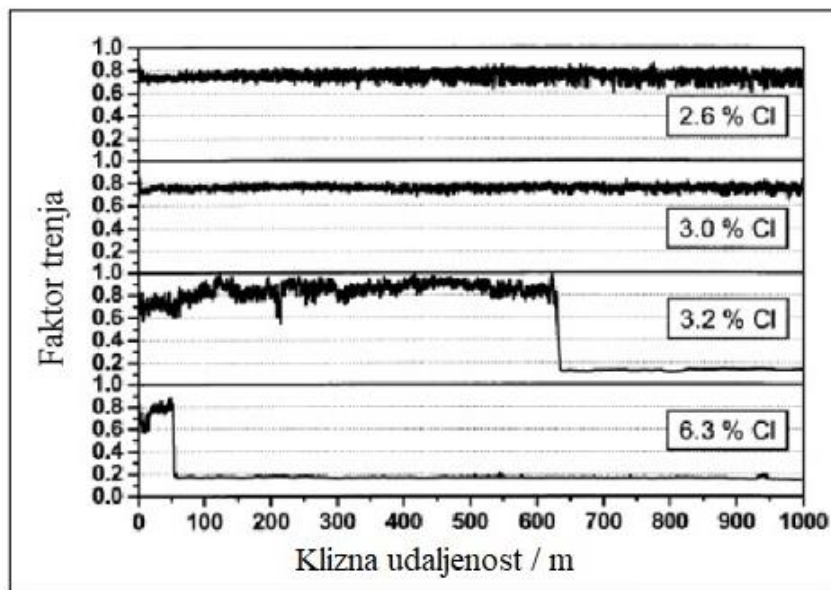
Ovi rezultati se mogu objasniti neprikladnim izborom parametara nitiranja za ovu vrstu čelika.



Slika 16. SEM slika prevlaka: a) TiN/TiCN, b) PN/TiCN [13]

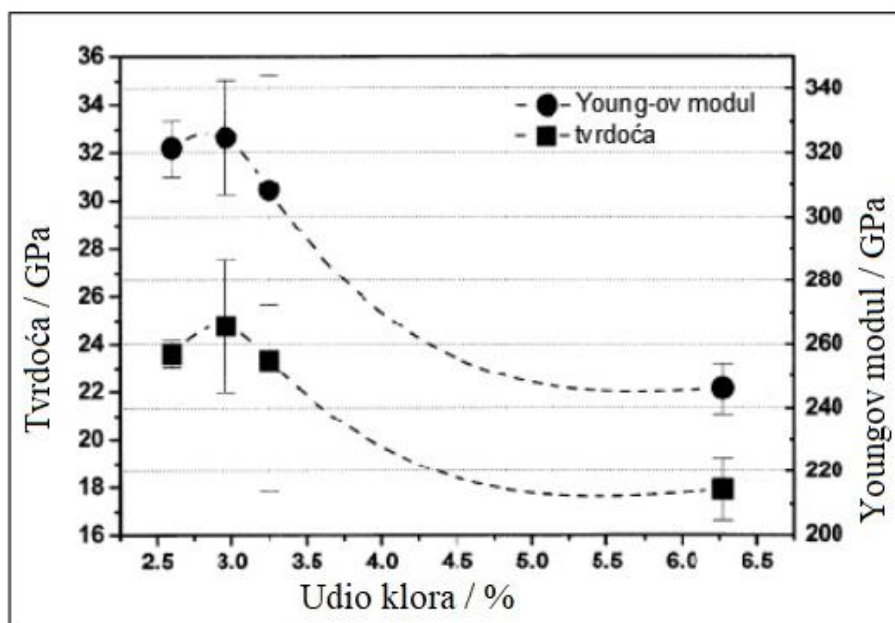
4.4.. Tvrđi TiN slojevi nanešeni postupkom PACVD s niskim faktorom trenja

Za dobivanje slojeva na bazi titanija, kao prekursor se u PACVD postupku često koristi titanijev tetraklorid (TiCl_4). Pod djelovanjem električnog napona TiCl_4 se disocira na elementarni titanij i klor, te je samim time moguća neželjena difuzija klora u osnovni materijal. Istraživanja u radu [15] su pokazala da određeni udio klora ipak može djelovati pozitivno, tako da smanjuje koeficijent trenja prevlake u triboparu s čelikom, što je dokazano testom kuglica-na-disku (engl. *ball-on-disc*). Na slici 17. može se vidjeti da se pri udjelima klora višim od 3,2 % nakon nekog perioda uhodavanja vrijednost faktora trenja smanjuje na 0,2.



Slika 17. Promjene faktora trenja na testu klizanja u ovisnosti o udjelu klora [15]

Iz prethodnog se dijagrama vidi da se koeficijent trenja smanjuje povećanjem udjela klora, no poznato je da klor negativno djeluje na mehanička svojstva prevlake. Slika 18. prikazuje promjenu vrijednosti mehaničkih svojstva u odnosu na udio klora. Iz ove i prethodne slike može se zaključiti da optimalni udio klora iznosi 3,2 %. Klor u tom sadržaju smanjuje faktor trenja, a značajno ne utječe na tvrdoću i Youngov modul prevlake [15].



Slika 18. Utjecaj udjela klora na tvrdoću i Youngov modul [15]

5. Metode ispitivanja

5.1. Ispitivanje tvrdoće

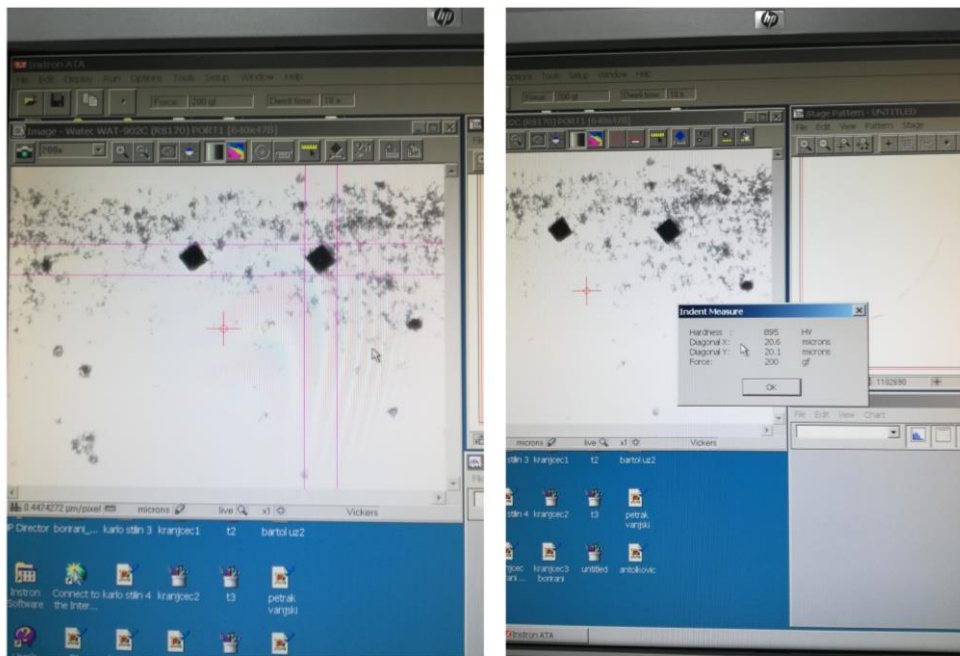
Mjerenja tvrdoće u okviru ovog rada provedena su metodom Vickers. Ova se metoda temelji na utiskivanju indentora (penetratora) u uzorak i naknadnim mjerenjem dijagonala nastalog otiska pomoću svjetlosnog mikroskopa. Penetrator ili indentor je četverostrana dijamantna piramida s vršnim kutom od 136° . Indentor se u uzorak utiskuje određenom silom koja se odabire ovisno o prirodi ispitivanja.

Dijagonale nastalog otiska kod nekih se uređaja mogu mjeriti direktno na tvrdomjeru, nakon čega se pomoću formula i tablica ručno računaju vrijednosti tvrdoće. Moderniji uređaji povezani su s osobnim računalom te se vrijednosti tvrdoće računaju automatski na temelju ručnog odabira dimenzija granica otiska. Takav uređaj je INSTRON Wilson-Wolpert Tukon 2100B, koji se koristi u Laboratoriju za toplinsku obradu Fakulteta strojarstva i brodogradnje, a prikazan je na slici 19.



Slika 19. Tvrdomjer INSTRON Wilson-Wolpert Tukon 2100B

Na slici 20. prikazano je korisničko sučelje računalnog programa za mjerenje tvrdoće i upravljanje radom tvrdomjera INSTRON.

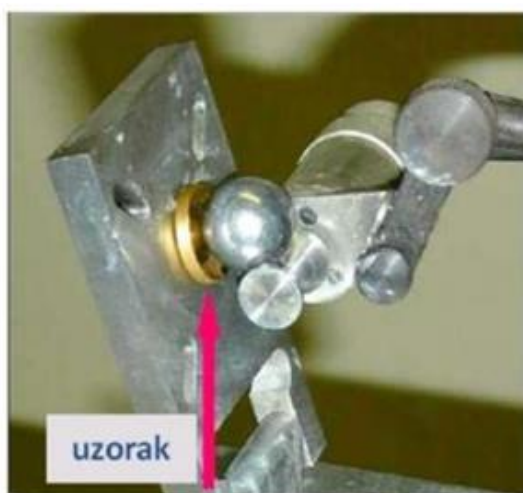


Slika 20. Korisničko sučelje za automatizirano ispitivanje tvrdoće na uređaju INSTRON Wilson-Wolpert Tukon 2100B

5.2. Određivanje debljine adhezivnosti prevlake

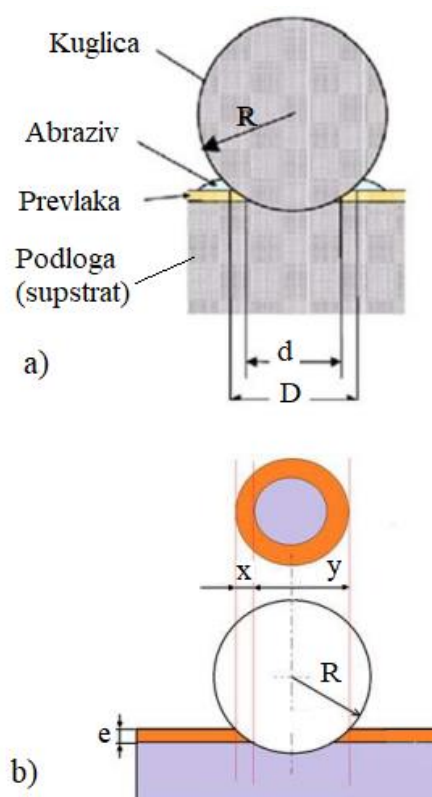
5.2.1. Određivanje debljine prevlake kalotestom

Kalotest je ispitivanje koje se temelji na trenju između rotirajuće kuglice i uzorka uz dodatak abrazivnog sredstva za povećanje trošenja. Kuglice se uobičajeno izrađuju od kaljenog čelika za kuglične ležajeve, a primjenjuju se u različitim dimenzijama. Na uređaju je moguće podesiti broj okretaja rotirajuće osovine u minuti te vrijeme trajanja ispitivanja. Kod ovog pokusa, važan je odabir kuta nagiba uzorka kako bi se postigla dovoljno velika normalna sila između kuglice i uzorka da bi se ostvarilo uspješno trošenje uzorka uslijed trenja. Ovo je ispitivanje opisano normom EN 1071-2:2003. Fotografija ispitivanja kalotestom prikazana je na slici 21.



