

Karakterizacija aluminiziranih slojeva nehrđajućih čelika

Babić, Damir

Undergraduate thesis / Završni rad

2014

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:235:977653>

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

Download date / Datum preuzimanja: **2024-07-14**

Repository / Repozitorij:

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



Sveučilište u Zagrebu
Fakultet strojarstva i brodogradnje

ZAVRŠNI RAD

Damir Babić

Zagreb, 2014.

Sveučilište u Zagrebu
Fakultet strojarstva i brodogradnje

ZAVRŠNI RAD

Voditelj rad:

prof. dr. sc. Božidar MATIJEVIĆ

Student:

Damir BABIĆ

Zagreb, 2014.

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

Zahvaljujem se prof. dr. sc. Božidaru Matijeвиću za stručnu pomoć i ostalima na pomoći pri eksperimentalnom dijelu rad.

Damir Babić



SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE



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

Sveučilište u Zagrebu Fakultet strojarstva i brodogradnje	
Datum: 6 -09- 2014	Prilog
Klasa: 602-04/14-6/2	
Ur.broj: 15-1703-14-282	

ZAVRŠNI ZADATAK

Student: Damir Babić Mat. br.: 0035171063

Naslov rada na hrvatskom jeziku: **Karakterizacija aluminiziranih slojeva nehrđajućih čelika**

Naslov rada na engleskom jeziku: **Characterization of aluminized layers of stainless steel**

Opis zadatka:

Aluminiziranje nehrđajućih čelika uglavnom se provodi u svrhu poboljšanja kemijske postojanosti te otpornosti na trošenje nehrđajućih čelika. Konvencionalni postupak aluminiziranja nehrđajućih čelika uglavnom se provodi pri temperaturi iznad 900 °C u trajanju od nekoliko sati. Granulati za aluminiziranje se uglavnom sastoje od Al, Al₂O₃ i aktivatora koji su najčešće AlCl₃, NaCl ili NH₄Cl.

U radu je potrebno:

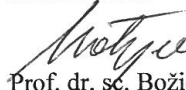
- Opisati postupke aluminiziranja nehrđajućih čelika.
- Primjenom suvremenih standardiziranih metoda kvantifikacije slojeva provesti karakterizaciju sloja aluminiziranog nehrđajućeg čelika.

Zadatak zadan:
11. studenog 2013.

Rok predaje rada:
1. rok: 21. veljače 2014.
2. rok: 12. rujna 2014.

Predviđeni datumi obrane:
1. rok: 3., 4. i 5. ožujka 2014.
2. rok: 22., 23. i 24. rujna 2014.

Zadatak zadao:


Prof. dr. sc. Božidar Matijević

Predsjednik Povjerenstva:


Prof. dr. sc. Zoran Kunica

POPIS SLIKA	I
POPIS TABLICA.....	II
SAŽETAK.....	III
SADRŽAJ	
1. UVOD.....	1
2. KOROZIJA METALA.....	3
2.1 Opća korozija	4
2.2 Selektivna korozija	4
2.3 Lokalna korozija	4
2.4 Interkristalna korozija	5
3. ALUMINIZIRANJE.....	6
3.1 Karakteristike pojedinih faza	7
3.2 Postupci aluminiziranja.....	8
3.2.1 Aluminiziranje u prahu.....	9
3.2.2 Aluminiziranje uranjanjem	9
3.2.3 Aluminiziranje naštrcavanjem (matalizacija).....	10
3.2.4 Ostali postupci aluminiziranja.....	10
3.3 Svojstva aluminijskog sloja.....	10
3.4 Primjena postupaka aluminiziranja	11
4. EKSPERIMENTALNI DIO	13
4.1 Izbor materijala.....	13
4.1.1 Prethodna toplinska obrada čelika UTOP Mo1	14
4.1.1.1 Kaljenje čelika UTOP Mo1	15
4.1.1.2 Popuštanje čelika	17
4.1.2 Primjena čelika UTOP Mo1	17
4.2 Priprema praha za aluminiziranje	18
4.3 Aluminiziranje.....	18
4.4 Karakterizacija dobivenog sloja	18
4.4.1 Kvalitativna dubinska analiza	18
4.4.2 Priprema uzorka za metalografska ispitivanja	21
4.4.3 Rezultati mikrostrukturnih ispitivanja.....	25
5. ZAKLJUČAK	27
POPIS LITERATURE	28

POPIS SLIKA

Slika 1. Prah aluminija

Slika 2. Šteta nastala korozijskim djelovanjem

Slika 3. Gubitak materijala kod opće korozije

Slika 4. Različiti oblici rupičaste korozije

Slika 5. Interkristalna korozija

Slika 6. Peć za provođenje postupka aluminiziranja

Slika 7. Dijagram stanja Fe-Al

Slika 8. mikrostruktura čelika nakon aluminiziranja uranjanjem

Slika 9. Prikaz dijelova koji se aluminiziraju, a) učvršćivači žica na strujnim stupovima, b) lopatice turbina c) gljivasti ventil

Slika 10. uzorak čelika UTOP Mo1

Slika 11. Shematski prikaz ciklusa toplinske obrade čelika UTOP Mo1

Slika 12. TTT dijagram čelika UTOP Mo1

Slika 13. Uređaj za mjerenje tvrdoće materijala

Slika 14. Dijagram popuštanja čelika UTOP Mo1

Slika 15. Uređaj LECO GDS 850A za optičku emisijsku spektrometriju (GDOS)

Slika 16. Izgled uzorka nakon provedene GDOS analize

Slika 17. Prikaz rasporeda masenog udjela elemenata po dubini ispitanog sloja uzorka nakon aluminiziranja na temperaturi 600 °C u trajanju od 4 sati

Slika 18. Uređaj Buehler pmeumet press

Slika 19. Uzorak zaliven u polimernoj masi

Slika 20. Uređaj Buehler Phoenix alpha

Slika 21. Uređaj Struers Dap-v

Slika 22. Eksikator za čuvanje uzoraka

Slika 23. Mikroskop Olympus GX51

Slika 24. Mikrostruktura rubnog sloja na uzorku, 200x

Slika 25. Mikrostruktura rubnog sloja na uzorku, 500x

Slika 26. Mikrostruktura rubnog sloja na uzorku, 500

POPIS TABLICA

Tablica 1. Fizikalna i mehanička svojstva aluminija

Tablica 2. Mikrotvrdoće intermetalnih spojeva u Fe-Al sustavu

Tablica 3. Usporedba debljine prevlake za različite postupke aluminiziranja

Tablica 4. Kemijski sastav UTOP Mo1 čelika

Tablica 5. izmjerene tvrdoće uzorka

Tablica 6. sastav smjese u gramima

Tablica 7. Parametri brušenja uzorka

Tablica 8. Parametri poliranja uzorka

SAŽETAK

U teoretskom dijelu rada ukratko su opisane metode aluminiziranja čelika.

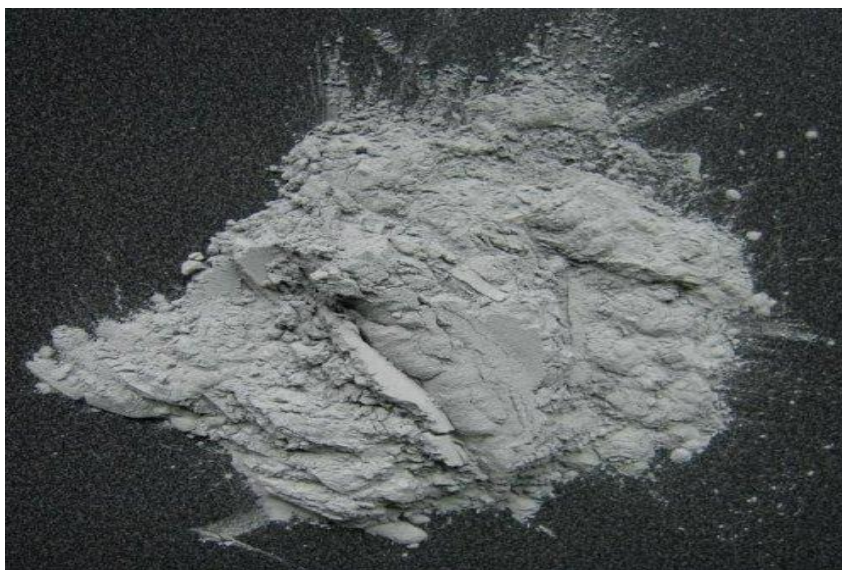
U eksperimentalnom dijelu rada proveden je postupak niskotemperaturnog aluminiziranja na 600 °C u trajanju od 4 sati čelika UTOP Mo1. Nakon aluminiziranja na uzorku je različitim metodama ispitana karakterizacija dobivenog sloja.

Provedena je GDOS analiza pomoću koje dobivamo raspored pojedinih elemenata u sloju, od površine prema dubini ispitnog uzorka. nakon GDOS analize uzorak je izrezan, uliven u polimernu masu, brušen, poliran i zatim nagrizan kako bi bio spreman za metalografsku analizu gdje je snimljena mikrostruktura uzorka pod raznim povećanjima i na kojoj se jasno vidi modificirani sloja nastao aluminiziranjem.

