

# Ispitivanje otpornosti na abrazijsko trošenje nitriranih slojeva

---

**Mateša, Ivan**

**Master's thesis / Diplomski rad**

**2019**

*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:235:723576>

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

*Download date / Datum preuzimanja:* **2024-07-15**

*Repository / Repozitorij:*

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



SVEUČILIŠTE U ZAGREBU  
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

# **DIPLOMSKI RAD**

**Ivan Mateša**

Zagreb, 2019.

SVEUČILIŠTE U ZAGREBU  
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

# DIPLOMSKI RAD

Mentori:

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

Student:

Ivan Mateša

Zagreb, 2019.

Izjavljujem da sam diplomski rad izradio samostalno uz stručnu pomoć mentora prof. dr. sc. Darka Landeka te uz korištenje navedene literature i dobivenih rezultata ispitivanjem.

Zahvaljujem izv. prof. dr.sc.Darku Landeku na savjetima, pomoći i uloženom trudu pri izradi ispitnih uzoraka za diplomski rad. Također želim zahvaliti zaposlenicima Zavoda za materijale na Fakultetu strojarstva i brodogradnje Sveučilišta u Zagrebu na pruženoj pomoći i savjetima pri izradi eksperimentalnog dijela rada.

Hvala mojim prijateljima i kolegama koji su olakšali moje studentske dane. Hvala mojoj obitelji na podršci i razumijevanju tijekom mog školovanja.

Ivan Mateša



SVEUČILIŠTE U ZAGREBU  
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE



Središnje povjerenstvo za završne i diplomske 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:	
Ur. broj:	

## DIPLOMSKI ZADATAK

Student: **IVAN MATEŠA**

Mat. br.: 0035198172

Naslov rada na hrvatskom jeziku: **Ispitivanje otpornosti na abrazijsko trošenje nitriranih slojeva**

Naslov rada na engleskom jeziku: **Abrasion wear testing of nitride layers**

Opis zadatka:

U radu treba opisati prednosti i nedostatke te izbor parametara postupka nitriranja u solnoj kupci i nitriranja u plazmi. Prema dostupnoj literaturi i izvorima informacija treba usporediti mehanička i tribološka svojstva nitriranog sloja.

U eksperimentalnom dijelu rada treba predložiti materijal ispitnih uzoraka, izraditi uzorke te provesti postupke nitriranja u solnoj kupci i plazmi. Na ispitnim uzorcima provesti ispitivanja površinske tvrdoće, određivanje efektivne dubine nitriranja i otpornosti na abrazijsko trošenje metodom „suhi pijesak/gumeni kotač“. Mjerenjem gubitka mase i analizom istrošenih površina svjetlosnom mikroskopijom, usporediti otpornost na abrazijsko trošenje nitriranih u odnosu na ne nitrirane površine.

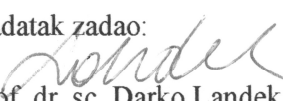
Na osnovi rezultata ispitivanja procijeniti utjecaj vrste postupka nitriranja na povišenje otpornosti na abrazijsko trošenje i predložiti postupak i parametre prikladne za ispitivani čelik.

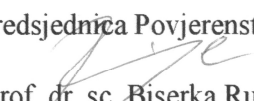
Navesti u radu korištenu literaturu i pruženu stručnu pomoć.

Zadatak zadan:  
15. studenog 2018.

Rok predaje rada:  
17. siječnja 2019.

Predviđeni datum obrane:  
23. siječnja 2019.  
24. siječnja 2019.  
25. siječnja 2019.

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
SUMMARY .....	VIII
1. UVOD.....	1
2. POSTUPCI MODIFICIRANJA POVRŠINA .....	2
2.1. Nitiranje .....	3
2.2. Nitiranje u solnoj kupki .....	6
2.3. Nitiranje u plinu .....	10
2.4. Nitiranje u plazmi .....	10
2.5. Priprema površina prije modificiranja .....	13
3. MEHANIZMI TROŠENJA .....	15
3.1. Abrazija.....	15
3.2. Adhezija .....	17
3.3. Erozija česticama .....	18
4. METODE ISPITIVANJA MODIFICIRANOG SLOJA .....	20
4.1. Mikrotvrdoća.....	20
4.2. Mikrostrukturalna analiza sloja.....	21
4.3. Abrazijsko trošenje .....	23
5. PLAN ISPITIVANJA.....	29
5.1. Izrada ispitnih uzoraka .....	30
5.2. Nitiranje u solnoj kupci .....	33
5.3. Nitiranje u plazmi .....	34
6. REZULTATI ISPITIVANJA I DISKUSIJA.....	38
6.1. Ispitivanje tvrdoće.....	38

---

6.2. Ispitivanje debljine sloja .....	42
6.3. Mikrostruktorna analiza .....	47
6.4. Ispitivanje otpornosti na abrazijsko trošenje.....	53
6.5. Analiza trošenih površina.....	59
7. ZAKLJUČAK.....	62
LITERATURA.....	64
PRILOZI.....	65

## POPIS SLIKA

Slika 1. Pregled postupaka modificiranja i prevlačenja površina [1].....	2
Slika 2. Dijagram stanja sustava Fe-N [5].....	4
Slika 3. Mikrostruktura nitriranog sloja nakon nitriranja [7].....	5
Slika 4. Sastav nitriranog sloja ovisan o vrsti nitriranog čelika [8] .....	6
Slika 5. Dijagram postupka TENIFER.....	8
Slika 6. Shematski prikaz zone spojeva i dijela zone difuzije [5].....	8
Slika 7. Osnovne reakcije u solnoj kupki TF1 [9].....	9
Slika 8. Koebel-ov model nitriranja u plazmi [11].....	11
Slika 9. a) Utjecaj temperature nitriranja, b) vremena nitriranja na tvrdoću i dubinu .....	12
Slika 10. Postupak čišćenja uzoraka [14].....	14
Slika 11. Jedinični događaj abrazije [13] .....	15
Slika 12. Jedinični događaj adhezije [7].....	17
Slika 13. Shematski prikaz erozije česticama [15].....	18
Slika 14. Jedinični događaj procesa erozije česticama [15].....	19
Slika 15. Dijamantna piramida kao indentor za Vickers metodu [16] .....	20
Slika 16. Svjetlosni mikroskop Olympus GX51 [18]. .....	22
Slika 17. Skica uređaja “suhi pijesak/gumeni kotač” [19].....	23
Slika 18. Detalj uređaja i trag trošenja na uzorku [7].....	24
Slika 19. METLLER B5C 1000.....	24
Slika 20. Uređaj za ispitivanje otpornosti na abrazijsko trošenje [7].....	26
Slika 21. CCT dijagram čelika 32CrMoV12-10 gašen u ulju .....	31
Slika 22. TTT dijagram čelika 32CrMoV12-10.....	32
Slika 23. Izgled ispitnog uzorka.....	33
Slika 24. Solna kupka za nitriranje postupkom TENIFER [18].....	34
Slika 25. Izgled ispitnog uzorka nitriranog postupkom TEHIFER.....	34
Slika 26. Uređaj za plazmatsko nitriranje i prevlačenje Rübige PC 70/90 .....	35
Slika 27. Tijek postupka nitriranja u plazmi [2].....	36
Slika 28. Izgled ispitnog uzorka nakon nitriranja u plazmi.....	37
Slika 29. Efektivna dubina nitriranja uzoraka nitriranih u solnoj kupci .....	40
Slika 30. Efektivna dubina nitriranja uzoraka nitriranih u plazmi .....	41



---

Slika 31. Površinski sloj na uzorku A1 : a) povećanje 500 puta, b) povećanje 1000 puta (nagriženo u 3%-tnom Nitalu).....	43
Slika 32. Površinski sloj na uzorku B1 : a) povećanje 500 puta, b) povećanje 1000 puta (nagriženo u 3%-tnom Nitalu).....	44
Slika 33. Površinski sloj na uzorku A2 : a) povećanje 500 puta, b) povećanje 1000 puta (nagriženo u 3%-tnom Nitalu).....	45
Slika 34. Površinski sloj na uzorku B2 : a) povećanje 500 puta, b) povećanje 1000 puta (nagriženo u 3%-tnom Nitalu).....	46
Slika 35. Mikrostruktura ruba uzorka A1 – a) povećanje 500, b) povećanje 1000 puta.....	48
Slika 36. Mikrostruktura ruba uzorka B1 – a) povećanje 500, b) povećanje 1000 puta.....	49
Slika 37. Mikrostruktura ruba uzorka A2 – a) povećanje 500, b) povećanje 1000 puta.....	51
Slika 38. Mikrostruktura ruba uzorka B2 – a) povećanje 500, b) povećanje 1000 puta.....	52
Slika 39. Čišćenje ispitnog uzorka u ultrazvučnoj kupki.....	53
Slika 40. Utjecaj nitriranog sloja na čelik oznake A na otpornost abrazijsko trošenje.....	55
Slika 41. Utjecaj nitriranog sloja na čelik oznake B na otpornost abrazijsko trošenje.....	55
Slika 42. Utjecaj vrste nitridnog sloja na otpornost abrazijsko trošenje.....	56
Slika 43. Usporedba ukupnih gubitaka mase nakon 300 okretaja trošenja abrazijom različitih slojeva.....	57
Slika 44. Stereomikroskopske slike istrošenih površina nemođificiranih uzoraka nakon 300 okretaja.....	59
Slika 45. Stereomikroskopske slike istrošenih površina uzoraka nitriranih u solnoj kupci nakon 300 okretaja.....	60
Slika 46. Stereomikroskopske slike istrošenih površina uzoraka nitriranih u plazmi nakon 300 okretaja.....	61

## POPIS TABLICA

Tablica 1. Uobičajeni raspon parametara postupka nitriranja u plazmi.....	13
Tablica 2. Vrijednosti sila opterećivanja za Vickersovu metodu [16].....	21
Tablica 3. Značajke varijante postupka [19].....	25
Tablica 4. Plan ispitivanja.....	29
Tablica 5. Oznake uzoraka.....	30
Tablica 6. Kvantitativna analiza uzoraka.....	32
Tablica 7. Parametri nitriranja u solnoj kupci TENIFER.....	33
Tablica 8. Parametri postupka otprašivanja i nitriranja u plazmi.....	36
Tablica 9. Rezultati ispitivanja tvrdoće uzoraka A0.....	38
Tablica 10. Rezultati ispitivanja tvrdoće uzoraka B0.....	38
Tablica 11. Rezultati ispitivanja tvrdoće difuzijske zone uzorka A1.....	39
Tablica 12. Rezultati ispitivanja tvrdoće difuzijske zone uzorka B1.....	39
Tablica 13. Rezultati ispitivanja tvrdoće difuzijske zone uzorka A2.....	39
Tablica 14. Rezultati ispitivanja tvrdoće difuzijske zone uzorka B2.....	40
Tablica 15. Prosječna debljina zone spojeva.....	42

**POPIS OZNAKA**

<b>Oznaka</b>	<b>Jedinica</b>	<b>Opis</b>
$E_d$	$\mu\text{m}$	srednja vrijednost debljine prevlake
$d$	$\mu\text{m}$	promjer unutarnjeg prstena
$F$	N	sila
$m$	g	masa
$T$	$^{\circ}\text{C}$	temperatura
$\Delta m_{\text{sr}}$	g	srednji gubitak mase
$F_N$	N	normalna komponenta opterećenja
$F_t$	N	tangencijalna komponenta opterećenja
$\alpha$	$^{\circ}$	kut udara čestice erozijom česticama
$v_u$	m/s	brzina vrtnje uzorka za erozijsko trošenje
$F_T$	N	sila trenja
$\mu$	-	faktor trenja
NHD	-	efektivna dubina nitriranja
GH	-	granična tvrdoća

## SAŽETAK

U radu je opisana usporedba svojstava nitriranih slojeva na konstrukcijskom čeliku 32CrMoV12-10. Ispitni uzorci modificirani su nitriranjem u solnoj kupci te plazmi. Opisan je postupak ispitivanja otpornosti na abrazijsko trošenje metodom “suhi pijesak/gumeni kotač” kako bi se utvrdio utjecaj osnovnog materijala, pripreme površine i debljine sloja na otpornost abrazijskom trošenju. Tragovi trošenja na ispitnim uzorcima su analizirani na stereomikroskopu dok je njihova mikrostruktura analizirana na svjetlosnom mikroskopu.

Metodom „Pijesak-gumeni kotač“ ispitan je otpornost na abraziju ispitnih uzoraka. Dobra otpornost na abraziju utvrđena je kod poboljšanih uzoraka i nitriranih u plazmi. Ispitivanjem mikrotvrdoće površine utvrđena je viša tvrdoće nitriranih uzoraka u odnosu na polazno poboljšano stanje, što ukazuje na nastanak vrlo tanke difuzijske zone uz površinu uzoraka.

Ključne riječi: abrazija, solna kupka, plazma nitriranje, ispitni uzorci, mehanizmi trošenja

## **SUMMARY**

In this paper, comparison of the properties of nitride layer on structural steel 32CrMoV12-10. Test samples were modified by nitration in salt bath and plasma. The procedure of examining abrasive wear resistance via “dry sand-rubber wheel“ method is described. The purpose of examining abrasive wear resistance is to determine connection between base material, surface preparation, coating thickness and abrasive wear resistance. The surfaces of worn samples are analyzed using a stereo microscope while their microstructure is analyzed using an optical microscope.

The abrasion resistance of coatings is determined by the „dry sand-rubber wheel“ method. Good abrasion resistance was established for plasma nitrates. Investigating the microhardness of the surface, nitrated samples have better hardness, this indicates the formation of a very thin diffusion zone along the surface

Key words: abrasion, salt bath nitriding, plasma nitriding, test samples, wear mechanisms

## 1. UVOD

Svojstva površinskih slojeva strojnih dijelova i alata veoma često određuju njihovu vrijednost jer ona presudno utječu na trajnost u eksploataciji, a time i na ekonomičnost primjene. Inženjerstvo površina predstavlja primjenu tradicionalnih i inovativnih površinskih tehnologija za stvaranje sustava površinski sloj-osnovni materijal sa svojstvima koja ne može dati ni sam osnovni materijal niti sam površinski sloj. Iz tog se razloga posvećuje sve veća pažnja inženjerstvu površina i tehnologijama površina. Razvoj tehnologija inženjerstva površina je veoma intenzivan i povezan je s razvojem tehnike na mnogim osnovnim područjima znanosti i tehnologije.

Inženjerstvo površina se dijeli na postupke modificiranja i postupke prevlačenja. Kod postupaka modificiranja debljina osnovnog materijala ostaje ista dok se mijenjaju svojstva površine npr. difuzijom elemenata koji se koriste pri određenom postupku modificiranja površine. Za razliku od modificiranja, kod prevlačenja se na osnovni materijal nanosi prevlaka određene debljine koja mu mijenja dimenzije, ali u većini slučajeva služi kao zaštitni sloj djelujući u tom pogledu bolje od modificiranih slojeva.

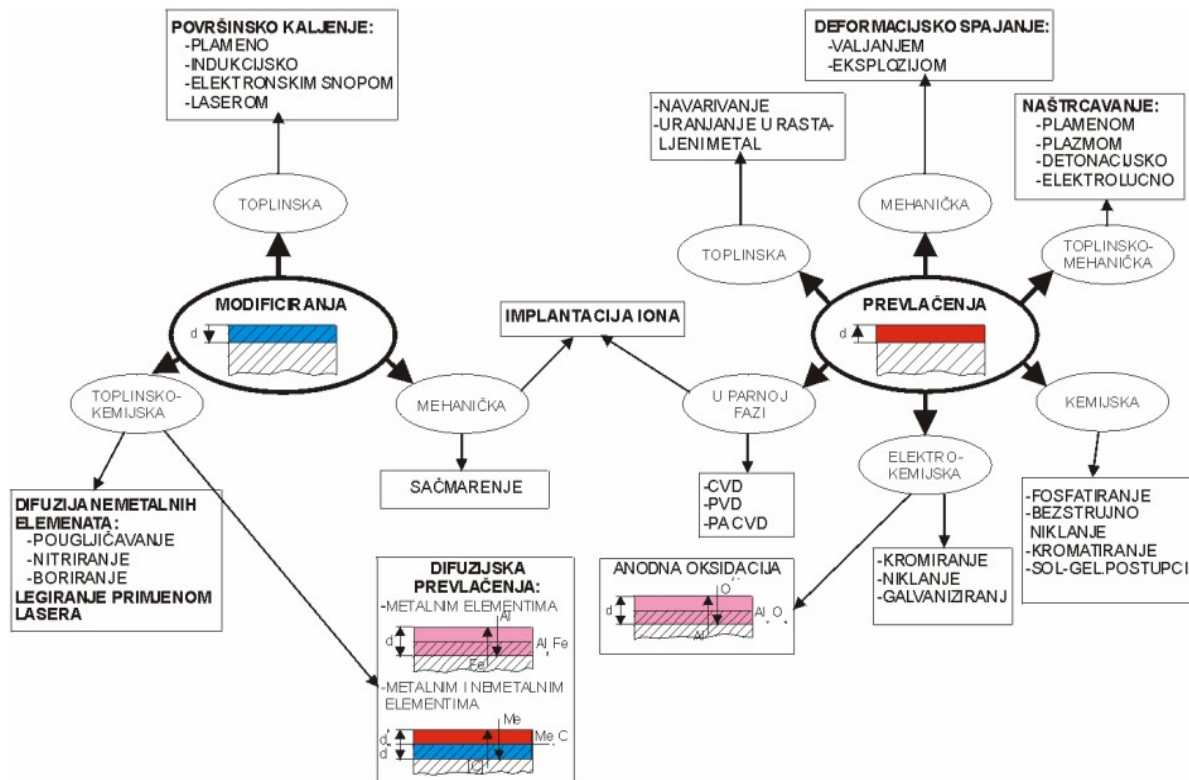
Ovaj rad će sadržavati sedam poglavlja u kojim će biti opisani postupci modificiranja površina, postupkom nitriranja. Analizirani će se tribološki mehanizmi trošenja površina, prikazat će se način ispitivanja otpornosti na abrazijsko trošenje, izbor materijala, priprema ispitnih uzoraka te metode ispitivanja modificiranog sloja. Provest će se ispitivanje površinske tvrdoće, određivanje efektivne dubine nitriranja te abrazijsko trošenje nemodificiranih uzoraka, uzoraka nitriranih u solnoj kupci te uzoraka nitriranih u plazmi.

## 2. POSTUPCI MODIFICIRANJA POVRŠINA

Primjenom postupaka modificiranja mogu se postići značajno drugačija svojstva površine obrađenog materijala u odnosu na jezgru, prije svega to se odnosi na povišenje tvrdoće i otpornosti na trošenje, povećanje otpornosti na koroziju i smanjenje faktora trenja. Na taj način značajno se povećava vijek trajanja obrađivanog proizvoda [2].

Modificiranje površinskih slojeva metalnih materijala može se provesti primjenom postupaka koji se u osnovi razlikuju prema vanjskom djelovanju koje može biti mehaničko, toplinsko ili toplinsko-kemijsko. Kod postupaka modificiranja, površinski sloj nastaje od polazne površine prema unutrašnjosti materijala [2].

Na osnovi fizikalnih i kemijskih zakonitosti procesa izvršena je podjela i klasifikacija postupaka obradbe površina. Osnovna je podjela na postupke modificiranja i na postupke prevlačenja površine. Kod postupaka modificiranja površine, mijenjaju se svojstva materijala od površine prema unutrašnjosti, a kod postupaka prevlačenja, na površinu se nanosi određena prevlaka koja mijenja svojstva materijala [1].



Slika 1. Pregled postupaka modificiranja i prevlačenja površina [1]

## 2.1. Nitiranje

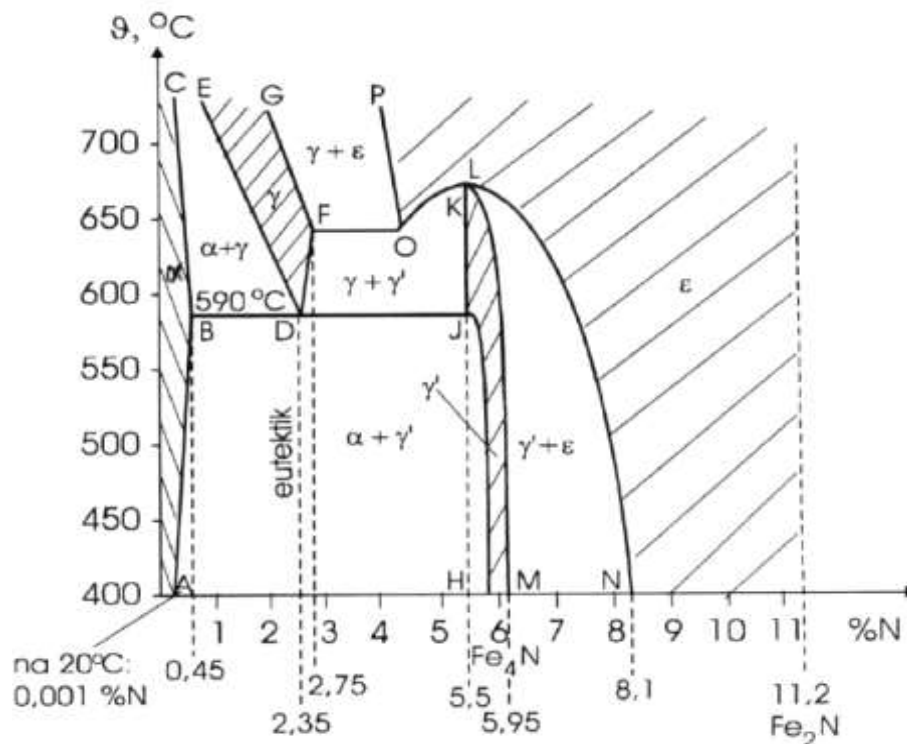
Nitiranje je toplisko-kemijski postupak modificiranja površine, koji se temelji na difuziji dušika N u površinski sloj obrađivanog predmeta. Temperatura nitiranja ispod je temperature  $A_1$ , pa stoga jezgra obrađivanog predmeta ne doživljava nikakve mikrostrukturne promjene, uz uvjet da je temperatura prethodno provedenog popuštanja ili žarenja bila viša od temperature nitiranja. Nitiranjem se postiže visoka površinska tvrdoća, povećanje otpornosti na trošenje, kontaktne pritiske, umor materijala, koroziju, trošenje i povećanje dinamičke izdržljivosti pri povišenim temperaturama, sniženje faktora trenja uz malo smanjenje žilavosti i povećanje hrapavosti površine te male ili nikakve deformacije [2].

Za postupake nitiranja pogodni su svi čelici, čelični lijev, sivi lijev i titanove legure. Legirni čelici zbog izlučivanja nitrida u difuzijskom sloju dobivaju veću otpornost na trošenje i omogućuju primjenu većih površinskih pritisaka. Od svih legirnih elemenata koji se koriste u komercijalnim čelicima, aluminij, krom, vanadij, volfram i molibden posebno su poželjni u postupcima nitiranja iz razloga što tvore nitride koji su stabilni na temperaturama nitiranja. Molibden koji je ujedno i glavni nitridotvorac pomaže u sprječavanju krhkosti pri temperaturama nitiranja. Ostali legirni elementi kao nikal, bakar, silicij i mangan, ne pridonose značajnom povećanju karakteristika nitiranog sloja [3].

