

Utjecaj naknadne oksidacije na korozijsku postojanost nitrokarburiranog čelika

Peharec, Ivan

Undergraduate thesis / Završni rad

2009

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:235:214143>

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

Download date / Datum preuzimanja: **2024-07-24**

Repository / Repozitorij:

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



Sveučilište u Zagrebu
Fakultet strojarstva i brodogradnje

ZAVRŠNI RAD

Voditelj rada:

Doc. dr. sc. Darko Landek

Ivan Peharec

Zagreb, 2009.

.SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE
Povjerenstvo za završne i diplomske radove
Studij:STROJARSTVO
Smjer:Proizvodno inženjerstvo

Sveučilište u Zagrebu Fakultet strojarstva i brodogradnje	
Datum	Prilog
Klasa	
Ur. Broj:	

Zagreb, 13.studeni 2008.

ZAVRŠNI ZADATAK

Student: **Ivan Peharec**

Mat. br. :0035146728

Naslov: **UTJECAJ NAKNADNE OKSIDACIJE NA KOROZIJSKU POSTOJANOST
NITROKARBURIRANOG ČELIKA**

Opis zadatka:

Postupkom nitrokarburiranja s naknadnom oksidacijom TENIFER QPQ, uz otpornost na trošenje adhezijom konstrukcijskim dijelovima i alatima, značajno se povisuje korozivna postojanost. Prema dostupnim podacima i rezultatima dosadašnjih istraživanja ,proizlazi da još nije u potpunosti istražen utjecaj parametara naknadne oksidacije na korozivnu postojanost čelika.

U teorijskom dijelu rada treba opisane su dosadašnje spoznaje o učincima naknadne oksidacije nitrokarburiranog čelina na svojstva površinskog sloja.Analizirati dosadašnje rezultate ispitivanja korozivne otpornosti nitrokarburiranog i naknadno oksidiranog čelika.

U eksperimentalnom dijelu rada planirati i provesti ispitivanje korozivne postojanosti metodom kvazi-potenciostatske polarizacije (odnosno metodom Tafelove ekstrapolacije).Snimanjem polarizacijskih krivulja odrediti korozivni potencijal i brzinu korozije u slanoj vodi.Na nitrokarburiranim ispitnim uzorcima s i bez naknadne oksidacije analizirati mikrostrukturu rubnog sloja svjetlosnom i elektronskom mikroskopijom.

Na osnovi provedenih ispitivanja procjeniti utjecaj parametara naknadne oksidacije na korozivnu postojanost čelika.

Zadatak zadan:
26.studenog 2008.

Krajnji rok predaje rada:
Studeni 2009

Zadatak zadao:

Predsjednik povjerenstva:

doc. dr. sc.Darko Landek

Prof.dr.sc. Franjo Cajner

<u>SADRŽAJ</u>	Stranica
SAŽETAK.....	V
POPIS SLIKA.....	VI
POPIS TABLICA.....	IX
POPIS OZNAKA.....	X
TEORIJSKI DIO.....	1
UVOD.....	2
2. POSTUPAK NITROKARBURIRANJA U SOLNOJ KUPCI S MAKNADNOM OKSIDACIJOM.....	3
3. SVOJSTVA NITROKARBURIRANOG RUBNOG SLOJA.....	9
3.1. Kemijski sastav rubnog sloja.....	9
3.2. Hrapavost površine.....	14
3.3. Struktura i debljina zone spojeva.....	15
3.4. Dubina difuzijske zone.....	19
3.5. Mehanička svojstva nitrokarburiranih dijelova.....	21
3.6. Tribološka svojstva nitrokarburiranog sloja.....	22
3.7. Korozijska svojstva nitrokarburiranig i naknadno oksidiranog sloja.....	24
4. KOROZIJSKA I MIKROSTRUKTURNA ISPITIVANJA SLOJA.....	27
4.1. Ispitivanje elektrokemijske korozije.....	27
4.1.1. Mjerenje mirujućeg potencijala E_{kor}.....	27
4.1.2. Metoda kvazi – potenciostatske ekstrapolacije.....	28
4.2. Mikrostrukturna ispitivanja.....	30
4.2.1. Priprema uzoraka za mikrostrukturna ispitivanja.....	30
4.2.2. Priprema metalografskih uzoraka.....	31

EKSPERIMENTALNI DIO.....	35
5. PRIPREMA POKUSA NITROKARBURIRANJA S I	
BEZ NAKNADNE OKSIDACIJE.....	36
5.1. Izrada ispitnih uzoraka.....	36
5.2. Plan pokusa.....	36
6. REZULTATI KOROZIJSKIH ISPITIVANJA I DISKUSIJA REZULTATA.....	38
6.1 Ispitivanje otpornosti na elektrokemijsku koroziju	
metodom linearne polarizacije.....	38
6.2. Ispitivanje otpornosti na elektrokemijsku koroziju	
metodom kvazi – potencijostatičke polarizacije.....	44
7. ANALIZE MIKROSTRUKTURE RUBNOG SLOJA.....	57
7.1. Analiza mikrostrukture svjetlosnom mikroskopijom.....	57
7.2. Analiza mikrostrukture elektronskom mikroskopijom.....	59
ZAKLJUČAK.....	61
LITERATURA.....	62
PRILOG.....	63

SAŽETAK

Iz dostupne literature opisani su uobičajeni postupci nitrokarburiranja s naknadnom oksidacijom, njihova primjena, prednosti i nedostaci. Opisane su metode ispitivanja korozijske postojanosti i prikazana su neka dosadašnja ispitivanja nitrokarburiranih i naknadno oksidiranih čelika.

U eksperimentalnom dijelu rada provedena su ispitivanja korozijske postojanosti metodom kvazi-potenciostatske polarizacije (odnosno metodom Tafelove ekstrapolacije). Snimanjem polarizacijskih krivulja određen je korozijski potencijal i brzina korozije u slanoj vodi čelika Ck45 nitrokarburiranog s i bez naknadne oksidacije u kupci AB1. Cilj rada bio je istražiti utjecaj različitih kombinacija temperature i trajanja oksidacije na korozijska svojstva nitrokarburiranog i naknadno oksidiranog čelika..

Metodom kvazi-potenciostatske polarizacije potvrđen je utjecaj parametara naknadne oksidacije na otpornost koroziji te su predloženi optimalni parametri naknadne oksidacije u postupku Tenifer QPQ.

POPIS SLIKA	Stranica
Slika 1. Pregled postupaka nitrokarburiranja [2].....	3
Slika 2. Prikaz osnovnih kemijskih reakcija u solnoj kupci TF1 [3].....	4
Slika 3. Dijagram postupka TENIFER i TENIFER QPQ [4].....	3
Slika 4. Shematski prikaz postrojenja [3].....	6
Slika 5. Automatizirano postrojenje [5].....	7
Slika 6. Solna kupka za nitrokarburiranje sa sitom za automatizirano filtriranje rastaljene soli [3].....	8
Slika 7. Dijagram stanja željezo – dušik [7].....	9
Slika 8. Struktura zone spojeva i jedinične ćelije nitrida [6].....	10
Slika 9. Rezultati rendgenske difrakcije.....	11
Slika 10. EDX analiza rubnih slojeva nakon nitrokarburiranja čelika C 45 postupkom TENIFER [9].....	13
Slika 11. Shematski prikaz određivanja parametara hrapavosti površine [10].....	14
Slika 12. Vrijednosti parametara hrapavosti površine (Rmax,Ra)ispitnih uzoraka od čelika Ck45 [10].....	14
Slika 13. Debljina zone spojeva nakon nitrokarburiranja u solnoj kupci TF1 [5].....	15
Slika 14. Ovisnost debljine zone spojeva o temperaturi nitrokarburiranja u solnoj kupci TF1[5].....	15
Slika 15. Onečišćenja u čeliku koja vode do grešaka u stvaranju nitrokarburiranog sloja,te uzrokuju pukotine i koroziju [13].....	16
Slika 16. Valovitost rubova [13].....	16
Slika 17. Pukotine u prevlaci [13].....	17
Slika 18. Zone spoja s malom (a) i velikom (b)poroznošća [13].....	17
Slika 19. Pojavni oblici poroznosti zone spojeva [13].....	18
Slika 20. Ovisnost poroznosti zone spojeva o čistoći solne kupke[3].....	18
Slika 21. Ovisnost ukupne dubine o vremenu trajanja nitrokarburiranja u solnoj kupci TF1za različite vrste čelika [12].....	19

Slika 22. Efektivna dubina nitrokarburiranja (Nht) za različite vrste čelika trajanja[1].....	20
Slika 23. Tvrdća rubnih slojeva dobivenih različitim postupcima modificiranja i prevlaćenjapovršina[5].....	21
Slika 24. Raspored tvrdoće u difuzijskoj zoni čelikaC45nakonpostupka nitrokarburiranja u solnoj kupki sa i bez naknadne oksidacije [10].....	22
Slika 25. Promjena faktora trenja s putem trošenja ispitnog uzorka od čelika C45,nitrokarburiranog postupkom TENIFER Q i TENIFER QPQ[10].....	23
Slika 26. Korozijska postijanost ispitnih uzoraka od čelika C45 obrađenih različitim postupcima modificiranja i prevlaćenja površina (ispitivano prema testu SS DIN 50021) [14].....	24
Slika 27. Korozijska postojanost u slanoj magli po DIN 50021 galvanski nanošenih slojeva u odnosu na sloj dobiven postupkom TENIFER QPQ [12].....	25
Slika 28. Fotografije korozije površine ispitnih uzoraka od čelika C45 nakon SS testa u trajanju od 96 sati [14].....	25
Slika 29. Korozijska postojanost čeličnih uzoraka od čelika C45 obrađenih tvrdim kromiranjem i TENIFER QPQ postupkom(ispitivano prema CASS testu DIN 50021 [14].....	26
Slika 30. Standardna zasićena kalomel elektroda za određivanje elektrodnog potencijala [15].....	27
Slika 31. Određivanje gustoće korozijske struje Tafelovom ekstrapolacijom [16]	29
Slika 32. Shematski prikaz pripreme uzoraka za mikrostrukturnu analizu [11].....	31
Slika 33. Pripremanje uzoraka za metalografsku analizu:a)umetanje uzorka u kalup s polimernom masom,b)Uzorak metala u očvrstnutoj polimernoj masi pripremljen za brušenje i poliranje c)različiti uzorci metala za analizu [11].....	32
Slika 34.a Poliranje uzoraka na brusnom papiru [11].....	33
Slika 34.b Uređaj za završno fino poliranje istovremeno više uzoraka [11]	33
Slika 35 . Shematski prikaz utjecaja kemijskog nagrivanja metalnog uzorka na refleksiju upadnog snopa u svjetlosnom mikroskopu [11].....	34
Slika 36. Oblik i dimenzije ispitnih uzoraka od čelika Ck 45 za ispitivanje uzoraka naknadne oksidacije nitrokarburiranog čelika.....	36
Slika 37. Dijagram plana pokusa.....	37
Slika 38. Standardna ćelija za ispitivanje elektrokemijske korozije.....	38
Slika 39. Sastavni dijelovi radne elektrode.....	39

Slika 40. Utjecaj parametara naknadne oksidacije nitrokarburiranih uzoraka postupkom Tenifer na električni potencijal pri ispitivanju korozijske postojanosti.....	41
Slika 41. Utjecaj parametara naknadne oksidacije (temperature i vremena držanja u oksidativnoj kupki AB1) nitrokarburiranih uzoraka postupkom Tenifer (pri 580 °C/2h –ohlađeno u kupki AB1 pri 390 °C/15 min, ohlađeno u vodi i polirano) na električni potencijal pri ispitivanju korozijske postojanosti.....	42
Slika 42. Utjecaj parametara naknadne oksidacije (temperature i vremena držanja u oksidativnoj kupki AB1) nitrokarburiranih uzoraka postupkom Tenifer na gustoću korozijske struje.....	43
Slika 43. Prikaz Tafelovih krivulja dvaju ispitnih uzoraka.....	45
Slika 44. Prikaz Tafelovih krivulja za različite temperature i vrijeme držanja u kupci AB1.....	46
Slika 45. Utjecaj parametara naknadne oksidacije (temperature i vremena držanja u oksidativnoj kupki AB1) nitrokarburiranih uzoraka postupkom Tenifer na gustoću korozijske struje.....	47
Slika 46. Utjecaj parametara naknadne oksidacije (temperature i vremena držanja u oksidativnoj kupki AB1) nitrokarburiranih uzoraka . postupkom Tenifer brzinu korozije.....	48
Slika 47. Zbirni prikaz krivulja Tafelove Ekstrapolacije.....	50
Slika 48. Uzorci koji su izloženi postupku naknadne oksidacije u vremenu od 15 min.....	51
Slika 49. Uzorci koji su izloženi postupku naknadne oksidacije u vremenu od 30 min.....	52
Slika 50. Uzorci koji su izloženi postupku naknadne oksidacije u vremenu od 45 min.....	53
Slika 51. Uzorci koji su izloženi postupku naknadne oksidacije pri temperaturi 340°C.....	54
Slika 52. Uzorci koji su izloženi postupku naknadne oksidacije pri temperaturi 390°C.....	55
Slika 53. Uzorci koji su izloženi postupku naknadne oksidacije pri temperaturi 420°C.....	56
Slika 54. Rezultati svjetlosne mikroskopije.....	57
Slika 55. Svjetlosna mikroskopija uzoraka.....	58
Slika 56. Snimke elektronske mikroskopije (povećanje 1000 x).....	59
Slika 57. Snimke elektronske mikroskopije (povećanje 3500 x).....	60