Slika 21. Kalotest [16]

Ako je prevlaka uzorka uspješno probijena, tada se pomoću svjetlosnog mikroskopa mogu izmjeriti dimenzije nastalog otiska. Iz tih dimenzija može se izračunati debljina prevlake. Shema iz koje su dobiveni izrazi za računanje debljine prevlake prikazana je na slici 22.



Slika 22. Princip određivanja debljine prevlake iz dimenzija kalote

Izrazi za računanje debljine prevlake iz dimenzija otisaka su:

$$e = \frac{D^2 - d^2}{8R} \quad (1)$$

$$e = \frac{xy}{2R} \quad (2)$$

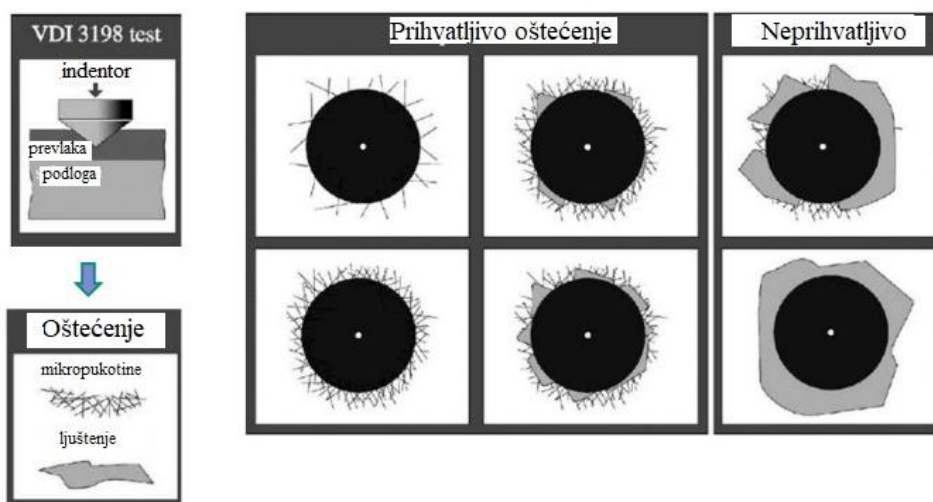
5.2.2. Ispitivanje adhezivnosti prevlake prema normi VDI 3198

Ispitivanje adhezivnosti prevlake prema normi VDI 3198 temelji se na utiskivanju indentora Rockwellovog tvrdomjera u površinu ispitnog uzorka. Indentor u Rockwell C metodi je dijamanтни stožac s vršnim kutom od 120° i radijusom zaobljenja 0,2 mm. Utiskivanjem indentora u površinu pod opterećenjem od 1471 N nastaje plastična deformacija na uzorku i to oštećenje površine naknadno se promatra na svjetlosnom mikroskopu. Slika 23. prikazuje fotografiju Rockwellovog tvrdomjera iz Laboratorija za toplinsku obradu Fakulteta strojarstva i brodogradnje u Zagrebu koji je korišten za ispitivanje adhezivnosti prevlake.



Slika 23. Rockwellov tvrdomjer primijenjen za ispitivanje adhezivnosti prevlake

Adhezivnost ili prionjivost prevlake procjenjuje se usporedbom slika na svjetlosnom mikroskopu sa tipskim ilustracijama oštećenja prevlake karakterističnih za svaki od razreda adhezivnosti, koje su prikazane na slici 24.



Slika 24. Procjena adhezivnosti prevlake prema normi VDI 3198 [16]

6. Ispitni uzorci i plan ispitivanja

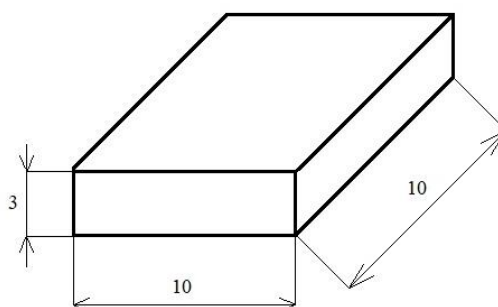
6.1. Plan pokusa i izrada uzoraka

Materijal za ispitivanje od kojeg su izrađeni svi ispitni uzorci je K490 MC proizvođača Böhler. Kemijski sastav čelika K490 MC naveden je u Tablici 2.

Tablica 2. Kemijski sastav čelika K490 MC [4]

Kemijski element	C	Cr	Mo	V	W	ostali elementi	Fe
Maseni udio / %	1,40	6,40	1,50	3,70	3,50	+Nb	ostatak

Uzorci su izrezani u obliku kvadra dimenzija 10×10×3 mm. Mjere i izgled uzoraka prikazani su na slikama 25. i 26.



Slika 25. Dimenzije uzoraka



Slika 26. Izgled uzoraka za nitiranje i vanjska dimenzija

U Tablici 3. nalaze se parametri toplinske obrade i oznake uzoraka koje će se koristiti dalje u radu.

Tablica 3. Parametri toplinske obrade i oznake uzorka

Oznaka uzorka	Kaljenje	DH	Temperatura popuštanja / 2 h / zrak			Nitriranje u plazmi	Nitriranje TENIFER
			500 °C	550 °C	575 °C	500 °C/14 h	580 °C/2 h
A	1030 °C/ 30 min/N ₂	-	A01	A03	-	A01NP, A03NP	A09
B	1080 °C/ 20 min/N ₂	+	BX1	BX3	-	BX1NP, BX3NP	BX9
A	1030 °C/ 30 min/N ₂	-	A01	A03	-	A01NP, A03NP	A09
B	1080 °C/ 20 min/N ₂	+	BX1	BX3	-	BX1NP, BX3NP	BX9
	1080 °C/ 20 min/N ₂	+	-	-	BX4	PACVD – TiN/TiCN	

Dakle, uzorci s oznakom „A“ austenitizirani su na nižoj temperaturi (1030 °C) u odnosu na uzorke s oznakom „B“, koji su austenitizirani na temperaturi od 1080 °C.

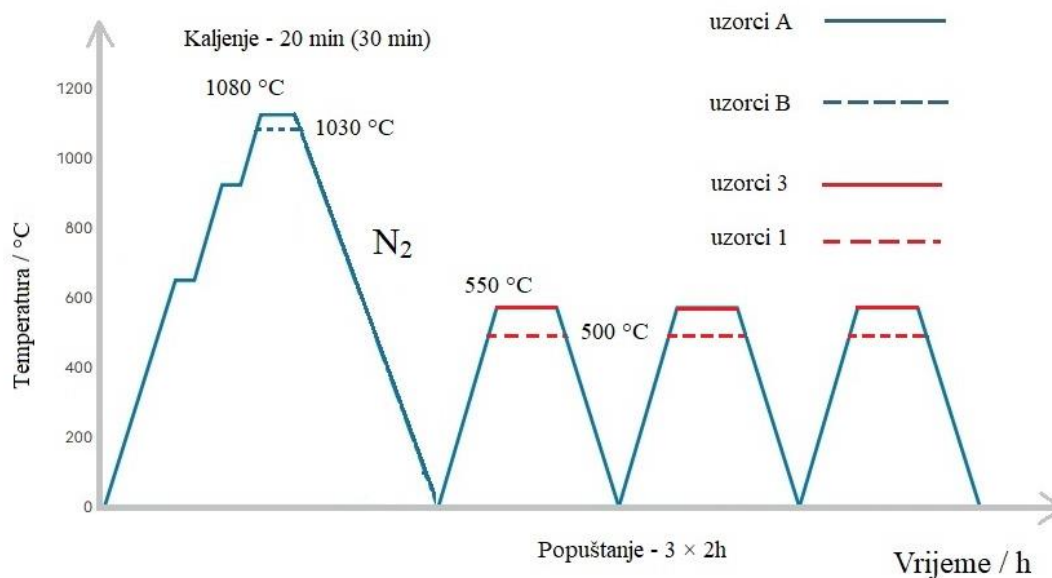
Uzorci čija je srednja oznaka „0“ (npr. A01, B01) popušteni su tri puta pri parametrima navedenim u Tablici 3.

Uzorci koji imaju oznaku „X“ su nakon austenitiziranja duboko hlađeni u tekućem dušiku, dakle na temperaturi od -196 °C u trajanju od 24 h, a naknadno su jednostruko popušteni pri parametrima navedenim u Tablici 3.

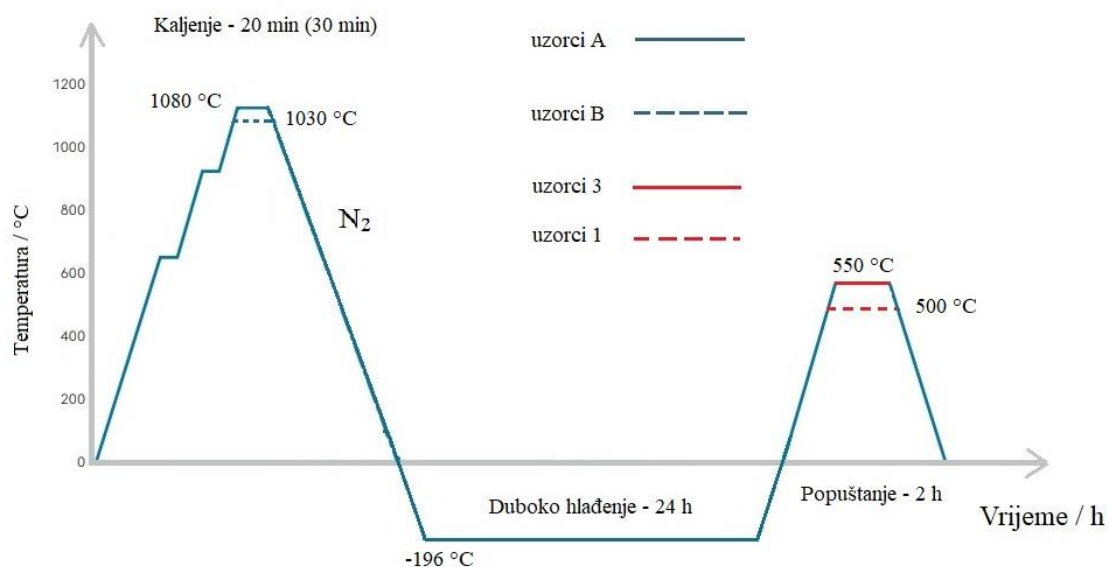
Uzorak BX4 je austenitiziran pri istim parametrima kao ostatak serije B, duboko je hlađen kao ostatak serije X, ali je popušten jednostruko, na temperaturi od 575 °C u trajanju od 2 h. Dijagrami postupaka toplinske obrade uzoraka nalaze se u slijedećem poglavlju.