1. UVOD

Aluminij je laki metal srebrno-bijele boje koji zbog svoje čvrstine i lakog oblikovanja ima široku primjenu. U zemljnoj kori ga ima nešto više od 8% (samo kisika ima više) i treći je najrašireniji metal u prirodi. Grci i Rimljani rabili su ga kao sredstvo za fiksiranje boje na tkaninama. Starogrčki povjesničar Herodot u 5. stoljeću prije Krista ga naziva alumenom (vezujući kamen). U grobnici Kineskog vojskovođe iz 3. stoljeća prije Krista pronađeni su ornamenti izrađeni od legure koja je sadržavala 5% aluminija. Prije gotovo dvije tisuće godina rimski pisac Plinije Stariji zabilježio je priču o nepoznatom majstoru koji je caru Tiberiju poklonio pehar od sjajnog i laganog materijala. Caru je objasnio da je metal dobio iz gline, a Tiberije je pomislio kako će, ako se to pročuje, pasti cijena zlata i srebra pa je naredio da se majstora ubije. [1]

Aluminij je bio poznat i pod imenom stipsa. Tijekom stoljeća, nekoliko je puta mijenjao ime, a aluminijem je nazvan 1807. kad je Humphry Davy predložio to ime.



Slika 1. Prah aluminija

Aluminij je oko tri puta teži od vode i otprilike jednako toliko puta lakši od željeza. Električna vodljivost mu je vrlo visoka, samo srebro, bakar i zlato su bolji vodiči od aluminija. Čisti aluminij je vrlo mekan i savitljiv. Iako spada u skupinu nelementih metala, vrlo je otporan na utjecaj korozivnih tvari poput vode, dušične kiseline, organskih otapala i atmosferskih utjecaja. Uzrok ove postojanosti je stvaranje tankog oksidnog sloja na površini metala koji se ne ljušti i štiti metal od daljnje oksidacije.

Aluminij je danas neizostavan dio svih laganih metalnih konstrukcija i nemoguće je zamisliti suvremeno graditeljstvo bez uporabe aluminija. Zbog male gustoće, što ga čini laganim materijalom, aluminij je vrlo primjenjiv i u različitim granama industrije, osobito u proizvodnji letjelica, automobila i brodova.

U tablici 1 navedena su važnija svojstva aluminija.

Tablica 1. Fizikalna i mehanička svojstva aluminija [2]

Gustoća	kg/m^3	2700
Talište	$^{\circ}C$	660
Modul elastičnosti	N/mm^2	69000
Toplinska rastezljivost	$10^{-6}/K$	23,8
Električna vodljivost	$m/\Omega mm^2$	36...37,8
Granica razvlačenja	N/mm^2	20...120
Vlačna čvrstoća*	N/mm^2	40...180
Istezljivost*	%	50...4

*ovisno o stanju

Aluminij je neutrovan, pri sobnoj temperaturi se lako otapa u lužinama tvoreći aluminate, kao i u mineralnim kiselinama tvoreći soli. Što je aluminij čišći to ima bolju toplinsku i električnu vodljivost, antikorozivna svojstva, ali mu je zato manja čvrstoća. Razlog odličnih antikorozivnih svojstava je u stvaranju tankog površinskog sloja (Al_2O_3) debljine oko $0,01\mu m$, koji štiti od daljnje oksidacije i vanjskih utjecaja. Površinski oksidni sloj, odnosno aluminijev oksid, je spoj aluminija i kisika, a stvara se na zraku već pri sobnoj temperaturi. Talište aluminija je oko $660^{\circ}C$, dok se aluminijev oksid tali na oko $2050^{\circ}C$.

2. KOROZIJA METALA

Korozija je proces nenamjernog trošenja konstrukcijskog materijala pod mehaničkim, kemijskim i biološkim djelovanjem okoliša. Dolazi od latinske riječi „corrodere“, što znači nagristi. S termodinamičkog stajališta to je prijelaz materijala u stabilnije stanje.



Slika 2. Šteta nastala korozijskim djelovanjem [3]

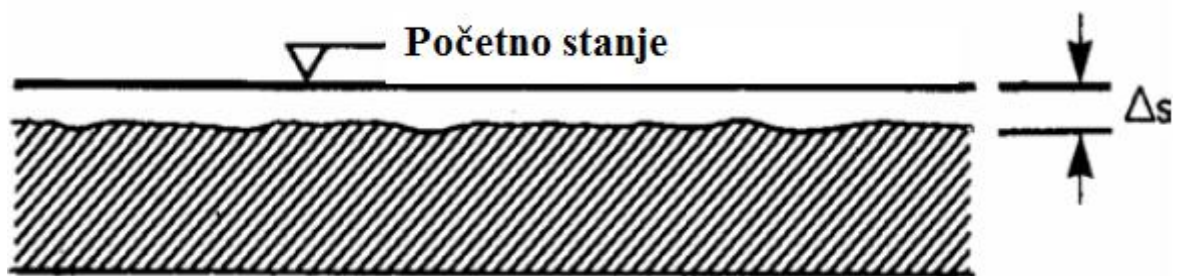
To je spontan proces koji nanosi ogromne štete gospodarstvu. Ustanovljeno je da godišnje troškovi zbog korozije metala, uključujući i mjere za zaštitu od korozije, iznose u visoko industrijaliziranim zemljama do 1000 dolara po stanovniku. Prema mehanizmu odvijanja, korozijski procesi se dijele na kemijske i elektrokemijske. Prema uvjetima u kojima teku korozijski procesi dijele se na procese u vodi, plinovima, zraku, u tlu itd.

Strojarske konstrukcije mogu se zaštititi od procesa korozije različitim metodama. Najčešći načini zaštite su:

- upotreba korozijski postojanih materijala,
- prevlačenjem i modificiranjem površina metalnim i nemetalnim prevlakama,
- elektrokemijske metode zaštite,
- zaštita od korozije obradom korozivne sredine,
- oblikovanjem i konstrukcijskim mjerama.

2.1 Opća korozija

Opća korozija zahvaća cijelu površinu materijala, a može biti ravnomjerna ili neravnomjerna. Do opće korozije dolazi kada je čitava površina materijala izložena agresivnoj sredini pod približno jednakim uvjetima s obzirom na unutrašnje i vanjske faktore korozije. Iako je opća korozija najveći uzročnik gubitka materijala i najčešće se pojavljuje, ne smatra se opasnom.



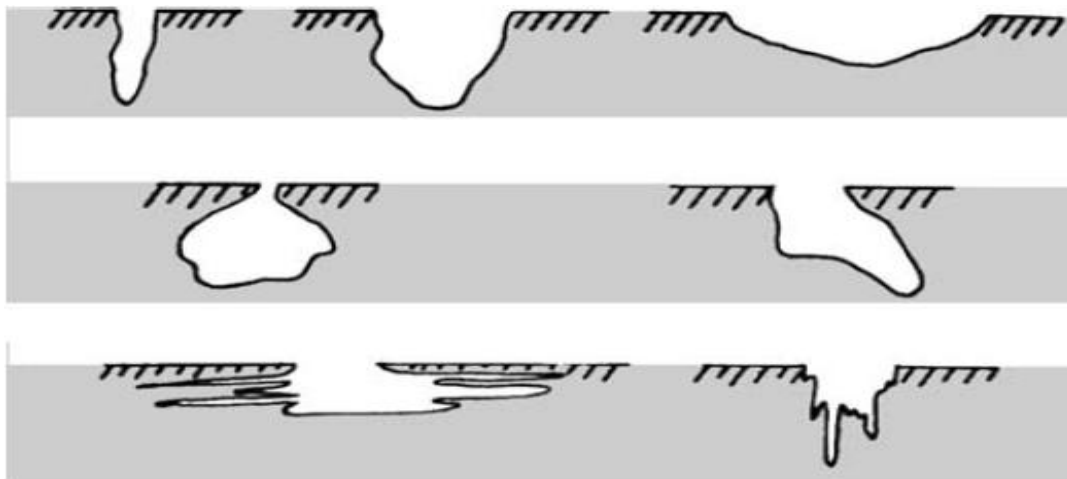
Slika 3. Gubitak materijala kod opće korozije [4]

2.2 Selektivna korozija

Selektivna korozija je rijedak oblik korozije pri kojoj je napadnut jedan element metalne legure, te nastaje promjena strukture. Najčešći oblik selektivne korozije je decinkacija, kada je cink izvučen iz mjedenih legura ili bilo koje druge legure koja sadrži značajan sadržaj cinka. Selektivna korozija je opasan oblik korozije jer pretvara čvrst i duktilan metal u slab i krhak te podložan lomu. Kako nema velikih promjena u dimenzijama, selektivna korozija može proći neopaženo te izazvati iznenadnu havariju.