POPIS TABLICA	Stranica
Tablica 1: Svojstva nitrida željeza i legirnih elemenata [7].....	12
Tablica 2. Kemijski sastav čelika.....	36
Tablica 3. Radni parametri za toplinsku obradu ispitnih uzoraka čelika CK45.....	37
Tablica 4. Rezultati ispitivanja korozijskog potencijala.....	40
Tablica 5. Rezultati ispitivanja elektrokemijske korozije kvazi – potenciostatske ekstrapolacije.....	44

POPIS OZNAKA

Oznaka	Mjerna jedinica	Naziv
A_1	$^{\circ}\text{C}$	eutektoidna temperatura
F	N	silna
E_{kor}	mV	korozijski potencijal
I_{kor}	$\mu\text{A}/\text{cm}^2$	gustoća korozijske struje
HV		tvrdoća po Vickersu
Nht	μm	efektivna dubina nitriranja
$R_a:R_z:R_{\text{max}}$	μm	parametri hrapavosti
S	mm^2	ploština površine
T	h	vrijeme
V_{kor}	mm/god	brzina korozije
β_a, β_k	vdek^{-1}	Tafelove konstante
γ'		željezni nitrid Fe_4N
ϵ'		željezni nitrid Fe_{2-3}N
ξ		željezni nitrid Fe_2N
μ		faktor trenja

IZJAVA

Izjavljujem da sam ovaj rad radio samostalno uz stručnu pomoć voditelja rada dr.sc.D. Landeka i da sam pri tome koristio navedenu literaturu.

Koristim ovu priliku da se zahvalim dr.sc D. Landeku kao i doc.dr.sc. V. Alar koji su mi svojom stručnošću i korektnim odnosom uvelike pomogli u ostvarenju ovog završnog rada.

Zahvaljujem se svojoj obitelji na velikoj podršci i razumijevanju koje su mi pružili tijekom studiranja.

TEORIJSKI DIO

1.UVOD

Strojni dijelovi su vrlo često u eksploataciji izloženi različitim mehaničkim opterećenjima, trošenju i koroziji. Za takve dijelove već zadnja dva desetljeća se koristi postupak nitrokarburiranja, sa i bez naknadne oksidacije, te je postao uobičajeni postupak obrade strojnih dijelova .

Jedan od jednostavnijih i postupaka nitrokarburiranja je nitrokarburiranje u solnoj kupci, postupkom TENIFER*(odnosno postupkom Melonite). Nakon nitriranja dijelovi mogu ići u eksploataciju ili se može primjeniti postupak poliranja i naknadne oksidacije (TENIFER QPQ) kojim se dodatno povećava otpornost na koroziju i trošenje.

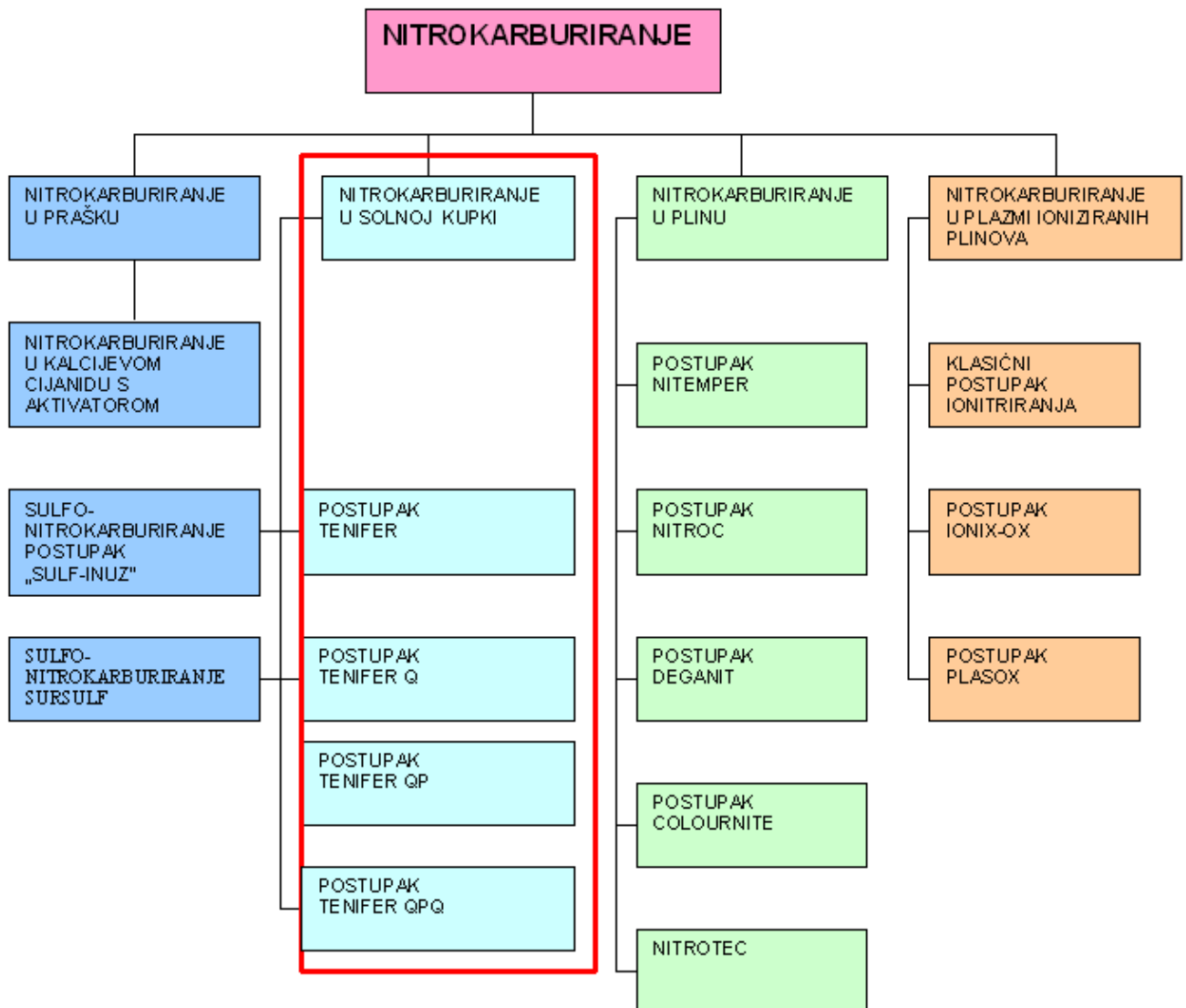
Postupak nitrokarburiranja zamjenjuje u praksi druge postupke površinske obrade kao što su npr. cementiranje ili tvrdo kromiranje pa se tako za ista ili bolja svojstva površine,postiče bolja ekonomičnost. Postupak TENIFER QPQ se najčešće koristi za obradu strojnih dijelova kao što su : dijelovi hidrauličkih komponenti (klipovi, klipnjače), koljenasta vratila i sl. , te dijelove alata za topli rad, tlačni lijev aluminijskih legura, alata za prešanje polimera i sl.

U radu će se opisati provedba i parametri postupka nitriranja s naknadnom oksidacijom. Planirati će se i provesti naknadna oksidacija nitrokarburiranih ispitnih uzoraka s kombinacijom tri različite temperature i vremena naknadne oksidacije. Analizirat će se struktura i sastav rubnog sloja,te ispitati utjecaj parametara naknadne oksidacije na korozijsku postojanost nitriranog sloja.

*Tenifer QPQ je patentirani postupak nitrokarburiranja tvrtke Degusa, a QPQ znači Quench Polish Quench što označava postupak hlađenja i oksidacije u solnoj kupci AB1, poliranje i naknadnu oksidaciju u solnoj kupci AB1

2. POSTUPAK NITROKARBURIRANJA U SOLNOJ KUPCI S NAKNADNOM OKSIDACIJOM

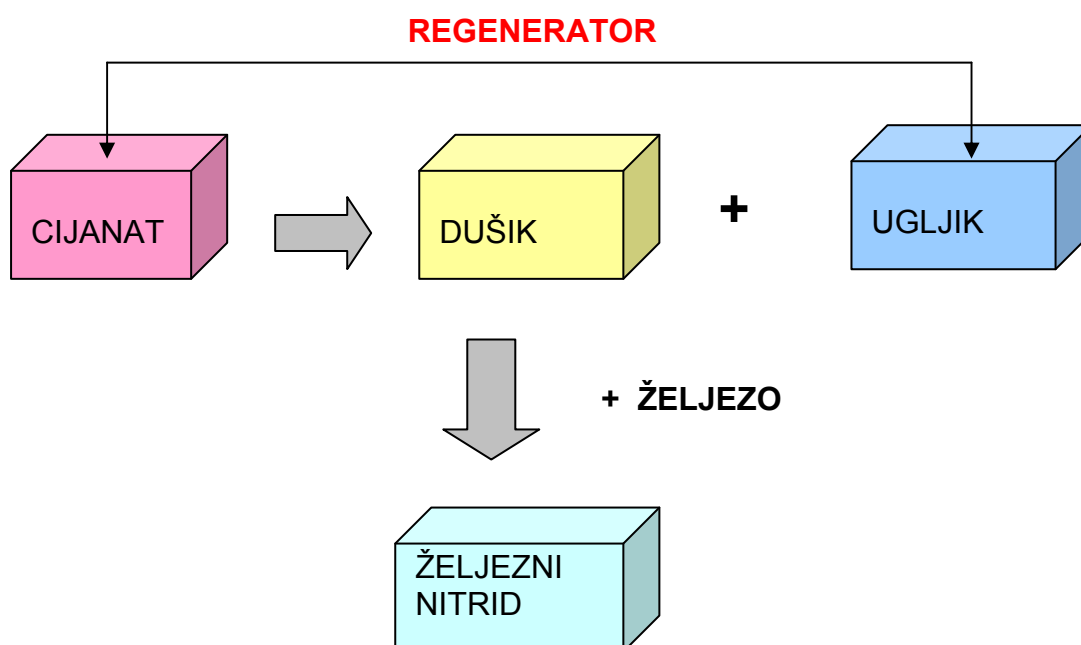
Postoji niz postupaka nitriranja i nitrokarburiranja u plinovima, solnim kupkama i ioniziranim plinovima. (Slika 1) Svaki od navedenih postupaka daje konkretna svojstva i strukturu rubnog sloja. Od niza postupaka opisat će se i provesti ispitivanja na procesu nitrokarburiranja u solnoj kupci (Tenifer QPQ).



Slika 1. Pregled postupaka nitrokarburiranja [2]

Postupak Tenifer QPQ je nitrokarburiranja u solnoj kupki s naknadnom oksidacijom. Uobičajeno je poznat pod nazivom Tuffride QPQ, dok je u SAD-u ovaj postupak poznat pod nazivom Melonite QPQ.