6.2. Toplinska obrada uzoraka

Parametri i tijek postupaka toplinske obrade vrlo se praktično mogu prikazati u dijagramima postupka. Na slikama 27.-32. prikazani su postupci toplinske obrade kojima su podvrgnuti uzorci koji su se proučavali u okviru ovoga rada.



Slika 27. Dijagram postupka kaljenja i trostrukog popuštanja

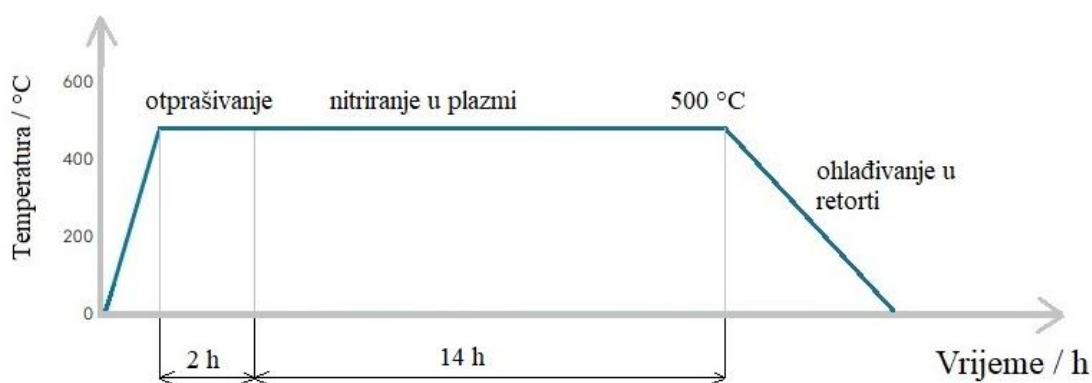


Slika 28. Dijagram postupka kaljenja s dubokim hlađenjem i popuštanjem

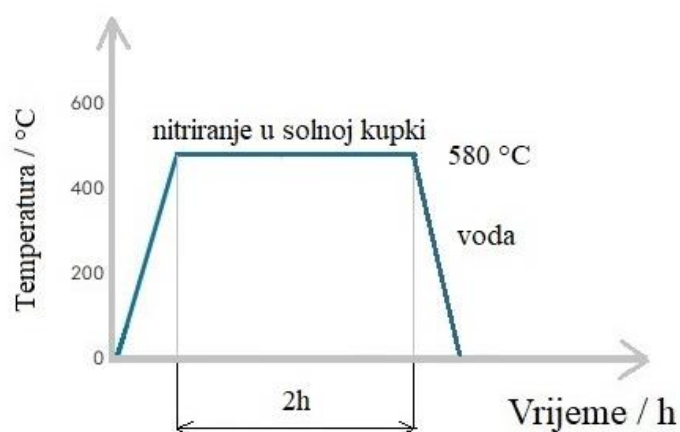
Parametri nitriranja u plazmi prikazani su u Tablici 4. i prikazani su dijagramom postupka na slici 29. Parametri plazmom potpomognutog kemijskog prevlačenja iz parne faze dvoslojnom prevlakom TiN/TiCN prikazani su u Tablici 5. i u dijagramu postupka na slici 30. Dijagram postupka nitriranja u solnoj kupki prikazan je na slici 31.

Tablica 4. Parametri nitriranja u plazmi

Temperatura / °C	500
Trajanje / h	14
Protok H ₂ / l/h	20
Protok N ₂ / l/h	60
Protok Ar / l/h	10
Sastav plinske smjese	22 % H ₂ , 67 % N ₂ , 11 % Ar
Snaga plazme / W	3000
Napon / V	360
Tlak / mbar	2



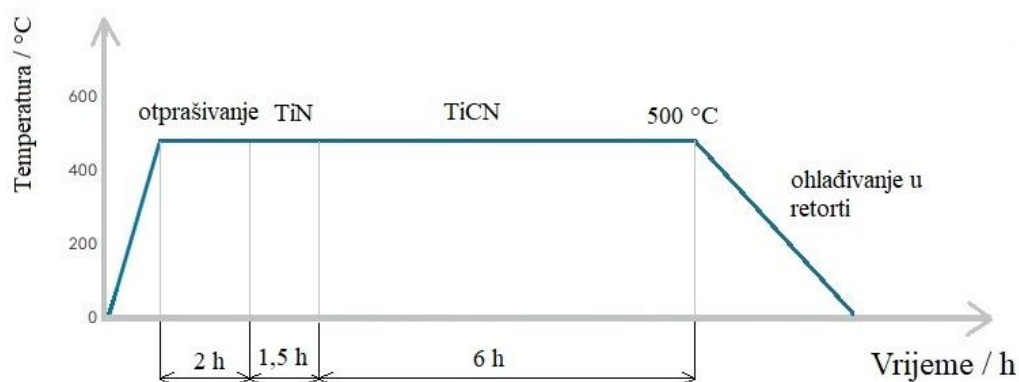
Slika 29. Dijagram postupka nitriranja u plazmi



Slika 30. Dijagram postupka nitriranja u solnoj kupki

Tablica 5. Parametri postupka prevlačenja prevlakom PACVD TiN/TiCN

Opis koraka	TiN	TiCN
Trajanje / h	1,5	6
Tlak / mbar	2	2
Temperatura / °C	500	500
Protok H ₂ / l/h	140	140
Protok Ar / l/h	7	7
Protok CH ₄ / l/h	-	5,4
Protok N ₂ / l/h	15	13
Napon / V	490	490
Snaga plazme / W	2200	1950



Slika 31. Dijagram postupka prevlačenja PACVD

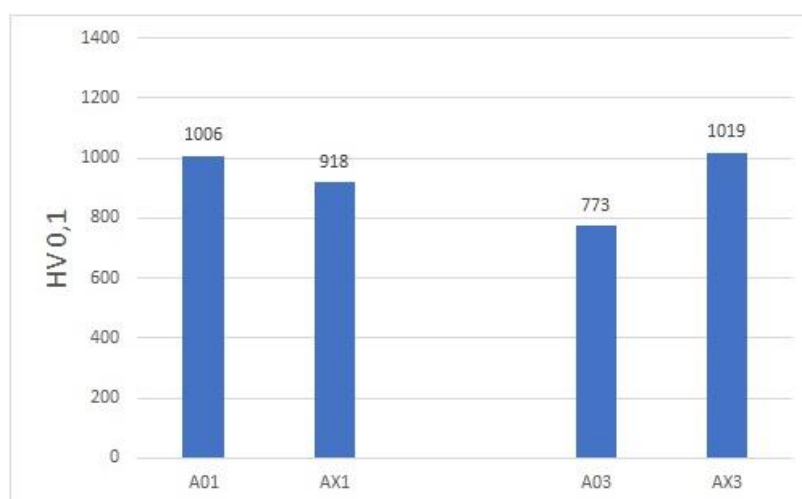
7. Rezultati ispitivanja

7.1. Ispitivanje mikrotvrdoće

7.1.1. Površinska tvrdoća

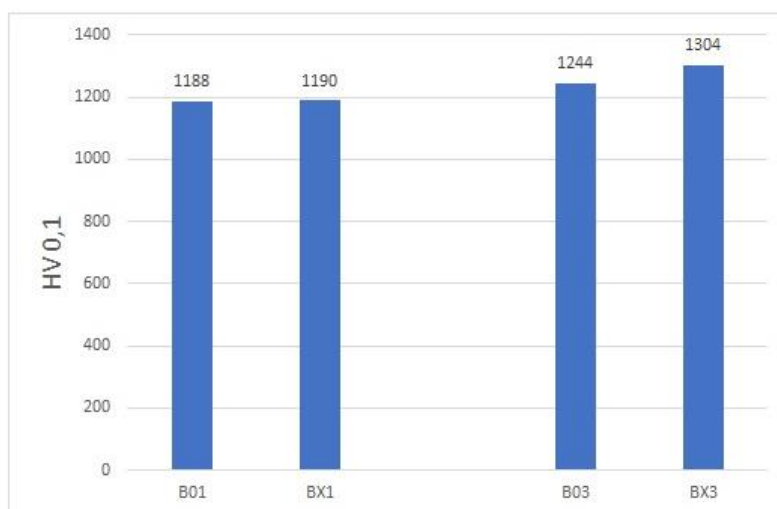
U Laboratoriju za toplinsku obradu Fakulteta strojarstva i brodogradnje u Zagrebu provedena su mjerenja površinske tvrdoće HV 0,1 uzoraka prije i nakon nitriranja u plazmi. Mjerenja su provedena na uređaju INSTRON Wilson-Wolpert Tukon 2100B. Na svakom uzorku izvršena su tri mjerenja i izračunate su srednje vrijednosti.

S dijagrama na slici 32. može se vidjeti da uzorci AX3 i A01 imaju višu tvrdoću od ostalih uzoraka, a uzorak A03 ima značajno nižu tvrdoću od ostalih uzoraka A serije.



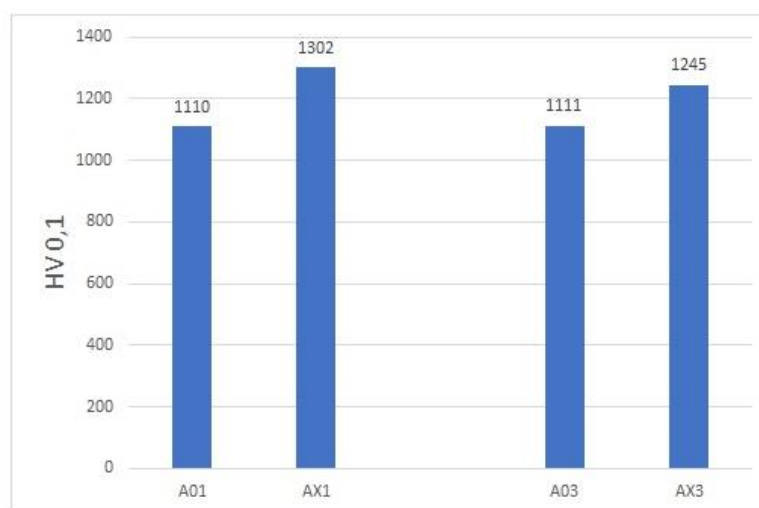
Slika 32. Površinske tvrdoće A serije uzoraka prije nitriranja u plazmi

Na dijagramu na slici 33. primjećuje se da uzorci B01 i BX3 imaju značajno niže tvrdoće od ostalih uzoraka te serije, a uzorak B01 ima najvišu tvrdoću. Također se primjećuje da uzorci serije B (austenitizirani na višoj temperaturi od serije A) imaju prosječno višu tvrdoću od uzoraka serije A.