Čelici koji se uglavnom primjenjuju za postupak nitiranja su oni koji sadrže jedan ili više elemenata nitridotvoraca. Pošto je aluminij najbolji nitridotvorac, čelici sa povećanim sadržajem aluminija (0,85-1,5 %Al) pružaju najbolje rezultate nitiranja. Uz aluminiji, krom također pospješuje svojstva čelika nakon nitiranja. Ukoliko se traži visoka otpornost na trošenje, posebno su prikladni legirani čelici za hladni rad s 12 %Cr i 2 %V. Ako nakon nitiranja ili nitrokarburiranja treba provesti ravnanje, deformiranje ili valjanje, za to su prikladni nelegirani čelici [4][5].

Dušik se u nitiranom sloju može nalaziti u nekoliko faza: željezni nitridi ( $\epsilon$  i  $\gamma'$ ), nitridi legirnih elemenata i otopljenih u  $\alpha$  rešetki (slika 1). Faza  $\gamma'$  je kubično plošna rešetka, promjenljivog je sastava: 5,5...5,95 %N, te odgovara kemijskom spoju  $Fe_4N$ . Faza  $\epsilon$  je heksagonska rešetka, kemijski spoj  $Fe_2N$  promjenljivog sastava: 8,1...11,2 %N [6].



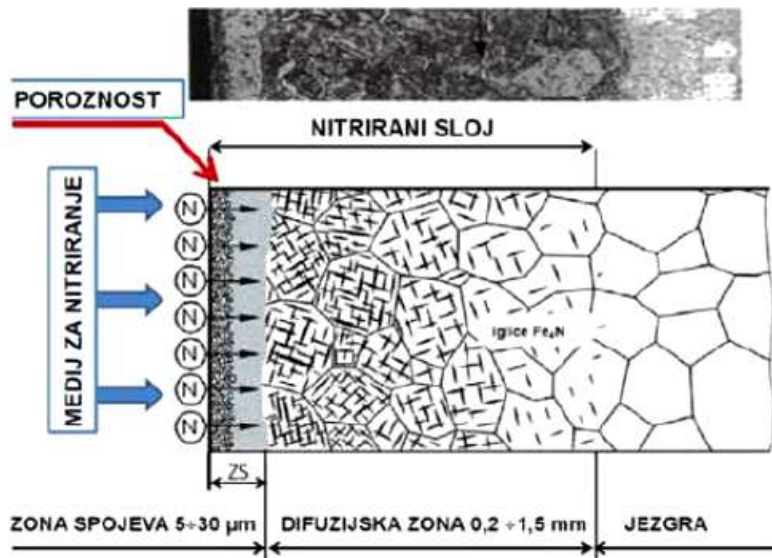


Slika 2. Dijagram stanja sustava Fe-N [5]

- $\alpha$ -faza (površina ABC): kubična prostorno centrirana Fe-rešetka (BCC); na 590°C otapa 0,45%N, a na 20°C 0,001 %N;
- $\gamma$ -faza (površina EDFG): FCC-rešetka željeza, atom N u intersticijskim prostorima Fe-rešetke. Postoji samo pri >590°C, a otapa maks. 2,75%N. Na 2,35% je eutektoid koji hlađenjem postaje braunit, a sastoji se od faza  $\alpha$  i  $\gamma$ ;
- $\gamma'$ -faza (površina HJLM): kubična plošno centrirana rešetka, promjenljiva je sastava: 5,5...5,95 %N odgovara kemijskom spoju  $\text{Fe}_4\text{N}$ , a iznad 650°C disocira;
- $\varepsilon$ -faza (površina desno od POLN): kemijski spoj  $\text{Fe}_2\text{N}$  promjenljivog sastava: 8,1...11,2 %N, heksagonske rešetke, N u intersticijama, disocira iznad 500°C;

Povišenje tvrdoće rezultat je promjene kemijskog sastava površinskog sloja pri čemu nastaje zona spojeva i/ili difuzijska zona (slika 2). Zona spojeva, često se naziva i „bijeli sloj“

debljine do 30  $\mu\text{m}$ , sastoji se od nitrida željeza ( $\text{Fe}_{2,3}\text{N}$ ,  $\text{Fe}_4\text{N}$ ) i nastaje kada se premaši rastvorljivost dušika u osnovnom materijalu. Zona spojeva tvrda je i krhka. Ovisno o parametrima i vrsti postupka, moguće je postići zonu spojeva sa  $\epsilon$  ili  $\gamma'$  nitridima, odnosno sa  $\epsilon$  i  $\gamma'$  nitridima te je također moguće postići nitrirani sloj bez zone spojeva [2].

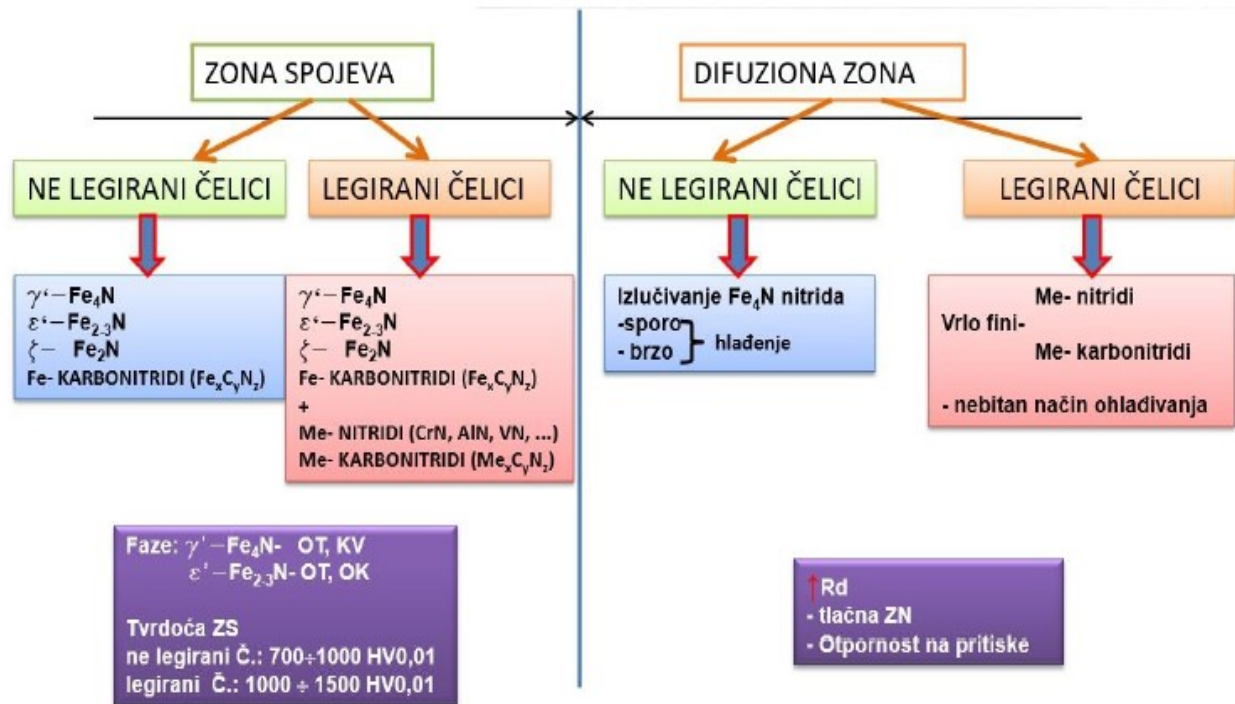


Slika 3. Mikrostruktura nitriranog sloja nakon nitriranja [7]

Ispod zone spojeva nitriranog sloja nalazi se difuzijska zona. Prilično tvrda i debela (20 - 1500  $\mu\text{m}$ ), nastaje otapanjem dušika u željeznoj matrici i stvaranjem intersticijskih kristala mješanaca. Dubina difuzijske zone ovisi primarno o temperaturi nitriranja te osnovnom materijalu i vremenu nitriranja [2].

Ograničenja nitriranja jesu sljedeća:

- smanjena korozijska otpornost kod nehrđajućih čelika
- kod kompliciranih geometrija može doći do iskrivljenja rubova
- kod legiranih čelika zona spojeva je vrlo krhka
- smanjenje udarne radnje loma (žilavosti).



Slika 4. Sastav nitriranog sloja ovisan o vrsti nitriranog čelika [8]

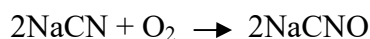
Osnovni razlozi za nitiranje metalnih materijala [7]:

- postizanje visoke površinske tvrdoće,
- povećanje otpornosti na trošenje (prvenstveno adhezija),
- povećanje otpornosti na umor površine,
- poboljšanje korozijske postojanosti (osim kod nehrđajućih čelika),
- postizanje površinske otpornosti na popuštanje (sve do temperatura nitiranja).

## 2.2. Nitiranje u solnoj kupki

Nitiranje u solnoj kupki je postupak termokemijske obrade kojim se postiže obogaćenje površinskih slojeva predmeta dušikom N, a stvara se zona spojeva ispod koje se nalazi difuzijska zona obogaćena dušikom N. Karakterističan za ovaj postupak, da se izvodi ispod temperature A1 čelika. Modificirati se mogu svi čelici, a sam postupak traje 2 do 4 sata. Postupak se provodi uranjanjem i držanjem obratka u solima koje sadrže cijanide (NaCN) uz

dodatak kalijeve cijanata (KCNO). Za vrijeme procesa sol se oksidacijom raspada prema jednadžbi



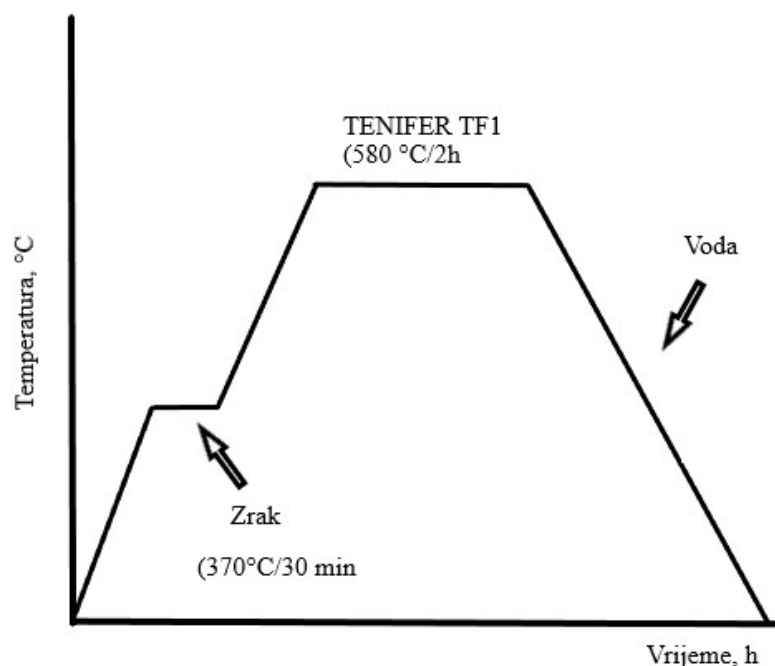
Nastali natrijev, odnosno kalijev cijanat daljnjom oksidacijom daje dušik koji difundira u površinski sloj:



Tijekom postupka dolazi do reakcije između površine obratka i alkalijevih cijanata, što dovodi do stvaranja alkalijevog karbonata i u manjoj količini cijanida u iznosu od 0,5 – 4 % CN [5][6].

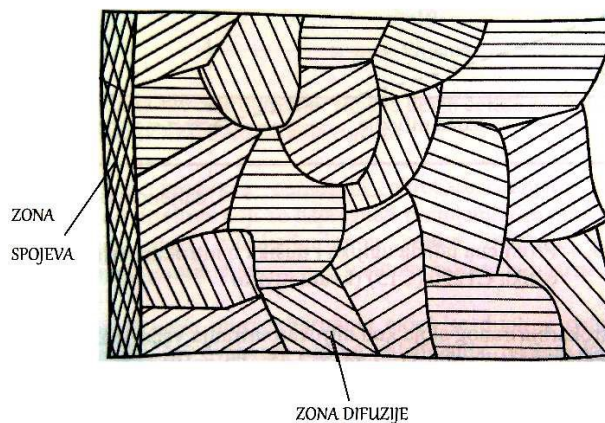
Najkorišteniji postupak nitriranja u solnim kupakama poznat je kao TENIFER postupak. TENIFER postupak ima više varijanti: TENIFER Q ( gašenje nakon obrade), TENIFER QP (gašenje + poliranje) i TENIFER QPQ (gašenje + poliranje + naknadna oksidacija).

Postupak nitriranja se sastoji od nekoliko faza (slika 5). Prva faza je predgrijavanje na zraku pri temperaturi 350 – 400 °C, u vremenu trajanja od 30 minuta, zatim slijedi nitriranje u solnoj kupki pri temperaturi 580 °C, u vremenu trajanja od dva sata i zatim ohlađivanje obratka. Vrijeme trajanja hlađenja ovisi o dimenzijama obratka te uglavnom iznosi 15 – 30 minuta (kako bi se izjednačila temperatura površine i jezgre) [7].



Slika 5. Dijagram postupka TENIFER

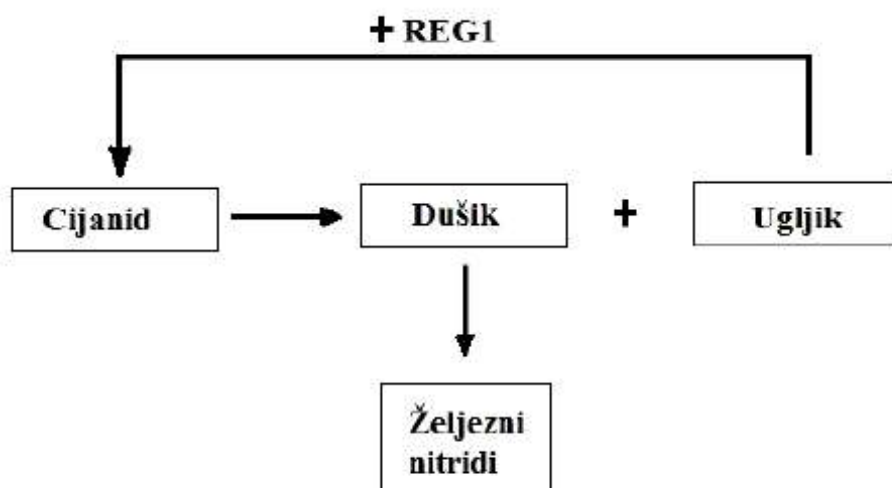
Zona spojeva (slika 6) sastoji se od željeznih karbida i željeznih nitrida tj. spojeva Fe sa C i N, te ima različita svojstva od samog metala. Zona spojeva ima visoku otpornost na trošenje klizanjem. Debljina samoga sloja kod nitiranja u solnoj kupki iznosi oko 10 do 15  $\mu\text{m}$ . Postojan na koroziju, teško se može nagrizati uobičajenim otopinama koje se u metalografiji upotrebljavaju, nije krhak te može podnijeti plastičnu deformaciju predmeta bez pukotina i odlupljivanja. Zona difuzije znatno poboljšava dinamičku izdržljivost kod predmeta koji su napregnuti opterećenjima savijanja ili torzije [5].



Slika 6. Shematski prikaz zone spojeva i dijela zone difuzije [5]

Dubina nitriranog sloja veća je kod nelegiranih čelika nego kod legiranih. To se događa zbog toga što legirajući elementi stvaranjem nitrida otope dušik već u tankom površinskom sloju, dok on još nije difuzijom dospio u dublje slojeve. Kod čelika s većim udjelom ugljika, dubina nitriranog sloja je manja nego kod čelika s manjim udjelom ugljika za isto trajanje [5].

Glavni faktori koji utječu na TENIFER postupak su temperatura, trajanja postupka i sastav soli. Sastav soli se većim dijelom sastoji od alkalnog cijanida i alkalnog karbonata. Otopina se nalazi u posebnom loncu u kojem je smješten uređaj za prozračivanje. Aktivni sastojak u TF1 kupki je alkalni cijanid. Tijekom nitrokarburiranja nastaje reakcija između površine obratka i alkalnog cijanida, koja razultira stvaranju alkalnog karbonata. Dodavanjem određene količine netoksičnog regeneratora REG 1, ponovno se stvaraju aktivne komponente za nitriranje i održava se aktivnost kupke TF1 održava u vrlo uskim granicama (slika 7) [5, 9].



Slika 7. Osnovne reakcije u solnoj kupki TF1 [9]

Prednost TENIFER postupka nad ostalim postupcima nitriranja i nitrokarburiranja su sljedeće [4]:

- komponente koje zahtjevaju različita vremena nitrokarburiranja se mogu zajedno držati u istoj solnoj kupki
- različiti materijali se mogu nitrokarburirati u jednom šaržiranju - vrijeme procesa je vrlo kratko
- za ohlađivanje se upotrebljavati mediji s različitim brzinama hlađenja (voda, AB1, zrak, dušik...)
- TENIFER proces se provodi pri temperaturama između 480-630 °C.

### 2.3. Nitriranje u plinu

Plinsko nitriranje je toplinsko-kemijski postupak gdje disocijacijom amonijaka dušik difundira u površinu željezne legure pri temperaturama 495-565 °C gdje tvori nitridne slojeve. Amonijak ( $\text{NH}_3$ ) disocira u peći (uz čelične predmete kao katalizatore) po jednadžbi:  $2\text{NH}_3 \rightarrow 2\text{N} + 3\text{H}_2$ . Dobiveni dušik može difundirati u površinske slojeve čeličnih obradaka [5].

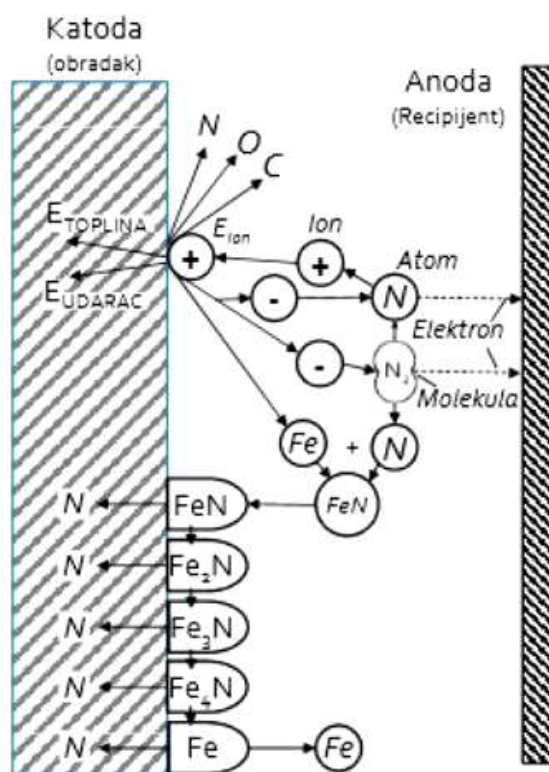
Kod plinskog nitriranja se opažaju tri faze: disocijacija  $\text{NH}_3$ , ulazak N u  $\alpha\text{-Fe}$ , u početku čvrstu otopinu, da bi se kasnije spojio u  $\text{Fe}_4\text{N}$ , difuziju u dubinu. Za razliku od nitriranja i nitrokarburiranja u solima, gdje se mogu koristiti praktički svi željezni materijali, kod plinskog nitriranja čisto željezo i bifazne Fe-C legure nakon nitriranja daju tanak i krhak sloj koji je neupotrebljiv. Znatno poboljšanje nitriranih svojstava dati će tek jaki nitridotvorci kao što su Al, V, Cr, Mo, Ti i Nb [5].

Peći za nitriranje izvode se od vatrootpornog čelika (X15 CrNiSi 25 20 s oko 2,0 %Si) koji nije u stanju apsorbirati dušik. Naprave i stalci za peć izrađuju se od Ni-legure ili od istog vatrootpornog čelika. Postoje dva postupka plinskog nitriranja u amonijaku, jednostruko i dvostruko. U jednostrukom nitriranju koriste se temperature od 495-525°C i stupanj disocijacije se kreće od 15 do 30%. Ovaj postupak proizvodi krhak, dušikom bogat bijeli sloj na površini obratka. Dvostruki postupak nitriranja ima prednost naknadnog smanjenja debljine bijelog nitridnog sloja. Prvi korak u dvostrukom postupku nitriranja je osim po vremenu, identičan jednostrukom postupku. Drugi korak započinje podizanjem temperature na 550-565 °C, dok je stupanj disocijacije povećan na 65-80% (poželjno 75- 80%). Općenito, za dostizanje tako visokih stupnjeva disocijacije u drugom koraku, potreban je vanjski disocijator amonijaka [5, 10].

### 2.4. Nitriranje u plazmi

Nitriranje u plazmi je toplinsko-kemijski postupak koji je razvijen kao alternativa plinskom nitriranju. Ono se provodi u vakuumu zbog veće oslobođene energije ioniziranog plina, pri čemu obrađivani predmet predstavlja katodu, dok stijenka retorte (vakuumaska komora)

predstavlja anodu. Molekule uvedenog plina za nitriranje u vakuumskoj komori se pod djelovanjem visokog napona (400-1200 V) disociraju i ioniziraju. Ioni velikom brzinom udaraju i difundiraju u površinu obrađivanog predmeta, pri čemu ionizirani plin istovremeno služi i kao sredstvo za nitriranje i kao izvor topline za odvijanje procesa (udaranje iona razvija toplinu na površini obrađivanog predmeta). Udaranjem iona na površinu obrađivanog predmeta izbijaju se ili otprašuju atomi željeza, koji se pritom vežu s atomima dušika iz plazme, stvarajući željezne nitride koji se adsorbiraju ili talože na površini obrađivanog predmeta. Također, udaranjem iona dolazi do čišćenja površine obrađivanog predmeta od kisika i drugih nečistoća. Učinak čišćenja ostvaruje se prisustvom vodika koji kemijskim reakcijama reducira okside s površine čelika. Dodatkom argona postiže se još učinkovitije čišćenje zbog dodatnog otprašivanja oksida izazvanog sudarima iona argona i površinskog sloja [7].

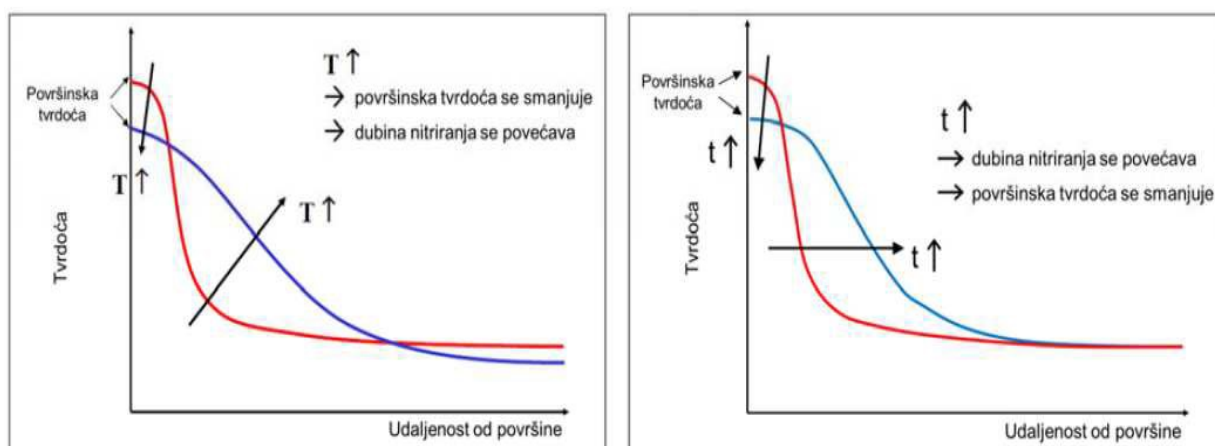


Slika 8. Koebel-ov model nitriranja u plazmi [11]

Kao i kod ostalih postupaka nitriranja, plazmatski nitrirani sloj sastoji se od zone spojeva i difuzijske zone. Ovisno o parametrima nitriranja, zona spojeva može se sastojati od  $\epsilon$  faze i/ili  $\gamma'$  faze [11].