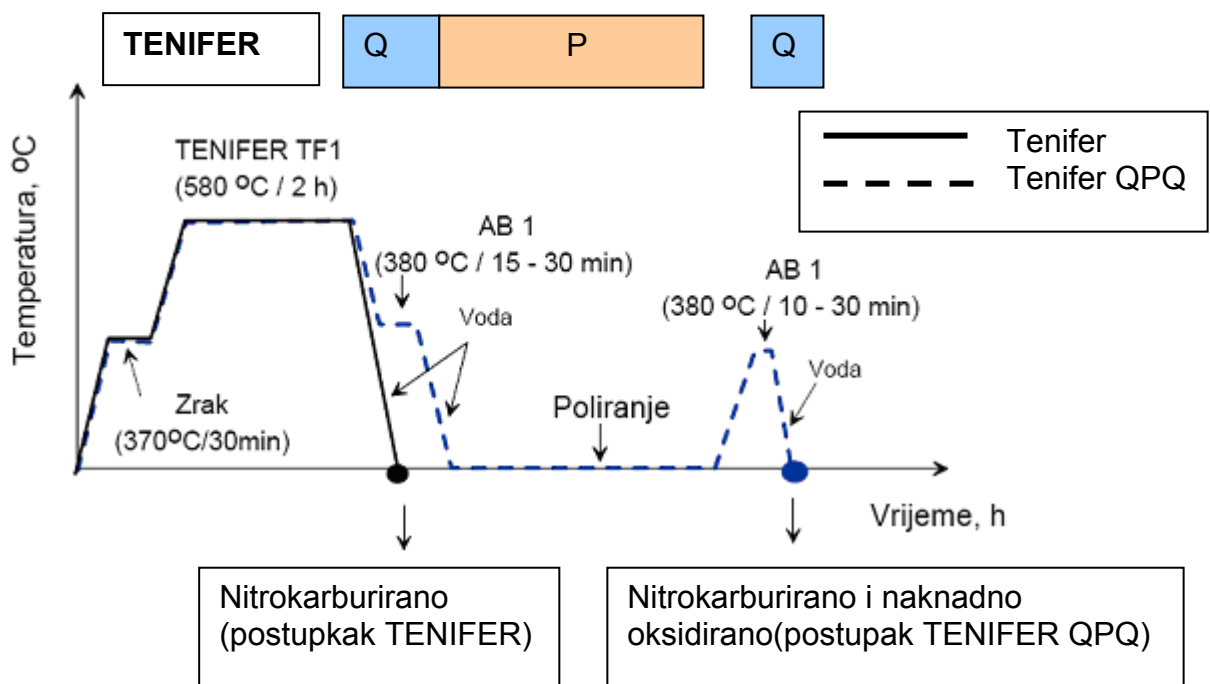
Postupak nitrokarburiranja u solnoj kupki je jednostavan za provedbu zato jer je potrebno nadzirati samo tri parametra: temperaturu, vrijeme obrade i sastav solne kupke. Solna kupka TF1 u kojoj se provodi nitrokarburiranje sadrži alkalijeve cijanate ($\text{Na}_2\text{O}_3/\text{K}_2\text{CO}_3$) i karbonate ($\text{NaOCN} / \text{KOCN}$). Udio cijanata u solnoj kupki treba biti oko 38 % CNO. Tijekom postupka nitrokarburiranja 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 kao što je prikazano na slici2. Dodavanje sintetičkog regeneratora REG1 koji sadrži ugljik, dušik i vodik ponovno se uspostavlja optimalna aktivnost kupke TF1 tvoreći aktivne nitridne konstituente. Što se više smanjuje udio ugljika time se povećava udio cijanida u kupki. Sama po sebi kupka TF1 nije otrovna te nisu potrebne sigurnosne mjere prilikom skladištenja.



Slika 2. Prikaz osnovnih kemijskih reakcija u solnoj kupki TF1 [3]

Postupak nitrokarburiranja se sastoji od nekoliko faza. (Slika 3) Prva faza je predgrijavanje na zraku pri temperaturi 350 – 400 °C u vremenu trajanja od 30 minuta. Zatim slijedi nitrokarburiranje u solnoj kupki TF1 pri temperaturi 580 °C u vremenu trajanja od dva sata i zatim ohlađivanje obratka u oksidativnoj kupki AB1 pri temperaturi 380 °C. Kupka AB1 osim što hladi obradak, ima i niz drugih prednosti kao što su:

- a) oksidacijsko djelovanje pri čemu nastaje crni željezni oksidni sloj (magnetit)
- b) pozitivan utjecaj na dimenzijsku stabilnost (mala mogućnost da dođe do pucanja)



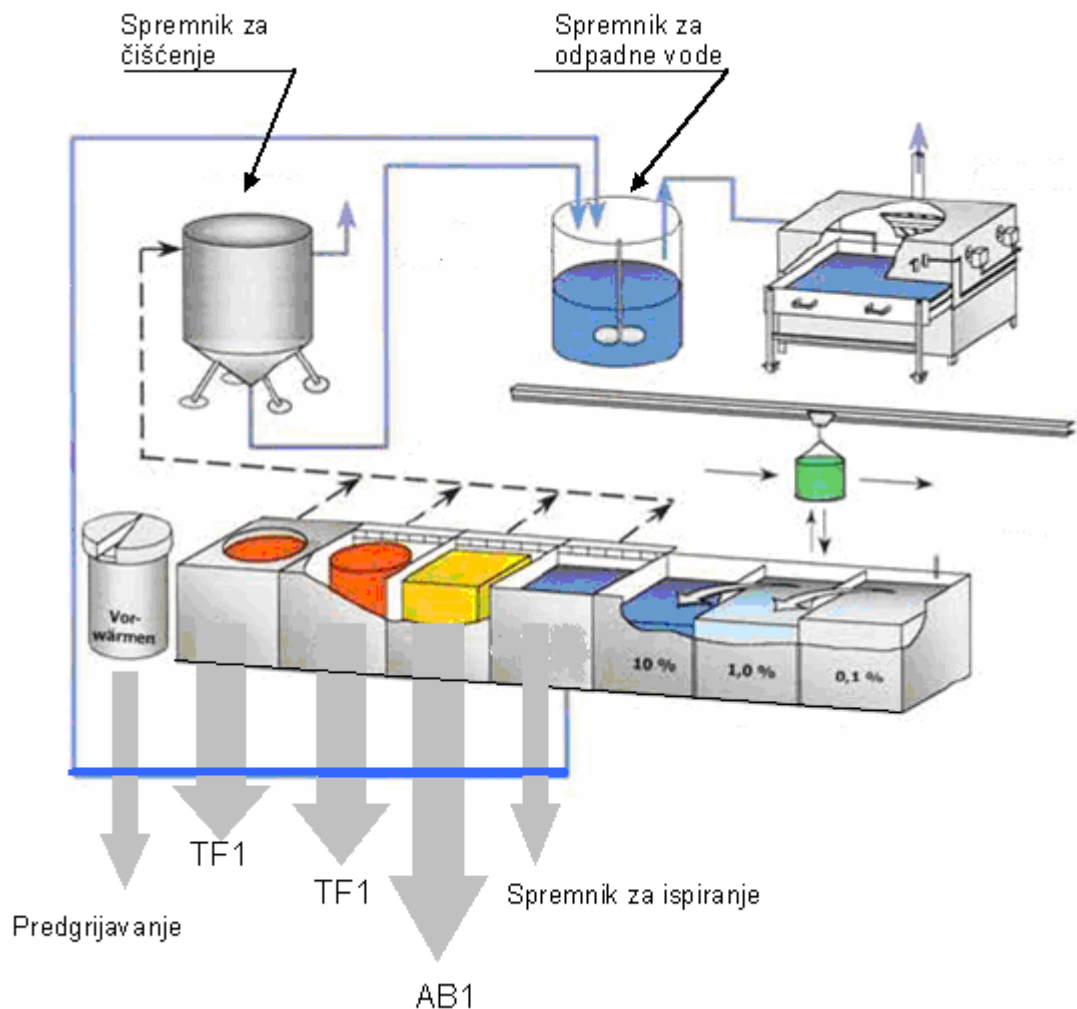
Slika 3. Dijagram postupka TENIFER i TENIFER QPQ [4]

Vrijeme trajanja hlađenja ovisi o dimenzijama obratka te uglavnom iznosi 15 – 30 minuta (kako bi se izjednačila temperatura površine i jezgre). Nakon što se obradak ohladi na sobnu temperaturu (u vodi ili na zraku) ispiru se u toploj vodi kako bi se uklonili eventualni ostaci soli. Ako se postupak provodi samo do ovog stadija naziva se Tenifer Q ili Melonite Q proces, a nastali sloj se sastoji od zone spojeva, difuzijske zone i od oksidnog sloja Fe_3O_4 . U trećoj fazi slijedi poliranje obratka koje se izvodi upotrebom brusnog papira kojim se skida 2 – 3 μm površinskog poroznog sloja.

Prilikom poliranja treba paziti da se ne odstrani previše kako se nebi narušila postojanost zone spojeva. Tako pripremljen obradak ima manju hrapavost površine i niži koeficijent trenja. Ovaj stadij se zove Tenifer QP proces ili Melonite QP proces.

Nakon poliranja slijedi treća faza kada se obradak ponovno uranja u oksidativno kupku AB1 na temperaturi 380 °C u vremenu trajanju od 10 – 30 minuta s ciljem povišenja korozijske

postojanosti. Na kraju postupka obratci imaju lijepu tamno plavu boju. Ovaj stadij se zove Tenifer QPQ ili Melonite QPQ. Postupak završnog uranjanja u oksidativnu kupku AB1 moguće je ponoviti više puta čime se postiže dodatno povećanje korozijske postojanosti. Izvedbu postrojenja za nitrokarburiranje s i bez naknadne oksidacije prikazuju slike 4 i 5. Solne kupke TF1, AB1 i kupke za čišćenje postavljene su u niz i između njih je izveden automatizirani transport šarže s ovijesnim granikom.

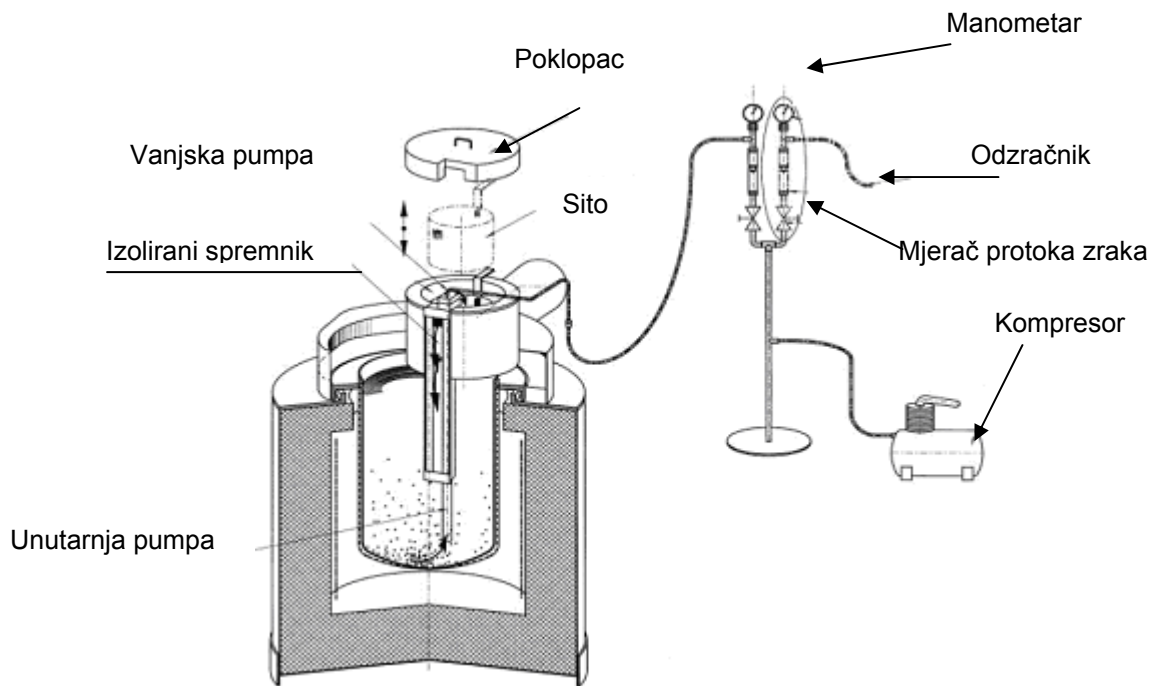


Slika 4. Shematski prikaz postrojenja za nitrokarburiranje s naknadnom oksidacijom u solnim kupkama (TENIFER QPQ) [3]



Slika 5. Automatizirano postrojenje za nitrokarburiranje s naknadnom oksidacijom u solnim kupkama (TENIFER QPQ) [5]

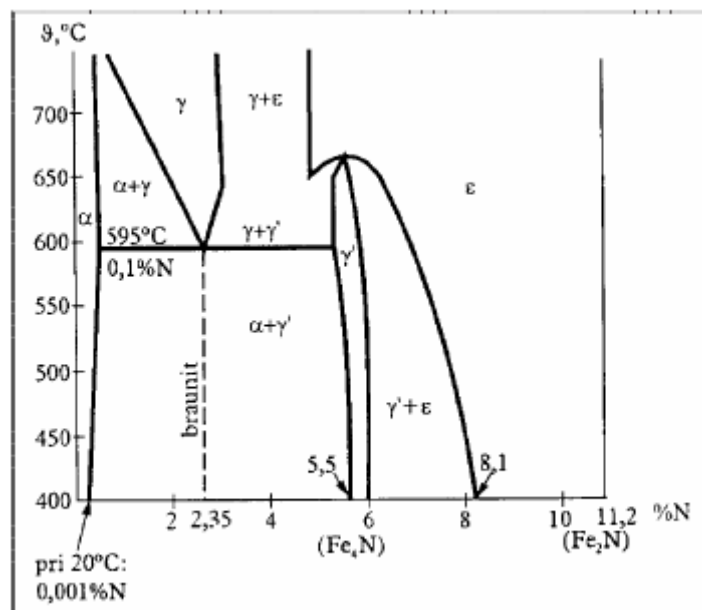
Na slici 6 prikazana je suvremena izvedba kupke za nitrokarburiranje sa sitom za filtriranje rastaljene soli. U odnosu na klasičnu kupku za nitrokarburiranje, kod koje se oksidi i nečistoće iz kupke uklanjaju ručno, kod ovakvog automatiziranog čišćenja soli postiže se zona spojeva s minimalnom poroznošću ili praktički bez poroznosti.