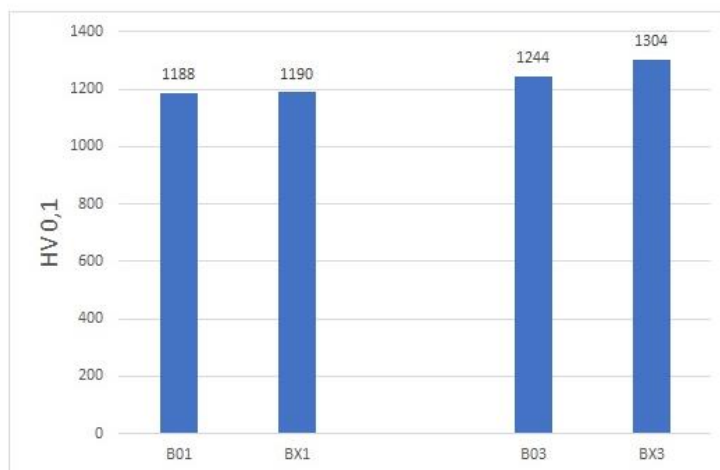
Slika 33. Površinske tvrdoće B serije uzoraka prije nitriranja u plazmi

Nakon nitriranja u plazmi uzorak AX1 pokazuje najvišu površinsku tvrdoću, zatim slijedi uzorak AX3, a uzorci A01 i A03 imaju značajno niže vrijednosti tvrdoće. Uzorci s najvišom tvrdoćom (AX1 i AX3) nakon nitriranja u plazmi imaju zajedničko to što su duboko hlađeni nakon austenitizacije. Ove podatke prikazuje dijagram na slici 34.



Slika 34. Površinske tvrdoće A serije uzoraka nakon nitriranja u plazmi

Nakon nitriranja u plazmi, B serija uzoraka ima u prosjeku nešto više vrijednosti tvrdoće od serije A. Na slici 35. vidi se da najvišu tvrdoću ima uzorak BX3 koji je duboko hlađen i jednostruko popušten na 550 °C.



Slika 35. Površinske tvrdoće B serije uzoraka nakon nitriranja u plazmi

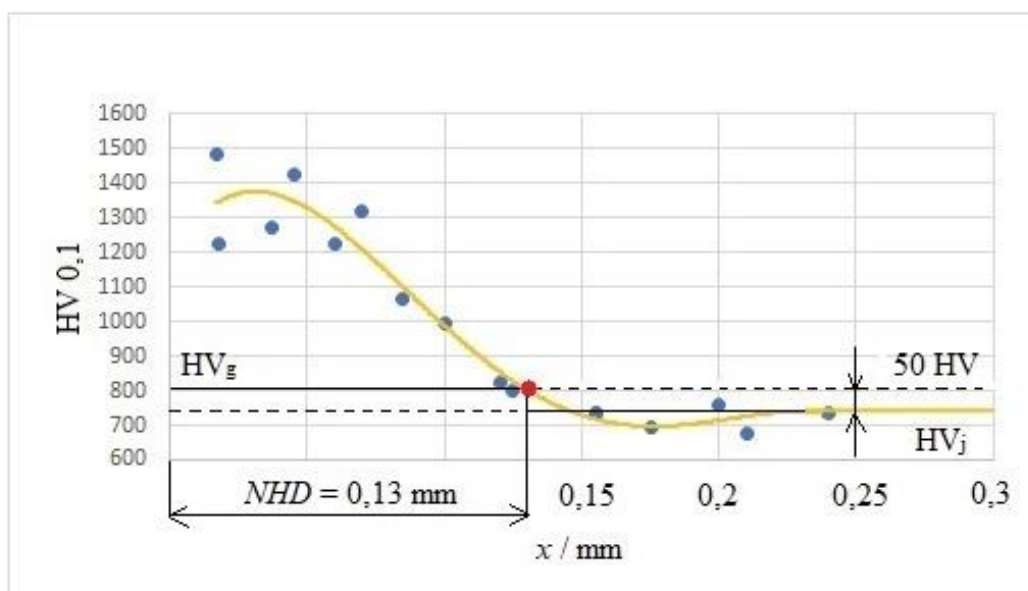
Ispitana je i površinska tvrdoća uzoraka nitriranih u solnoj kupci i srednja vrijednost tvrdoće svih uzoraka iznosi 242 ± 15 HV 0,1. Tako niske vrijednosti tvrdoće rezultat su velike poroznosti zone spojeva i preniskoga opterećenja indentora na tvrdomjeru i kao takve nisu mjerodavne. Stvarne vrijednosti površinske tvrdoće izmjerene su u ispitivanjima tvrdoće po poprečnom presjeku uzoraka, odnosno na mjerenjima koja su najbliže rubu uzorka i prosječno iznose 1359 ± 134 HV 0,1.

7.1.2. Određivanje efektivne dubine nitriranja (NHD)

Efektivna dubina nitriranja (engl. *Nitriding Hardening Depth - NHD*) određivala se mjerenjem tvrdoće na metalografskim uzorcima čija je površina predstavljala poprečni presjek toplinski obrađenih uzoraka. Mjerenja tvrdoće HV 0,1 (za TENIFER uzorke) ili HV 0,2 (za uzorke nitrirane u plazmi) provedena su u pravocrtnim nizovima u smjeru okomitom na modificiranu površinu. Prvi otisci u nizu koji su bili u najvećoj mogućoj blizini površini uzorka, nalazili su se najbliže na udaljenosti od 15 μm od površine. Razmak između susjednih otisaka je bio oko 30 μm , kako je preciznost uređaja dopuštala. Najdalji otisci su bili pozicionirani na najviše 280 μm od površine. Također su provedena i po dva mjerenja tvrdoće jezgre.

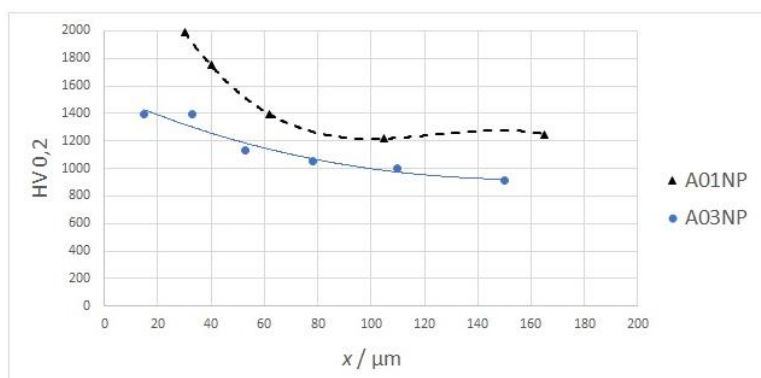
Efektivna dubina nitriranja definirana je kao udaljenost od površine na kojoj se postiže vrijednost tvrdoće za 50 HV veća od tvrdoće jezgre. Na slici 36. prikazan je konkretan primjer određivanja efektivne dubine nitriranja na primjeru uzorka AX9.

Vrijednosti tvrdoće prikazuju se u ovisnosti o udaljenosti od površine (x) u milimetrima te se kroz dobivene točke aproksimira krivulja tvrdoće. Mjerenjima je utvrđeno da tvrdoća jezgre, HV_j iznosi 757 HV 0,1, iz čega slijedi da vrijednost granične tvrdoće HV_g iznosi 807 HV 0,1. Iz vrijednosti 807 HV 0,1 na osi ordinata nacrtan je vodoravni pravac, te je utvrđeno njegovo sjecište (označeno crveno) s krivuljom tvrdoće po dubini uzorka. Iz tog sjecišta okomiti pravac upućuje na vrijednost efektivne dubine nitriranja koja se očitava na osi apscisa, te u slučaju uzorka AX9 iznosi 0,13 mm.

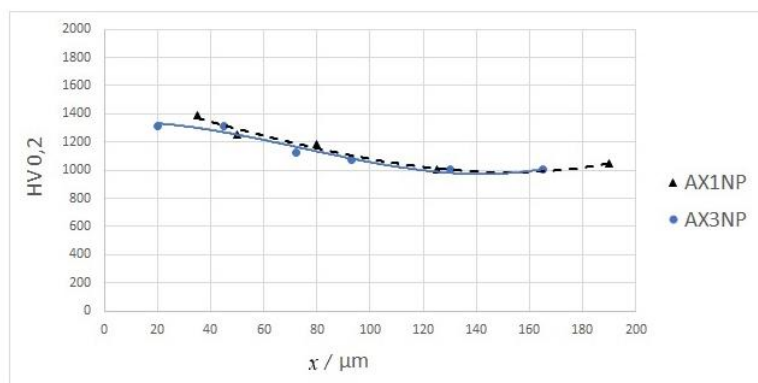


Slika 36. Određivanje efektivne dubine nitriranja (NHD) na primjeru uzorka AX9

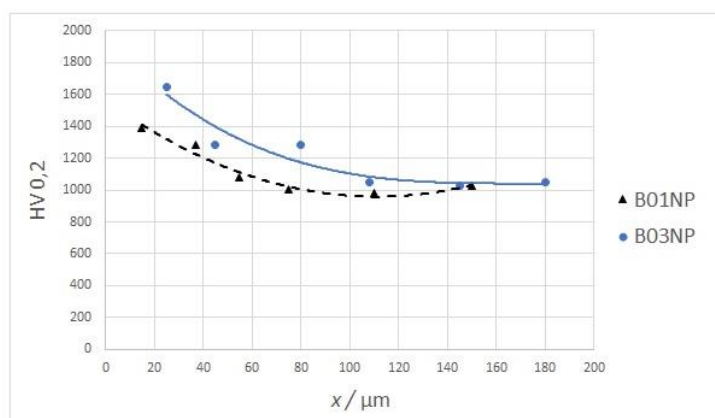
Analogan postupak proveden je za krivulje tvrdoće svih ostalih uzoraka. Krivulje rasporeda tvrdoće po dubini svih parova uzoraka prikazane su na slikama 37.-40.



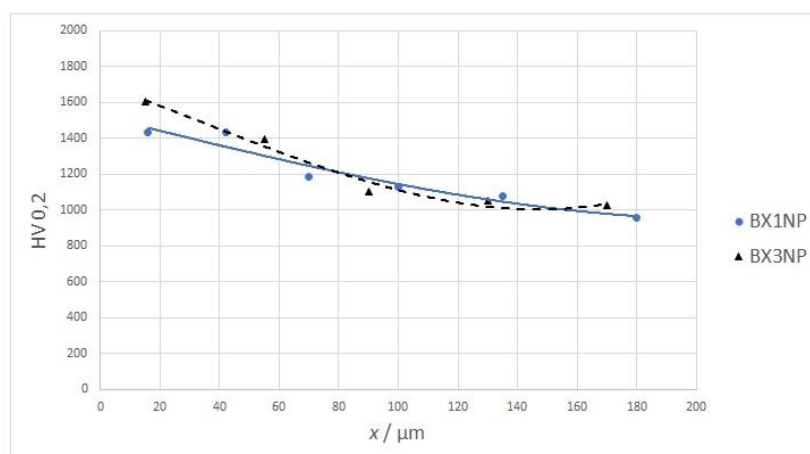
Slika 37. Krivulje tvrdoće za uzorke A01NP i A03NP