2.3 Lokalna korozija

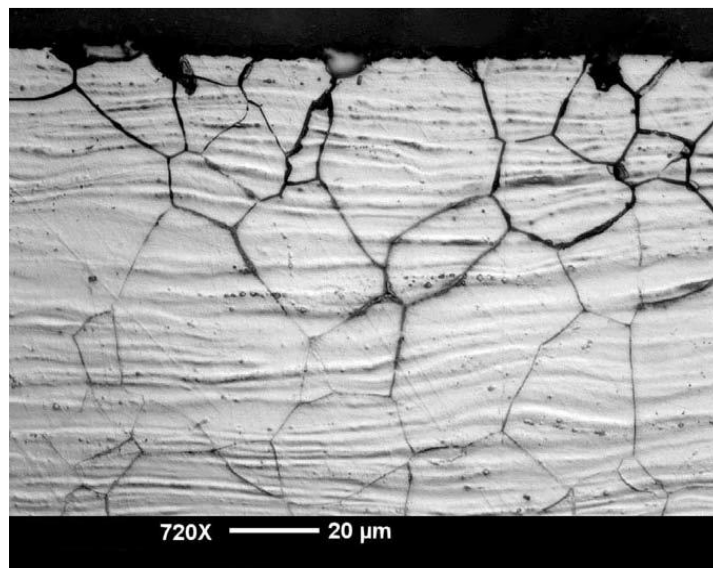
Lokalna korozija napada samo neke dijelove izložene površine, te je ujedno i najrašireniji pojavni oblik korozije. Lokalna korozija se može podijeliti na pjegastu, rupičastu, potpovršinsku i kontaktnu. Pjegasta korozija ograničena je na pojedne veće dijelove površine.



Slika 4. Različiti oblici rupičaste korozije [4]

2.4 Interkristalna korozija

Interkristalna korozija razara materijal na granicama zrna šireći se na taj način u dubinu. Ta vrsta korozije uglavnom se pojavljuje u legurama. Interkristalna korozija je najopasniji oblik korozije jer može dugo ostati neprimjećena a naglo smanjuje čvrstoću i žilavost materijala. Konačna je posljedica interkristalne korozije lom ili čak raspad materijala u zrna. Najčešće zahvaća nehrđajuće čelike, legure na bazi nikla i aluminija.



Slika 5. Interkristalna korozija [5]

3. ALUMINIZIRANJE

Aluminiziranje je proces u kojem se površina metalnog predmeta prevlači slojem aluminija. Najuobičajeniji materijali koji se komercijalno aluminiziraju su čelik i legure s povišenim sadržajem nikla. Aluminijska prevlaka na čelicima i ostalim metalima povišuje otpornost na oksidaciju pri povišenim temperaturama. Također povišuje korozivnu otpornost u vodikovoj, ugljičnoj i sumpornoj atmosferi i utječe na povišenje otpornosti na trošenje odnosno povećanje mehaničkih svojstava. Postupak se odvija na temperaturama 600 do 1200°C u pećima. Moguće je aluminiziranje pri temperaturama od 500°C, ali u slučajevima niskougličnih čelika i metalnih pjena. Trajanje procesa je najkraće kod postupaka uranjanjem u rasteljen aluminij koje iznose minimalno jednu minutu, dok kod drugih postupaka može biti i više od 40 sati. Prilikom aluminiziranja aluminij difundira u površinu čelika i stvara minimalno dva sloja koja ovise o sastavu čelika (površinski oksidni sloj i intermetalnih faza). Aluminizirani čelici koriste se pri visokim temperaturama te u oksidiranim i korozivnim atmosferama.

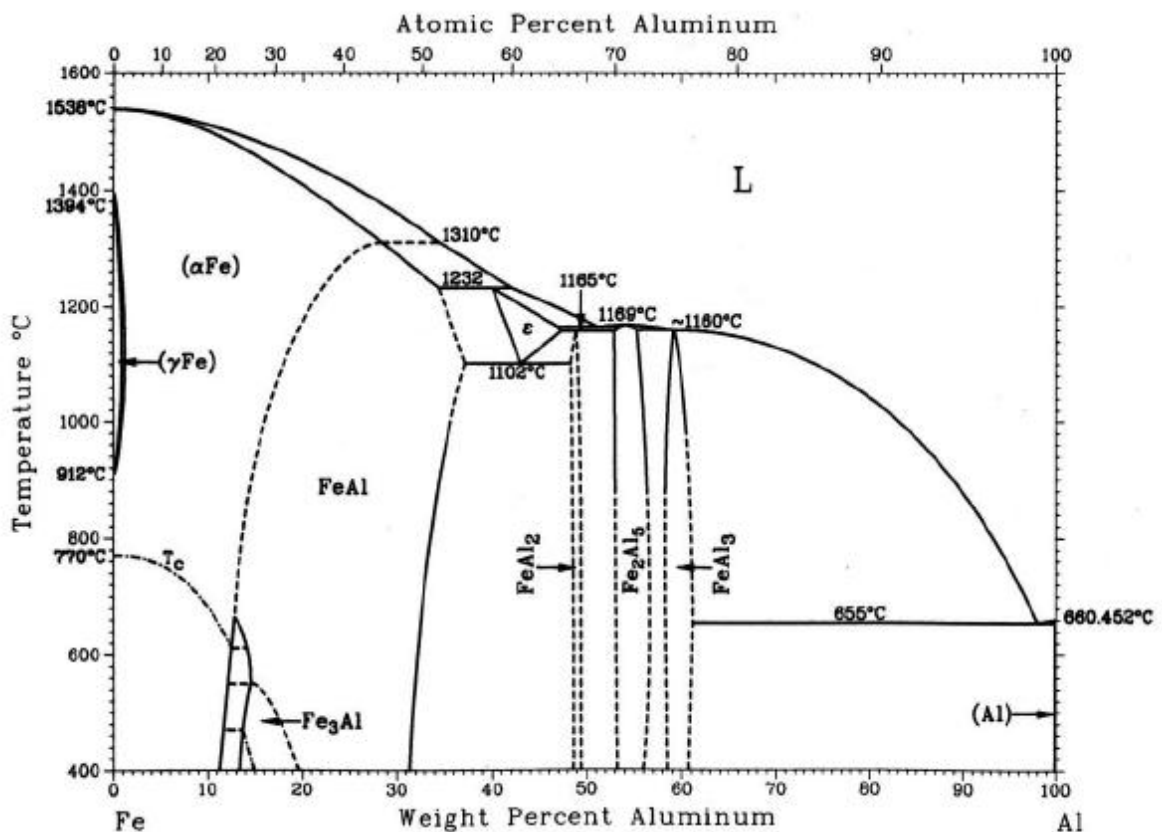


Slika 6. Peć za provođenje postupka aluminiziranja

Prema temperaturama obrade razlikujemo viskotemperaturno koje se odvija na temperaturama između 700 i 1400 °C u trajanju od 1 do 10 sati i niskotemperaturno aluminiziranje koje se odvija pri nižim temperaturama, između 500 i 700 °C u trajanju od 1 do 10 sati.

3.1 Karakteristike pojedinih faza

Pomoću dvofaznog dijagrama Fe-Al na slici 7. moguće je vidjeti udjele pojedinih intermetalnih spojeva Fe_xAl_y u strukturu nastalih slojeva. U standardnim postupcima difuzijskog prevlačenja, stvaranje Fe-Al moguće je ostvariti jedino na visokim temperaturama mehanizmom difuzije Al u rešetku atoma željeza.



Slika 7. Dijagram stanja Fe-Al [6]

Aluminijski sloj se sastoji od dva dijela, čistog aluminija i intermetalnog sloja koji se nalazi između obratka i aluminijskog sloja. Intermetalni sloj može sadržavati više faza

koje sadrže različite masene udjele aluminija. Kemijski sastav i tvrdoće pojedinih faza (spojeva) prikazani su u tablici 2.

Tablica 2. Mikrotvrdoće intermetalnih spojeva u Fe-Al sustavu [7]

Faza	Udio aluminija (%)	Mikrotvrdoća (HV)
Fe ₃ Al	13,87	350
FeAl	32,57	640
FeAl ₂	49,13	1030
Fe ₂ Al ₅	54,71	820
FeAl ₃	59,18	990
Fe ₂ Al ₇	62,93	1080

Debljina Fe-Al intermetalnog sloja na čeličnom obratku se za razliku od čistog aluminijskog sloja povećava s povećanjem vremena i temperature

3.2 Postupci aluminiziranja

Postoje razne metode prevlačenja površina obratka aluminijskim slojem.

Neki od najuobičajenijih postupaka aluminiziranja su:

- aluminiziranje u prahu,
- aluminiziranje uranjanjem u taljevinu aluminija,
- aluminiziranje naštrcavanjem (metalizacija).