Slika 6. Solna kupka za nitrokarburiranje sa sitom za automatizirano filtriranje rastaljene soli [3]

3. SVOJSTVA NITROKARBURIRANOG RUBNOG SLOJA

Nakon nitrokarburiranja postiže se znatno povišenje otpornosti na trošenje (naročito u uvjetima adhezijskog trošenja), povišenje površinske tvrdoće, dinamičke izdržljivosti, postojanosti prema povišenim temperaturama i uz povišenje otpornosti na koroziju uz minimalne deformacije. Difuzijska zona je manje otporna na trošenje u usporedbi s zonom spoja ali difuzijska zona još uvijek posjeduje relativno dobru otpornost na trošenje u odnosu na jezgru (osnovni materijal).

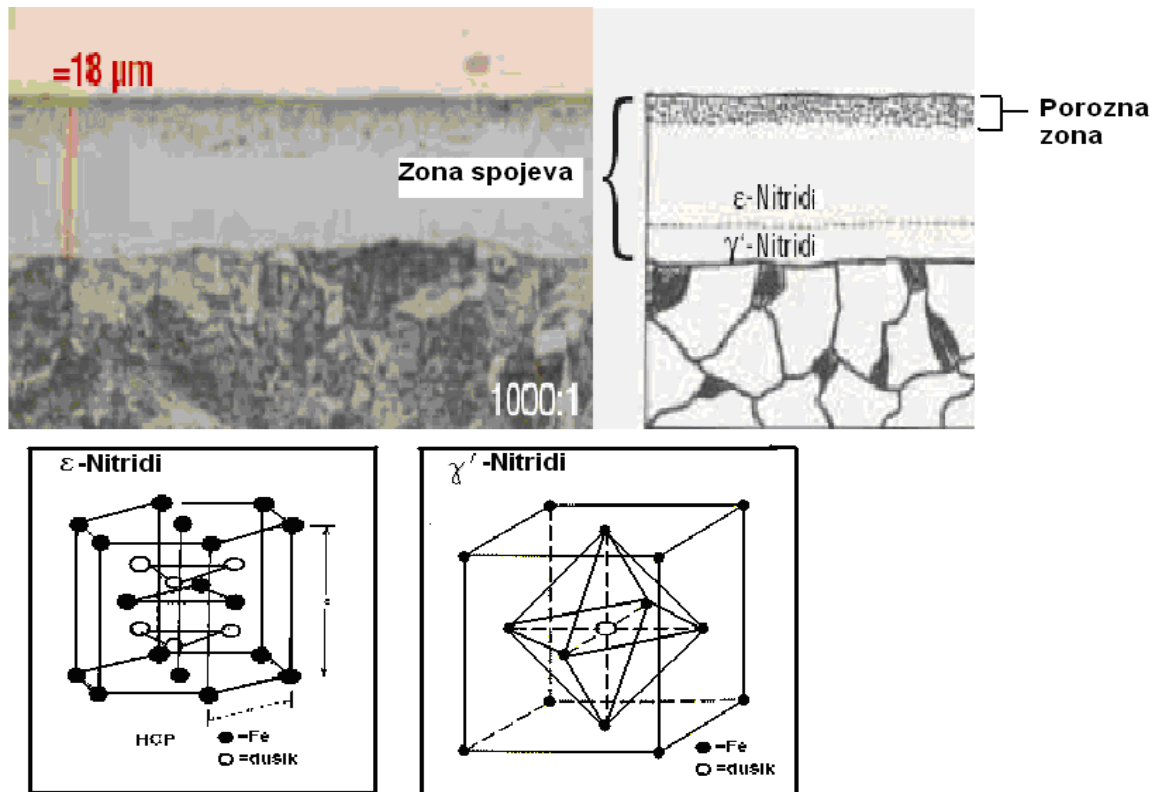


Slika 7. Dijagram stanja željezo – dušik [7]

3.1. Kemijski sastav rubnog sloja

Postupak nitrokarburiranja u solnoj kupci se provodi pri temperaturama 560 i 580 °C uz difuziju ugljika i dušika iz kupke u čelik. Nitrokarburirani se mogu dijelovi od čelika kao i od željeznih lijevova. Jednom kada dušik dostigne granicu topivosti u feritu. Sloj koji tada nastaje zovemo zona spoja ili eng. Compound layer. Nazivamo ga još i „bijeli sloj“ čije je ime dobio po pogledu ispod optičkog mikroskopa. Na slici 7 prikazan je dijagram stanja željezo – dušik. Iz njega su osim granice topivosti dušika u željezu uočljivi i kemijski spojevi željeza i dušika – nitridi (ϵ i γ' nitridi). Kada bi temperatura pri kojoj dušik difundira u površinu bila iznad A_1 temperature, atomi dušika bi preintenzivno difundirali u FCC kristalnu rešetku nakupljajući se u površinskom spoju, što bi dovelo do velike krhkosti sloja.

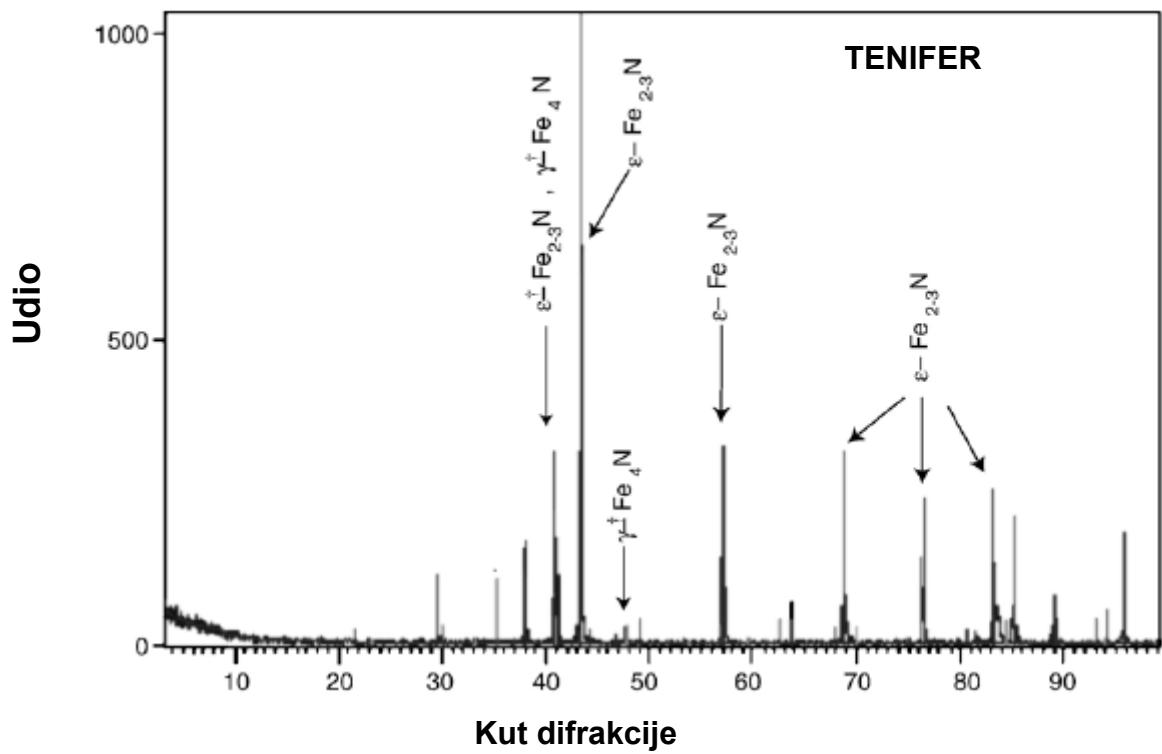
Strukturu zone spojeva jedinične ćelije nitrida prikazuje slika 8. Prema dijagramu stanja (slika 7) u zoni spojeva mogu nastati:



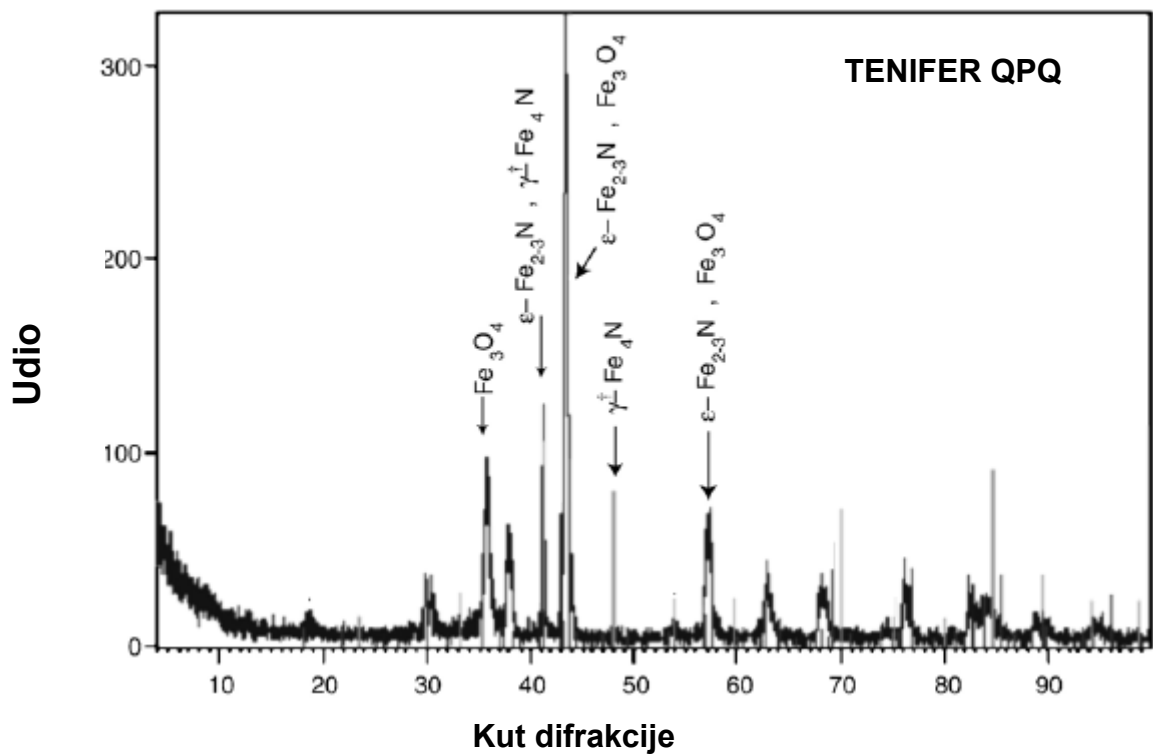
Slika 8. Struktura zone spojeva i jedinične ćelije nitrida [6]

- γ' - faza (Fe_4N) - nitridi s FCC rešetkom koji sadrže 5,7 – 6,1 % N
- ε - faza (Fe_{2-3}N) - nitridi s HCP rešetkom koji sadrže 7,8 – 11,3 % N
- ξ - faza (Fe_2N) - nitridi s ortorombsku rešetku koji sadrže 11,1 – 11,35 % N