Na svojstva, sastav i dubinu nitriranog sloja utječu: temperatura, vrijeme procesa, sastav plinova i parametri plazme. Određeni, ali manji utjecaj, imaju i kemijski sastav i mikrostruktura obrađivanog predmeta, prethodna toplinska obrada te hrapavost površine. Utjecaj pojedinih parametra je različit, ali u pravilu viša temperatura povećava dubinu zone spojeva i difuzijske zone, ali smanjuje površinsku tvrdoću (slika 9).



**Slika 9. a) Utjecaj temperature nitriranja, b) vremena nitriranja na tvrdoću i dubinu nitriranog sloja [2]**

Vremena plazmatskog nitriranja uobičajeno su kraća nego kod uobičajenih postupaka nitriranja i postižu se više tvrdoće. Povećanjem vremena plazmatskog nitriranja povećava se dubina nitriranog sloja, ali se smanjuje površinska tvrdoća. Legirajući elementi povećavaju tvrdoću nitriranog sloja, ali smanjuju dubinu uz oštiji prijelaz tvrdoće od površine prema jezgri [2,12].

Prednosti plazmatskog nitriranja u odnosu na druge postupke nitriranja [2,12]:

- mogućnost kontroliranja dubine nitriranog sloja
- mogućnost selektivnog nitriranja zaštitom površine pastama ili kemijskim putem
- uniformna tvrdoća i dubina nitriranja posebice kod predmeta složenijih geometrija
- visoka čistoća i niža hrapavost obrađivanih predmeta
- manje deformacije
- preciznija kontrola i regulacija parametara procesa

- izborom odgovarajućih parametara moguće je postići slojeve različitog faznog sastava
- manja krhkost ili ljuštenje slojeva uz više površinske tvrdoće
- ekološki prihvatljiv postupak
- mogućnost automatizacije procesa

Nedostaci plazmatskog nitriranja [2,12]:

- složena i skupa oprema
- opasnost od pregrijavanja
- teškoće s homogenošću i mjerenjem temperature kod većih predmeta i složenije geometrije

U tablici 1 dani su tipični parametri procesa nitriranja u plazmi [12]

**Tablica 1. Uobičajeni raspon parametara postupka nitriranja u plazmi**

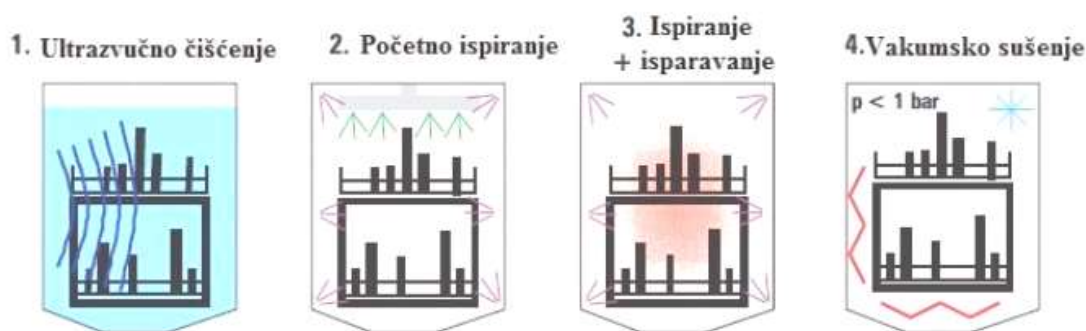
Parametar postupka	Vrijednost parametra
Plinska smjesa	dušik (N <sub>2</sub> ), vodik (H <sub>2</sub> ), argon (Ar)
Temperatura postupka	350 – 600 °C
Tlak u vakumskoj komri	50 – 500 Pa
Trajanje postupka	0,5 – 60 h
Napon plazme	0 – 800 V

## 2.5. Priprema površina prije modificiranja

Priprema površine osnovnog materijala najvažniji je korak prilikom modificiranja površina. Sama učinkovitost nastalog sloja značajno ovisi o njegovoj sposobnosti da se na odgovarajući

način veže na osnovni materijal. Može se reći kako je dobro izvedena priprema površine osnovnog materijala najbitniji čimbenik koji utječe na cjelokupna svojstva sloja [13].

Prije modificiranja površine osnovnog materijala, najčešće se koristi mehaničko čišćenje površine kao što su brušenje, poliranje, pjeskarenje, honanje, lepanje, superfiniš itd. Naravno, sama mehanička obrada površine nije dovoljna već je potrebno i njeno odmašćivanje i čišćenje. Najčešće se čišćenje provodi u ultrazvučnoj kupci koja je napunjena alkoholom koji će poslužiti kao sredstvo za čišćenje. Postupaka čišćenja uzoraka prije nanašanja prevlake koja se sastoji od 4 koraka. Prvi korak je ultrazvučno čišćenje nakon kojeg se provodi početno ispiranje. Treći korak uključuje samo ispiranje zajedno s isparavanjem nakon kojeg slijedi zadnji, četvrti korak, a to je vakumsko sušenje [13].



Slika 10. Postupak čišćenja uzoraka [14]

Sami cilj cijelog postupka čišćenja je ukloniti čestice abrazive s površine kao što su zrnca brusnog papira ili pijeska, ali i paste za poliranje. Nakon svega kako bi se osigurali što bolji uvjeti za modificiranje površina, provodi se ionsko čišćenje površine otprašivanjem (eng. sputtering). Otprašivanjem se nastoje ukloniti adsorbirani plinovi koji su potencijalno ostali na površini osnovnog materijala, ali i oksidni slojevi koji značajno otežavaju dobru prionjivost prevlake [14].

Nakon svake pripreme površine treba se provesti kontrola kako bi se utvrdilo jesu li pripremane površine spremne za prevlačenje. Obično se to provodi vizualnim pregledom, površinskim mjeračem ili trakama koje provjeravaju da površina nije preglatka ili prehrapava za prevlaku koja će se nanositi [14].

### 3. MEHANIZMI TROŠENJA

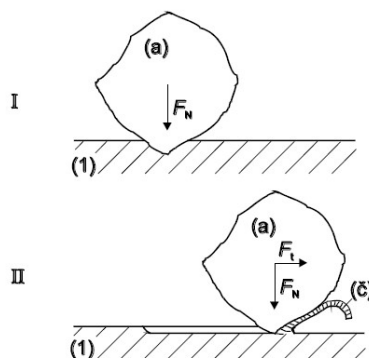
Trošenje je postupni gubitak materijala s površine krutog tijela uslijed dinamičkog dodira s drugim krutim tijelom, fluidom i/ili česticama. Proces trošenja cijevi puške sastavljen je od više elementarnih mehanizama trošenja. Kao posljedica djelovanja projektila na cijev, zajedno s djelovanjem barutnih plinova, razvijene topline, čestica čađi i baruta, te djelovanjem okolne atmosfere, najčešći i u ovom radu ispitani mehanizmi trošenja su [15]:

- abrazija
- adhezija
- erozija česticama

Mehanizmi trošenja opisuju se jediničnim događajima. Jedinični događaj je slijed zbivanja koji dovodi do odvajanja jedne čestice trošenja s trošene površine. On uvijek uključuje proces nastajanja pukotina i proces napredovanja pukotina [15].

#### 3.1. Abrazija

Abrazija je trošenje istiskivanjem materijala uzrokovano tvrdim česticama ili tvrdim izbočinama. Abrazija se može opisati kao mikrorezanje abrazivom nedefinirane geometrije oštrice, s dvije faze jediničnog događaja (slika 11) [15].



Slika 11. Jedinični događaj abrazije [13]

Jedinični događaj abrazije sastoji se od dvije faze:

- I. faza - prodiranje abraziva (a) u površinu materijala (1) pod utjecajem normalne komponente opterećenja  $F_N$
- II. faza - istiskivanje materijala u obliku čestica trošenja (č) pod utjecajem tangencijalne komponente opterećenja  $F_t$

Tribološke mjere za izbjegavanje abrazijskog trošenja se sastoje od eliminacije abraziva iz tribosustava ako je to moguće ili izbora odgovarajućeg materijala, odnosno primjena postupka zaštite površine bilo modificiranjem bilo prevlačenjem [15].

Ovisno o međusobnom odnosu tvrdoće abraziva i tvrdoće materijala, abrazija se može podijeliti na tri slučaja:

- a) "čista" abrazija
- b) selektivna abrazija
- c) "nulta" abrazija

Čista abrazija nastaje kada je tvrdoća abraziva (a) veća od tvrdoće trošene podloge (1). Površina je izbrazdana, a čestice trošenja su u obliku spiralne ili lomljene strugotine, ovisno o tome je li abradirani materijal duktilan ili krhak.

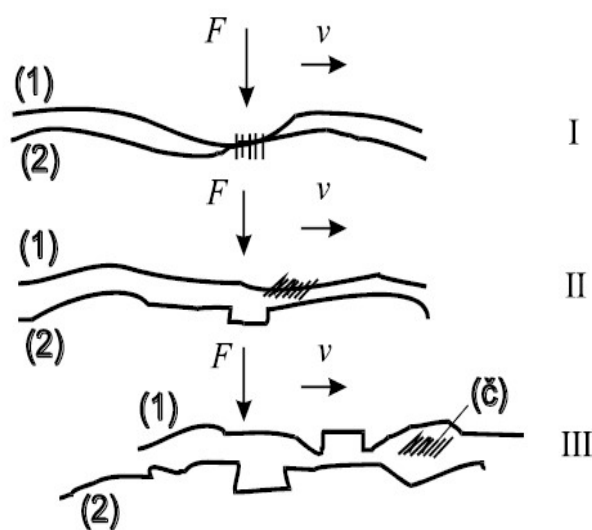
Selektivna abrazija djeluje kada u abradiranom materijalu postoji faza tvrđa od abraziva. Abraziv "reže" samo zahvaćeni sloj mekše faze. Površina je izbrazdana, s prekidima na mjestima gdje se na površini nalaze zrna ili trake tvrde faze.

"Nulta" abrazija nastaje kada je cijela abradirana površina tvrđa od abraziva. Površina ima polirani izgled, a čestice trošenja trebale bi biti sitne ljuskice koje potječu od vanjskoga graničnoga sloja. Nulta abrazija najčešće se javlja na površinskim slojevima dobivenim različitim postupcima oplemenjivanja površine (boriranje, vanadiranje, CVD, PVD, itd.) [15].

### 3.2. Adhezija

Adhezijsko trošenje nastaje pri trenju klizanja. Dolazi do prijelaza materijala s jedne klizne plohe na drugu pri njihovom relativnom gibanju, zbog stvaranja mikrozavarenih spojeva. Otpornost na adheziju određena je sklonošću tarnog para prema stvaranju mirkozavarenih spojeva. Jedinični događaj adhezije može se opisati u tri faze (slika 12) [15].

- I. faza - nastajanje adhezijskog spoja različitog stupnja jakosti na mjestu dodira izbočina.
- II. faza - raskidanje adhezijskog spoja, čestica trošenja ostaje spontano „nalijepljena“ na jednom članu kliznog para.
- III. faza - otkidanje čestice, oblik čestica trošenja ovisi o uvjetima, a uglavnom je lističast



Slika 12. Jedinični događaj adhezije [7]

Otpornost na adhezijsko trošenje ovisi o sklonosti stvaranju mikrozavarenih spojeva kliznog para i jakosti uspostavljenih adhezijskih veza. Osnovni kriterij za ocjenu otpornosti na adhezijsko trošenje materijala tribopara je njihova tribološka kompatibilnost. Tribološka

kompatibilnost je prikladnost za rad u kliznom paru i bolja je za materijale koji nisu skloni mikrozavarivanju u međusobnom dodiru [15]

### 3.3. Erozijska česticama

Procesi trošenja sastoje se od dva ili više mehanizama trošenja koji djeluju istodobno ili u vremenskom slijedu, ovisno o vrsti tribosustava, relativnom gibanju i radnim uvjetima. Proces trošenja erozijom česticama (slika 14) može se opisati kao gubitak površine krutog tijela zbog strujanja fluida u kojemu se nalaze krute čestice [15].



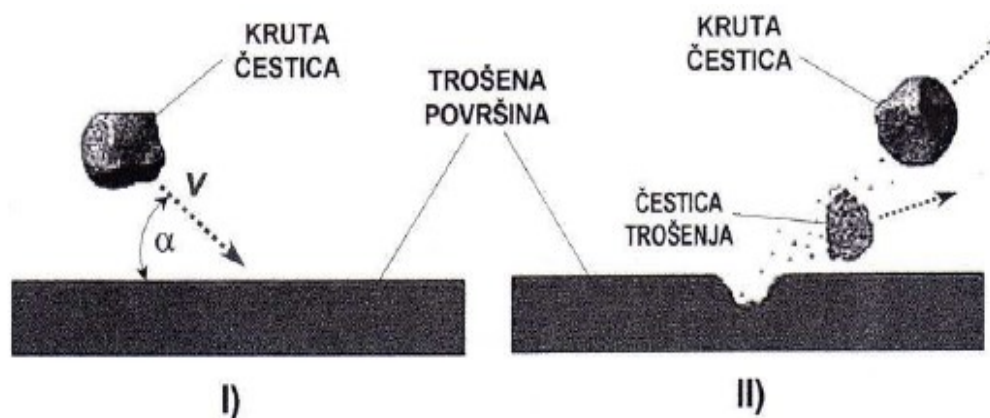
Slika 13. Shematski prikaz erozije česticama [15]

Kod erozije česticama dolazi do pojave više pojedinih mehanizama trošenja. Prema stupnjevima opasnosti od pojave, to su sljedeći mehanizmi trošenja:

- Abrazija - vrlo visoki stupanj opasnosti (abrazivna erozija),
- Umor površine - visoki stupanj opasnosti (udarna erozija),
- Tribokorozija - najniži stupanj opasnosti

Jedinični događaj erozije česticama (slika 14) sastoji se od dvije faze:

- I. faza - "upad" krute čestice određenom brzinom gibanja i pod određenim kutom, te njezin trenutni sudar s trošenom površinom materijala
- II. faza - odbijanje krute čestice od trošene površine uz prateće razaranje površine otkidanjem djelića materijala u obliku čestice trošenja.



Slika 14. Jedinični događaj procesa erozije česticama [15]

Kut udara  $\alpha$  je definiran kao kut između erodiranog materijala i putanje erozijskih čestica. Ovisnost brzine erozije o kutu udara je značajno određena vrstom erodiranog materijala. Duktilni materijali, kao metali i legure, imaju najmanju otpornost na erozijsko trošenje za manje kutove, npr.  $15^\circ$ ,  $30^\circ$ . Za razliku od njih, krhki materijali kao npr. staklo i keramika, najmanju otpornost na trošenje pokazuju za okomiti kut, tj. oko  $90^\circ$ . Također, o kutu udara ovisi koji će osnovni mehanizam trošenja prevladavati, prema tome kod erozijskog trošenja podjednako opasni mehanizmi trošenja mogu biti i abrazija i umor površine.

Osim kuta udara, na eroziju česticama utječu i drugi parametri [15]:

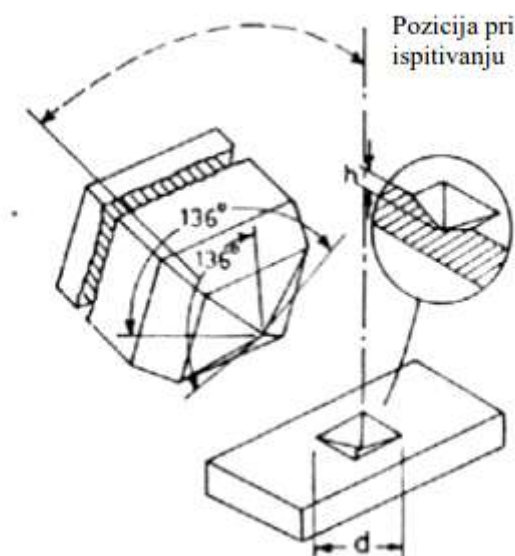
- veličina čestica,
- brzina gibanja čestica,
- oblik erodivnih čestica,
- temperatura.



## 4. METODE ISPITIVANJA MODIFICIRANOG SLOJA

### 4.1. Mikrotvrdoća

Mikrotvrdoća prema metodi Vickers određuje se utiskivanjem penetratora u uzorak. Četverostrana istostranična dijamantna piramida s vršnim kutem od  $136^\circ$  (slika 15) utiskuje se određenom silom, kod Vickersove metode iznose od 49 do 980 N. No kod Vickersove metode koriste se i niža opterećenja. Ukoliko primijenjena sila utiskivanja iznosi od 1,96 do 49 N govori se o semimikrotvrdoći. Mjerenje semimikrotvrdoće provodi se prvenstveno pri ispitivanju tvrdoće tankih uzoraka te tankih slojeva. Za mjerenje tzv. mikrotvrdoće rabe se opterećenja niža od 1,96 N. Na taj način omogućeno je mjerenje tvrdoća pojedinih faza, npr. kristalnih zrna u mikrostrukтури materijala [16].



Slika 15. Dijamantna piramida kao indentor za Vickers metodu [16]

Trajanje opterećivanja penetratora standardno iznosi od 10 -15 s, no za pojedine materijale može biti i duže. Vickersova tvrdoća je bezdimenzionalna veličina, a uz iznos tvrdoće navodi se i sila opterećivanja, npr. 430 HV10, što znači da je izmjerena tvrdoća iznosila 430 HV i da je dobivena utiskivanjem indentora silom od 98,1 N u trajanju od 10-15 s. Ukoliko je trajanje utiskivanja produženo, navodi se također u oznaci (npr. 28 HV1/30 znači da je izmjerena tvrdoća iznosila 28 HV, sila utiskivanja 9,81 N a trajanje utiskivanja 30 s [16].

Tablica 2. Vrijednosti sila opterećivanja za Vickersovu metodu [16]

<i>Kovencijonalna tvrdoća</i>		<i>Semimikrotvrdoća</i>		<i>Mikrotvrdoća</i>	
Oznaka	Ispitna sila F, N	Oznaka	Ispitna sila F, N	Oznaka	Ispitna sila F, N
HV 5	49,03	HV 0,2	1,961	HV 0,01	0,09807
HV 10	98,07	HV 0,3	2,942	HV 0,015	0,147
HV 20	196,1	HV 0,5	4,903	HV 0,02	0,1961
HV 30	294,2	HV 1	9,807	HV 0,025	0,2452
HV 50	490,3	HV 2	19,61	HV 0,05	0,4903
HV 100	980,7	HV 3	29,42	HV 0,1	0,9807

Metoda koja se koristi za ispitivanje nanotvrdoće primarna je tehnika za ispitivanje mehaničkih svojstava tankih prevlaka i omogućila je rutinsko mjerenje prevlaka reda veličine 1 $\mu$ m. Također metoda može biti primjenjivana kod karakterizacije, barem u komparativnom smislu, svojstava prevlaka tankih svega nekoliko nanometara [16].

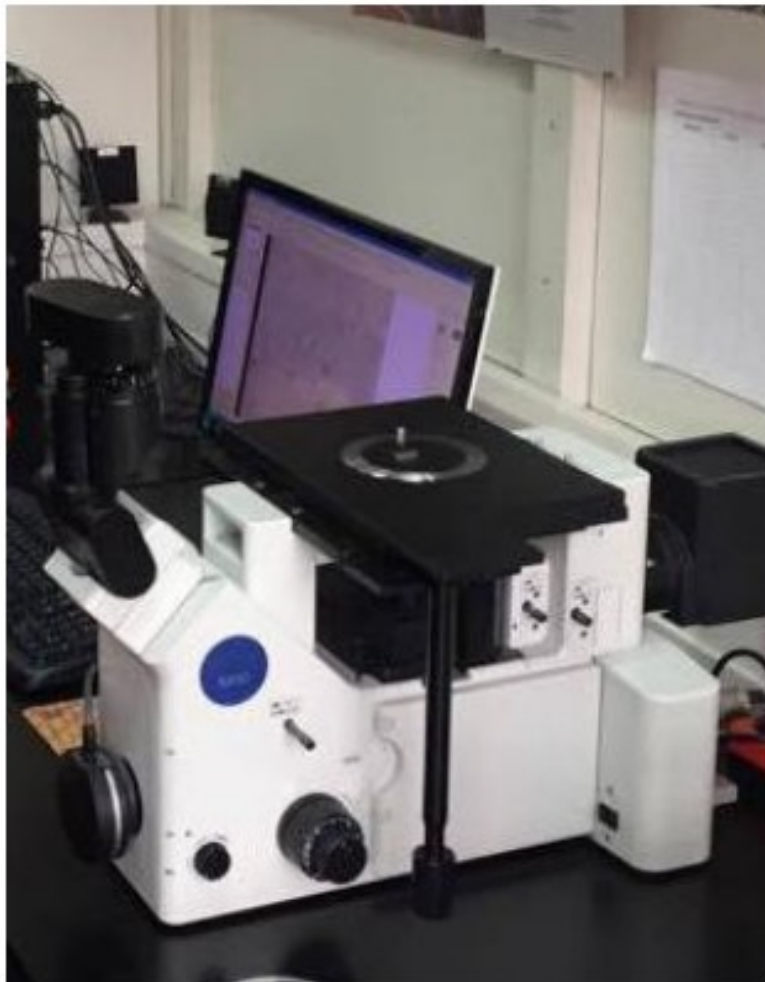
#### 4.2. Mikrostrukturna analiza sloja

Mikroskopska analiza površine provodi se primjenom svjetlosne i skenirajuće elektronske mikroskopije (SEM). Svjetlosni mikroskop omogućuje postizanje povećanja do 1000 puta na metalografskim uzorcima koji su prethodno pripremljeni odgovarajućim postupkom. Osnove rada SEM-a, su te da snop reflektiranih elektrona, tj. elektrona visoke energije, skenira po uzorku i izaziva niz reakcija s atomima na površini koju skenira. Uzorak se nalazi na nosaču u komori mikroskopa, a izvor elektrona je katoda koja je smještena u emisionoj komori. Detektori koji su isto tako postavljeni u komori mikroskopa, hvataju te elektrone, te formiraju virtualnu sliku na ekranu koja pokazuje elementne kontraste [17].

Kod SEM mikroskopa razlikuju se dvije vrste signala, [17]:

- sekundarni elektroni (SE),
- raspršeni “Backscattered,, elektroni (BSE).