Slika 38. Krivulje tvrdoće za uzorke AX1NP i AX3NP

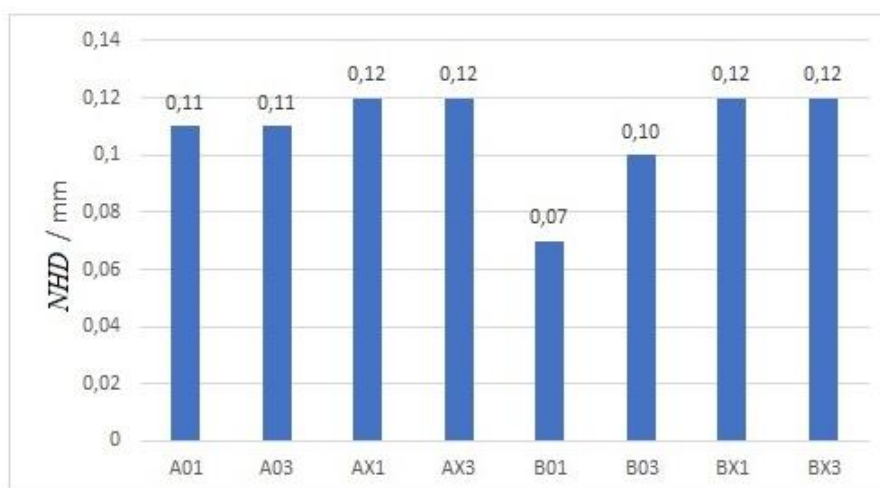


Slika 39. Krivulje tvrdoće za uzorke B01NP i B03NP



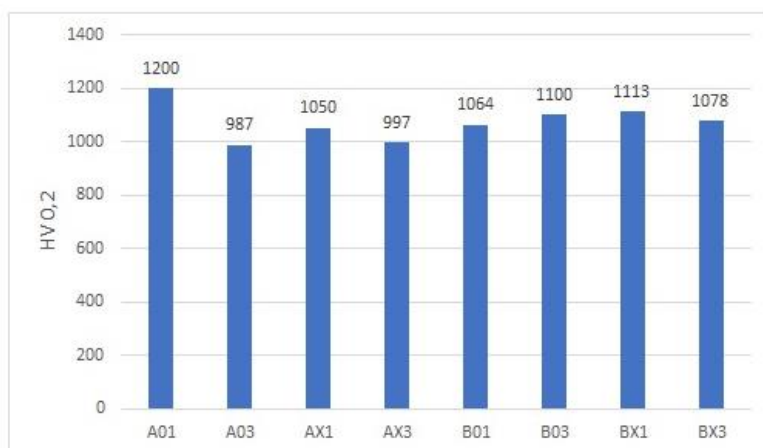
Slika 40. Krivulje tvrdoće za uzorke BX1NP i BX3NP

Na slikama 41. i 42. prikazane su usporedbe efektivnih dubina nitiranja i graničnih tvrdoća za uzorke koji su nitirani u plazmi.



Slika 41. Efektivne dubine nitiranja za uzorke nitirane u plazmi

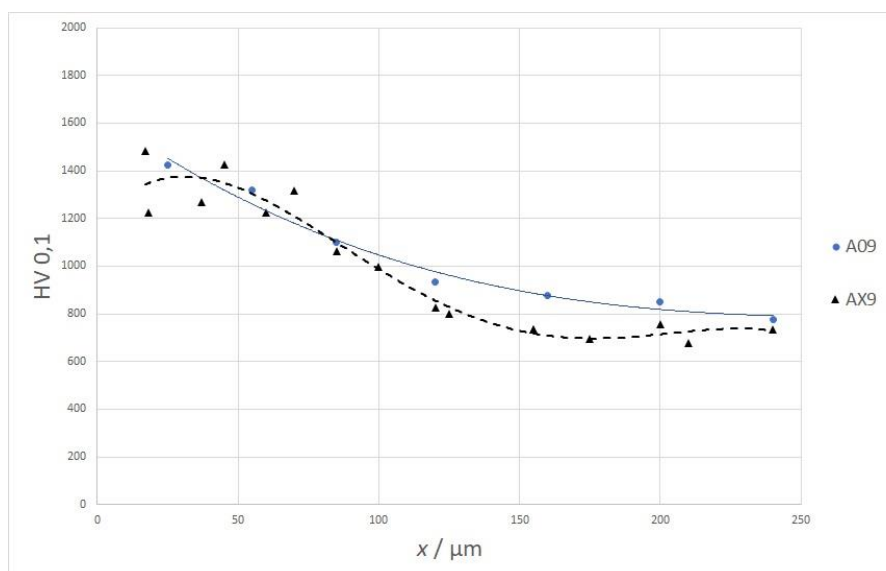
Efektivne dubine nitiranja uzoraka su podjednake i nalaze se u rasponu od 0,10-0,12 mm, a iznimka je uzorak B01, kojemu *NHD* iznosi 0,07.



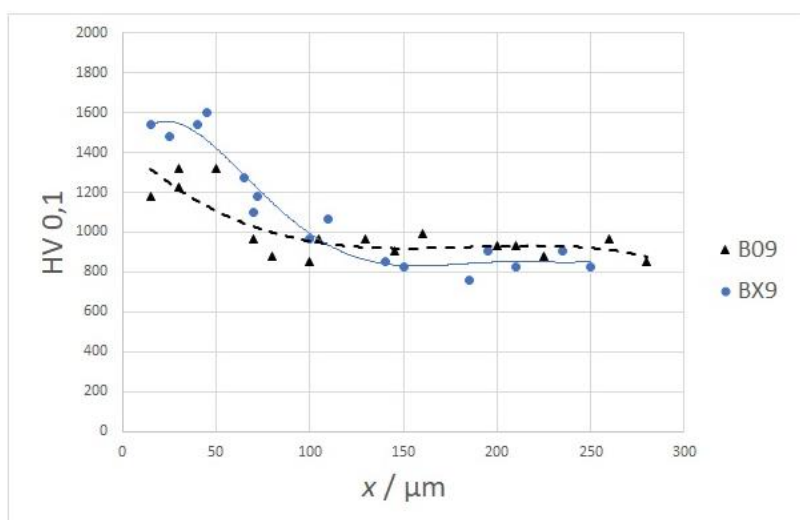
Slika 42. Granične tvrdoće (HV_g) za uzorke nitrirane u plazmi

Iz dijagrama na slici 42. vidi se da najvišu graničnu tvrdoću ima uzorak A01 i iznosi 1200 HV 0,2, a najnižu graničnu tvrdoću ima uzorak A03 i iznosi 987 HV 0,2.

Na slikama 43. i 44. prikazane su krivulje tvrdoće za parove uzoraka nitriranih u solnoj kupki postupkom TENIFER.

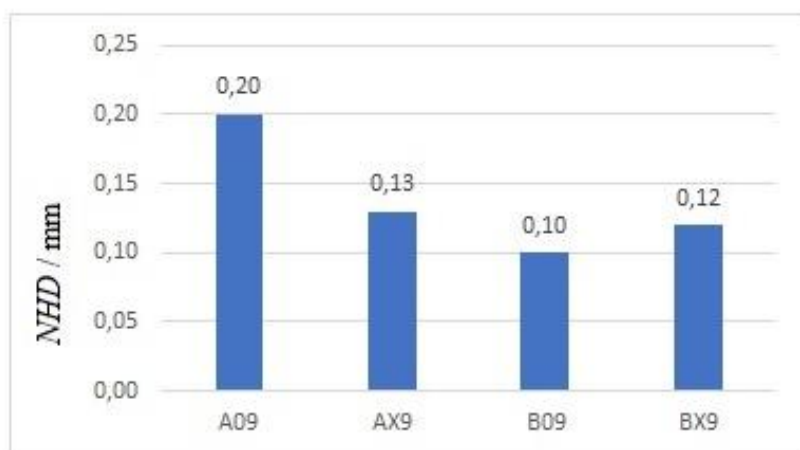


Slika 43. Krivulje tvrdoće za uzorke A09 i AX9



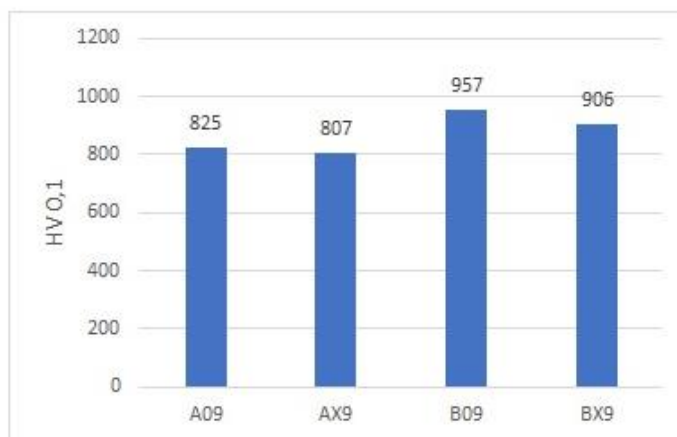
Slika 44. Krivulje tvrdoće za uzorke B09 i BX9

Slika 45. prikazuje efektivne dubine nitriranja za uzorke nitrirane u solnoj kupci. Vidljivo je da uzorak A09 ima najveću efektivnu dubinu nitriranja koja iznosi 0,20 mm, dok se za ostale uzorke efektivne dubine nitriranja nalaze u rasponu 0,10-0,13 mm.



Slika 45. Efektivne dubine nitriranja za uzorke nitrirane u solnoj kupci

Na slici 46. mogu se vidjeti granične tvrdoće uzoraka nitriranih u solnoj kupci. Najviša granična tvrdoća postignuta je za uzorak B09 u iznosu od 957 HV 0,1. Najnižu graničnu tvrdoću ima uzorak AX9 i iznosi 807 HV 0,1.



Slika 46. Granične tvrdoće (HV_g) za uzorke nitrirane u solnoj kupci

Iz prethodna dva dijagrama na slikama 45. i 46. može se primijetiti da uzorak A09, koji ima najvišu efektivnu dubinu nitriranja, postiže i relativno nisku graničnu tvrdoću u iznosu od 825 HV 0,1. Nasuprot tome, uzorak B09, s najmanjom efektivnom dubinom nitriranja, pokazuje i najvišu graničnu tvrdoću, koja iznosi 957 HV 0,1.

7.2. Karakterizacija PACVD prevlake TiN/TiCN

7.2.1. Određivanje debljine prevlake kalotestom i ispitivanje adhezivnosti prevlake prema normi VDI 3198

Ova ispitivanja provedena su na uzorku BX4, koji je prije PACVD postupka austenitiziran na 1080 °C, gašen u tekućem dušiku i jednostruko popušten na 575 °C, kako bi se postiglo maksimalno sekundarno otvrdnuće. Postupkom PACVD uzorak je prevučen dvoslojnom prevlakom TiN/TiCN.