Uobičajeno se zona spojeva nakon nitrokarburiranja u solnoj kupci TF1 sastoji se od $\varepsilon + \gamma'$ nitrida. Po kemijskom sastavu ε -faza je (Fe_3N ili Fe_2N), a γ' -nitridi Fe_4N . Također mogu biti prisutni oksidi željezo Fe_2O_3 , Fe_2O_4 i karbonitridi. Debljina zone spojeva iznosi najviše do 20 μm . Najbolja otpornost na trošenje je zapažena kod slojeva koji se pretežno sastoje od ε -faze Fe_3N . Na slici 9 prikazani su rendgenogrami zone spojeva nakon nitrokarburiranja s i bez naknadne oksidacije. Iz njih je uočljiva prisutnost željeznih oksida nakon nitrokarburiranja s naknadnom oksidacijom.



a) Rezultati rendgenske difrakcije TENIFER postupka [9]



b) Rezultati rendgenske difrakcije TENIFER QPQpostupka [9]

Slika 9. Rezultati rendgenske difrakcije

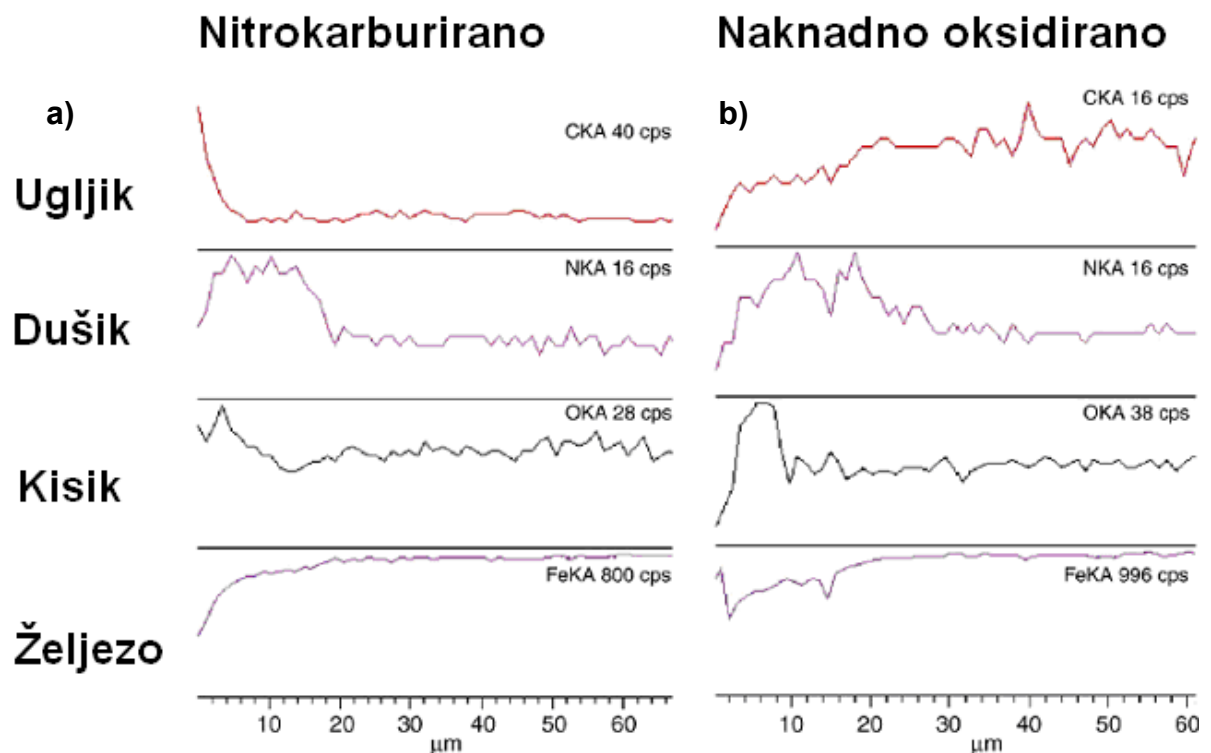
Difuzijska zona nalazi se u površinskoj zoni i sadrži kemijske elemente dušik, ugljik, kisik u čvrstom ili djelomično precipitiranom stanju, dovedene u materijal tijekom nitrokarburiranja. Debljina difuzijske zone ovisi o topivosti dušika u kristalnoj rešetci α - željeza. Topivost je ovisna o temperaturi nitrokarburiranja, a maksimalno može iznositi 0,1 % N. (slika 1). Strukturu difuzijske zone čine α mješanci, γ -željezni nitridi, te karbidi i karbonitridi. U tablici 1 prikazana su osnovna fizikalna svojstva nitrida željeza i nitrida legiranih elemenata.

Tablica 1:Svojstva nitrida željeza i legiranih elemenata [7]

Tvar	Relativna molekularna masa	Talište (°C)	Gustoća (kg/m ³) pri 0°C
BN	24,82	2730 s	2255
AlN	40,99	2200 (4bar)	3050
CrN	66,00	1500	-
Fe ₂ N	125,70	200	6350
Fe ₄ N	237,39	-	6570
NbN	106,91	2050	8260
TaN	194,95	3360	14100
TiN	61,91	3220	5190
VN	64,95	2320	5630

Postotak ϵ i γ -nitrida ovisi o sadržaju ugljika u čeliku. Veći sadržaj ugljika potiče stvaranje ϵ - željeznih nitrida, a niži sadržaj ugljika povećava udio γ -nitrida. Raspoznavanje ϵ i γ -nitrida pod optičkim mikroskopom moguće je samo koristeći složene metode nagrizanja metala. Tek nakon zagrijavanja priprema na temperaturu 200 – 400 °C, u trajanju od 15-30 minuta, dušik u čvrstoj otopini izlučuje se u obliku γ -nitridnih iglica. Te nitridne iglice mogu se nagristi otopinom i tek onda difuzijska zona postane vidljiva i može se izmjeriti njezina ukupna dubina. Točna analiza sastava moguća je samo provođenjem rendgenske difrakcije. Tvrdoća nitrokarburiranog sloja ugljičnog čelika je 300 – 400 HV, a legiranog čelika 700HV do 1000 HV.

Rendgenskom energijskidisperzivom analizom (tzn. analizom EDX) moguće je izmjeriti udio dušika, ugljika i kisika u rubnom sloju. Slika 10 prikazuje rezultate analize nitrokarburiranog, te nitrokarburiranog i naknadno oksidiranog čelika C45.



- a) TENIFER TF1 580°C/2h/hlađeno u vodi
 b) TENIFER TF1 580°C/2h
 + naknadno oksidirano u slanoj kupci AB1 350°C/10min
 + hlađeno u vodi

Slika 10. EDX analiza rubnih slojeva nakon nitrokarburiranja čelika C 45 postupkom TENIFER [9]

Iz slike 10 se vidi da se kod nitrokarburiranja sadržaj dušika i ugljika konstantno smanjuje od ruba prema jezgri. Kod naknadno oksidiranih dijelova povećan udio kisika je zapažen u prvih 6 μm rubnog sloja, tj. u poroznom dijelu zone spojeva.

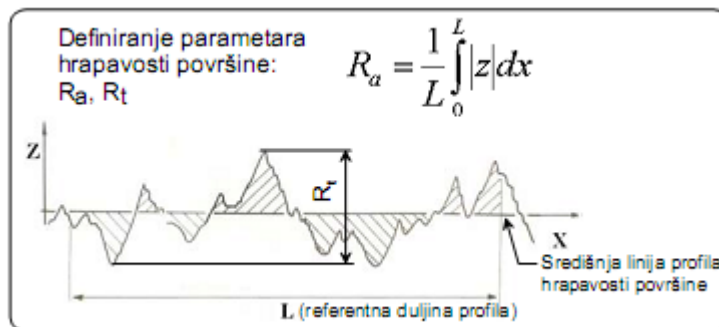
3.2. Hrapavost površine

Hrapavost i topografija površine bitna susvojtva sa aspekta trenja i trošenja, ali i korozije. Različitim elektro – mehanički uređajima sa ticalom ispituje se profil površine na zadanoj referentnoj duljini. Pri tome se može mjeriti niz tzv. horizontalnih i vertikalnih parametara. Najčešće se određuju dva (vertikalna) parametra.

R_t – najveća visina neravnina , μm

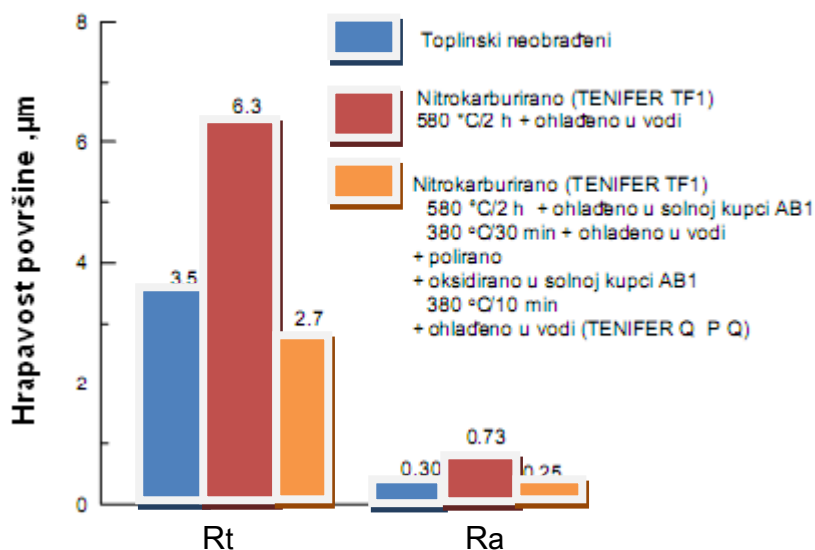
R_a – srednja aritmetička udaljenost profila, μm

Definicije ovih parametara prikazane su na slici 11



Slika 11. Shematski prikaz određivanja parametara hrapavosti površine [10]

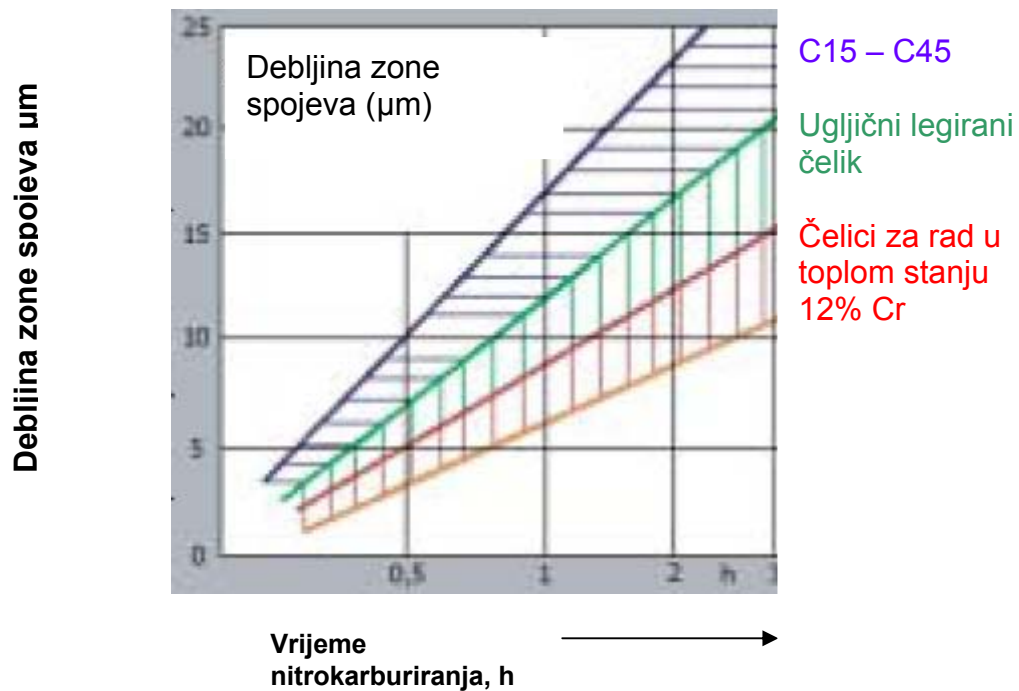
Nitrokarburiranjem se hrapavost površine povećava zbog stvaranja zone spojeva (slika). Ako se obratci nitrokarburiraju i naknadno oksidiraju (npr. Tenifer QPQ postupak) hrapavost se zbog međusobnog poliranja značajno smanjuje u odnosu na nitrokarburirano stanje. Naknadna oksidacija u solnoj kupki AB1 ne utječe na hrapavost površine kako se vidi iz slike 12.