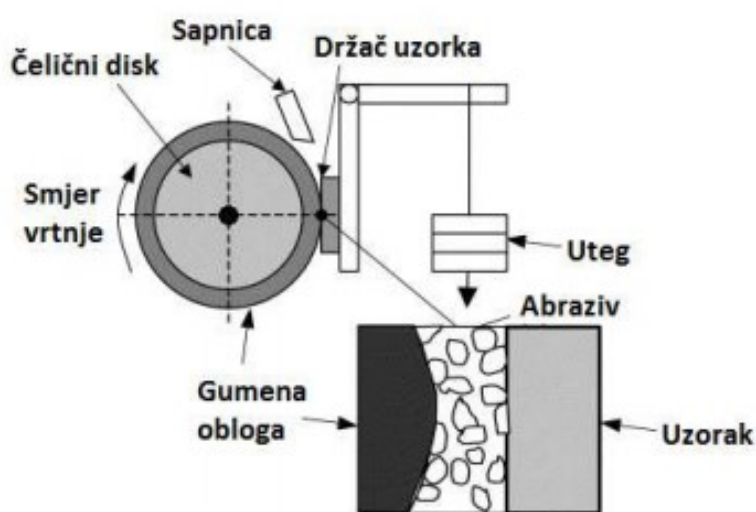
Sekundarni elektroni (SE) jednostavni su elektroni atoma koji su izbačeni uslijed interakcije s primarnim elektronima iz snopa. Općenito, energija im je vrlo mala (manja od 50 eV). Zbog tako male energije, mogu iskočiti samo iz vrlo plitkog dijela površine uzroka. Kao rezultat daju najbolju rezoluciju slike [17].



Slika 16. Svjetlosni mikroskop Olympus GX51 [18].

### 4.3. Ispitivanje otpornosti na abrazijsko trošenje

Razvijene su brojne metode ispitivanja otpornosti materijala na abrazijsko trošenje. Metoda koja se koristila za ovaj rad je „suhi pijesak/gumeni kotač“ (eng. dry sand/rubber wheel) prema normi ASTM G-65. Shematski prikaz uređaja „suhi pijesak/gumeni kotač“ je prikazan na slici 16.



Slika 17. Skica uređaja „suhi pijesak/gumeni kotač“ [19]

Ispitivanje se sastoji od abradiranja uzorka (1) standardnim zaobljenim kvarcnim pijeskom Ottawa AFS 50/70 (3). Epruveta se naslanja na kotač (2) obložen gumom tvrdoće oko 60 Shore-a, a opterećena je utezima preko koljenaste poluge. Sila  $F$  iznosi 45 N ili 130 N, ovisno o varijanti postupka, a još je promjenljiv i ukupni broj okretaja kotača koji se registrira brojačem. Nakon završetka ispitivanja, na uzorku ostaje trag (slika 18), gdje je prikazan i detalj uređaja sa mlaznicom [15].



**Slika 18. Detalj uređaja i trag trošenja na uzorku [7]**

Vaganjem uzorka na analitičkoj vagi METLLER B5C 1000 (slika19) rezolucije 0,0001 g, prije i poslije ispitivanja, utvrđuje se gubitak mase uzrokovan abrazijom. Rezultati se također mogu iskazivati kao gubitak volumena u  $\text{mm}^3$ , ovakav način prikaza rezultata pogodan je kod materijala kod kojih je osjetna razlika u gustoći. Ova metoda omogućuje relativno rangiranje otpornosti na abrazijsko trošenje različitih materijala, ako je prevladavajući mehanizam trošenja abrazija [19].



**Slika 19. METLLER B5C 1000**

Metoda "suhi pijesak/gumeni kotač se provodi prema standardu ASTM G-65, koji predviđa četiri varijante postupaka (A,B,C,D) koje se odabiru prema otpornosti materijala na abraziju ili prema debljini ispitnog uzorka.

Varijanta A: Ispitivanje relativno jakog intenziteta abrazivnog trošenja za rangiranje materijala od niske do visoke otpornosti abraziji. Ova varijanta pogodna je za rangiranje materijala srednje visoke do ekstremno visoke otpornosti abraziji.

Varijanta B: Kratkotrajna varijanta postupka varijante A. Ova varijanta pogodna je za rangiranje materijala srednje i niske otpornosti abraziji. Koristi se kada gubitak volumena prilikom ispitivanja prema varijanti A prelazi vrijednosti od 100 mm<sup>3</sup>

Varijanta C: Kratkotrajna varijanta postupka varijante A koja se primjenjuje kod ispitivanja otpornosti abraziji tankih slojeva na ispitnom uzorku.

Varijanta D: Varijanta postupka A sa lakšim opterećenjem koja se koristi za rangiranje materijala niske otpornosti abraziji [19]

**Tablica 3. Značajke varijante postupka [19]**

<i>Varijanta postupka</i>	<i>Sila na epruvetu, N</i>	<i>Broj okretaja kotača, okr</i>	<i>Relativni put, m</i>	<i>Vrijeme trajanja postupka, min</i>
A	130	6000	4309	30
B	130	2000	1436	10
C	130	100	71,8	0,5
D	45	6000	4309	30

Kotač mora biti obložen gumom čija tvrdoća iznosi 60 po Shoreu, a dopušta se vrijednost tvrdoće između 58 – 62 po Shoreu. Mjerenje tvrdoće se mora provesti na najmanje četiri mjesta na gumenom kotaču, odnosno pod kutom od 90° na vanjskom polumjeru kotača [19].

Abraziv koji se koristi u metodi je zaobljeni kvarcni pijesak Ottawa AFS 50/70. Udio vlage u pijesku ne smije prelaziti 0,5 % masenog udjela jer bi se u suprotnom mogle dobiti pogrešne

konačne vrijednosti ispitivanja. Radi problema vage se pijesak mora skladištiti u posebnim prostorijama s konstantnom temperaturom i količinom vlage, zatvorenim kutijama sa žaruljom ili u pećima za sušenje elektroda za zavarivanje. Ako se u pijesku i nađe veći udio vlage, potrebno ga je zagrijati na temperaturu od 100°C i na toj temperaturi držati minimalno 1 h i tako ponavljajući postupak dok vlaga nije svedena na prihvatljivu razinu [19].

Veličina zrna ima utjecaj na veličinu trošenja u slučaju kad je tvrdoća abraziva veća od tvrdoće materijala koji se troši. Kod vrlo sitnih abrazivnih čestica trošenje je vrlo veliko. Kod većih zrnaca trošenje naglo pada da bi daljnjim povećanjem zrna ponovno počelo rasti do određene veličine zrna nakon čega veličina zrna uglavnom ne utječe na trošenje. Kod abraziva koji su mekši od materijala koji se troši veličina čestica abraziva nema nikakvog utjecaja na veličinu trošenja [19].



**Slika 20. Uređaj za ispitivanje otpornosti na abrazijsko trošenje [7]**

Ultrazvučno čišćenje (slika 21) temelji se na procesu koji se zove kavitacija, a predstavlja formiranje mikroskopskih mjehurića u tekućini kroz koju ultrazvuk prolazi. Mjehuri se šire kroz tekućinu i sudaraju s površinom objekta na dodir za proizvodnju energije, koji uklanja nečistoće iz objekta koji se pročišćava. Ovi gotovo nevidljivi fini mjehuriće zbog njihove

male veličine mogu prodrijeti i u najmanje pukotine, rupe, pore i ukloniti nečistoće kao što su prašina, ulje, hrđe, ulja, alge, gljivice, bakterije, vapno, čađe, vosak, itd [20].

Materijali koji su prikladni za čišćenje u ultrazvučnoj kupelji su metali, plastike, stakla, keramike i gume. Čišćenje metala ultrazvukom moderna je metoda koja se provodi u posebnim kadama ispunjenima vodom ili mješavinom vode i posebnih sredstava koja pomažu čišćenju [20].



# **EKSPERIMENTALNI DIO**

## 5. PLAN ISPITIVANJA

Pravilna provedba pripreme ispitnih uzoraka prije samog postupka modificiranja, kao i priprema ne prevučenih uzoraka, predstavlja bitnu ulogu koja znatno utječe na konačna svojstva. Svi postupci pripreme i modificiranja ispitnih uzoraka su provedeni na Fakultetu strojarstva i brodogradnje u Laboratoriju za toplinsku obradu te Laboratoriju za materijalografiju.

U eksperimentalnom dijelu rada potrebno je ispitati otpornosti nitriranih slojeva na abrazijsko trošenje konstrukcijskog čelika pomoću metode “suhi pijesak/gumeni kotač“. Potrebno je bilo izraditi ispitne uzorke određene dimenzije, te provesti nitriranje u solnoj kupci i plazmi. Prije samog ispitivanja, otpornosti na abraziju trebala su se još provesti ispitivanje površinske tvrdoće te određivanje efektibne dubine nitriranja. Korišteni su uzorci oblika kvadra dimenzija 72x24x10 mm.

Korištene je čelik 32CrMoV12-10 od dva različita proizvođača koje će poslužiti kao osnovni materijal. Uzorci su strojno obrađeni postupkom glodanja, potom su strojno brušeni nakon čega je sljedilo ručno brušenje te poliranje uz ispiranje vodom.

**Tablica 4. Plan ispitivanja**

<i>Redosljed</i>	<i>Naziv ispitivanja</i>
1.	Ispitivanje debljine sloja
2.	Ispitivanje mikrotvrdoće
3.	Mikrostrukturna analiza
4.	Ispitivanje otpornosti na abraziju

Označavanje ispitnih uzoraka osmišljeno je na idući način:

A – uzorci kojima je osnovni materijal 32CrMoV12-10 od prvog proizvođača

B – uzorci kojima je osnovni materijal 32CrMoV12-10 od drugog proizvođača

Prva znamenka poslije slova predstavlja vrstu sloja. Uzorci sa oznakom 0, predstavljaju nemodificirane uzorke, oznaka 1 predstavlja uzorke modificirane u solnoj kupci, a oznaka 2 predstavlja uzorke modificirane plazma nitriranjem.

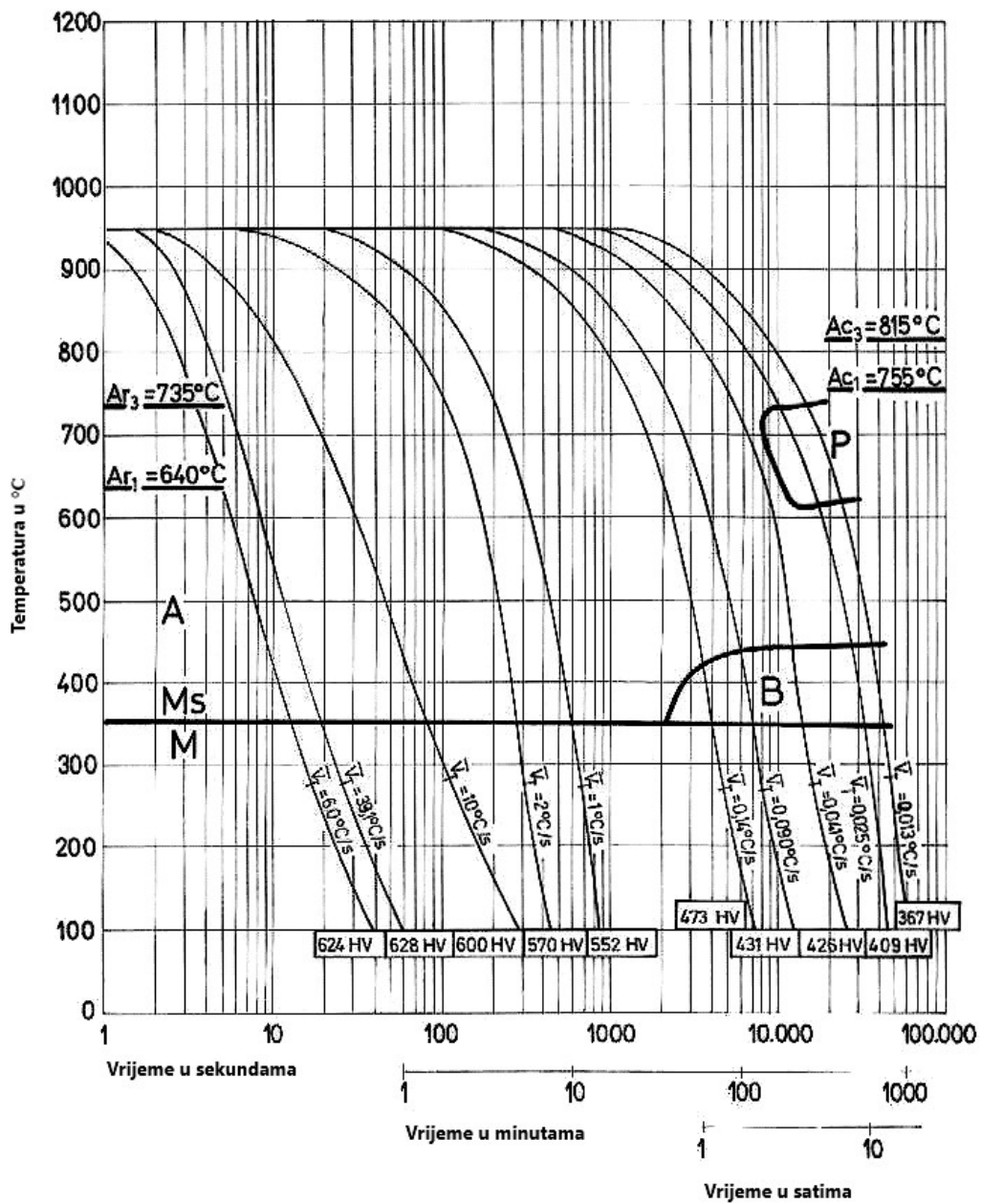
**Tablica 5. Oznake uzoraka**

Oznaka uzorka	Toplinska obrada	Proizvođač
<b>A0</b>	Poboljšano	1
<b>B0</b>	Poboljšano	2
<b>A1</b>	Nitrirano u solnoj kupci	1
<b>B1</b>	Nitrirano u solnoj kupci	2
<b>A2</b>	Nitrirano u plazmi	1
<b>B2</b>	Nitrirano u plazmi	2

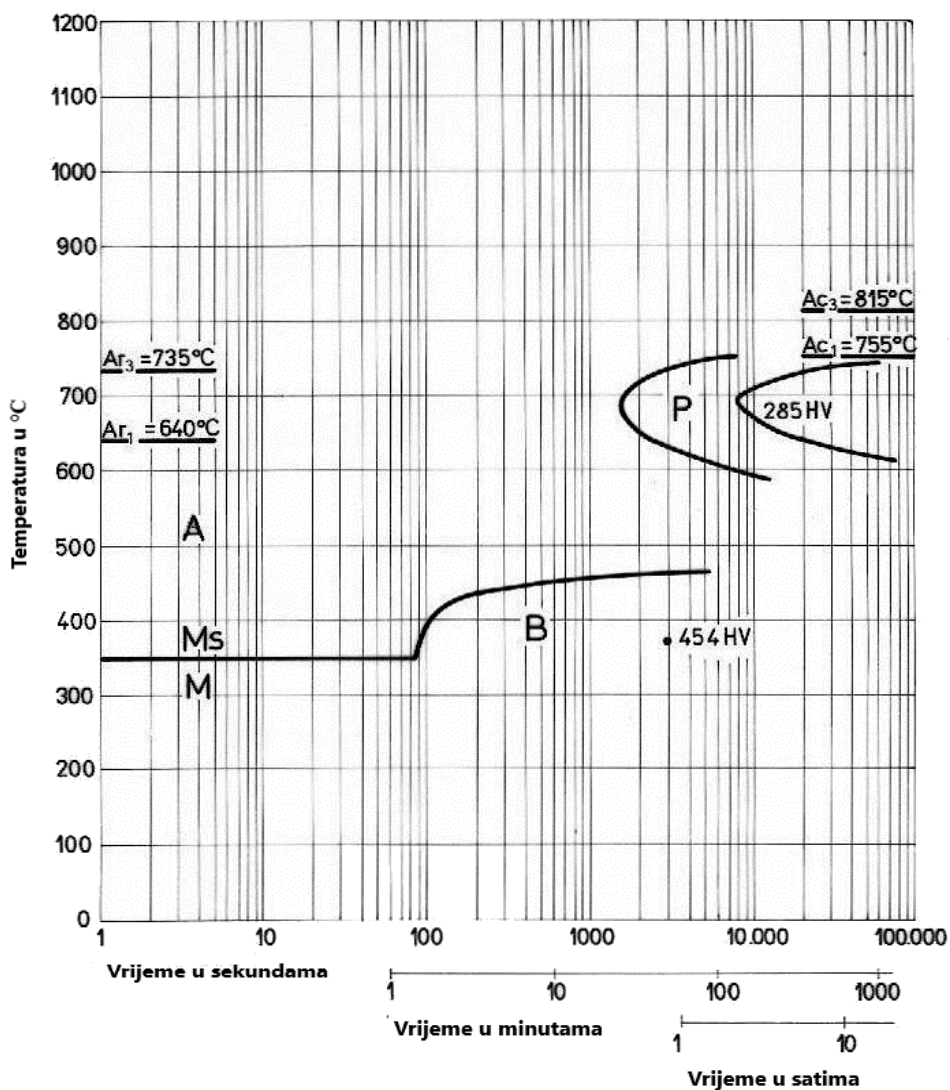
### 5.1. Izrada ispitnih uzoraka

Napravljene su tri skupine uzoraka, za svaku skupinu po dva uzorka od različitog proizvođača, pri čemu je kao polazni materijal za sve uzorke korišten čelik 32CrMoV12-10.

U polaznom stanju, uzorci su kaljeni, poboljšani i žareni za redukciju zaostalih naprezanja. Postupak kaljenja provodi se na temperaturi 900 – 950°C, gasi u ulju (slika 20), te se visokotemperaturno popuštaju, no nije poznata točna temperatura popuštanja.



Slika 21. CCT dijagram čelika 32CrMoV12-10 gašen u ulju



Slika 22. TTT dijagram čelika 32CrMoV12-10

U tablici 5. prikazana je kvantitativna analiza uzoraka koja je provedena na optičkom emisijskom spektrometru Leco GDS 850A.

Tablica 6. Kvantitativna analiza uzoraka

Oznaka uzorka	%										
	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo	Al	V	Fe
A	0,35	0,27	0,45	0,010	0,001	2,68	0,31	0,88	0,01	0,27	Ostatak
B	0,39	0,32	0,51	0,010	0,001	2,85	0,19	0,87	0,02	0,28	Ostatak

Prva skupina uzoraka A0 i B0 služi za ispitivanje čelika u poboljšanom stanju, druga skupina uzoraka A1 i B1 nakon nitriranja u solnoj kupci, a treća skupina uzoraka A2 i B2 se ispituje nakon provedbe nitriranja u plazmi.



**Slika 23. Izgled ispitnog uzorka**

## 5.2. Nitriranje u solnoj kupci

Druga skupina uzoraka podvrgnuta je postupku nitriranja u solnoj kupci TENIFER, koji se provodio na Fakultetu strojarstva i brodogradnje u Laboratoriju za toplinsku obradu, parametri postupka dani su tablici 7.

**Tablica 7. Parametri nitriranja u solnoj kupci TENIFER**

FAZA	NAZIV POSTUPKA	RADNI PARAMETR	UREĐAJ ZA PROVEDBU POSTUPKA
1.	Nitrokarburiranje u solnoj kupci postupkom TENIFER	580°C/ 4h	Solna kupka TENIFER s automatskom regulacijom temperature; Proizvođač: "DURFERRIT-DEGUSSA GmbH"; Njemačka -Sol: „DURFERRIT TF1”
2.	Hlađenje u vodi	20°C / 60 min	Bazen za hlađenje ; Proizvođač: FSB-LTO
3.	Čišćenje i neutralizacija soli	20°C	Bazen za pranje i čišćenje ; Proizvođač: FSB-LTO voda iz gradske vodovodne mreže uz dodatak NaOH



**Slika 24. Solna kupka za nitriranje postupkom TENIFER [18]**



**Slika 25. Izgled ispitnog uzorka nitriranog postupkom TEHIFER**

### **5.3. Nitriranje u plazmi**

Treća skupina uzoraka podvrgnuta je postupku plazmatskog nitriranja. Nitriranje je provedeno u plazmi ionizirajućih plinova u uređaju Rübiger PC 70/90 u Laboratoriju za toplinsku obradu (slika 24).



**Slika 26. Uređaj za plazmatsko nitriranje i prevlačenje Rübigen PC 70/90**

Uzorci i segmenti kalupa prije prevlačenja temeljito su ručno očišćeni sa 96% etilnim alkoholom. Prije plazmatskog nitriranja, u uređaju za nitriranje i prevlačenje proveden je dodatni postupak ionskog čišćenja površine tzv. otprašivanje (eng. sputtering) kako bi se dobila čista površina.

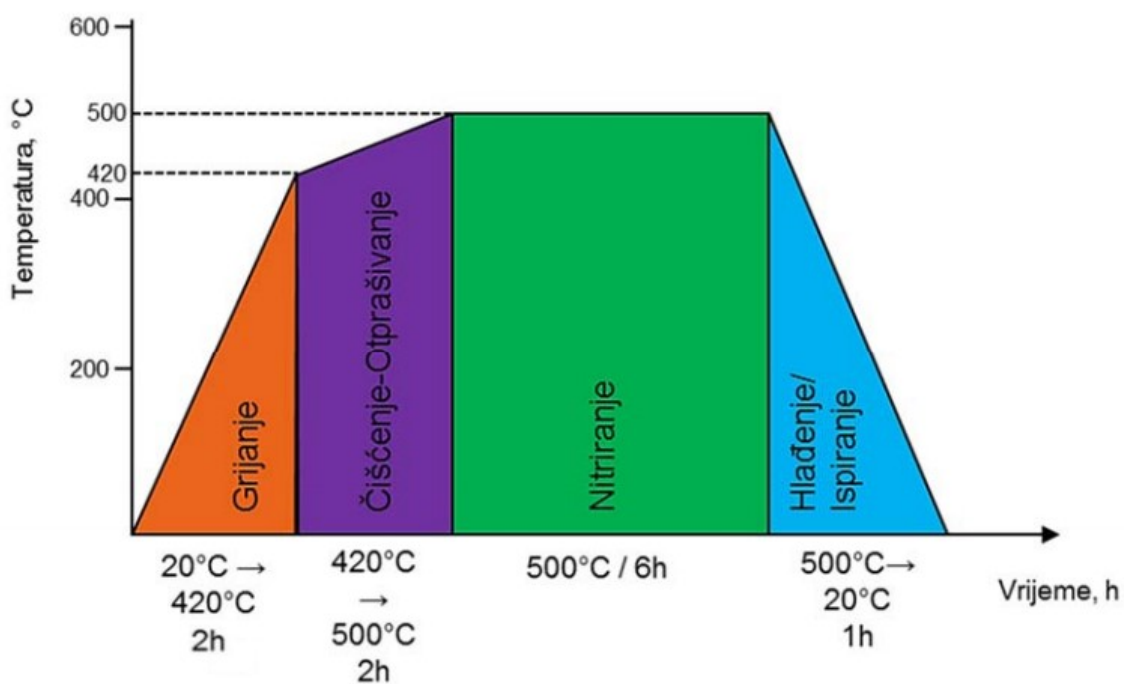
Proces otprašivanja sastavni je dio procesa plazmatskog nitriranja i temelji se na bombardiranju površine ionima dušika, vodika i argona izbijajući nečistoće sa površine obradka. S druge strane, otprašivanje može imati negativan utjecaj na hrapavost površine te uzrokovati nejednaku raspodjelu nitriranog sloja ili čak oštećenje površine u slučaju krivo zadanih parametara procesa, npr. pogrešne vrijednosti tlaka u vakuumskoj komori [2].