Tablica 3. Usporedba debljine prevlake za različite postupke aluminiziranja [8]

Proces	Debljina prevlake, mm
Uranjanje	0,01 - 0,08
U prahu	0,25 - 1,1
Metalizacija	0,05 - 0,50

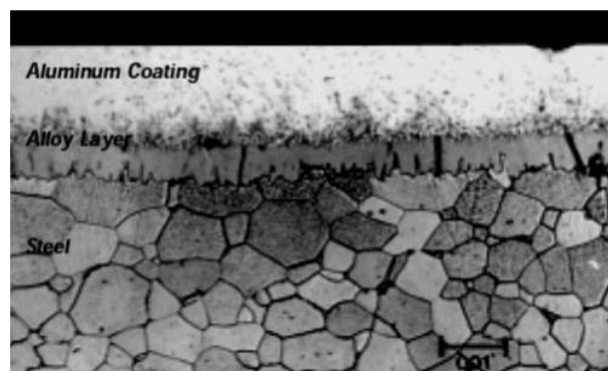
3.2.1 Aluminiziranje u prahu

U postupku aluminiziranja u smjesi prahova sadržaj praha se sastoji od čistog aluminija (Al), aluminijevog oksida (Al_2O_3) i amonijeva klorida (NH_4Cl) ili aluminijeva klorida (AlCl_3). Prve dvije komponente su obavezne dok je odabir aktivatora, koji je u tom slučaju aluminijev klorid ili amonij klorid, proizvoljan. Aktivatori služe radi lakšeg prijelaza aluminija iz praha na aluminiziranu površinu te sprječava rastaljivanje praha aluminija. Proces se smatra visokotemperaturnim zbog temperatura od 600 do 1200°C.

Obratci se zajedno s smjesom praha stavljaju u vatrootpornu retortu. Retorta se zatim zagrije u peći te se grije predviđeno vrijeme. Tijekom postupka, pri dnu retorte se uvode plinovite komponente, kao argon (inertni plin koji služi za inertno ispiranje), a zatim ugljični dioksid (služi za oksidiranje aluminijevog sloja). Međusobnim reagiranjem praha aluminija i aktivatora, aluminij se prenosi preko parne faze na površinu obratka nakon čega počinje difuzija u površinski sloj.

3.2.2 Aluminiziranje uranjanjem

Aluminiziranje uranjanjem jedan je od najstarijih i najraširenijih postupaka nanošenja slojeva aluminija na površinu čelika. Postupak aluminiziranja u taljevini aluminija ima znatno kraće trajanje procesa, od 1 minute pa do 10 minuta. Proces se provodi pri temperaturi od 700°C, a hlađenje uzorka se odvija pod stlačenim zrakom. Više temperature uzrokuju poroznosti u površinskom sloju zbog ključanja taljevine, dok niže temperature rezultiraju nastankom tankog aluminiziranog sloja.



Slika 8. Mikrostruktura čelika nakon aluminiziranja uranjanjem [9]

Čelična podloga koja se treba aluminizirati uranja se u rastaljeni aluminij ili njegovu leguru. Postupak prevlačenja odvija se kvašenjem, međudifuzijom i napokon stvaranjem intermetalnih spojeva. Čista površina podloge osigurava dobro kvašenje i bolje aluminiziranje. Aluminij ima visok afinitet prema kisiku, pa prisutnost željeznog-oksida u rastaljenoj smjesi otežava aluminiziranje. Debljina sloja ovisi o temperaturi rastaljene Al otopine, trajanju uranjanja čelika, a također i o kemijskom sastavu rastaljene legure i podloge.

3.2.3 Aluminiziranje naštrcavanjem (matalizacija)

Aluminijska prevlaka određene debljine naštrcava se na prethodno očišćenu metalnu podlogu. Proces uključuje prethodno taljenje aluminija i njegovog naštrcavanja na metalni obradak pomoću komprimiranog zraka. Dobivena veza između sloja i obratka je slaba. Da bi se veza dodatno ojačala, obradak se dulje vrijeme žari pri temperaturi od 850 do 1250 °C. Aluminizirani slojevi pokazuju dobru otpornost oksidaciji na temperaturama od 900 °C.

3.2.4 Ostali postupci aluminiziranja

Postoje još razni postupci aluminiziranja kao naprimjer aluminiziranje u vakumu gdje se aluminij isparava i taloži (kondenzira) na površinu obratka tvoreći pritom aluminijev sloj. Obavlja se u peći s tlakom od $1,3 \cdot 10^{-6}$ do $1,3 \cdot 10^{-8}$ bara; elektrolitičko prevlačenje aluminijem (galvaniziranje) kod kojeg se prije prevlačenja površina obratka mora temeljito očistiti, odmastiti i nagrizati u HCl otopini; aluminiziranje vrućim prešanjem odnosno omotavanjem koji se odvija na uzorku koji je omotan aluminijskom folijom debljine 50 μm te se podvrgava vrućem prešanju pod pritiskom od 160 Mpa, pri temperaturi od 160 °C u trajanju od 1 sata, zatim se drži u vakumskoj peći na temperaturi od 1100 °C u trajanju od 1 sat.

3.3 Svojstva aluminijskog sloja

Aluminiziranjem čelika sa naknadnom oksidacijom aluminijskog sloja, dobiva se vrlo dobra otpornost oksidaciji do 680 °C i otpornost koroziji na sobnoj temperaturi. Mehanička svojstva aluminijske prevlake najviše ovise o debljini intermetalnog sloja.

Aluminijske prevalke koje sadrže 5-10% Si smanjuju debljinu intermetalnog sloja i povoljno utječu na obradljivost.

Oksidacijskim tretmanom dolazi do nastajanja debelog Al_2O_3 sloja koji služi kao barijera kisiku i sprječava njegov prodor prema čeliku. Vatrootporna intermetalna faza ima izvednu toplinsku otpornost i otpornost na ljuštenje do $680\text{ }^\circ\text{C}$. Ljuštenje pri temperaturama većim od $680\text{ }^\circ\text{C}$ može se umanjiti upotrebom toplinski otpornog aluminiziranog čelika koji sadrži dovoljno titana. U usporedbi s nehrđajućim čelikom, aluminizirani ugljični čelici pružaju 100 puta veću otpornost na sumpornu kiselinu pri temperaturi od $595\text{ }^\circ\text{C}$ od nehrđajućeg CrMo 18-10 čelika.

3.4 Primjena postupaka aluminiziranja

Prednosti aluminiziranja su sljedeće [10] :

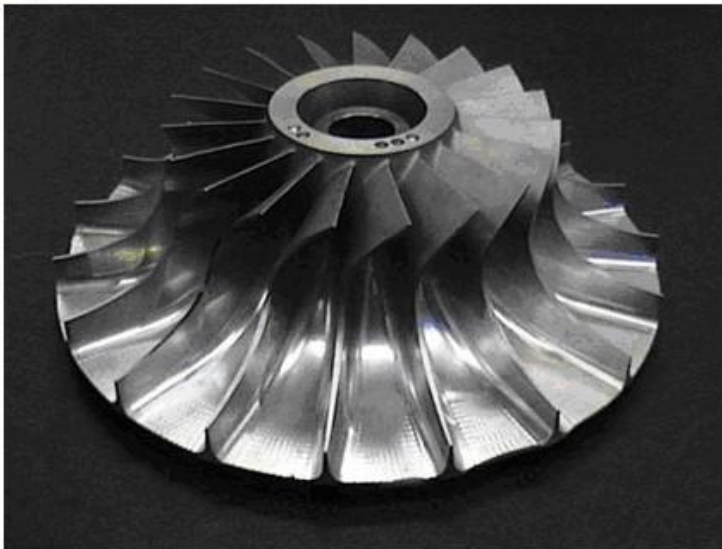
- otpornost prema sumporu – zaštita čelika od H_2S , SO_2 i SO_3 ,
- oksidacijska otpornost – tvori zaštitni sloj Al_2O_3 ,
- sprječava pougljičavanje – sprječava difuziju ugljika u osnovni materijal,
- smanjuje prodor vodika – difuzija H_2 u čeliku je smanjena.

Aluminijskim slojem se prevlače visokoproduktivni dijelovi u automobilskoj industriji kao što su gljivasti ventili, lopatice i krilne malznice za plinske turbine itd. U poljoprivrednoj industriji kao sušilice za pšenicu i žito, grijalice, dimnjaci od peći, unutrašnjost pećnica, rešetke za roštilj, u rafinerijama sirove nafte – cijevi u peći itd.

a)



b)



c)



Slika 9. Prikaz dijelova koji se aluminiziraju, a) učvršćivači žica na strujnim stupovima, b) lopatice turbina c) gljivasti ventil [8]

4. EKSPERIMENTALNI DIO

Eksperimentalni dio završnog rada postupak je niskotemperaturnog aluminiziranja pri 600°C nehrđajućeg čelika u smjesi praha s ciljem karakterizacije aluminiziranog sloja. Eksperimentalni dio proveden je u Laboratorijima Zavoda za materijale (Laboratorij za toplinsku obradu, Laboratorij za kemijsku analizu, Laboratorij za metalografiju) Fakulteta strojarstva i brodogradnja u Zagrebu.

4.1 Izbor Materijala

U eksperimentalnom dijelu korišten je uzorak čelika UTOP Mo1 (1.2343) prikazan na slici 10 čiji je kemijski sastav dan u tablici 4.