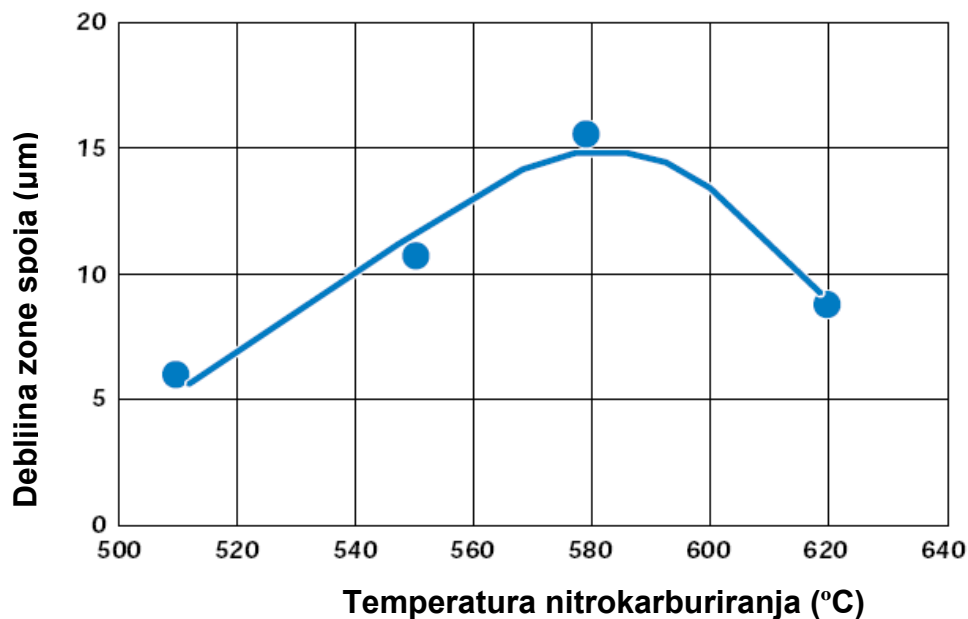
Slika 12. Vrijednosti parametara hrapavosti površine (R_{max} , R_a) ispitnih uzoraka od čelika Ck45 [10]

3.3. Struktura i debljina zone spojeva

Postiziva debljina zone spojeva ovisno o vrsti čelika i trajanju postupka prikazane su na slici 13 i 14 iz kojih je vidljivo da se kod legiranih čelika stvaraju tanje zone spojeva jer je kod njih otežana difuzija atoma željeza i legiranih elemenata u rubnom sloju. Uobičajena dubina zone spojeva je do 20 μm , a optimalna temperatura solne kupke TF1 je 580°C.



Slika 13. Debljina zone spojeva nakon nitrokarburiranja u solnoj kupci TF1 [5]



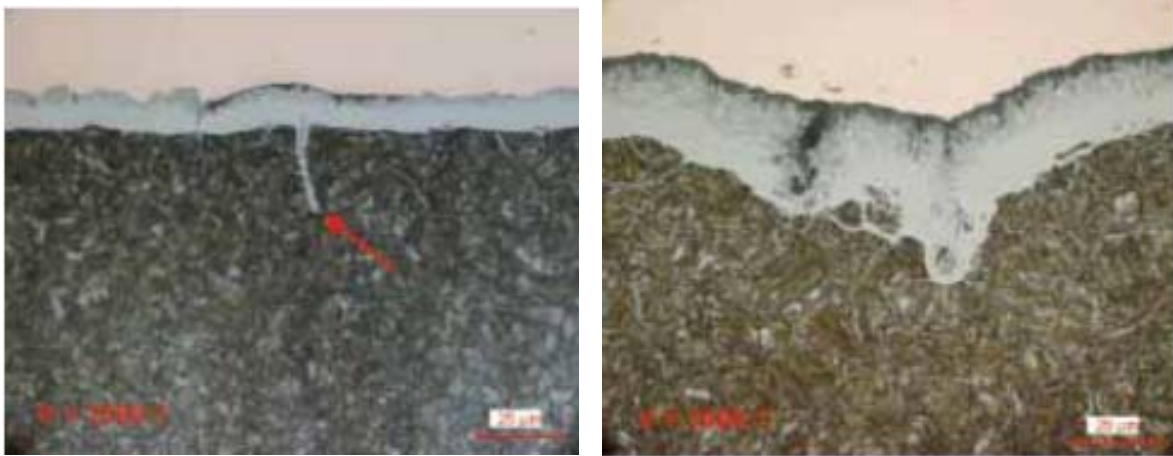
Slika 14: Ovisnost debljine zone spojeva o temperaturi nitrokarburiranja u solnoj kupci TF1 [5]

Struktura zone spojeva, poroznost, pukotine, hrapavost, ovisi o prethodnoj strojnoj i toplinskoj obradi te i čistoći slane kupke TF1.

Prije nitrokarburiranja, obradak mora biti odmašćen i očišćen. Metode čišćenja koje su se pokazale najpogodnijima su:

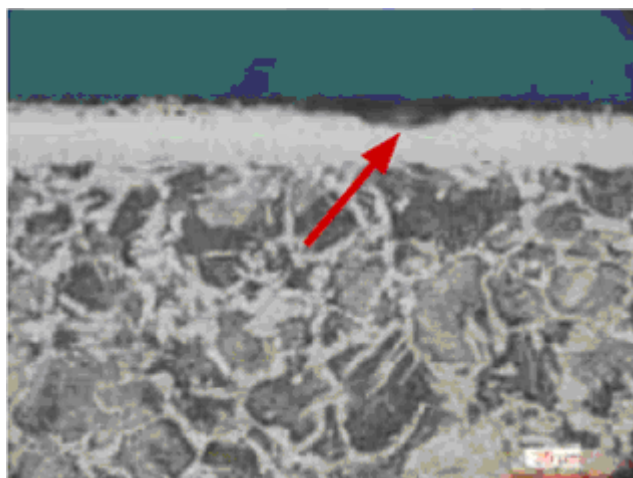
- odmašćivanje u metenolu ili etanolu
- katodno odmašćivanje u odgovarajućem elektrolitu

Svako onečišćenje brušene površine može prouzročiti teškoće kod stvaranje nitrokarburiranog sloja koje mogu dovesti do pukotina, otpadanja i korodiranja sloja (slika 15).

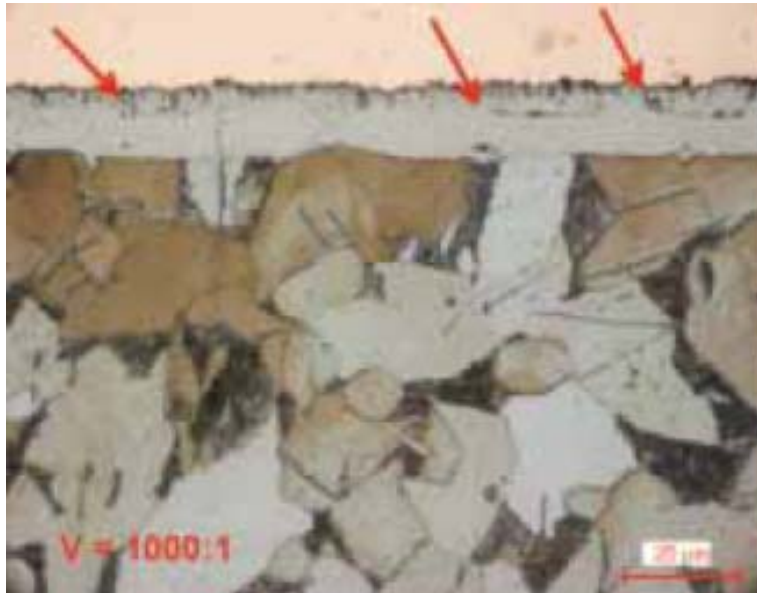


Slika 15. Onečišćenja u čeliku koja vode do grešaka u stvaranju nitrokarburiranog sloja, te uzrokuju pukotine i koroziju [13]

Glavni problemi koji se javljaju kod nitrokarburiranog sloja je pucanje zone spojeva i stvaranje utora u poroznoj zoni. (slika 16, slika 17)



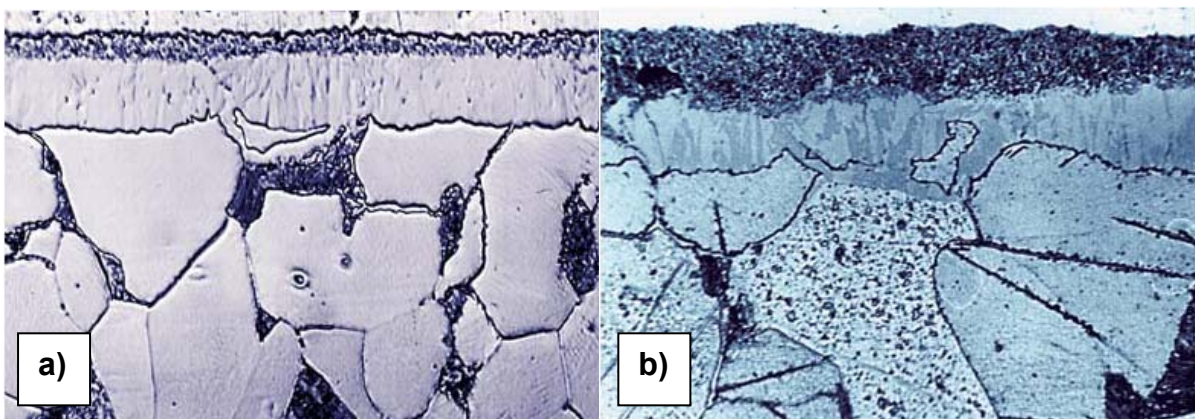
Slika 16. Valovitost rubova [13]



Slika 17. Pukotine u prevlaci [13]

Greške su najčešće posljedica nepravilnog brušenja koje se provodi u početku pripreme. Pogrešno nanošenje i dugo poliranje s mekanim sredstvom rezultat je stvaranja zaobljenost (valovitosti) rubova zone spojeva. Upravo ta valovitost sloja u rubnom dijelu uzrokuje netočna očitavanja mjerene debljinezone spojeva.

Zona spojeva uobičajeno se sastoji od vanjskog poroznog i unutarnjeg neporoznog dijela. Slike **18.a** i **18.b** pokazuju različito formirane zone spojeva nelegiranog čelika s različitim udjelom poroznosti.

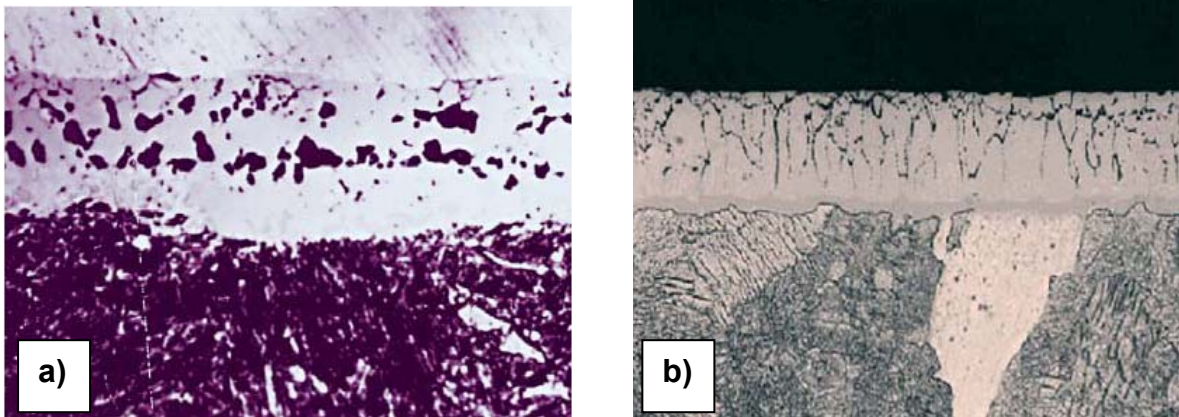


Slika 18. Zone spoja s malom (a) i velikom (b)poroznošća [13]

Prema pojavnom obliku, poroznost se može podijeliti na:

- lančanu poroznost
- linearnu poroznost

Što je prikazano na slici 19.