U cilju postizanja planiranih karakteristika nitriranog sloja postupci otprašivanja i plazmatskog nitriranja provedeni su parametrima prikazanim u tablici 8.

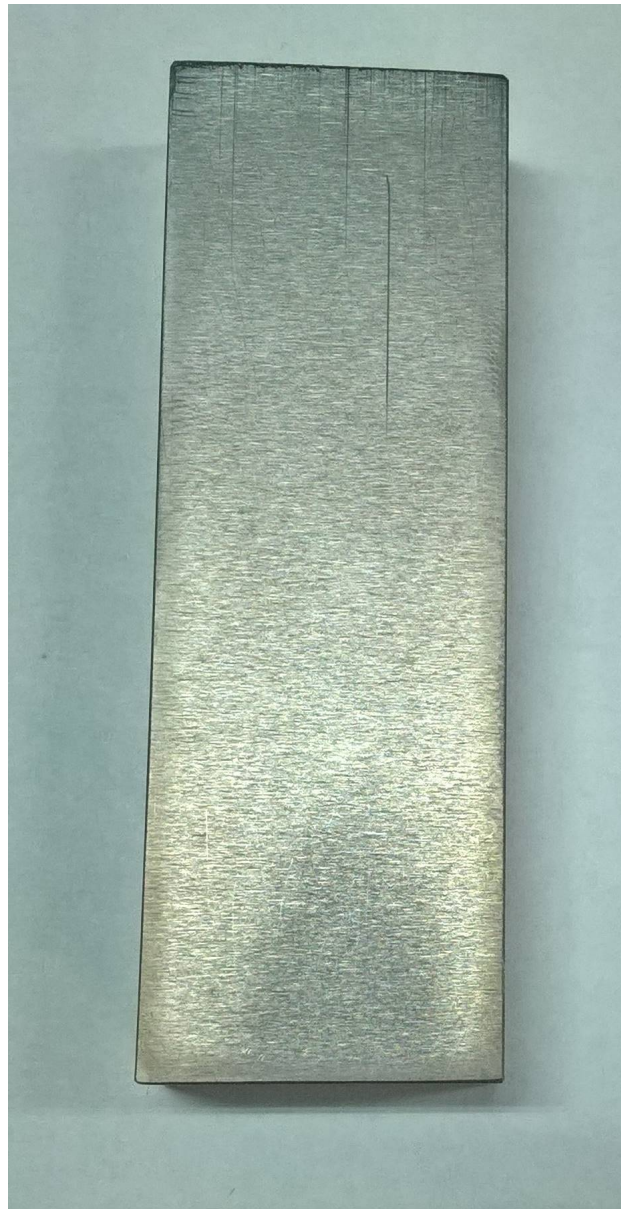


Tablica 8. Parametri postupka otprašivanja i nitriranja u plazmi

Parametri procesa	Ugrijavanje	Otprašivanje	Plazmatsko nitriranje
Temperatura	20 – 420	420 – 500 °C	500 °C
Vrijeme	2 h	2 h	6 h
Sastav plinova	100% H <sub>2</sub>	90% H <sub>2</sub> , 5% N <sub>2</sub> , 5% Ar	85% H <sub>2</sub> , 5% N <sub>2</sub> , 10% Ar
Snaga plazme	-	1000 W	1800 W
Napon	-	420 V	560 V
Tlak	2 mbar	2 mbar	2mbar



Slika 27. Tijek postupka nitriranja u plazmi [2]



**Slika 28. Izgled ispitnog uzorka nakon nitriranja u plazmi**

## 6. REZULTATI ISPITIVANJA I DISKUSIJA

### 6.1. Ispitivanje tvrdoće te efektivne dubine nitriranja

Ispitivanje tvrdoće čelika 32CrMoV12-10 provedena je metodom Rockwell u Laboratoriju za toplisku obradu na tvrdomjeru INSIZE: ISH-MR150-P, ukupno je provedeno 5 mjerenja za svaki uzorak. Provedeno je 5 mjerenja za ispitne uzorke A0 i B0, a dobiveni rezultati su navedeni u tablici 9. i 10.

**Tablica 9. Rezultati ispitivanja tvrdoće uzoraka A0**

<i>Redni broj ispitivanja</i>	<i>Tvrdoća, HRC</i>
<b>1</b>	29
<b>2</b>	30
<b>3</b>	29
<b>4</b>	28,5
<b>5</b>	30,5
<b>Srednja vrijednost:</b>	<b>29,4 ± 2</b>

**Tablica 10. Rezultati ispitivanja tvrdoće uzoraka B0**

<i>Redni broj ispitivanja</i>	<i>Tvrdoća, HRC</i>
<b>1</b>	30
<b>2</b>	29,5
<b>3</b>	30,5
<b>4</b>	30
<b>5</b>	30
<b>Srednja vrijednost:</b>	<b>30 ± 2</b>

Nakon provedenih 5 mjerenja tvrdoće uzoraka, vidljiva je veća površinska tvrdoća na uzorku A0. Nakon toga provedeno je 5 mjerenja tvrdoće uzoraka koji su bili nitrirani u solnoj kupci i abrazijski potrošeni. Ispitivanje je provedeno na tragovima trošenja abrazije kako bi se ispitala tvrdoća difuzijske zone nitriranih uzoraka. Ispitivanje je provedeno na uzorcima A1 i B1, a rezultati ispitivanja dani su u tablici 11. i 12.

**Tablica 11. Rezultati ispitivanja tvrdoće difuzijske zone uzorka A1**

<i>Redni broj ispitivanja</i>	<i>Tvrdoća, HRC</i>
<b>1</b>	37
<b>2</b>	38
<b>3</b>	36
<b>4</b>	37
<b>5</b>	37
<b>Srednja vrijednost:</b>	<b>37± 2</b>

**Tablica 12. Rezultati ispitivanja tvrdoće difuzijske zone uzorka B1**

<i>Redni broj ispitivanja</i>	<i>Tvrdoća, HRC</i>
<b>1</b>	37
<b>2</b>	36
<b>3</b>	36
<b>4</b>	36
<b>5</b>	36
<b>Srednja vrijednost:</b>	<b>36,2± 2</b>

Sljedeće ispitivanje tvrdoće provedeno je na uzorcima nitriranih u plazmi. Ispitivanje tvrdoće je provedeno na tragovima trošenja abrazije kako bi se ispitala tvrdoća difuzijske zone. Ispitivanje je provedeno na uzorcima A2 i B2, a rezultati ispitivanja dani su u tablici 13. i 14.

**Tablica 13. Rezultati ispitivanja tvrdoće difuzijske zone uzorka A2**

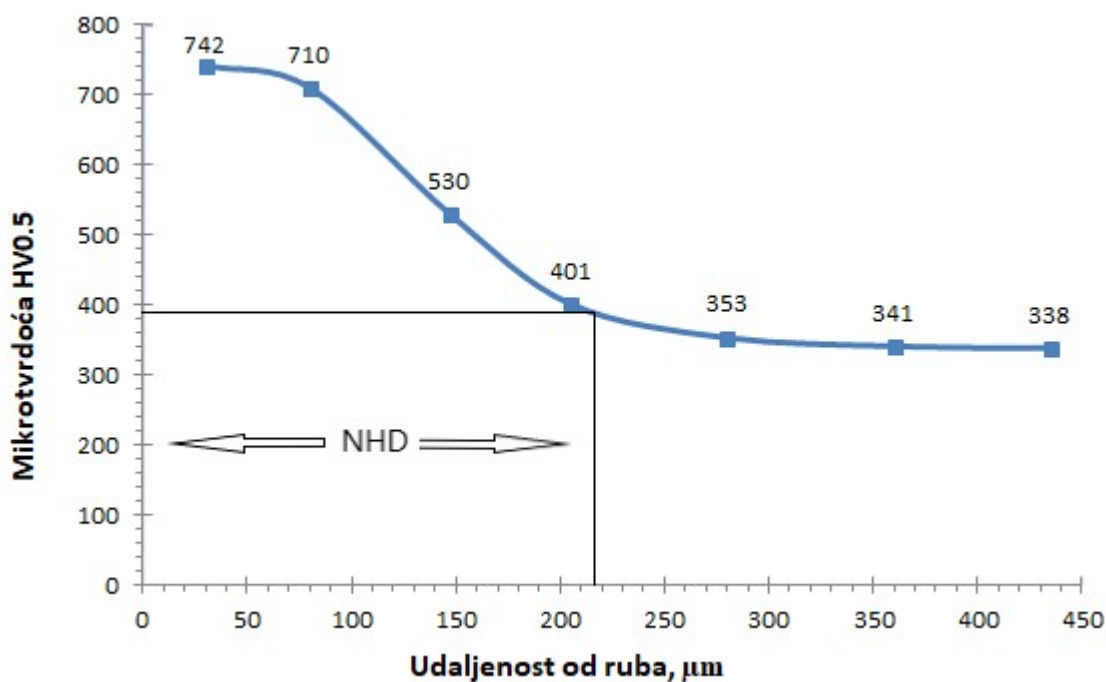
<i>Redni broj ispitivanja</i>	<i>Tvrdoća, HRC</i>
<b>1</b>	34,5
<b>2</b>	34,5
<b>3</b>	33,5
<b>4</b>	34,5
<b>5</b>	35,5
<b>Srednja vrijednost:</b>	<b>34,4± 2</b>

Tablica 14. Rezultati ispitivanja tvrdoće difuzijske zone uzorka B2

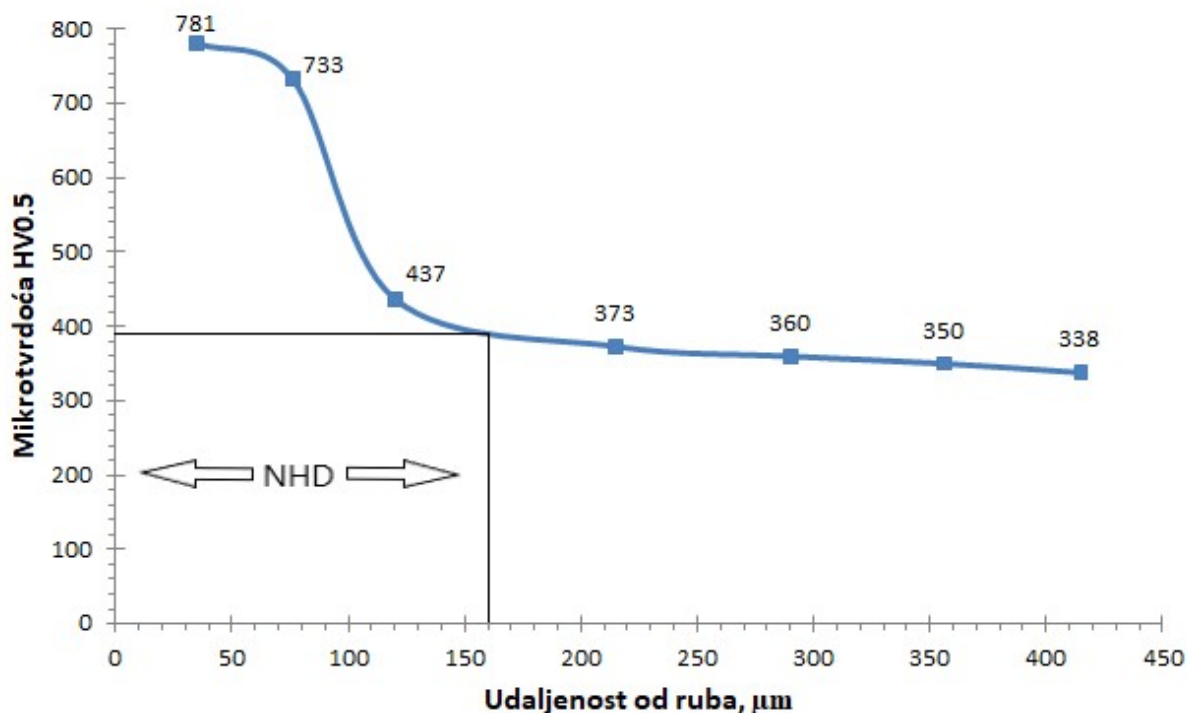
Redni broj ispitivanja	Tvrdoća, HRC
1	32,5
2	35
3	32
4	32,5
5	32
<b>Srednja vrijednost:</b>	<b>32,8± 2</b>

Iz dobivenih rezultata se vidi razlika u tvrdoći površine poboljšanih uzoraka u odnosu na difuzijske zone nitriranih uzoraka. Iz dobivenih rezultata vidljivo je da difuzijska zona nitriranih uzoraka, proizvođača čelika A, imaju veću tvrdoću same zone, ali kod poboljšanih uzoraka situacija je da veću tvrdoću površine imaju čelici proizvođača čelika B.

Ukupna dubina nitriranja je dubina do koje je dušik difundirao u čelik. Postupak se proveo po Vickers-ovoj metodi na tvrdomjeru tipa "Tukon 2100B Micro-Vickers Testing Instrument" (Instron Corporation) u Laboratoriju za toplinsku obradu. Dobiveni dijagrami prikazani su na slikama 30. i 31.



Slika 29. Efektivna dubina nitriranja uzorka nitriranih u solnoj kupci



Slika 30. Efektivna dubina nitriranja uzoraka nitriranih u plazmi

Efektivna dubina nitriranog sloja (NHD) za nitrirane ispitne uzorke, dobivena je grafičkom metodom pomoću dijagrama. Kod ispitnih uzoraka nitriranih u solnoj kupci, krivulja rasporedatvrdoće položenija je u odnosu na krivulju uzoraka nitriranih u plazmi, samim time efektivna dubina nitriranog sloja je dublja, što se može vidjeti iz priloženih dijagrama. Kako je polazni materijal isti za oba postupka nitriranja, njegova srednja vrijednost tvrdoće jezgre za uzorke iznosi 338 HV0.5, samim time granična tvrdoća GH za oba uzorka iznosi 388 HV0.5. Efektivna dubina nitriranog sloja slična je na obje skupine uzoraka:

- a) na uzorcima nitriranim u solnoj kupci NHD = 0,218 mm
- b) na uzorcima nitriranim u plazmi, NHD = 0,160 mm.

Iz navedenog se uočava da je efektivna dubina nitriranja u solnoj kupci za 36,25 % veća od one postignute nitriranjem u plazmi.

## 6.2. Ispitivanje debljine sloja

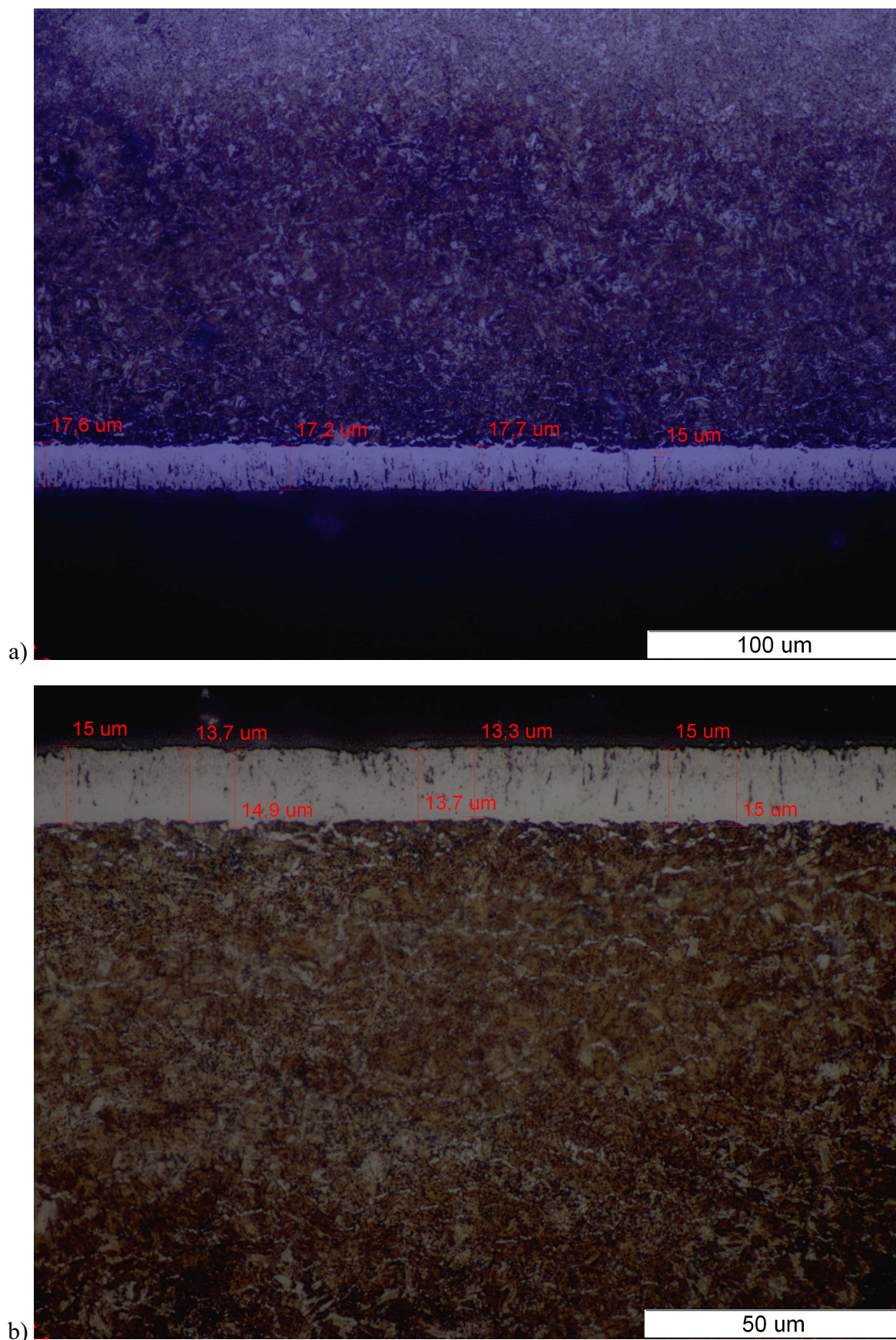
Ispitivanje debljine prevlake je provedeno u laboratoriju za materijalografiju na Fakulteta strojarstva i brodogradnje u Zagrebu, pomoću Svjetlosnog mikroskopa Olympus GX51.

Za potrebe ispitivanja provedena je i analiza mikrostrukture uzoraka. Uzorci su izrežani te uliveni u polimernu masu te kasnije nagrižen kako bi se mogao analizirati na svjetlosnom mikroskopu.

Rubni dijelovi uzoraka analizirani su pri povećanju od 500 i 1000 puta kako bi se dobio bolji uvid u izgled mikrostrukture i bolje vidjela razlika između osnovnog materijala i nitriranog sloja.

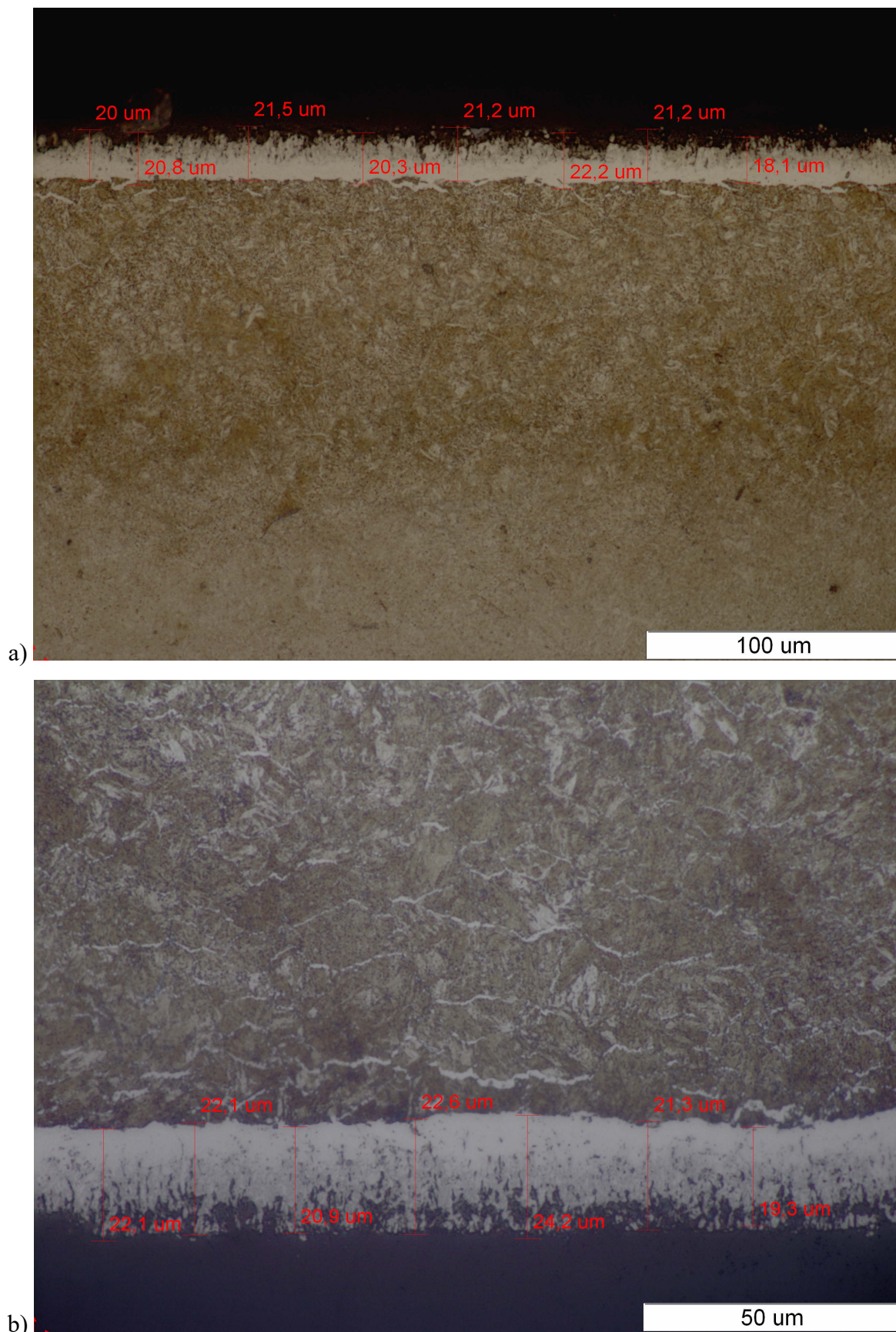
**Tablica 15. Prosječna debljina zone spojeva**