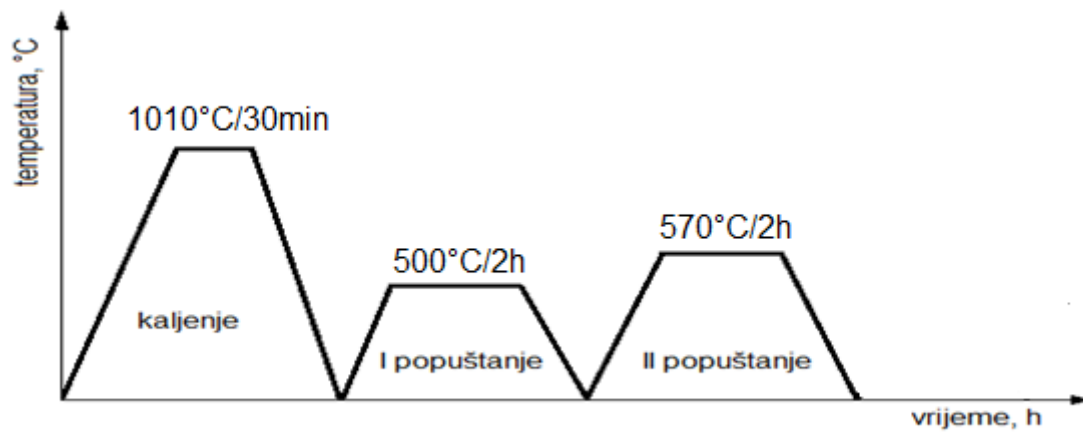
Slika 10. Uzorak čelika UTOP Mo1

Tablica 4. Kemijski sastav UTOP Mo1 čelika

Kemijski element	Maseni udjeli (%)
C	0,38
Si	1,1
Mn	0,4
Cr	5,0
Mo	1,3
V	0,4

4.1.1 Prethodna toplinska obrada čelika UTOP Mo1

Na slici 11 prikazan je provedeni postupak toplinske obrade čelika UTOP Mo1 a u nastavku su opisani postupci toplinske obrade.



Slika 11. Shematski prikaz ciklusa toplinske obrade čelika UTOP Mo1

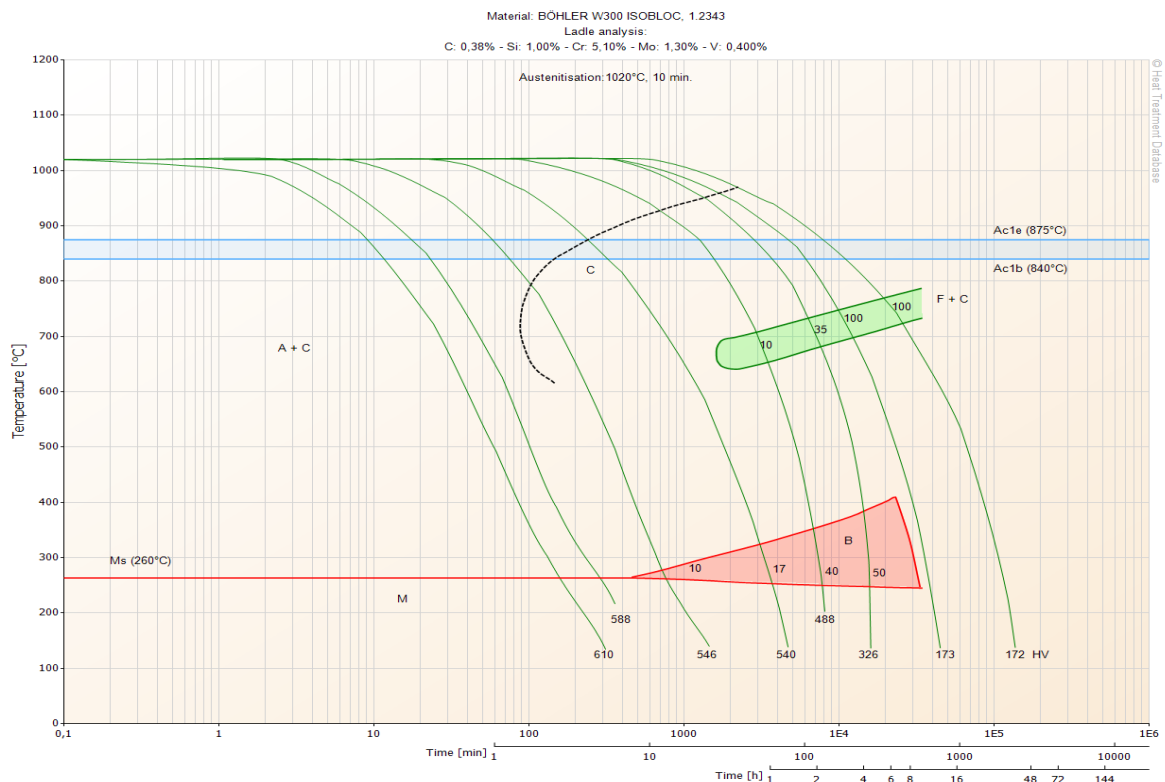
4.1.1.1 Kaljenje čelika UTOP Mo1

Temeljna je svrha kaljenja čelika:

- postizanje maksimalno moguće tvrdoće ovisno o udjelu ugljika u čeliku,
- postizanje što jednoličnijeg prokaljenja (tj. što jednoličnije tvrdoće po poprečnom presjeku).

Postupak kaljenja sastoji se od ugrijavanja na temperaturu austenitizacije i progrijavanja, držanja na toj temperaturi te gašenja u svrhu postizanja martenzitne strukture.

U cilju sprječavanja razugličenja, pougličjenja i oksidacije, austenitizaciju treba izvoditi u odgovarajućoj zaštitnoj atmosferi. Kaljenje je provedeno pri temperaturi 1010°C u vakuumu. Na slici 12 prikazan je TTT dijagram za zadani čelik. Postignute tvrdoće na uređaju za mjerenje tvrdoće prikazanom na slici 13 dane su u tablici 5.



Slika 12. TTT dijagram čelika UTOP Mo1



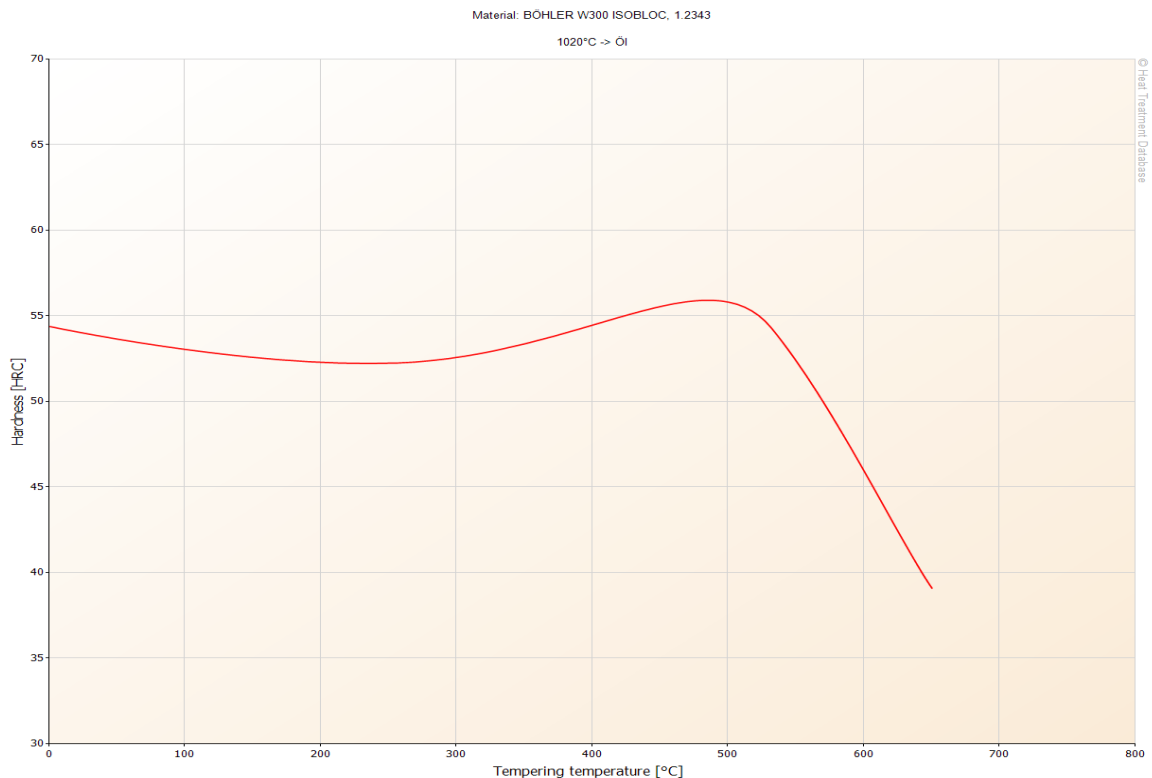
Slika 13. Uređaj za mjerenje tvrdoće materijala

Tablica 5. izmjerene tvrdoće uzorka

X_i	Tvrdoća, HRC
1	51
2	52
3	52
Srednja vrijednost tvdoća	52

4.1.1.2 Popuštanje čelika

Popuštanje čelika se provodi u svrhu povećanja žilavosti nakon kaljenja. Temperatura i vrijeme držanja ovise o dimenzijama obratka. Prvo popuštanje služi za postizanje sekundarne tvrdoće, drugim popuštanjem postiže se radne tvrdoća i smanjuju se zaostala naprezanja. Na slici 14 prikazan je dijagram popuštanja čelika UTOP Mo1.