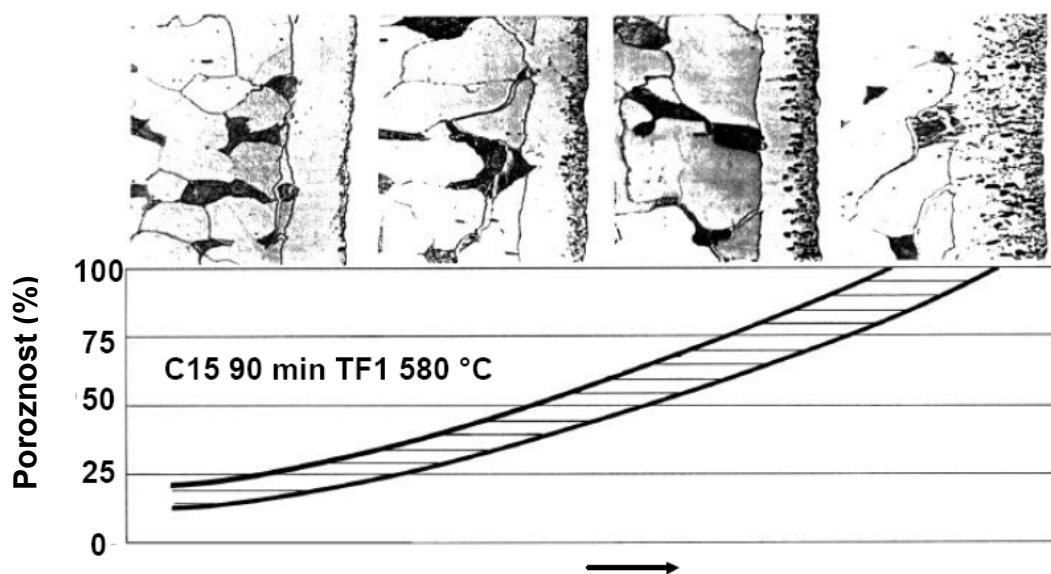


Slika 19. Pojavni oblici poroznosti zone spojeva [13]

- a) lančana poroznost
- b) linearna poroznost

Na oblik poroznosti utječu mikrostruktura i sastav čelika, pethodna (strojna) obrada i vrijeme nitrokarburiranja. Kod nitrokarburiranja u solnoj kupci, sastav kupke također utječe na nastali porozni sloj što je uočljivo iz slike 20.

Pri istoj temperaturi i sastavu solne kupke, povećanje vremena obrade za 400% će udvostručiti debljinu zone spojeva. Udio ugljika i legirnih elemenata u obratku utječu na debljinu stvaranja sloja.

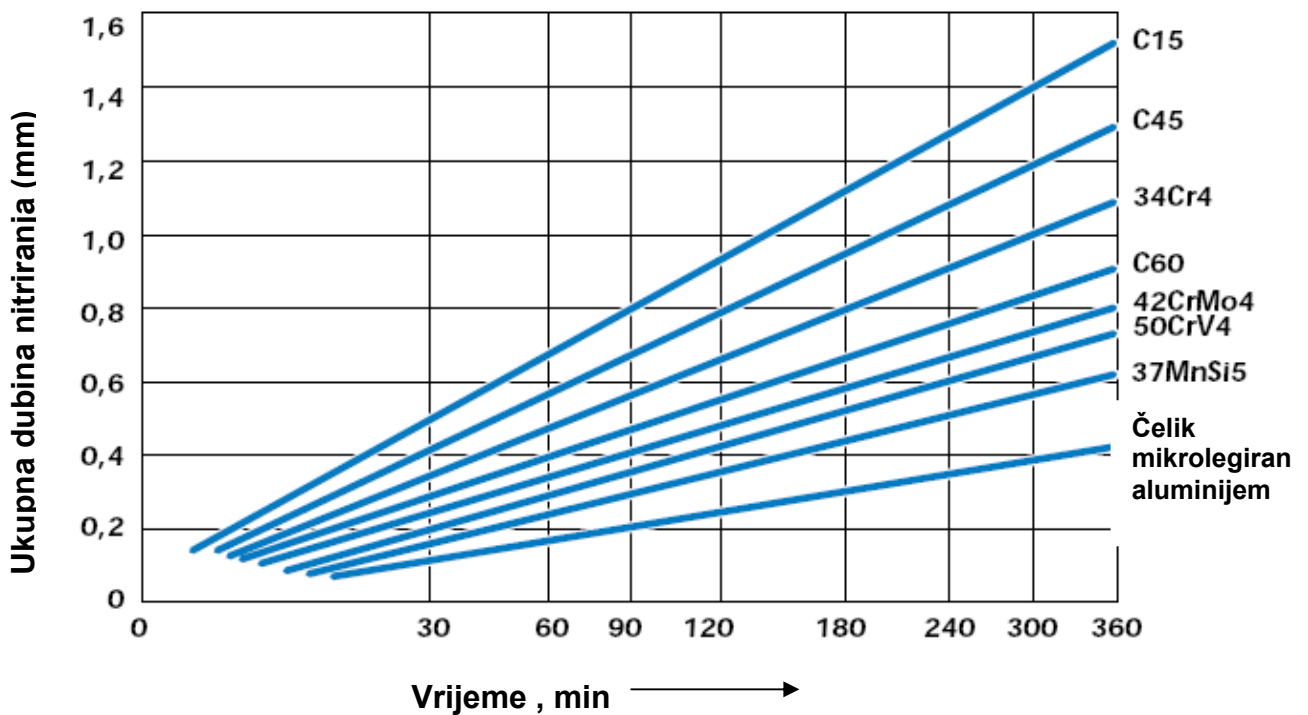


Slika 20. Ovisnost poroznosti zone spojeva o čistoći solne kupke [3]

Udio Fe

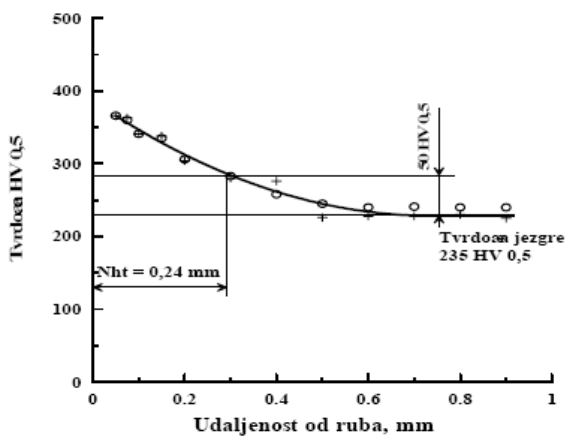
3.4. Dubina difuzijske zone

Slika 21 pokazuje ukupnu dubinu nitrokarburiranja u ovisnosti o trajanju postupka za različite vrste čelika. Legirani čelici imaju manju dubinu nitiranja od nelegiranih. Prednost niskolegiranih čelika je u tome što kod njih dušik lakše difundira u površinu obratka, ali za dobivanje visoke površinske tvrdoće nužan je visok udio legiranih elemenata. Stoga visokolegirani čelici zahtijevaju duže nitrokarburiranje u odnosu na nelegirane za istu dubinu nitrokarburiranja.

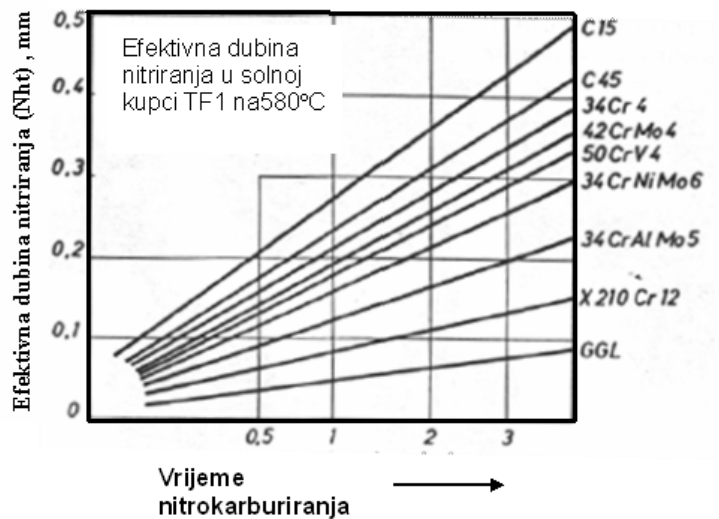


Slika 21. Ovisnost ukupne dubine o vremenu trajanja nitrokarburiranja u solnoj kupci TF1 za različite vrste čelika [12]

Na slici 22 prikazano je određivanje efektivne dubine nitriranja ili nitrokarburiranja prema normi DIN 50190:1979. Naslici 22.b prikazana je ovisnost iznosa efektivne dubine nitrokarburiranja o vrsti čelika i trajanju postupka nitrokarburiranja u solnoj kupki TF1 na 580°C. Usporedbom slika 21 i 22 uočava se da je efektivna dubina za isto vrijeme nitrokarburiranja i vrstu čelika uvijek manja od ukupne dubine nitriranja. Ukupna dubina nitrokarburiranja pokazuje dubinu u kojoj je promijenjen kemijski sastav rubnog sloja, a efektivna dubina nitrokarburiranja pokazuje dubinu u kojoj su značajnija poboljšanja svojstava rubnog sloja (tvrdoću, otpornost na kontaktne pritiske, čvrstuću).



a)

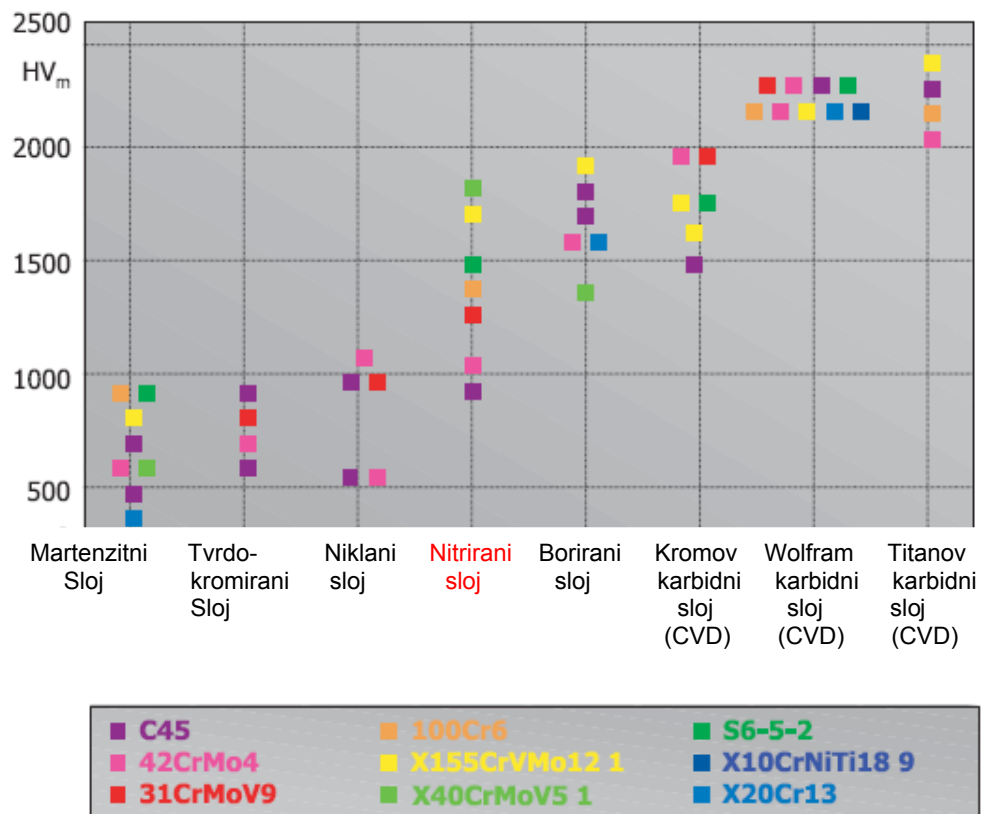


b)

Slika 22. Efektivna dubina nitrokarburiranja (Nht) za različite vrste čelika i trajanja [1]