Oznaka uzorka	$E_d$ [ $\mu\text{m}$ ]
A1	15,71
B1	21,12
A2	2,05
B2	2,07

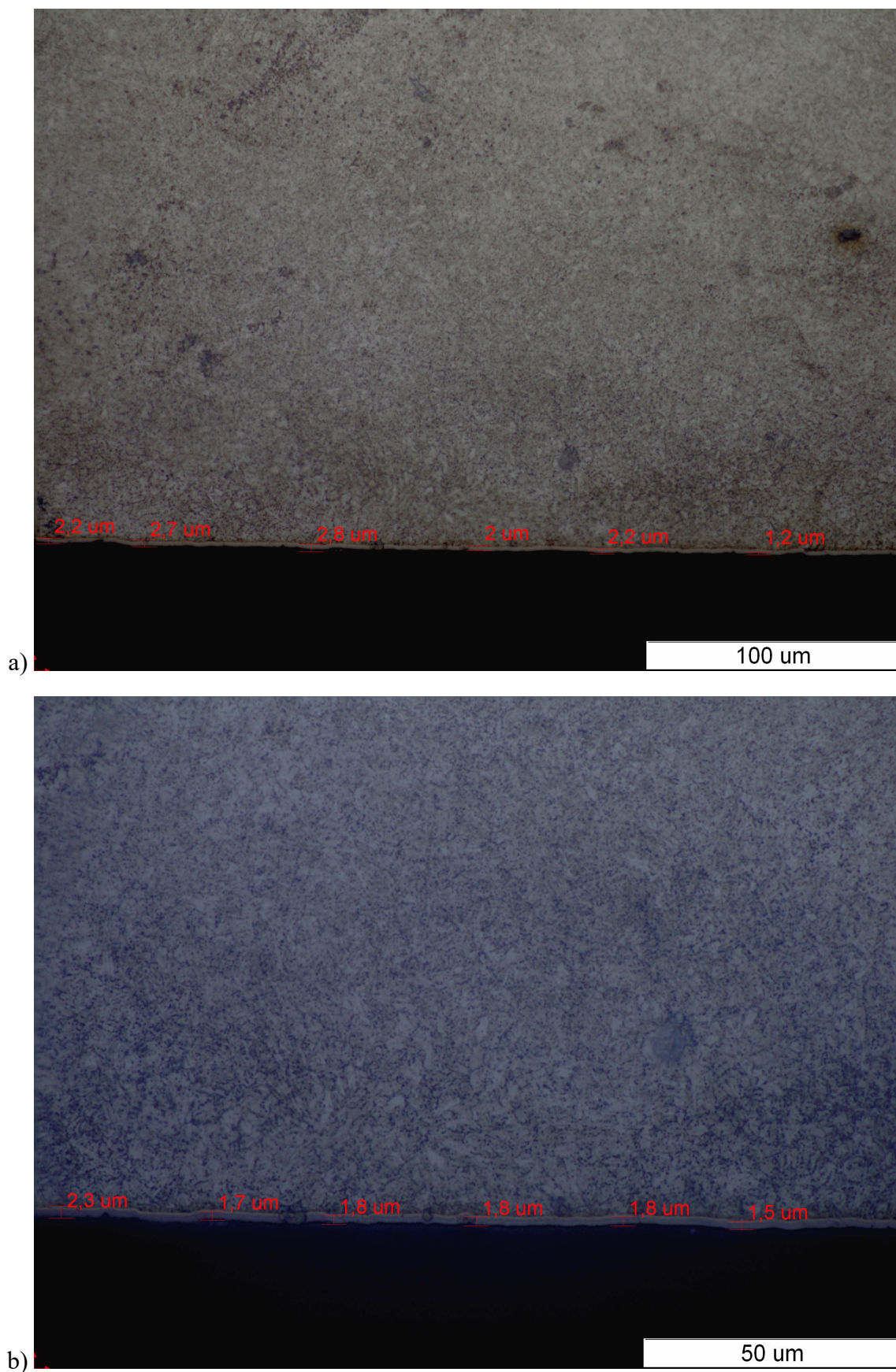


**Slika 31. Površinski sloj na uzorku A1 : a) povećanje 500 puta, b) povećanje 1000 puta (nagriženo u 3%-tnom Nitalu)**

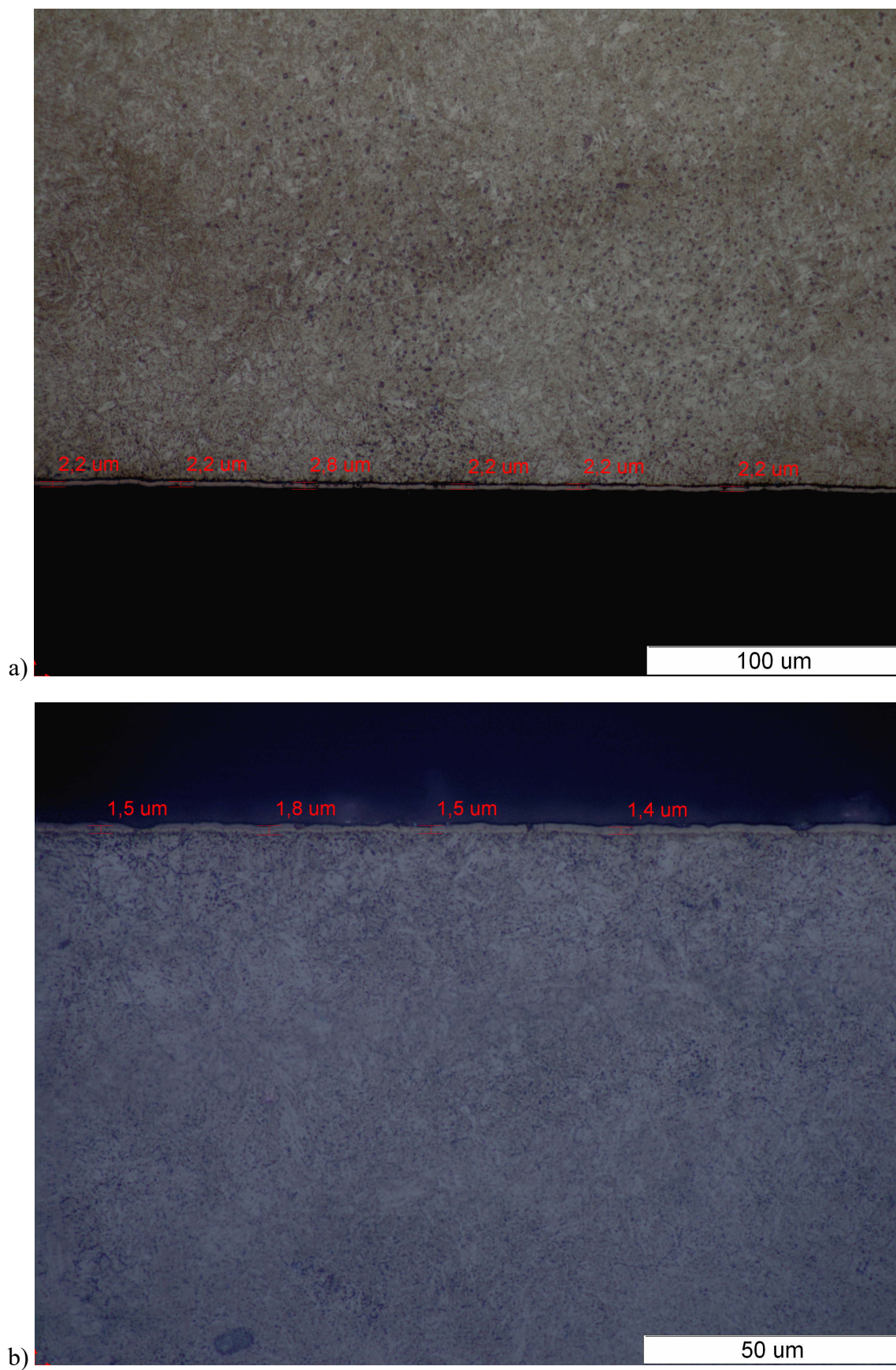




Slika 32. Površinski sloj na uzorku B1 : a) povećanje 500 puta, b) povećanje 1000 puta (nagriženo u 3%-tnom Nitalu)



**Slika 33. Površinski sloj na uzorku A2 : a) povećanje 500 puta, b) povećanje 1000 puta (nagriženo u 3%-tnom Nitalu)**



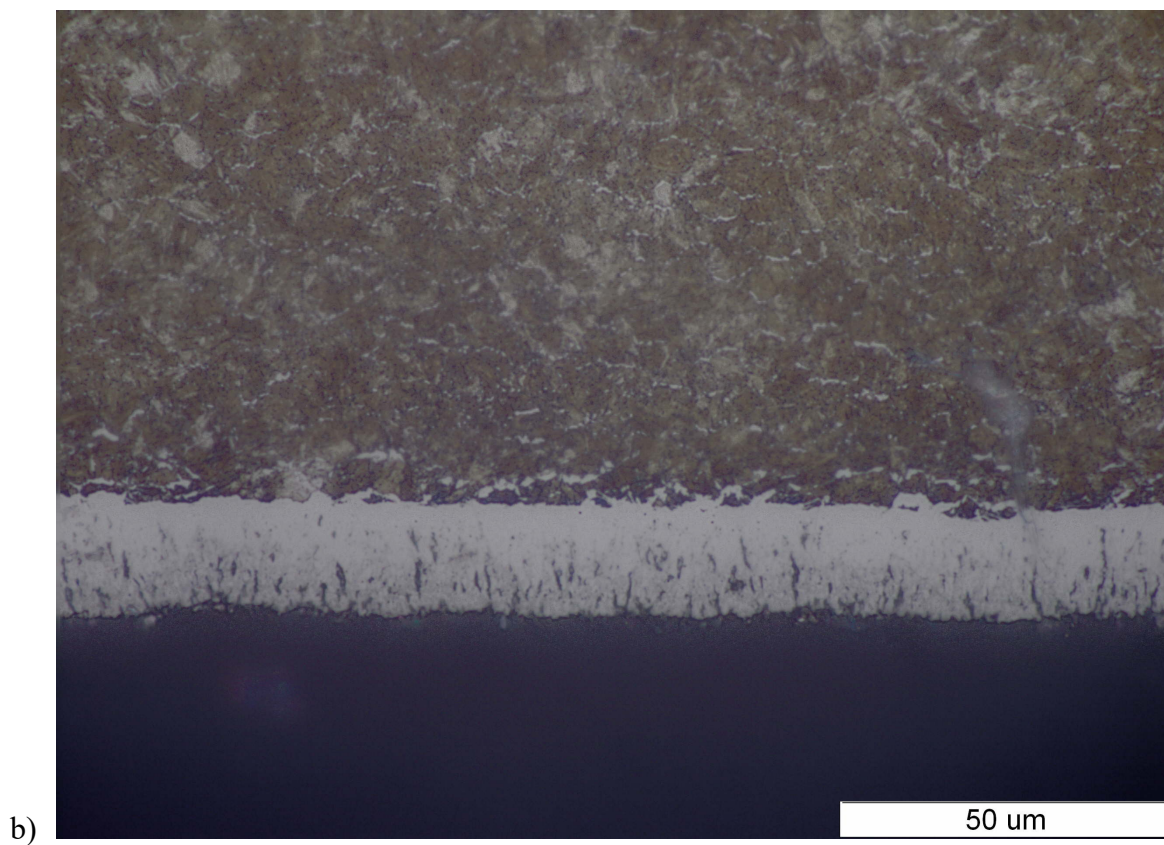
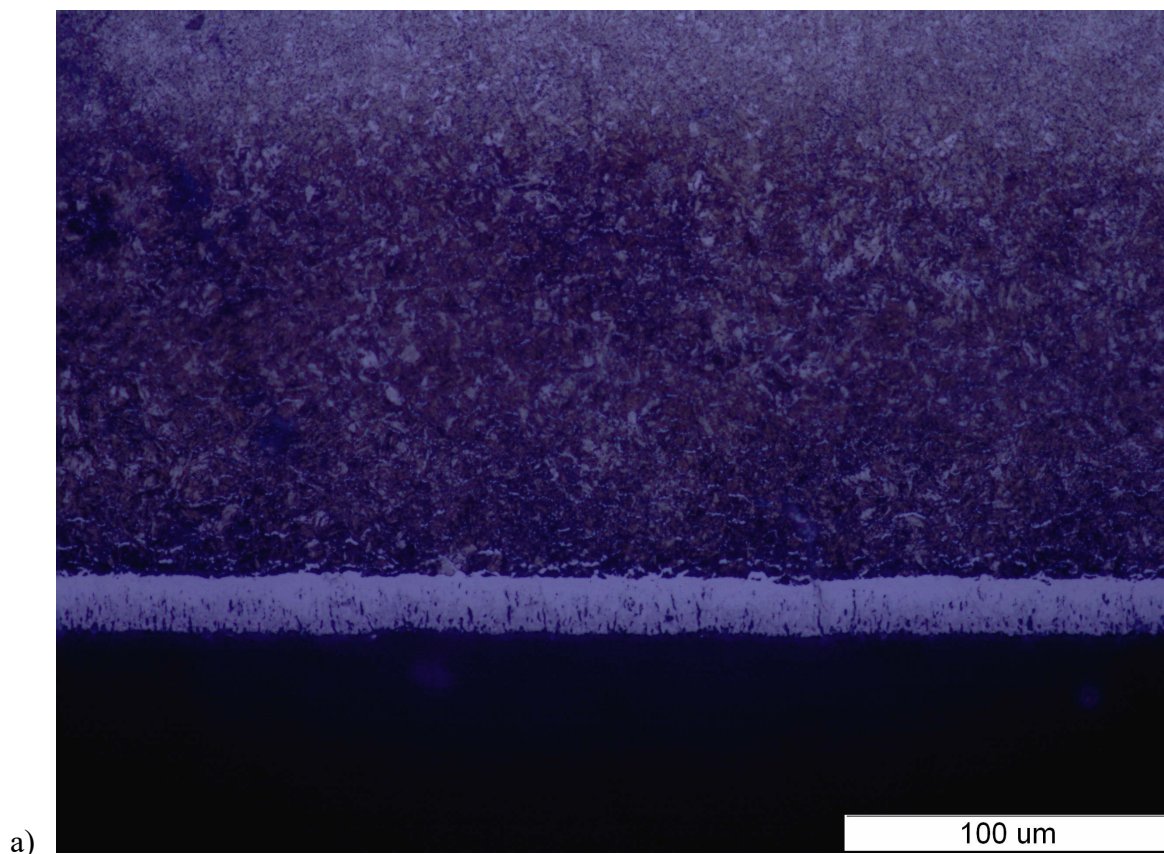
Slika 34. Površinski sloj na uzorku B2 : a) povećanje 500 puta, b) povećanje 1000 puta (nagriženo u 3%-tnom Nitalu)

### 6.3. Mikrostrukturna analiza

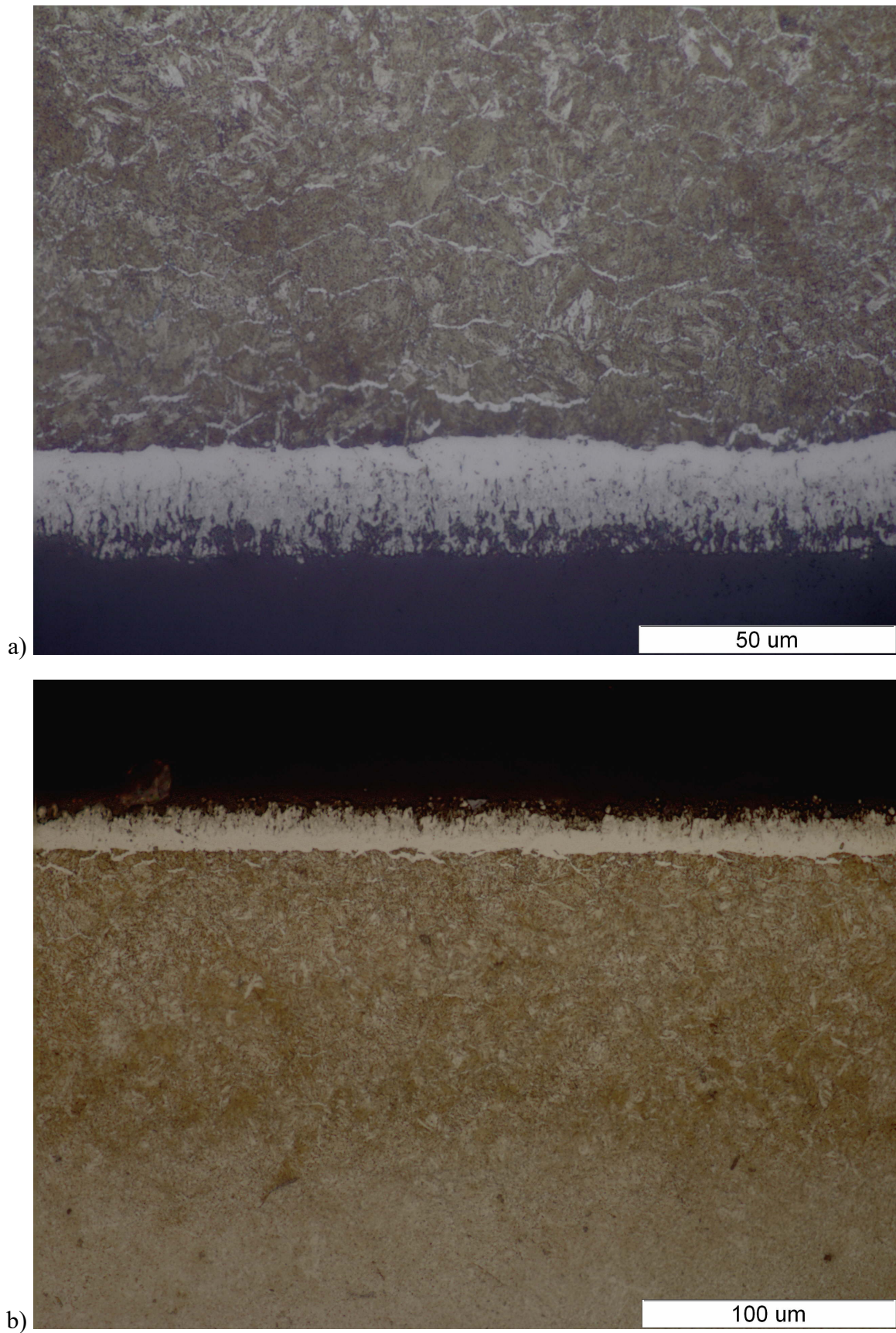
Površine ispitnih uzoraka su snimljene na svjetlosnim mikroskopom nakon nitriranja. Na svjetlosnom mikroskopu analiziran je rub ispitnih uzoraka s različitim povećanjima. Nakon nitriranja u solnoj kupci i plazmatskog nitriranja, provedena je analiza mikrostrukture uzorka i sloja, s ciljem određivanja prisutnosti eventualnih oštećenja, odvajanja ili poroznosti. Radi toga, prema proceduri koja je ranije opisana, uzorci su metalografski pripremljeni, te je analiziran poprečni presjek uzoraka.

Rubni sloj uzorka A1 prikazan na slici 35. povećan 500 i 1000 puta, primjećuje se jasna linija između zone spojeva te difuzijske zone. Vidljiva je ravnomjerna zona spojeva u kojoj primjećujemo izrazitu poroznost, osobito gornjeg sloja. Na početku difuzijske zone primjećuje se izlučivanje nitrida po granicama zrna.

Uzorak B1 prikazan na slici 36. uvećan 500 i 1000 puta, vidljiva je veća, deblja zona spojeva u odnosu na uzorak A1. Sama zona spojeva, kao kod uzorka A1 izrazito je porozna u gornjem dijelu, dok doljni dio ravnomjeran je i kompaktan. U difuzijskoj zoni, primjećuje se izlučivanje nitrida po granicama zrna.



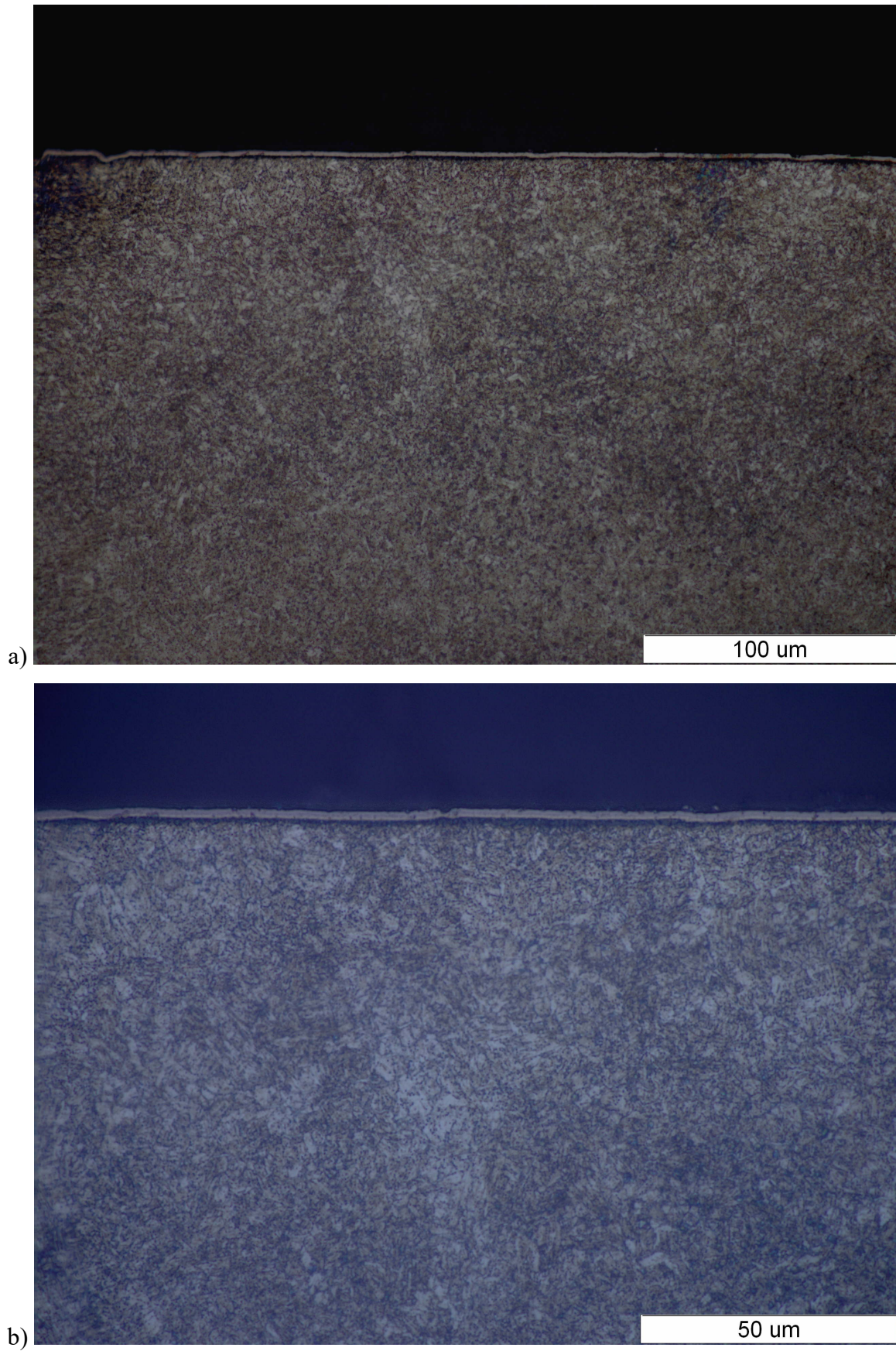
**Slika 35. Mikrostruktura ruba uzorka A1 – a) povećanje 500, b) povećanje 1000 puta**