Slika 14. Dijagram popuštanja čelika UTOP Mo1

4.1.2 Primjena čelika UTOP Mo1

Čelik UTOP Mo1 primjenjuje se za rad pri povišenim temperaturama u uvjetima visoke čvrstoće npr. kod:

- alata za toplo prešanje lakih metala i njihovih legura,
- alata za tlačno lijevanje lakih metala i njihovih legura,
- štanci za topli rad,
- škare za rezanje u vrućem stanju.

Ovaj čelik dobre je obradljivosti, a alati iz ove skupine nisu skloni naljepljivanju materijala. Kod toplinske obrade potrebna je zaštita od razugličenja. [7]

4.2 Priprema praha za aluminiziranje

Za provođenje postupka pripremljen je prah sastava 88% Al_2O_3 , 10% Al i 2% AlCl_3 . Za potrebe ispitivanja izmješano je ukupno 500g praha čiji je sastav u gramima dan u tablici 6.

Tablica 6. sastav smjese u gramima

500gr praha		
Al_2O_3	Al	AlCl_3
440g	18,1g	50g

4.3 Aluminiziranje

Aluminiziranje je provedeno u smjesi praha pri temperaturi od 600°C (niskotemperaturno aluminiziranje), u peći prikazanoj na slici 6. Uzorak je stavljen u vatrootpornu posudu zajedno s prahom. Posuda je umetnuta u retortu i poklopljena. Zatim je retorta stavljena u peć i zabrtvljena izolacijskom vunom. Inertni plin argon je pušten kroz vanjski ventil u posudu retorte koji ne dozvoljava kisiku da uđe u retortu i dođe do oksidacije uzorka. Postupak je trajao 4 sata nakon čega je uzorak izvađen i ostavljen da se hladi na zraku.

4.4 Karakterizacija dobivenog sloja

Nakon aluminiziranja na uzorku su provedene različiti postupci u svrhu karakterizacije sloja obrađenog uzorka.

4.4.1 Kvalitativna dubinska analiza

GDOS analiza (eng. Glow Discharge Optical Emission Spectroscopy) je kvantitativna i kvalitativna dubinska kemijska analiza koja se temelji na optičkoj emisijskoj spektrometriji s tinjajućim izbojem.

Uređaj na kojem se odvijala analiza slojeva bio je GDS 850A. Uređaj se temelji na skidanju materijala s površine uzorka, ostavljajući otisak dubok 100 do 200 μm . Uređaj određuje kvalitativan sastav odnešenog materijala odnosno raspored pojedinih elemenata u sloju, od površine prema dubini ispitanog uzorka.

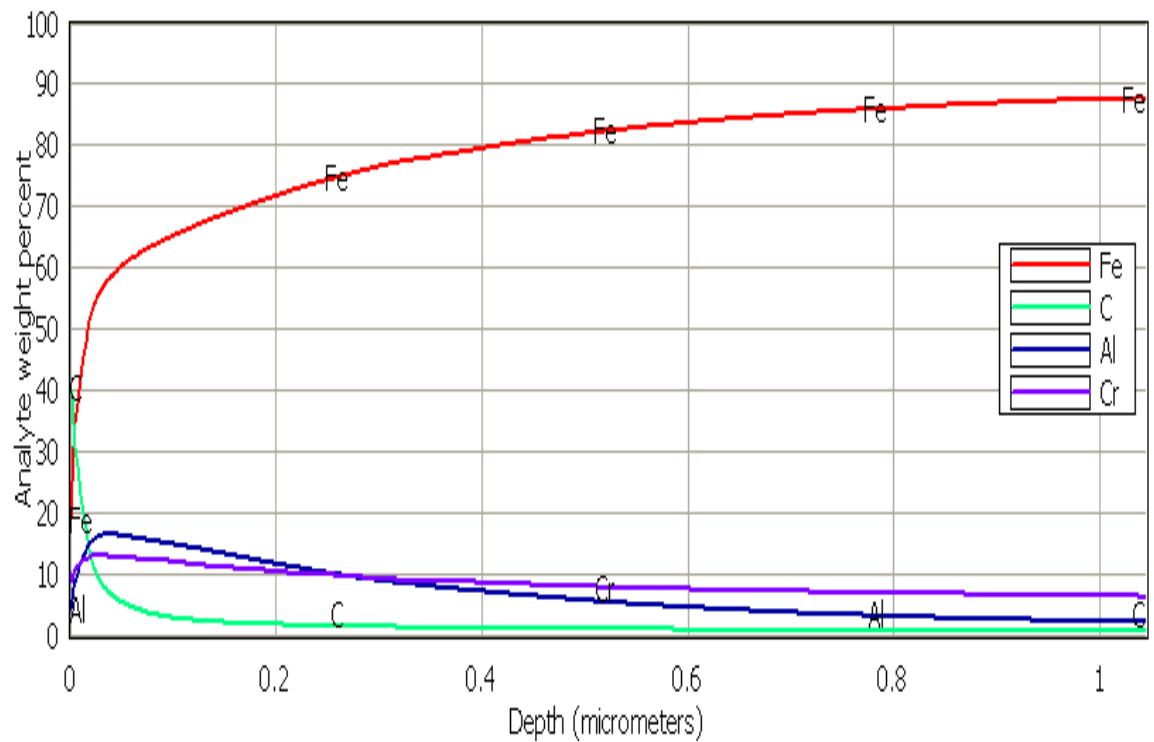


Slika 15. Uređaj LECO GDS 850A za optičku emisijsku spektrometriju (GDOS)



Slika 16. Izgled uzorka nakon provedene GDOS analize

Na slici 17 prikazan je dijagram ovisnosti masenog udjela pojedinih elemenata po dubini površinskog sloja.



Slika 17. Prikaz rasporeda masenog udjela elemenata po dubini ispitanog sloja uzorka nakon aluminiziranja na temperaturi 600 °C u trajanju od 4 sata

4.4.2 Priprema uzorka za metalografska ispitivanja

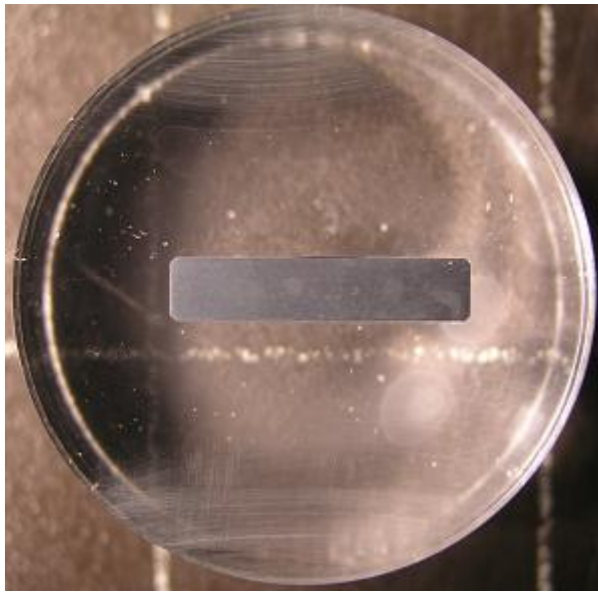
Metalografska analiza može dati informacije o sastavu materijala, posebno o sljedećim karakteristikama: veličinu zrna, mikrostrukturnim fazama, homogenosti sastava i mikrostrukture, raspodijele mikrostrukturnih faza, deformacijama strukture nastalim nakon plastične deformacije, debljini i strukturi prevlaka, pojavi pukotina u rubnom sloju itd. [11]

Da bi analiza materijala bila što točnije, važno je da uzorak bude što bolje pripremljen. Pri samom postupku izrezivanja važno je primjeniti postupke koji će u što manjoj mjeri promijeniti mikrostrukturu. Izrezani uzorak ulijeva se u plastičnu masu koja olakšava prihvat i osigurava kvalitetnu pripremu. Postupcima pripreme važno je s površine uzorka ukloniti deformirani sloj koji je nastao rezanjem te površinske nepravilnosti poput oksida i nečistoća. Nakon pripreme se može pristupiti analizi mikrostrukture materijala.

Zalijevanje uzorka u polimernu masu provedeno je na uređaju Buehler pneumatic press prikazanom na slici 18, a na slici 19 je prikazan dobiveni uzorak zaliven u masu.