Na uređaju CALOTESTER provedena su četiri kalotesta na ispitnom uzorku pri slijedećim parametrima:

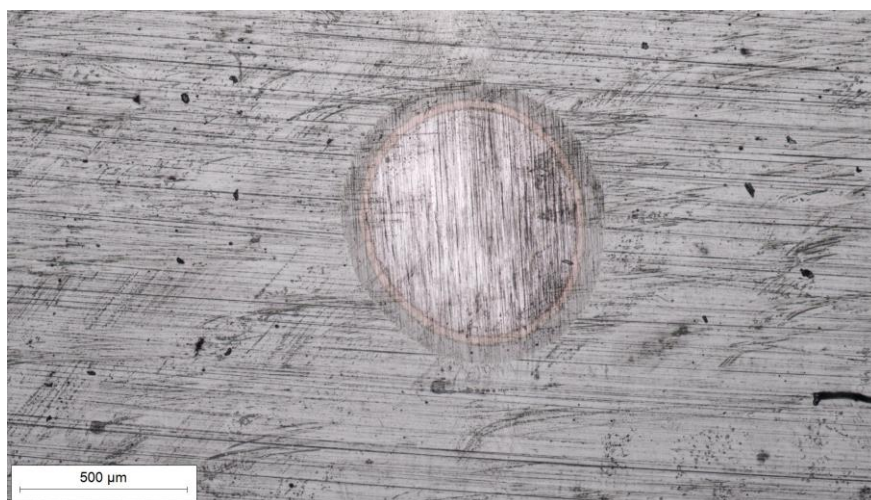
- broj okretaja rotirajuće osovine: 600 o/min
- trajanje ispitivanja: 60 s.

Korištena je kuglica promjera 25 mm, izrađena od kaljenog čelika oznake 100Cr6. Na kuglicu je dodana dijamantna pasta kao abrazivno sredstvo za pojačanje trošenja uzorka. Uređaj za provođenje kalotesta prikazan je na slici 47.



Slika 47. Uređaj CALOTESTER

Nakon provedenog kalotesta, uzorak je pregledan na svjetlosnom mikroskopu i očitane su veličine promjera nastalih otisaka. Slika 48. prikazuje otisak kalotesta, odnosno kalotu, promatranu svjetlosnim mikroskopom.

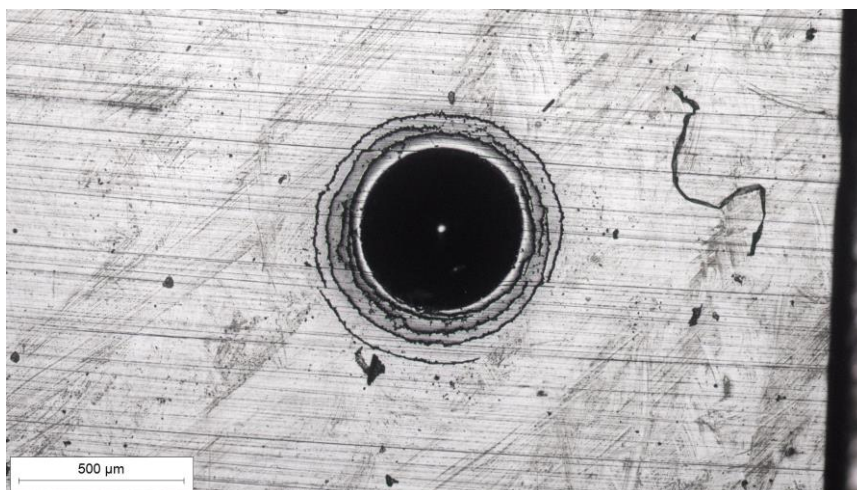


Slika 48. Prikaz otiska kalotesta na svjetlosnom mikroskopu

Izmjereni su promjeri sve tri vidljive kružnice koji, iznutra prema van, predstavljaju redom unutarnji rub prevlake TiN (d), zatim granicu prema prevlaci TiCN (D_u) i naposljetku vanjski rub prevlake TiCN (D). Svaki promjer je izmjeren dva puta zbog bolje točnosti rezultata, nakon čega su izračunate srednje vrijednosti promjera. Zatim su pomoću izraza opisanog u poglavlju 5.2.1. izračunate debljine slojeva prevlaka prema svakom od mjerenja, te su izračunate srednje vrijednosti debljina.

Izračunata debljina cjelokupne prevlake TiN/TiCN je $2,3 \mu\text{m}$, a debljina sloja TiN je $0,7 \mu\text{m}$.

Provedeno je ispitivanje adhezivnosti prevlake prema normi VDI 3198, opisano u poglavlju 5.2.2. Utiskivanjem Rockwell C indentora dobiveni su otisci koji su promatrani na svjetlosnom mikroskopu kako bi se utvrdila kvaliteta adhezivnosti prevlake. Prikaz jednog otiska promatranog svjetlosnim mikroskopom prikazan je na slici 49.

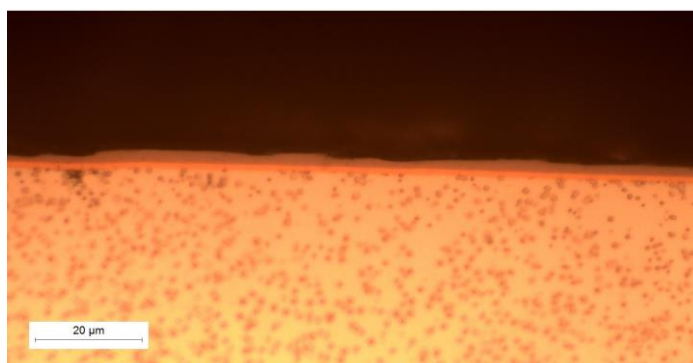


Slika 49. Mikroskopski prikaz otiska Rockwell C indentora

Pregledom otisaka na svjetlosnom mikroskopu i usporedbom s primjerima iz norme, adhezivnost prevlake ocijenjena je kao HF 3. Razlog toj procjeni je postojanje brojnih mikropukotina i slabe delaminacije.

7.2.2. Analiza mikrostrukture

Svjetlosnim mikroskopom je pregledan metalografski pripremljen uzorak. Na mikroskopskoj slici uočava se dvoslojna prevlaka TiN/TiCN neravne vanjske površine. Slika 50. prikazuje sliku mikrostrukture rubnog sloja prevučenog uzorka. S tog prikaza izvršena su mjerenja debljine prevlake pomoću računalnog softvera. Očitano je 15 vrijednosti debljine cjelokupne prevlake iz kojih je izračunata srednja vrijednost koja iznosi 2,3 μm. Taj se rezultat podudara s računskom vrijednosti dobivenom iz kalotesta.



Slika 50. Mikrostruktura rubnog sloja uzorka s PACVD prevlakom

7.2.3. Ispitivanje tvrdoće

Tvrdoća površine prevučenog uzorka nije se ispitivala zbog vrlo male debljine prevlake koja nije primjerena za ispitivanje u mikro području sile, već bi bio potreban uređaj za mjerenje nanotvrdoće kako se ne bi probila prevlaka. Ispitana je tvrdoća jezgre ovog uzorka i iznosi 934 ± 27 HV 0,1.

7.3. Analiza mikrostrukture

7.3.1. Priprema uzoraka

Ispitni uzorci su nakon toplinske obrade metalografski pripremljeni u Laboratoriju za materijalografiju Fakulteta strojarstva i brodogradnje u Zagrebu. Postupak metalografske pripreme započinje izrezivanjem manjeg uzorka iz početnog uzorka. Uzorci za ovaj rad izrezani su tako da promatrana površina predstavlja poprečni presjek toplinski obrađivanih uzoraka. To omogućava promatranje mikrostrukture rubnog sloja, kao i mjerenje tvrdoće po dubini uzorka npr. u svrhu određivanja efektivne dubine nitriranja.

Nakon izrezivanja uzoraka, primijenjen je postupak hladnog ulijevanja uzoraka u polimernu masu, kako bi se uzorcima moglo lako rukovati u raznim ispitivanjima. Uzorci uliveni u polimernu masu mogu se vidjeti na slici 51.



Slika 51. Uzorci u polimernoj masi

Nakon ulijevanja, uzorci se bruse na uređaju za brušenje. Broj okretaja u slučaju ovog rada je bio 300 o/min, uz primjenu ručne sile i hlađenje vodom. Korišteni su brusni papiri kvaliteta P320, P600, P1200, P2400 i P400. Uređaj za brušenje prikazan je na slici 52.



Slika 52. Uređaj za brušenje uzoraka

Nakon brušenja, površina metalografskih uzoraka se polira kako bi se uklonili tragovi brušenja. Poliranje je provedeno na uređaju prikazanom na slici 53. Poliranje je provedeno uz konstantnu silu od 25 N i 150 o/min, te koristeći dijamantnu pastu kao abrazivno sredstvo.



Slika 53. Uređaj za poliranje uzoraka

Uzorci su nakon brušenja i poliranja nagriženi u 5 % otopini NITAL (otopina dušične kiseline u etanolu) kako bi se otkrila mikrostruktura uzoraka.

Naposlijetku, uzorci su pregledani na svjetlosnom mikroskopu OLYMPUS GX 51. Slike mikrostruktura uzoraka slijede u nastavku.

7.3.2. Uzorci nitrirani u plazmi

Seriya ANP

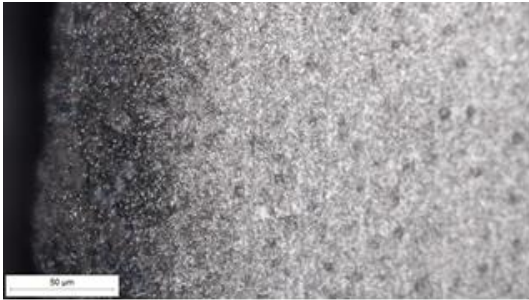
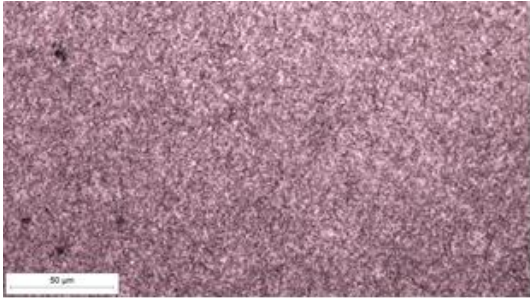

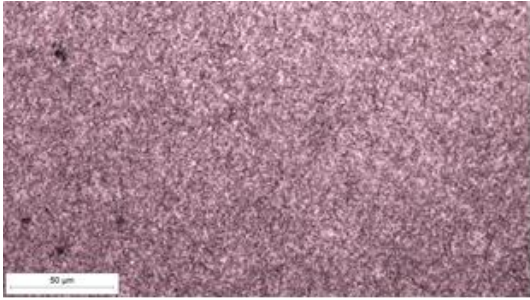
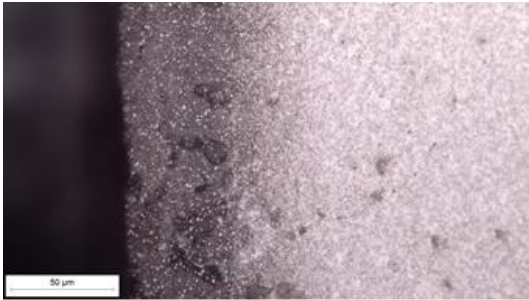
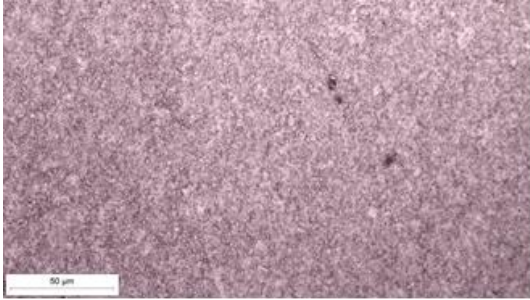
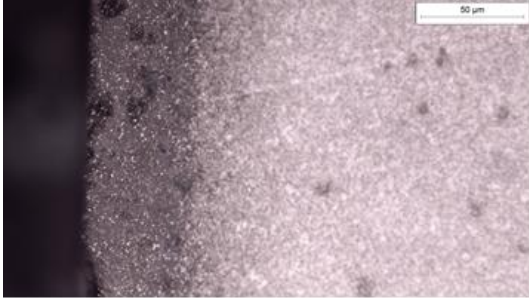
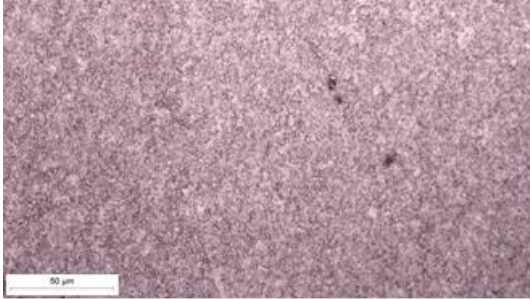
U Tablici 6. prikazane su mikrostrukture rubnih sloja i jezgri uzoraka serije ANP, odnosno uzoraka koji su austenitizirani pri nižoj temperaturi (1030 °C). Uzorci A0 su klasično popušteni, a uzorci AX su duboko hlađeni i za svaki od tih parova uzoraka prikazana je po jedna slika mikrostrukture jezgre. Razlog tome je velika sličnost jezgri uzoraka koji su popušteni na isti način, iako pri različitim temperaturama (uzorci 1 su popušteni na 500 °C, a uzorci 3 na 550 °C).