**Slika 36. Mikrostruktura ruba uzorka B1 – a) povećanje 500, b) povećanje 1000 puta**

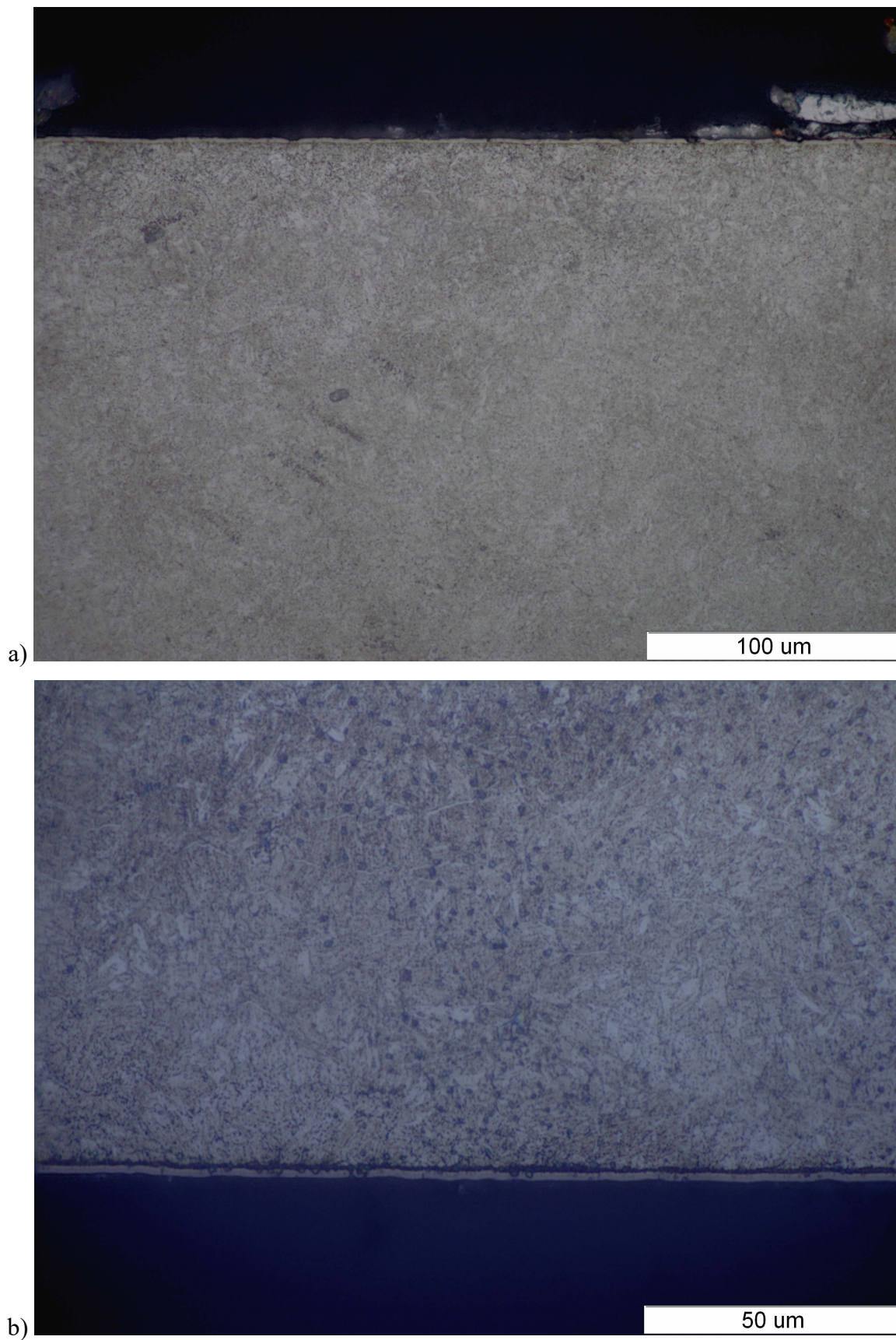
Na slici 38. prikazan je rubni sloj uzorka A2 povećan 500 i 1000 puta. Primjećuje se homogena jednolična struktura s ravnomjerno raspoređenim karbidima koji su nosioci tvrdoće. U jezgra se vidi popušteni martenzit, zajedno s karbidima popuštanja te sekundarnim karbidima. Pri povećanju od 1000 puta se vidi tanki nitrirani sloj, te se primjećuje kompaktna zona spojeva bez poroznosti.

Na slici 39. prikazan je rubni sloj uzorka B2 povećan 500 i 1000 puta. Kao i na uzorku A2 vidljiva je homogena jednolična struktura s ravnomjerno raspoređenim karbidima popuštanja što omogućuje jednaka svojstva u svim smjerovima. U jezgra se vidi popušteni martenzit, te cementit po granicama zrna. Kao što je vidljivo iz oznake čelika, najprisutniji legirni element je krom te će ovaj čelik za posljedicu u sebi najviše sadržavati kromovih karbida. Pri povećanju od 1000 puta se vidi tanki nitrirani sloj, sloj bez udubina i neravnina te se primjećuje kompaktna zona spojeva bez poroznosti.



**Slika 37. Mikrostruktura ruba uzorka A2 – a) povećanje 500, b) povećanje 1000 puta**





**Slika 38. Mikrostruktura ruba uzorka B2 – a) povećanje 500, b) povećanje 1000 puta**

#### 6.4. Ispitivanje otpornosti na abrazijsko trošenje

Ispitivanje otpornosti abrazijskom trošenju metodom “suhi pijesak/gumeni kotač” provedeno je na ukupno 6 uzoraka u idućim koracima:

1. Čišćenje ispitnog uzorka pomoću ultrazvučne kupke
2. Postavljanje ispitnog uzorka u uređaj za ispitivanje metodom “suhi pijesak/gumeni kotač”
3. Trošenje ispitnog uzorka
4. Vađenje ispitnog uzorka iz uređaja
5. Ponovno čišćenje uzorka u ultrazvučnoj kupki
6. Sušenje ispitnog uzorka
7. Vaganje ispitnog uzorka na mjernoj vagi
8. Računanje promjene mase ispitnog uzorka

Provedeno prvotno čišćenje ispitnog uzorka u ultrazvučnoj kupki (slika 40.) služi da se odstrane slojevi prašine i prljavštine koji su se mogli zadržati na površini ispitnog uzorka, kako bi se precizno znala početna masa.



Slika 39. Čišćenje ispitnog uzorka u ultrazvučnoj kupki

Sam proces čišćenja ispitnih uzoraka u ultrazvučnoj kupki se sastoji od punjenja čaše alkoholom dovoljnom količinom koja će prekriti cijeli ispitni uzorak, te zatim stavljanja čaše, u kojoj se nalazi ispitni uzorak uronjen u alkohol, u prostor ultrazvučne kupke napunjene vodom i podešavanje trajanja čišćenja na 45 sekundi. Nakon čišćenja, uzorak se vadi iz čaše te potom suši kako bi bio spreman za mjerenje na vagi ili provedbu abrazijskog ispitivanja.

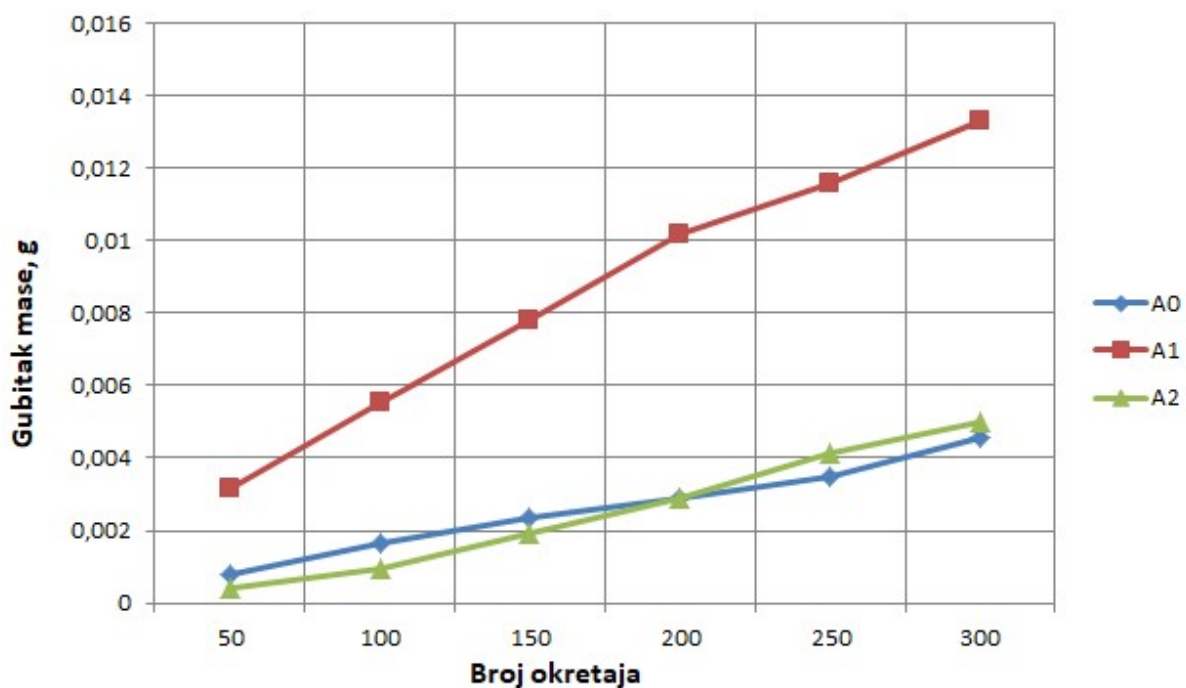
Provedba ispitivanja otpornosti na abrazijsko trošenje na jednom uzorku podijeljena je u šest dijelova. Postupak se provodi pod opterećenjem od 45 N, svakih 50 okretaja uzorak se vadi iz uređaja, čisti u ultrazvučnoj kupki te mu se potom mjeri masa, odnosno gubitak mase daljnjim preračunavanjem. Potrebno je ispitnom uzorku odrediti masu prije početka ispitivanja, kao i nakon svakih 50 okretaja. Ispitni uzorak poslije vađenja iz uređaja na sebi sadrži zrnca pijeska koja su ostala i nakon ispitivanja te je ispitni uzorak potrebno ponovno očistiti u ultrazvučnoj kupki kako bi se osiguralo točno mjerenje mase na mjernoj vagi. Cijeli ciklus ispitivanja za jedan uzorak završava nakon 300 okretaja.

Praćen je gubitak mase kroz sva ispitivanja za svaki pojedini uzorak te su izračunate srednje i ukupne vrijednosti gubitka mase. Nakon svakih 50 okretaja za svaki ispitni uzorak izračunata razlika u masi između prethodnog i idućeg stanja i nakon toga se izračunala srednja vrijednost gubitka za ista stanja ispitnih uzoraka.

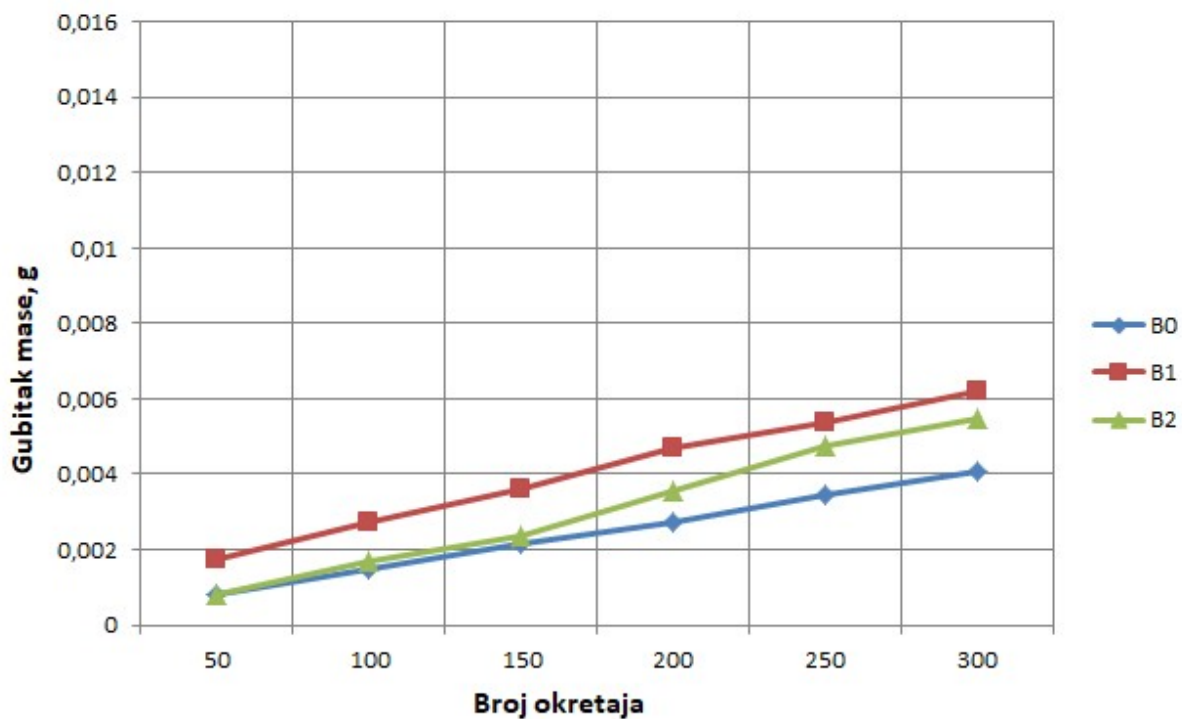
Ukupni gubitak mase se kumulativno zbraja s već izračunatim prosječnim gubicima mase za pojedino stanje ispitnog uzorka kako bi se kasnije mogli uspoređivati gubici masa nakon 300 okretaja kotača između uzoraka s istim osnovnim materijalom, ali različitim stanjem površine.

Podaci o masama ispitnih uzoraka praćen nakon svakih 50 okretaja kotača, kao i izračunate srednje vrijednosti gubitaka mase i ukupni gubici mase za ispitne uzorke koji imaju isti osnovni materijal, dani su u prilogima 1. do 3.

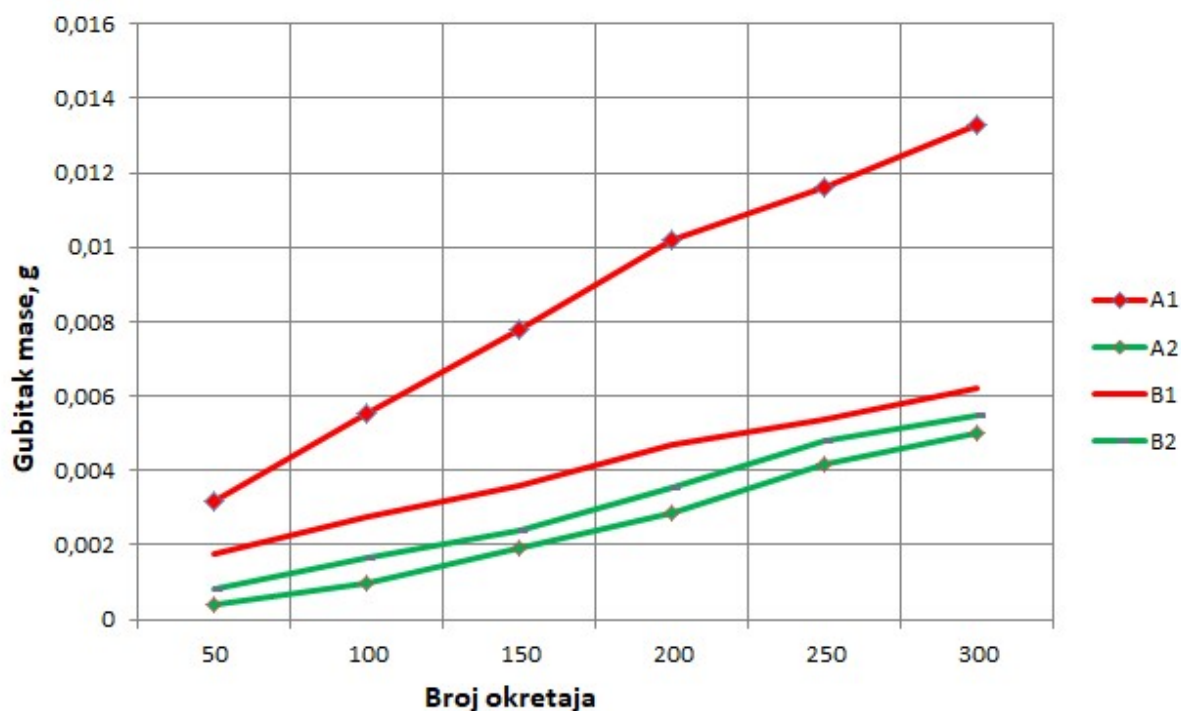
Na slikama od 41. do 44. prikazani su gubici mase ispitnih uzoraka u odnosu na broj okretaja. Slika 41. sadrži podatke za ispitne uzorke izrađenih od čelika proizvođača A u svim trim stanjima, dok slika 42 sadrži podatke za ispitne uzorke izrađenih od čelika proizvođača B. Svaki pojedini ispitni uzorak je prikazan točkama nakon svakih 50 okretaja kotača.



Slika 40. Utjecaj nitriranog sloja na čelik oznake A na otpornost abrazijsko trošenje

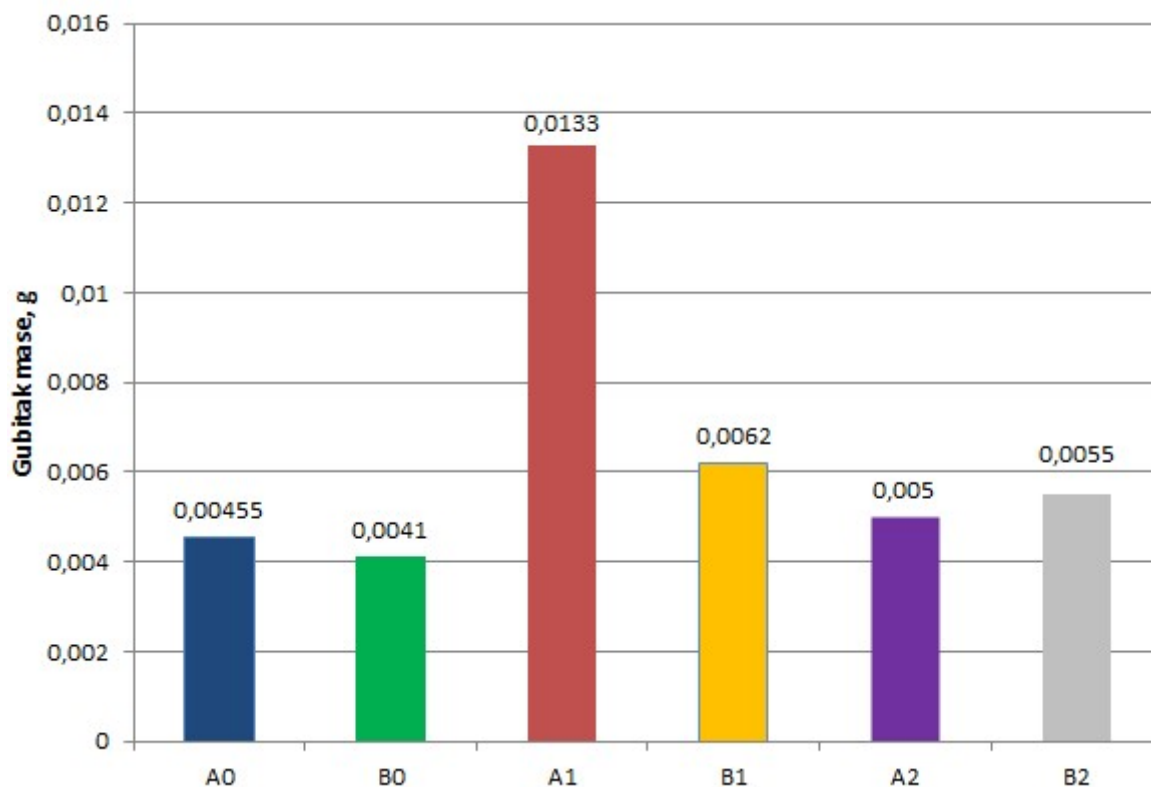


Slika 41. Utjecaj nitriranog sloja na čelik oznake B na otpornost abrazijsko trošenje



Slika 42. Utjecaj vrste nitridnog sloja na otpornost abrazivsko trošenje

Na prikazanih dijagrama vidljivo da su uzorci s ne modificiranom površinom, oznaka A0 i B0, izgubili manje na masi nego uzorci s nitriranim slojem, što je vidljivo po položajem ponašanju krivulja trošenja na dijagramu. Kada promatramo ispitne uzorke s nitriranim slojem, na oba čelika A i B, površinski sloj proizveden plazmatskim nitriranjem (zelena krivulja na slikama 41 do 43), vidljiv je manji gubitak mase u odnosu na uzorke s površinskim slojem proizvedenim postupkom nitriranja u solnoj kupci (crvena krivulja na slikama 41 do 43).



**Slika 43. Usporedba ukupnih gubitaka mase nakon 300 okretaja trošenja abrazijom različitih slojeva**

Kada se sve stavi u histogram kao na slici 44. može se usporediti gubitak mase nitriranih uzoraka s uzcima u polaznom, poboljšanom stanju. Ispitni uzorci u poboljšanom stanju oba proizvođača su podjednako otporni na trošenje abrazijom i nešto su bolje otporniji od svih nitriranih uzorka.