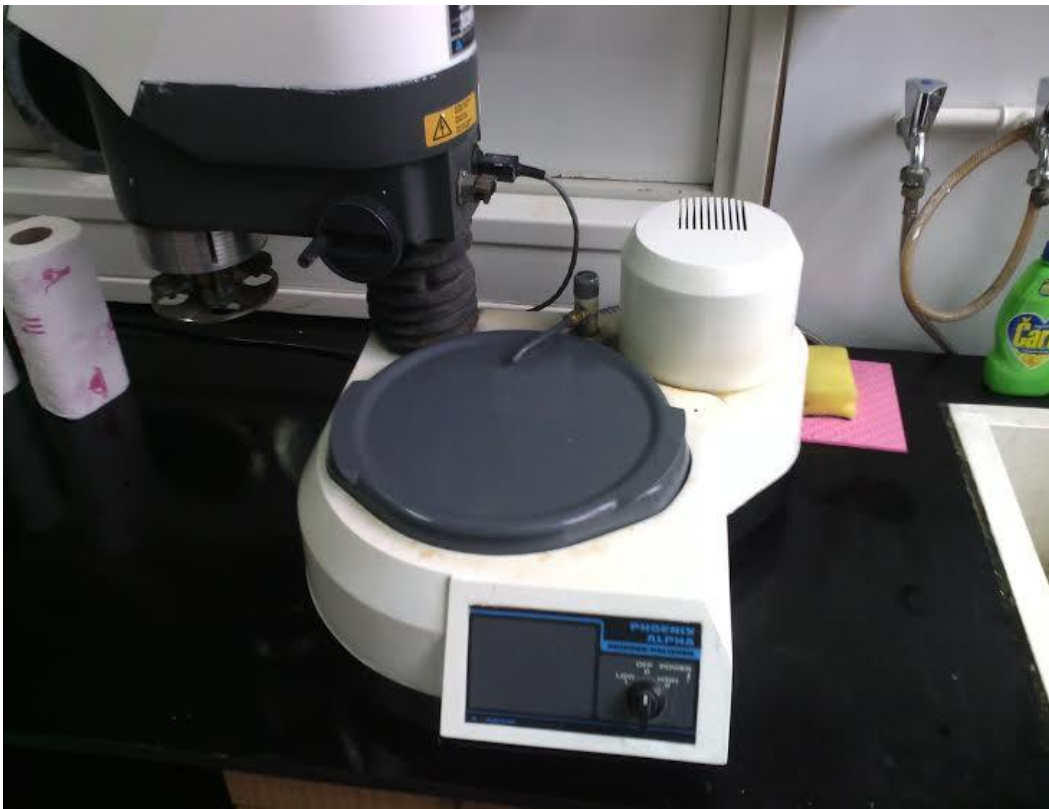


Slika 18. Uređaj Buehler pneumatic press



Slika 19. Uzorak zaliven u polimernoj masi

Nakon što je uzorak zaliven u polimernu masu proveden je postupak brušenja na uređaju Buehler Phoenix alpha koji je prikazan na slici 20 a u tablici 7 dani su parametri brušenja.



Slika 20. Uređaj Buehler Phoenix alpha

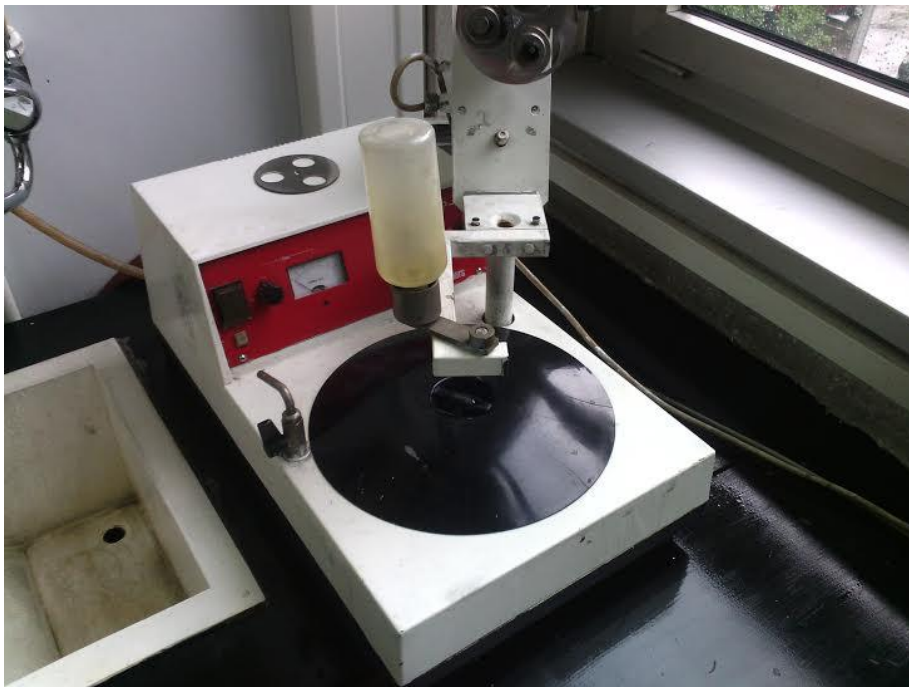
Tablica 7. Parametri brušenja uzorka

Faze brušenja	I	II	III	IV	V
Podloga	SiC papir	SiC papir	SiC papir	SiC papir	SiC papir
Veličina zrna	360	500	1000	2000	4000
Sredstvo za hlađenje	voda	voda	voda	voda	voda
Broj okretaja, min ⁻¹	300	300	300	300	300

Nakon brušenja uslijedilo je poliranje uzorka. Poliranjem se dobiva glatka ravna površina, koja se može promatrati pod mikroskopom. Poliranje je izvršeno prema parametrima danima u tablici 8, a postupak je proveden na uređaju Struers Dap-V prikazanom na slici 21.

Tablica 8. Parametri poliranja uzorka

Faza poliranja	I
Podloga	NAP
Abraziv	Dijamantna pasta 1 μm
Broj okretaja, min ⁻¹	150
Vrijeme poliranja	3 min



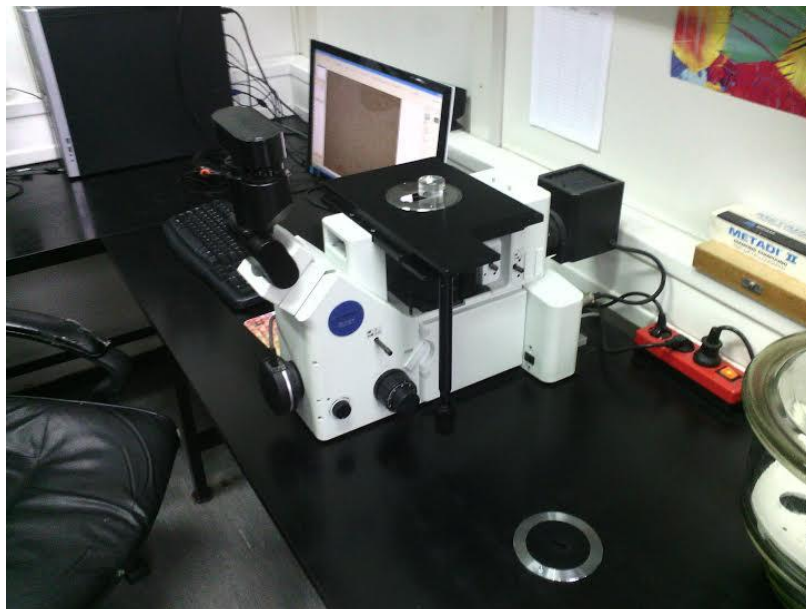
Slika 21. Uređaj Struers Dap-v

Nakon brušenja i poliranja uzorak je nagrizen u Nitalu (3% dušične kiselina u etilnom alkoholu) te ispran u vodi da se prekine reakcija. Uzorci su čuvani u eksikator zdijeli prikazanoj na slici 22 koja sprječava da ne dođe do korodiranja uzorka.



Slika 22. Eksikator za čuvanje uzoraka

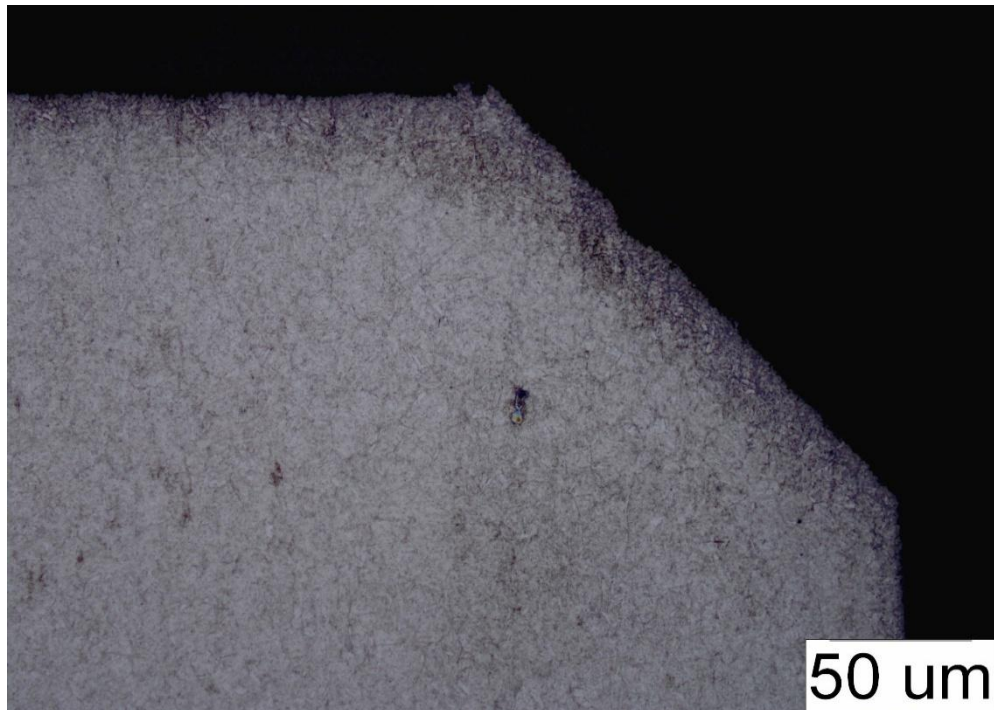
Nakon metalografske pripreme uzorka, provedena analiza mikrostrukture na optičkom mikroskopu Olympus GX51 prikazanom na slici 23.