Na slikama mikrostrukture rubnih slojeva može se primijetiti difuzijska zona i osnovni materijal uzoraka. Difuzijska zona je tamnije obojena i u njoj se vide karbidi kao svijetle točke. Osnovni materijal je popušteni martenzit s eutektičkim karbidima i karbidima popuštanja. Iz prikaza mikrostrukture rubnog sloja i jezgre može se vidjeti da su karbidi vrlo sitni i homogeno su raspršeni u matrici, što je karakteristično za čelike proizvedene metalurgijom praha. Zona spojeva nije prisutna jer se zbog velike tvrdoće i krhkosti otkrhnula tijekom metalografske pripreme. Naime, izbor postupka i mase za ulijevanje nije bio prikladan za uzorke ovako visoke površinske tvrdoće. Tamne mrlje u strukturi su vrlo vjerojatno korozijski produkti koji su nastali zbog izlaganja uzoraka okolišnom zraku tijekom provođenja ispitivanja.

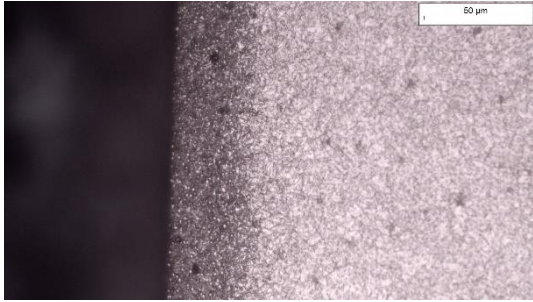
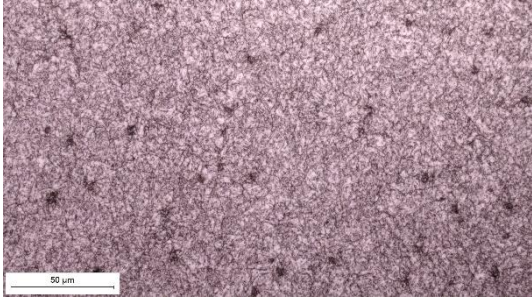
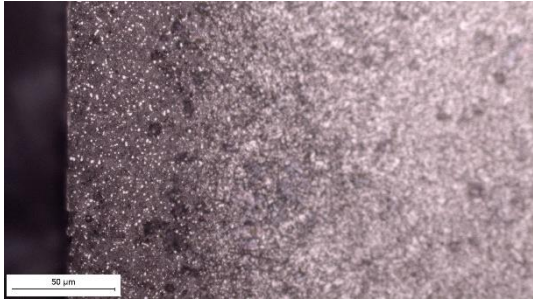
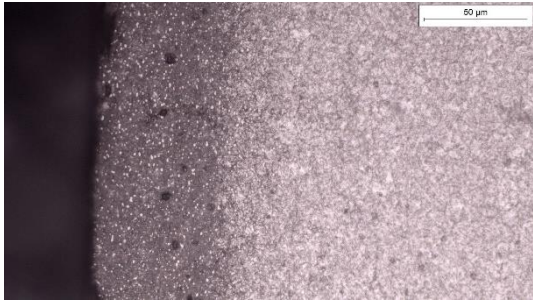
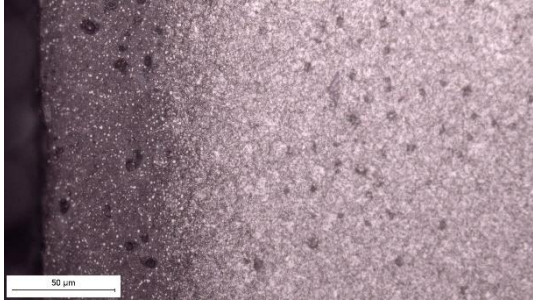
Seriya BNP

U Tablici 7. prikazane su mikrostrukture rubnih slojeva i jezgri uzoraka serije BNP, koji su austenitizirani pri višoj temperaturi (1080 °C). Slike mikrostrukture su grupirane po istom principu kao i uzorci ANP u tablici 6. Na slikama mikrostrukture ne uočavaju se značajne razlike u odnosu na uzorke serije ANP.

Tablica 6. Slike mikrostrukture uzoraka A serije, nitriranih u plazmi

Oznaka	Rubni sloj	Jezgra
A01NP		
A03NP		
AX1NP		
AX3NP		

Tablica 7. Slike mikrostrukture uzoraka B serije, nitriranih u plazmi

Oznaka	Rubni sloj	Jezgra
B01NP		
B03NP		
BX1NP		
BX3NP		

7.3.3. Uzorci nitrirani u solnoj kupci

U tablici 8. prikazane su mikrostrukture uzoraka nitriranih u solnoj kupci. U tablici su grupirani uzorci koji su austenitizirani na jednakoj temperaturi jer im se mikrostrukture jezgri ne razlikuju značajno.

Na prikazu mikrostrukture rubnog sloja uzorka A09 vidljivo je tanko područje uz rub uzorka koje predstavlja zonu spojeva. Može se primijetiti da je zona spojeva vrlo porozna. Difuzijska zona ne uočava se na ovoj slici.

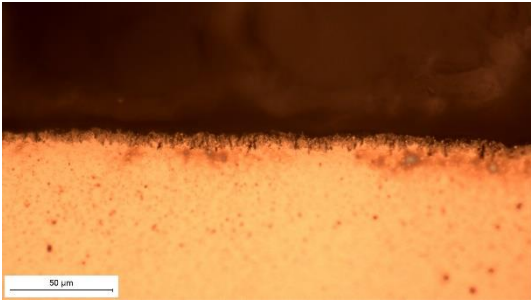
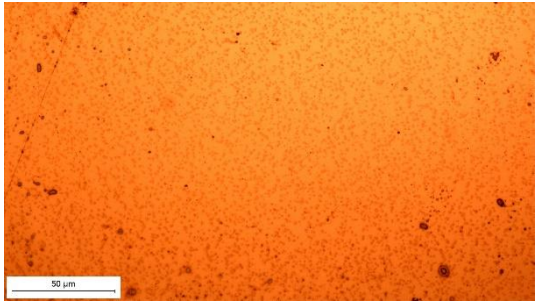
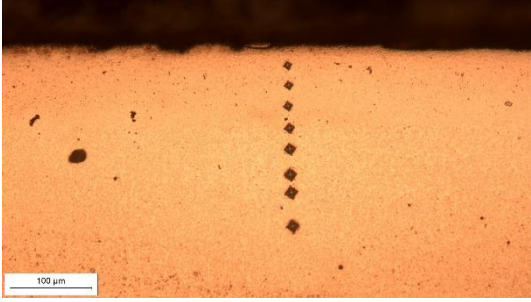
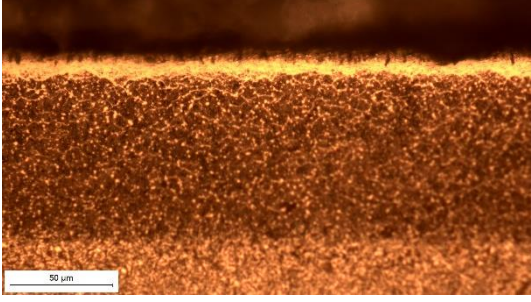

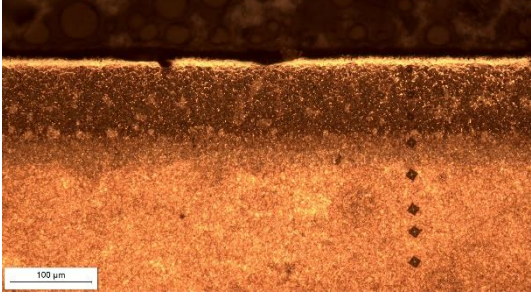
Na slici mikrostrukture rubnog sloja uzorka AX9 može se vidjeti niz otisaka za ispitivanje tvrdoće metodom Vickers. U jezgri se ne uočavaju nikakve nove osobitosti.

Slika mikrostrukture rubnog sloja uzorka B09 jasno pokazuje zonu spojeva, difuzijsku zonu i osnovni materijal. Zona spojeva je mjestimično porozna. U difuzijskoj zoni vide se mrežasto izlučeni nitridi po granicama nekadašnjih austenitnih zrna.

Na prikazu mikrostrukture uzorka BX9 vidljiva je difuzijska zona i zona spojeva koja je mjestimično diskontinuirana.

U mikrostrukturi jezgre uzorka B primjećuje se karakteristična igličasta struktura popuštenog martenzita.

Tablica 8. Slike mikrostrukture uzoraka nitriranih u solnoj kupci

Oznaka	Rubni sloj	Jezgra
A09		
AX9		
B09		
BX9		

8. ZAKLJUČAK

U radu su opisana mehanička i tehnološka svojstva čelika K490 MC. Ovaj čelik primarno se toplinski obrađuje kaljenjem i popuštanjem, a mogu se primijeniti i drugi postupci modificiranja i/ili prevlačenja površine u svrhu produljenja vijeka trajanja strojnog dijela. Postupci toplinske obrade koji su provedeni na ispitnim uzorcima u okviru ovoga rada su kaljenje, duboko hlađenje, visokotemperaturno popuštanje, nitriranje u solnoj kupci i nitriranje u plazmi te plazmom potpomognuto kemijsko prevlačenje iz parne faze (PACVD).

Uzorku prevučenom postupkom PACVD ispitana je debljina i adhezivnost prevlake te je analizirana mikrostruktura. Debljina prevlake određivala se kalotestom i analizom na svjetlosnom mikroskopu i u oba postupka je iznosila 2,3 μm . Adhezivnost prevlake je prema normi VDI 3198 procijenjena ocjenom HF 3, što je prihvatljiva razina adhezivnosti prevlake.