Ovi rezultati ispitivanja otpornosti na trošenje mogu se objasniti, ako поближе pogledamo mikrostrukturu rubnih slojeva nitriranih uzoraka, te njihovu tvrdoću difuzijske zone. Pogledom na histogram (slika 44.), uzorak A1 nitriran u solnoj kupci, ima najveći gubitak mase, te samim time najmanju otpornost na abrazijsko trošenje. Vremenski dug postupak nitriranja u solnoj kupci stvorio je debeli nitridni sloj u kojem zona spojeva nije kompaktna već je izrazito porozna (slika 35). Abrazivne čestice svojim djelovanjem na takav porozan sloj, lakše ulaze u sloj te trgaju dijelove slojeva, te povećavaju gubitak mase uzorka. Kod uzorka B1 također nitriranog u solnoj kupci nije došlo do tako velikog trošenja. U zona spojeva uzorka B1 (slika 36), vidljiva je poroznost u gornjem sloju, dok u doljem djelu sloja

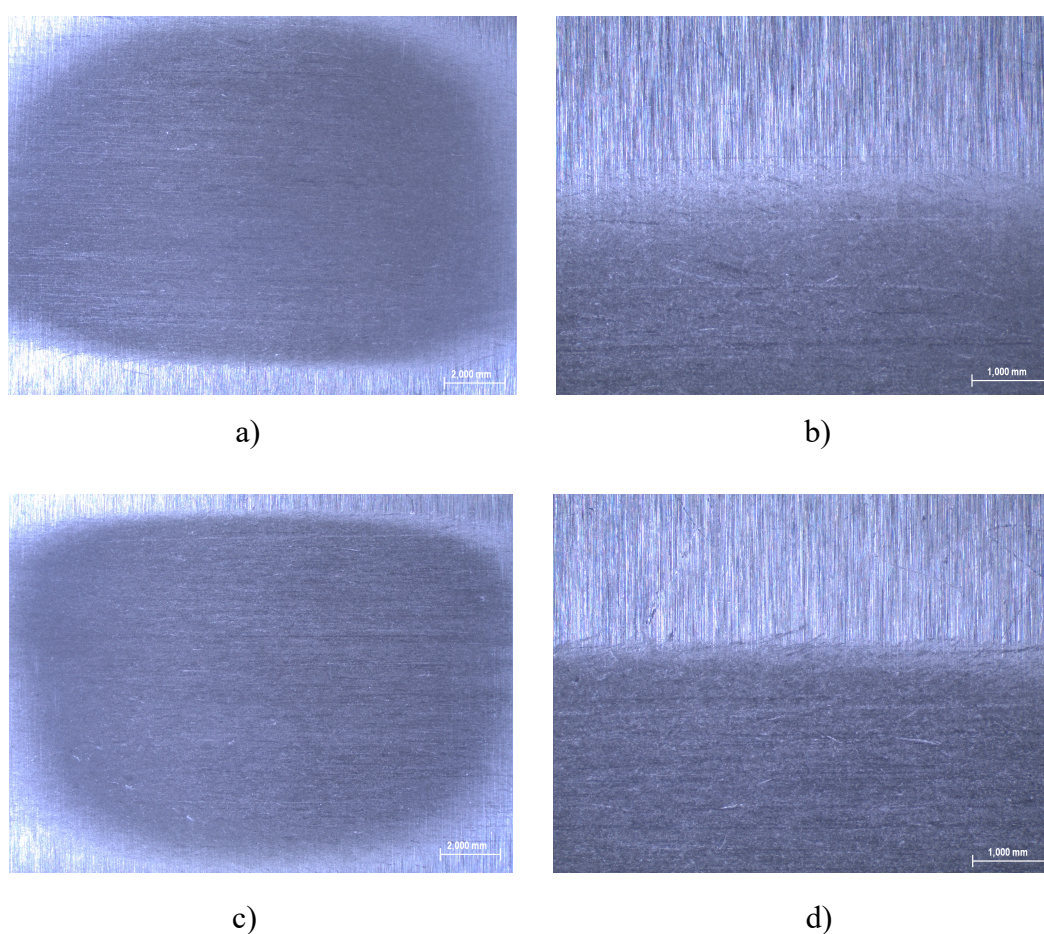
primjećuje se kompaktan neporozan sloj. Takav kompaktan sloj štiti je ostatak nitriranog sloja od prekomjernog trošenja.

Uzorci u nemodificiranom stanju te nitrirani u solnoj kupci s oznakom A, proizvođača čelika, pokazali su veći gubitak mase u odnosu na uzorke s oznakom B. Kod uzoraka u poboljšanom stanju, do toga je došlo zbog manje površinske tvrdoće koja je uzrokovala povećano trošenje. Uzorci nitrirani u solnoj kupci, za povećano trošenje odgovorna je poroznost u zoni spojeva. Radi više tvrdoća difuzijske zone, nitriranih uzoraka u plazmi, čelik proizvođača A, pokazao je bolju otpornost na abrazijsko trošenje odnosu na čelik proizvođača B.

Sam postupak nitriranja u plazmi proveden je u atmosferi s osiromašenom količinom dušika N, te nedovoljnim vremenom trajanjem postupka da bi se stvorio potreban nitridni sloj. To je uzrokovalo stvaranje slabijeg nitridnog sloja, te samim time nedovoljnu otpornost na trošenje.

## 6.5. Analiza trošenih površina

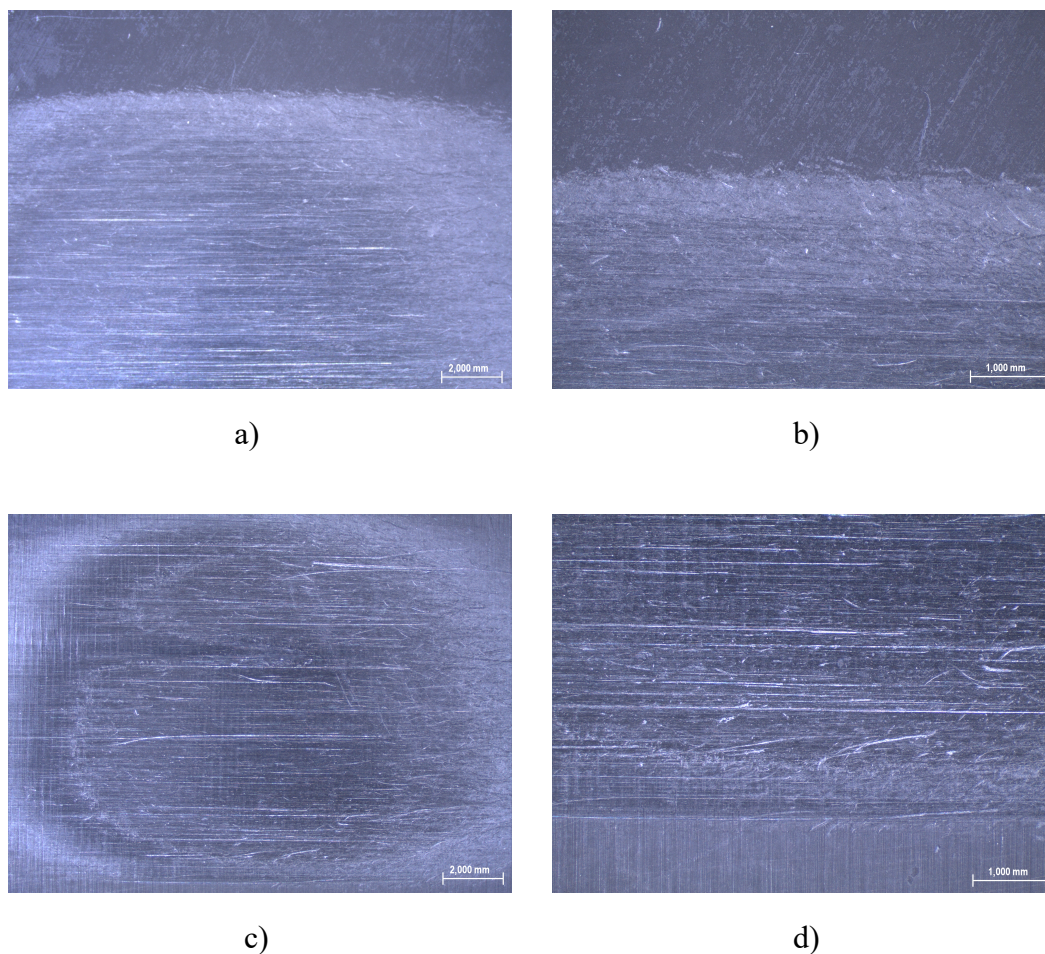
Ispitivanjem otpornosti na abrazijsko trošenje dobivene su trošene površine ispitnih uzoraka koje su slikane na stereomikroskopu kako bi se analiziralo ponašanje prevlake prilikom njezinog probijanja. Na slici 45. prikazani su izgledi istrošenih površina slikanih na stereomikroskopu na ispitnim uzorcima čiji je površina nemodificirana. Na slici 46. su prikazani ispitni uzorci nitrirani u solnoj kupci, a na slici 47. ispitni uzorci nitrirani u plazmi.



**Slika 44. Stereomikroskopske slike istrošenih površina nemodificiranih uzoraka nakon 300 okretaja**

- a) *Uzorak A0 povećanje – 7 puta*
- b) *Uzorak A0 povećanje – 20 puta*
- c) *Uzorak B0 povećanje – 7 puta*
- d) *Uzorak B0 povećanje – 20 puta*

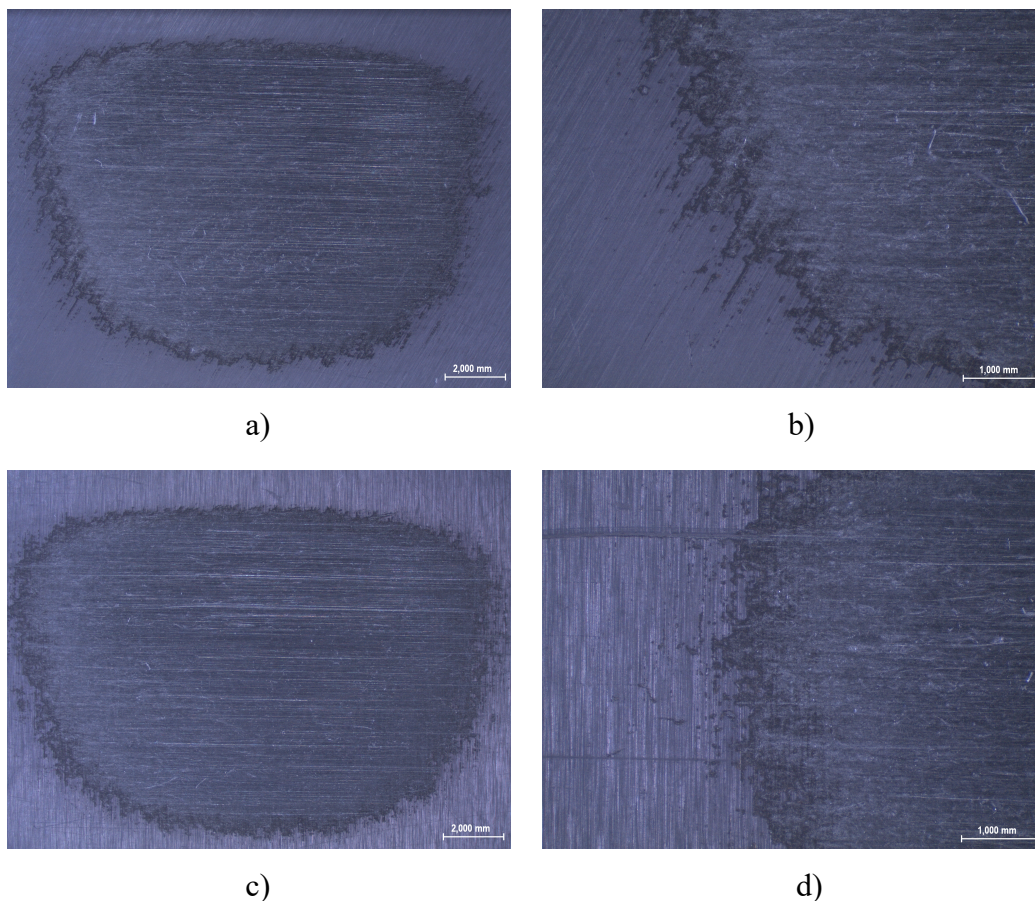




**Slika 45. Stereomikroskopske slike istrošenih površina uzoraka nitriranih u solnoj kupci nakon 300 okretaja**

- a) *Uzorak A1 povećanje – 7 puta*
- b) *Uzorak A1 povećanje – 20 puta*
- c) *Uzorak B1 povećanje – 7 puta*
- d) *Uzorak B1 povećanje – 20 puta*

Kao što je vidljivo na slikama 46. i 47. došlo je do trošenja ispitne površine. Sam izgled trošenih površina kod uzoraka s A1 i B1 sugerira da je došlo do naglog otpadanja trošenih čestica, probijanja zone spojeva, te trošenja difuzijske zone. Oko mjesta probijanja sloja prisutna je plastična deformacija, vidljive su brazde na ispitnoj površini, uzrokovane trošenjem zrnaca, te se može pretpostaviti da je trag trošenja pretežito kontinuirano nastavljen.



**Slika 46. Stereomikroskopske slike istrošenih površina uzoraka nitriranih u plazmi nakon 300 okretaja**

- a) Uzorak A1 povećanje – 7 puta*
- b) Uzorak A1 povećanje – 20 puta*
- c) Uzorak B1 povećanje – 7 puta*
- d) Uzorak B1 povećanje – 20 puta*

Kao i kod prethodnih uzoraka, došlo je do trošenja ispitne površine. Sam izgled trošenih površina kod uzoraka A2 i B2 u odnosu na uzorke A1 i B1, sugerira na manje trošenje ispitne površine. Brazde izazvane trošenjem, nisu toliko izražene te izgled same trošene površine jednoličniji je u odnosu na ispitne površine uzoraka A1 i B1. Oko mjesta probijanja sloja prisutna je plastična deformacija, a sam trag trošenja pretežito kontinuirano nastavljen.

## 7. ZAKLJUČAK

U radu su opisani postupci modificiranja površinski slojeva nitriranjem u solnim kupkama te nitriranjem u plazmi. Kao osnovni materijal koristio se konstrukcijski čelik 32CrMoV12-10, nabavljenog od dva različita proizvođača te su uzorci razvrstani u dvije skupine. U radu su ispitane tri skupine uzoraka: uzorci u nemodificiranom stanju, uzorci nitrirani u solnoj kupki te uzorci nitrirani u plazmi. Uzorcima se ispitivala efektivna dubina nitriranja, površinska tvrdoća te im je analizirana mikrostruktura na svjetlosnom mikroskopu prije nego što im je ispitana otpornost abrazijskom trošenju metodom "suhi pijesak/gumeni kotač". Nakon provedenog ispitivanja, tragovi trošenja su analizirani stereomikroskopijom.

Na temelju provedenih ispitivanja može se zaključiti sljedeće:

- Efektivna dubina nitriranja kod uzoraka nitriranih u solnoj kupci iznosi 218  $\mu\text{m}$ , a kod uzoraka nitriranih u plazmi iznosi 160  $\mu\text{m}$ , što je 36,25 % dublji nitridni sloj kod uzorak nitriranih u solnoj kupci. Površinska tvrdoća difuzijske zone pokazala se 8% većom kod uzoraka nitriranih u solnoj kupci.
- Debljina zone spojeva nije utjecala na otpornost abrazijskom trošenju jer su kod uzoraka s debljim slojem zone spojeva izgubile više na masi nego kod uzoraka s tanjim slojem.
- Usporedbom dvaju proizvođača čelika od kojih su uzorci nabavljen. Uzorci proizvođača B, u poboljšanom stanju te nitrirani u solnoj kupci pokazali su manji gubitak mase nakon ispitivanja otpornosti na abrazijsko trošenje.
- Usporedbom postupaka nitriranja, manji gubitak mase nakon ispitivanja otpornosti na abrazijsko trošenje pokazali su uzorci nitrirani u plazmi.
- Ispitni uzorci u poboljšanom stanju pokazali su manji gubitak mase nakon ispitivanja otpornosti na abrazijsko trošenje u odnosu na uzorke nitrirane u solnoj kupci i plazmi. Uzrok povećane poroznosti i debljine zone spojeva kod uzoraka nitriranih u solnoj kupci je predugo trajanje nitriranja. Kod postupka nitriranja u plazmi proizvedena je tanka i relativno krhka zona spojeva s manjom dubinom difuzijske zone u odnosu na nitriranje u solnoj kupci. Stoga se može zaključiti da su ovdje parametri postupaka nitriranja pokazali odlučujuće utjecajni na otpornost na abrazijsko trošenje.

Iako se je u ovom radu ispitivala otpornost na abrazijsko trošenje nitriranih slojeva, daljnja ispitivanja bi se trebala usmjeriti na proučavanje utjecaja drugih vrsta trošenja na trajnost nitriranih slojeva pošto su materijali tijekom eksploatacije izloženi različitim vrstama trošenja. Također je potrebno daljnja ispitivanja usmjeriti prema detaljnijem odabiru parametara postupaka nitriranja.

## LITERATURA

- [1] B. Matijević: Predavanja iz kolegija: „*Tribologija i inženjerstvo površina*“, FSB, Zagreb, 2016.
- [2] Kovačić S.; Doktorski rad, Sveučilište u Zagrebu, FSB, Zagreb, 2015.
- [3] Postupci modificiranja i prevlačenja površina, T. Filetin, K. Grilec, Hrvatsko društvo za materijale i tribologiju, Zagreb 2004.
- [4] ASM Handbook Volume 5, Surface Engineering, ASM International, 1994.
- [5] Dragomir Krumes; Površinske topliske obrade i inženjerstvo površina, Slavoski brod, 2004.
- [6] F. Cajner, D. Landek, S. Šolić: Karakterizacija nitrkoraburiranog sloja, MATRIB Vela Luka, 2006.
- [7] Mateša I.; Završni rad, Sveučilište u Zagrebu, FSB, Zagreb, 2017
- [8] B. Matijević: Predavanja iz kolegija „*Toplinska obrada*“, FSB, Zagreb, 2015.
- [9] Tufftride-/QPQ-Proces, Dr. Bošlet Joachim, Kreutz Michael, 2000.
- [10] ASM Handbook Volume 5, Surface Engineering, ASM International, 1994.
- [11] Kovačić: Vježba 4. Iz kolegija *Tribologija i inženjerstvo površina*“, FSB, Zagreb, 2015.
- [12] Thomas auf dem Brinke, Jurgen Crummenauer, Rainer Hans, Werner Ooppel; Plasma-Assisted Surface Treatment; 2006.
- [13] Compendium 2014, PLATIT, 54th edition, 2014., str. 40 – 41.
- [14] Babić D.; Diplomski rad, Sveučilište u Zagrebu, FSB, Zagreb, 2017.
- [15] Krešimir Grilec, Suzana Jakovljević; *Tribologija*, Autorizirana predavanja, 2015.
- [16] Alar Ž.; Doktorska disertacija, Sveučilište u Zagrebu, FSB, Zagreb, 2008.
- [17] G. Mršić, S. Žugaj: Analiza GSR čestica upotrebom elektronskog mikroskopa (SEM/EDX), Zagreb, 2007,
- [18] Čulina R.; Završni rad, Sveučilište u Zagrebu, FSB, Zagreb, 2018
- [19] Božić A.; Završni zadatak, Sveučilište u Zagrebu, FSB, Zagreb, 2013.
- [20] [https://ultrazvocnekopeli.si/index.php?route=product/product&product\\_id=52](https://ultrazvocnekopeli.si/index.php?route=product/product&product_id=52)

## PRILOZI

## Prilog 1. Rezultati ispitivanja otpornosti na abraziju nemodificiranih uzoraka

Oznaka uzorka	Masa i gubitak mase uzorka							
		0	50	100	150	200	250	300
A0	m,g	162,2550	162,2546	162,2537	162,2532	162,2525	162,2519	162,2507
		162,2507	162,2497	162,2489	162,2480	162,2476	162,2470	162,2461
	m <sub>sr.1</sub> ,g	0	0,0004	0,0009	0,0005	0,0007	0,0006	0,0012
		0	0,0010	0,0008	0,0009	0,0004	0,0006	0,0009
	$\Delta m_{sr}$ , g	0	0,0008	0,00085	0,0007	0,00055	0,0006	0,00105
$\Delta m_{cum1}$ , g	0	0,0008	0,00165	0,00235	0,0029	0,0035	<b>0,00455</b>	
B0	m,g	162,6215	162,6208	162,6200	162,6194	162,6190	162,6183	162,6178
		162,6178	162,6169	162,6163	162,6156	162,6146	162,6141	162,6133
	m <sub>sr.1</sub> ,g	0	0,0007	0,0008	0,0006	0,0004	0,0007	0,0005
		0	0,0009	0,0006	0,0007	0,0008	0,0007	0,0008
	$\Delta m_{sr}$ , g	0	0,0008	0,0007	0,00065	0,0006	0,0007	0,00065
$\Delta m_{cum1}$ , g	0	0,0008	0,0015	0,00215	0,00275	0,00345	<b>0,0041</b>	

## Prilog 2. Rezultati ispitivanja otpornosti na abraziju uzoraka nitriranih u solnoj kupci

Oznaka uzorka	Masa i gubitak mase uzorka							
		0	50	100	150	200	250	300
A1	m,g	161,6084	161,6046	161,6022	161,5994	161,5970	161,5951	161,5930
		161,5930	161,5905	161,5881	161,5864	161,5840	161,5831	161,5818
	m <sub>sr.1</sub> ,g	0	0,0038	0,0024	0,0028	0,0024	0,0019	0,0021
		0	0,0025	0,0024	0,0017	0,0024	0,0009	0,0013
	$\Delta m_{sr}$ , g	0	0,00315	0,0024	0,00225	0,0024	0,0014	0,0017
$\Delta m_{cum1}$ , g	0	0,00315	0,00555	0,0078	0,0102	0,0116	<b>0,0133</b>	
B1	m,g	162,3851	162,3833	162,3825	162,3816	162,3805	162,3798	162,3789
		162,3789	162,3772	162,3760	162,3752	162,3741	162,3734	162,3727
	m <sub>sr.1</sub> ,g	0	0,0018	0,0008	0,0009	0,0011	0,0007	0,0009
		0	0,0017	0,0012	0,0008	0,0011	0,0007	0,0007
	$\Delta m_{sr}$ , g	0	0,00175	0,0010	0,00085	0,0011	0,0007	0,0008
$\Delta m_{cum1}$ , g	0	0,00175	0,00275	0,0036	0,0047	0,0054	<b>0,0062</b>	

**Prilog 3. Rezultati ispitivanja otpornosti na abraziju plazmom nitriranih uzoraka**

Oznaka uzorka	Masa i gubitak mase uzorka							
		0	50	100	150	200	250	300
A2	m,g	161,4750	161,4749	161,4746	161,4735	161,4726	161,4712	161,4704
		161,4704	161,4696	161,4693	161,4685	161,4674	161,4663	161,4651
		161,4651	161,4650	161,4642	161,4628	161,4619	161,4597	161,4586
		161,4586	161,4580	161,4572	161,4567	161,4557	161,4553	161,4550
	m <sub>sr.1</sub> ,g	0	0,0001	0,0003	0,0011	0,0009	0,0014	0,0008
		0	0,0008	0,0003	0,0008	0,0011	0,00011	0,0012
		0	0,0001	0,0008	0,0014	0,0009	0,0022	0,0011
		0	0,0006	0,0008	0,0005	0,0010	0,0004	0,0003
	Δ m <sub>sr</sub> , g	0	0,0004	0,00055	0,00095	0,000975	0,001275	0,00085
	Δm <sub>cum1</sub> , g	0	0,0004	0,00095	0,0019	0,002875	0,00415	<b>0,0050</b>
B2	m,g	161,9250	161,9235	161,9226	161,9218	161,9211	161,9194	161,9185
		161,9185	161,9180	161,9170	161,9166	161,9155	161,9145	161,9140
		161,9130	161,9123	161,9118	161,9110	161,9090	161,9074	161,9063
		161,9063	161,9058	161,9047	161,9039	161,9030	161,9024	161,9020
	m <sub>sr.1</sub> ,g	0	0,0015	0,0009	0,0008	0,0007	0,0017	0,0009
		0	0,0005	0,0010	0,0004	0,0011	0,0010	0,0005
		0	0,0007	0,0005	0,0008	0,0020	0,0016	0,0011
		0	0,0005	0,0011	0,0008	0,0009	0,0006	0,0004
	Δ m <sub>sr</sub> , g	0	0,0008	0,000875	0,0007	0,001175	0,001225	0,000725
	Δm <sub>cum1</sub> , g	0	0,0008	0,001675	0,002375	0,00355	0,004775	<b>0,0055</b>