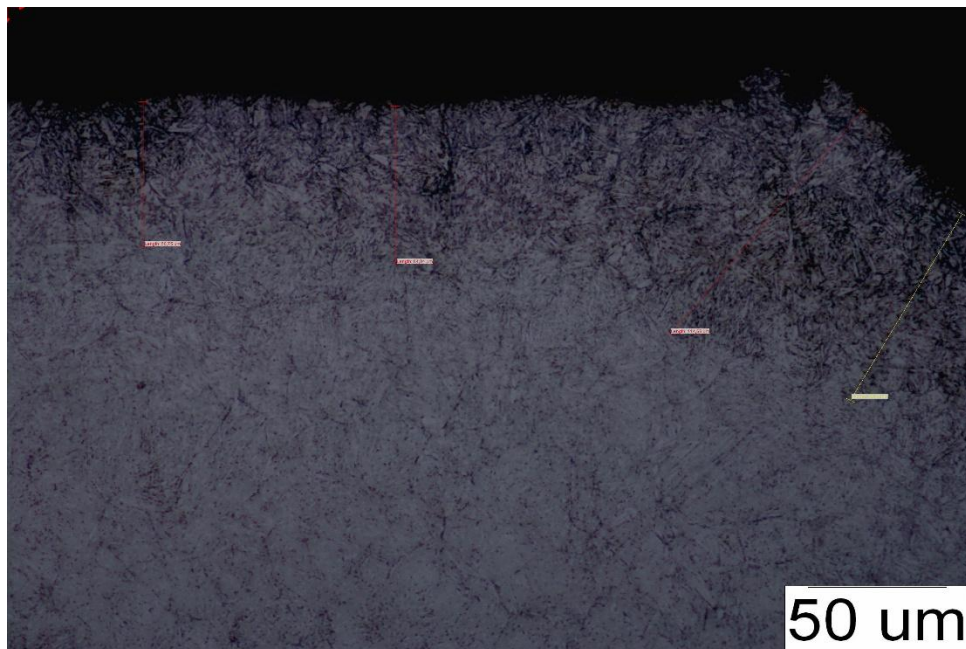
Slika 23. Mikroskop Olympus GX51

4.4.3 Rezultati mikrostrukturnih ispitivanja

Na slikama 24, 25, 26 prikazana je mikrostruktura rubnog sloja aluminiziranog uzorka pri različitim povećanjima

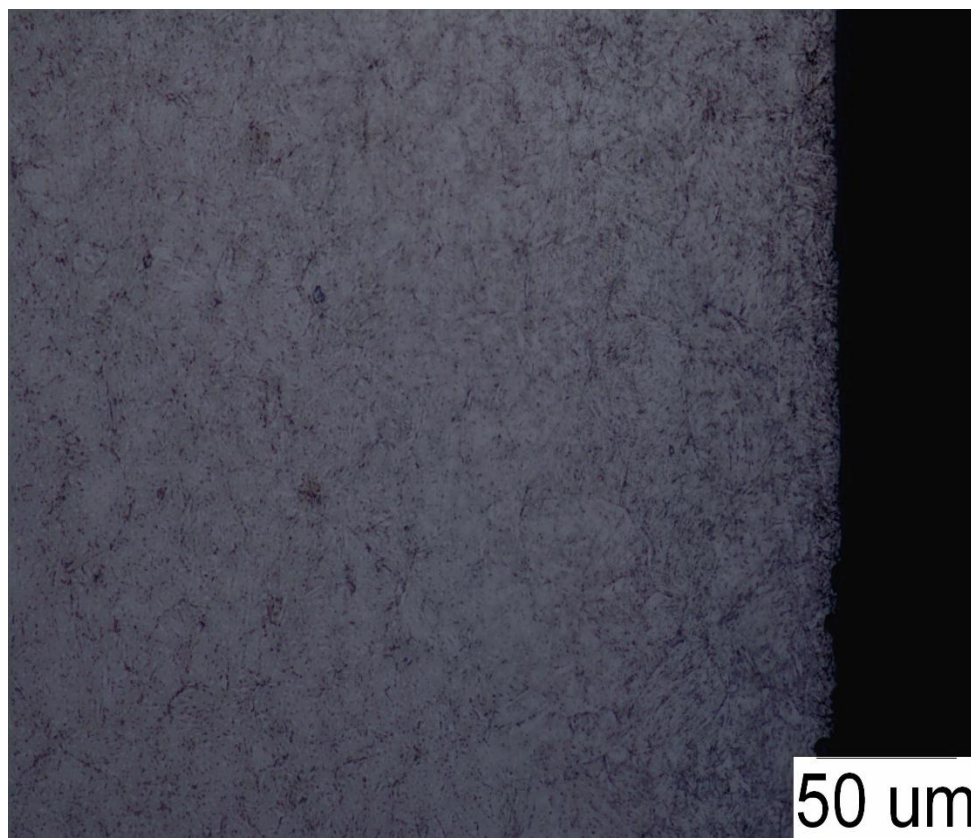


Slika 24. Mikrostruktura rubnog sloja na uzorku, 200x



Slika 25. Mikrostruktura rubnog sloja na uzorku, 500x

Na slici 25 prikazana je mikrostruktura uz povećanje 500x a ujedno je provedeno mjerenje debljine modificiranog sloja uz pomoć. Uz pomoć analizatora slike očitane su vrijednosti od 60 μm na ravnijem dijelu uzorka i 100 μm na zaobljenom dijelu uzorka.



Slika 26. Mikrostruktura rubnog sloja na uzorku, 500x

5. ZAKLJUČAK

U ovom radu proveden je postupak toplinsko-kemijske obrade aluminiziranja. Za provođenje postupka izabran je čelik UTOP Mo1 čiji je sastav naveden u radu. Postupak je proveden na 600°C u trajanju od 4 sati.

Nakon aluminiziranja na uzorku su provedene različite metode karakterizacije materijala u Laboratorijima fakulteta strojarstva i brodogradnje.

Iz GDOS analize se vidi da je prilikom aluminiziranja došlo do difuzije aluminija u površinski sloj uzorka. Nakon GDOS analize uzorak je izrezan i uliven u polimernu masu te postupcima brušenja, poliranja i nagrizanja pripremljen za metalografsku analizu, na kojoj se prema slikama 24, 25 i 26 jasno vidi nastanak modificiranog sloja difuzijom Aluminija u površinu uzorka.

Za bolju karakterizaciju uzorka bilo bi još poželjno provesti EDX metodu skeniranja elektronskim mikroskopom (SEM), emitiranjem rendgenskih X-zraka na površinu uzorka, radi dobivanja kvalitativnih rezultata kemijskog sastava i distribuciju kemijskih elemenata u površini uzorka, no nažalost ispitivanje nije bilo moguće provesti radi kvara na uređaju.

Za bolju karakterizaciju bi još također bilo poželjno aluminizirati uzorke istog čelika ali pri višim temperaturama i duljim vremenom grijanja radi usporedbe rezultata s ispitanim uzorkom u ovom radu, što bi svakako bilo zanimljivo vidjeti.

POPIS LITERATURE

- [1] internet stranica <http://www.gradnja.org/vijesti/materijali/198-aluminij.html>
- [2] T.Filetin, F.Kovačićek, J.Indof: Svojstva i primjena materijala, Fakultet strojarstva i brodogradnje, Zagreb 2002.
- [3] internet stranica www.sa.lt/metalu-korozija-prieztastys-ir-apsaugos-budai/
- [4] internet stranica <http://www.scribd.com/doc/152526333/VRSTE-KOROZIJE>
- [5] internet stranica http://www.fsb.unizg.hr/usb_frontend/files/1352739925-0-pmm_i_pred.pdf
- [6] A. K. Khan, M.K. Singh: Aluminizing, 2012
- [7] D. Augusta, Dupleks postupak aluminiziranja i nitriranja čelika, Diplomski rad, Fakultet strojarstva i brodogradnje, Zagreb 2011.
- [8] I. Tadić, diplomski rad, dupleks postupak aluminiziranja i nitriranja čelika, Fakultet strojarstva i brodogradnje, Zagreb 2012.
- [9] M. B. Isiko: Aluminizing of plain carbon steel, Norwegian university of science and technology, 2012
- [10] internet stranica <http://www.marcospecialtysteel.com/aluminizing.html>
- [11] internet stranica <http://hr.wikipedia.org/wiki/Metalografija>