Na ispitnim uzorcima koji su nitrirani u plazmi ili u solnoj kupci provedena su ispitivanja površinske tvrdoće i tvrdoće na poprečnom presjeku te je provedena analiza mikrostrukture na svjetlosnom mikroskopu.

Najvišu površinsku tvrdoću prije nitriranja u plazmi izmjerena je na uzorku B01 (austenitiziran na 1080 °C, trostruko popušten na 500 °C) i iznosila je 1145 HV 0,1. Najviša tvrdoća nakon nitriranja u plazmi iznosila je 1304 HV 0,1 za uzorak BX3, koji je austenitiziran na 1080 °C, duboko hlađen i jednostruko popušten na 550 °C. Mjerenja tvrdoće po poprečnom presjeku početnih uzoraka omogućila su određivanje efektivne dubine nitriranja. Uzorcima nitriranim u plazmi efektivna dubina nitriranja iznosi od 0,10 do 0,12 mm. Pregledom mikrostrukture uzoraka nitriranih u plazmi nije uočena zona spojeva jer se odlomila uslijed metalografske pripreme. U mikrostrukтури je vidljiva difuzijska zona s homogeno raspoređenim sitnim karbidima. Mikrostrukтуру jezgre čini matrica popušenog martenzita s eutektičkim karbidima i karbidima popuštanja.

Efektivne dubine nitriranja za uzorke nitrirane u solnoj kupci nalaze se u rasponu 0,10-0,20 mm. Uzorak A09 ima najvišu *NHD* i iznosi 0,20 mm, ali uz relativno nisku graničnu tvrdoću od 825 HV 0,1. U mikrostrukтури rubnog sloja uzoraka nitriranih u solnoj kupci vidljiva je porozna zona spojeva i difuzijska zona u kojoj su blizu ruba uzorka izlučeni karbidi po granicama kristalnih zrna.

U budućnosti su potrebna daljnja istraživanja otpornosti na trošenje i karakterizacije nitrida u difuzijskoj zoni toplinski obrađenog čelika K490 MC.

LITERATURA

- [1] Filetin T, Kovačićek F, Indof J. Svojstva i primjena materijala. Zagreb: Fakultet strojarstva i brodogradnje; 2019.
- [2] Čorić D. Posebni metalni materijali - III Dio. Zagreb: Fakultet strojarstva i brodogradnje; 2017.
- [3] Filetin T. Izbor materijala u razvoju proizvoda. Zagreb: Fakultet strojarstva i brodogradnje; 2006.
- [4] K490 MC. Dostupno na: <https://www.bohler.de/en/products/k490-microclean/> Pristup: 01.11.2021.
- [5] Griggs Steel Company - PM 23 Equivalent. Dostupno na: <https://www.griggssteel.com/high-speed-steel/pm-23-steel/> Pristup: 01.11.2021.
- [6] Böhler - Polishing in mold making. Dostupno na: <https://www.bohler-edelstahl.com/en/> Pristup: 01.11.2021.
- [7] Kovačić S. Doktorski rad: Utjecaj nitriranja i prevlačenja na svojstva alatnih čelika za topli rad: Fakultet strojarstva i brodogradnje; 2015.
- [8] Matijević B. Nastavni materijali iz kolegija "Toplinska obrada." Fakultet strojarstva i brodogradnje;
- [9] Marušić K, Otmačić H, Landek D, Cajner F, Stupnišek-Lisac E. Modification of carbon steel surface by the Tenifer® process of nitrocarburizing and post-oxidation. Surf Coatings Technol. 2006;201(6):3415–21. doi: 10.1016/j.surfcoat.2006.07.231
- [10] Bošlet J, Kreutz M. HEF Durferrit: Tufftride® /QPQ® Process. Dostupno na: <https://www.nitriersalze.com/en/>
- [11] Gebeshuber A, Trigueros R. Plasma Nitriding - especially in the Gear Industry (Rübig).
- [12] Matijević B. Iskustva u primjeni PACVD tehnologije u praksi; Znanstveno-stručni skup: Primjena novih inovativnih postupaka inženjerstva površina; Slavonski Brod; 2016.
- [13] Divandari M. Comparison of properties and PACVD TiCN deposited layer on tool steel. Iran J Mater Sci Eng. 2015;12(2).
- [14] Stoiber M, Wagner J, Mitterer C, Gammer K, Hutter H, Lugmair C, et al. Plasma-assisted pre-treatment for PACVD TiN coatings on tool steel. Surf Coatings Technol. 2003;174–175(03):687–93. doi: 10.1016/S0257-8972(03)00353-0

- [15] Stoiber M, Badisch E, Lugmair C, Mitterer C. Low-friction TiN coatings deposited by PACVD. *Surf Coatings Technol.* 2003;163–164:451–6. doi: 10.1016/S0257-8972(02)00642-4
- [16] Landek D. Vježbe iz kolegija “Tribologija i inženjerstvo površina.” Zagreb; 2015.

PRILOZI

Prilog 1. Površinske tvrdoće uzoraka prije i nakon nitriranja u plazmi

	A01		A03	
Stanje	nenitrirano	nitirano	nenitrirano	nitirano
HV 0,1	1073	1136	733	1059
	902	1059	751	1153
	1044	1136	836	1120
HV _{sr}	1006	1110	773	1111
	AX1		AX3	
Stanje	nenitrirano	nitirano	nenitrirano	nitirano
HV 0,1	950	1451	950	1279
	902	1136	938	1319
	902	1319	1170	1136
HV _{sr}	918	1302	1019	1245
	B01		B03	
Stanje	nenitrirano	nitirano	nenitrirano	nitirano
HV 0,1	1100	1136	826	1204
	1271	1187	806	1187
	1064	1241	944	1340
HV _{sr}	1145	1188	859	1244
	BX1		BX3	
Stanje	nenitrirano	nitirano	nenitrirano	nitirano
HV 0,1	787	1136	1136	1428
	769	1136	1059	1279
	963	1299	976	1204
HV _{sr}	840	1190	1057	1304

Prilog 2. Površinske tvrdoće uzoraka nitriranih u solnoj kupci (TENIFER)

	A09	AX9	B09	BX9
HV 0,1	295	219	195	245
	245	249	226	271
	203	245	237	266
HV _{sr}	248	238	219	261

Prilog 3. Nizovi tvrdoća po dubini početnih uzoraka i tvrdoće jezgre (uzorci nitrirani u solnoj kupci - TENIFER)

B09				BX9			
x / μm	HV 0,1	x / μm	HV 0,1	x / μm	HV 0,1	x / μm	HV 0,1
30	1225	15	1182	15	1543	25	1482
50	1319	30	1319	45	1600	40	1543
80	877	70	964	70	1101	65	1271
100	851	105	964	100	964	72	1182
130	964	145	905	140	851	110	1064
160	996	200	934	185	756	150	825
210	934	225	877	210	825	195	905
260	964	280	851	250	825	235	905
		tvrdoća jezgre HV 0,2	851			tvrdoća jezgre HV 0,2	934
		HV _{sr}	964			HV _{sr}	877
			905				756
			907				856

A09		AX9					
x / μm	HV 0,1	x / μm	HV 0,1	x / μm	HV 0,1		
25	1425	17	1482	18	1225		
55	1319	45	1425	37	1271		
85	1101	70	1319	60	1225		
120	934	100	996	85	1064		
160	877	125	801	120	825		
200	851	155	735	155	735		
240	778	175	695	200	756		
260	715	210	677	240	735		
		tvrdoća jezgre HV 0,2	756			tvrdoća jezgre HV 0,2	801
		HV _{sr}	778			HV _{sr}	715
			767				756
							757

Prilog 4. Nizovi tvrdoća po dubini početnih uzoraka i tvrdoće jezgre (uzorci nitrirani u plazmi)

A01		A03		AX1		AX3	
$x / \mu\text{m}$	HV 0,2	$x / \mu\text{m}$	HV 0,2	$x / \mu\text{m}$	HV 0,2	$x / \mu\text{m}$	HV 0,2
30	1992	15	1391	35	1391	20	1317
40	1754	33	1391	50	1250	45	1317
62	1391	53	1129	80	1187	72	1129
105	1218	78	1050	125	1002	93	1076
165	1250	110	1002	190	1050	130	1002
260	1187	150	915	240	1102	165	1002
tvrdóća	1002	tvrdóća	979	tvrdóća	1026	tvrdóća	957
jezgre HV 0,2	876	jezgre HV 0,2	895	jezgre HV 0,2	979	jezgre HV 0,2	936
HV _{sr}	939	HV _{sr}	937	HV _{sr}	1003	HV _{sr}	947
B01		B03		BX1		BX3	
$x / \mu\text{m}$	HV 0,2	$x / \mu\text{m}$	HV 0,2	$x / \mu\text{m}$	HV 0,2	$x / \mu\text{m}$	HV 0,2
15	1391	25	1651	16	1429	15	1603
37	1283	45	1283	42	1429	55	1391
55	1076	80	1283	70	1187	90	1102
75	1002	108	1050	100	1129	130	1050
110	979	145	1026	135	1076	170	1026
150	1026	180	1050	180	957	210	1002
tvrdóća	1026	tvrdóća	1050	tvrdóća	1050	tvrdóća	979
jezgre HV 0,2	1002	jezgre HV 0,2	1050	jezgre HV 0,2	1076	jezgre HV 0,2	1076
HV _{sr}	1014	HV _{sr}	1050	HV _{sr}	1063	HV _{sr}	1028
x-udaljenost od ruba uzorka							

Prilog 5. Mjerenje dimenzija otisaka dobivenih kalotestom u svrhu određivanja debljine PACVD prevlake za uzorak BX4 i izračunate vrijednosti debljine prevlake

Mjerenje	D / μm	d / μm	D _u / μm
1 (60 s)	812,26	641,98	672,59
	789,24	609,17	693,31
Srednja vrijednost	800,75	625,57	682,95
2 (60 s)	816,28	618,99	702,76
	762,26	662,22	670,41
Srednja vrijednost	789,27	640,60	686,59
3 (60 s)	783,89	623,61	704,11
	809,54	663,56	673,57
Srednja vrijednost	796,71	643,59	688,84
D-vanjski promjer otiska			
d-unutarnji promjer otiska			
D _u -promjer granice između dva sloja prevlake			

Mjerenje	e _{uk} / μm	e _{TiN} / μm
1	2,50	0,75
2	2,13	0,61
3	2,21	0,60
Srednja vrijednost	2,3	0,7

Prilog 6. Debljina PACVD prevlake izmjerena na slici uzorka BX4 dobivenoj pomoću optičkog mikroskopa

Mjerenje	$e_{opt} / \mu\text{m}$
1	1,22
2	1,83
3	1,82
4	1,48
5	1,36
6	2,3
7	2,24
8	2,05
9	2,77
10	2,7
11	2,99
12	2,77
13	3,04
14	2,9
15	3,04
Srednja vrijednost	2,3

Prilog 7. Vrijednosti tvrdoće jezgre uzorka prevučenog postupkom PACVD

BX4	
Mjerenje	HV 0,1
1	902
2	914
3	976
4	926
5	950
HV_{sr}	934