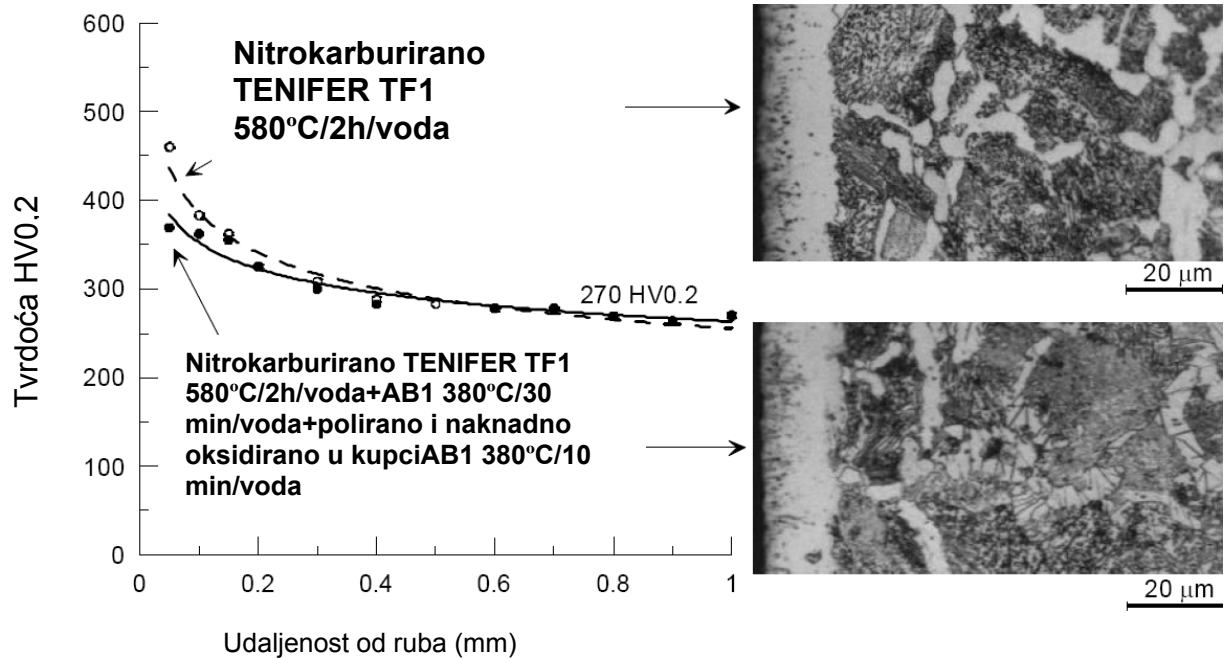
3.5. Mehanička svojstva nitrokarburiranih dijelova

Povišenje tvrdoće rubnog sloja nakon nitrokarburiranja ovisi o vrsti čelika, odnosno legirnim elementima nitridotvorcima u čeliku. Stoga rezultati ispitivanja mikrotvrdoće površine pokazuje relativno veliko rasipanje mikrotvrdoće nitrokarburiranih čelika u odnosu na ostale postupke modificiranja i prevlačenja površina (slika 23).



Slika 23. Tvrdoća rubnih slojeva dobivenih različitim postupcima modificiranja i prevlačenja površina [5]

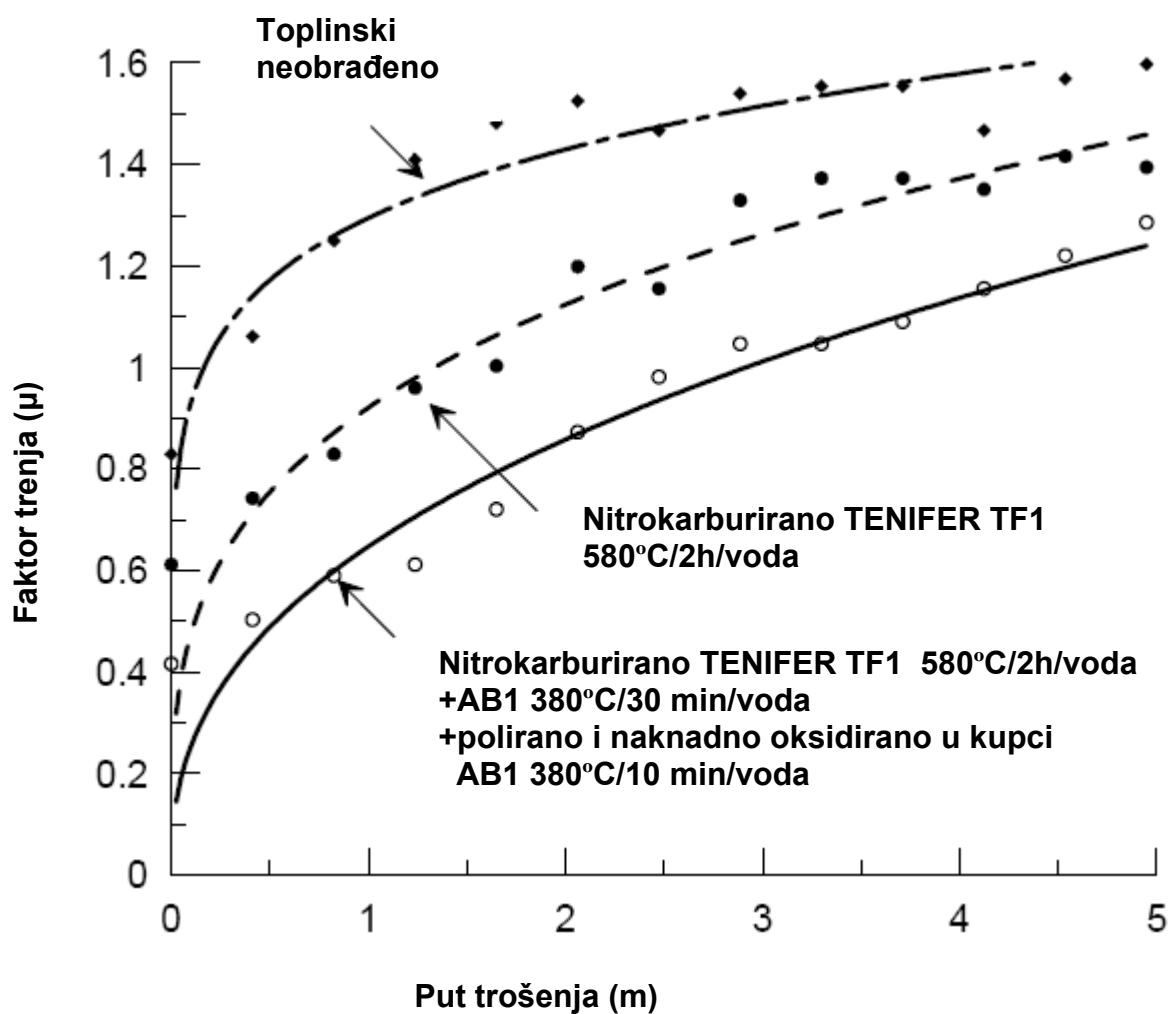
Ako se nakon nitrokarburiranja u solnoj kupci TENIFER primjeni naknadna oksidacija u solnoj kupci AB1, pojavljuje se manje sniženje tvrdoće difuzijske zone (slika 24). Sniženje tvrdoće posljedica je izlučivanja nitrida i karbonitrida u difuzijskoj zoni tijekom faze naknadne oksidacije.



Slika 24. Raspored tvrdoće u difuzijskoj zoni čelika C45 nakon postupka nitrokarburiranja u solnoj kupci sa i bez naknadne oksidacije [10]

3.6. Tribološka svojstva nitrokarburiranog sloja

Nitrirani i nitrokarburirani slojevi pokazuju otpornost na adhezijsko trošenje i tribokoroziju. Nitriranjem se također smanjuje faktor trenja u odnosu na nenitrirani čelik. Otpornost na adhezijsko trošenje određuje se za odabrani tarni par. Kriteriji opornosti adhezijskom trošenju materijala dvaju parova je njihova tribološka kompatibilnost. Na slici 25 prikazani su rezultati ispitivanja faktora trenja tribopara sastavljenog od kaljenog i popuštenog čelika i uzorka od toplinski neobrađenog, nitrokarburiranog, te nitrokarburiranog i naknadno oksidiranog čelika. Nitrokarburirani i naknadno oksidirani sloj pokazao je dva puta niži faktor trenja u odnosu na samo nitrokarburirani sloj i četiri puta manji faktor trenja u odnosu na uzorak od nenitriranog čelika.

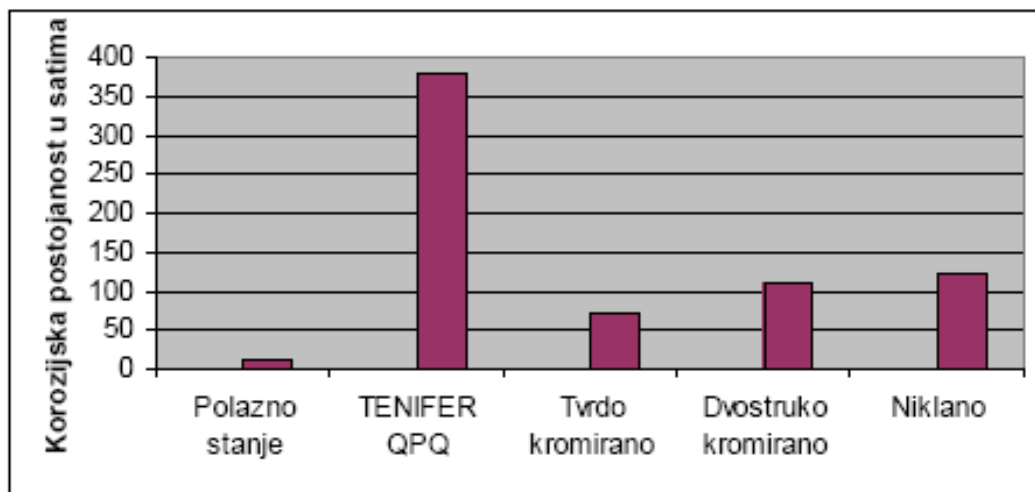


Slika 25: Promjena faktora trenja s putem trošenja ispitnog uzorka od čelika C45, nitrokarburiranog postupkom TENIFER Q i TENIFER QPQ [10]

3.7. Korozijska svojstva nitrokarburiranog i naknadno oksidiranog sloja

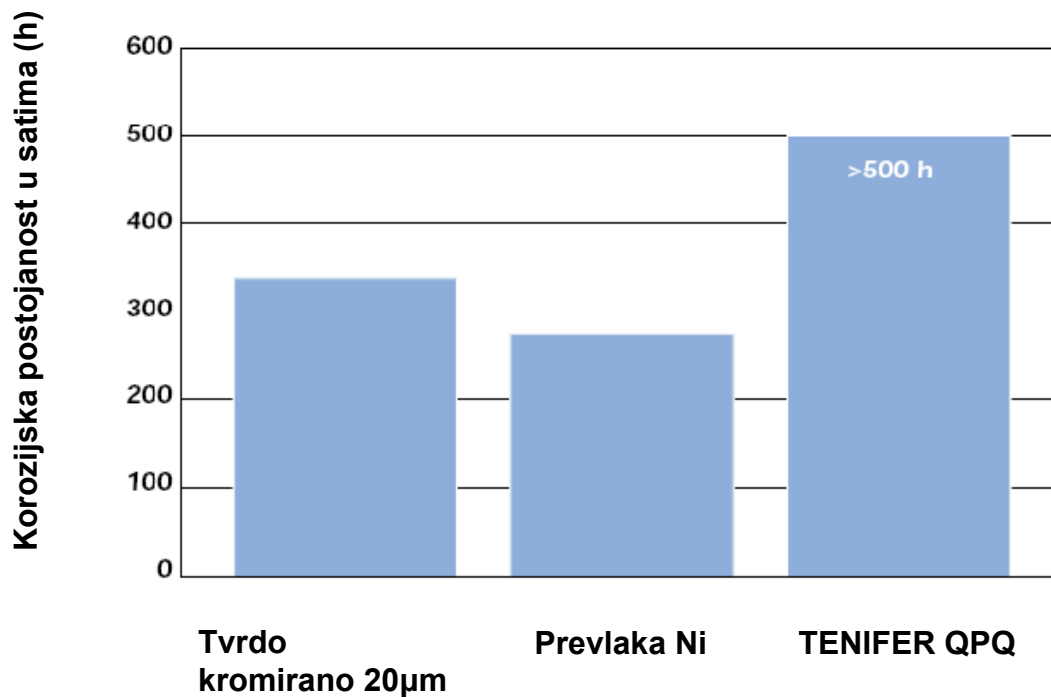
Uobičajena i normama zahtijevana ispitivanja otpornosti na koroziju su SS test i CASS test. SS test je normirani test koji se primjenjuje za ispitivanje korozijske postojanosti je ASTM B 117. Test se provodi raspršivanjem soli u posebno zatvorenoj komori. Koncentracija soli koja se koristi je 5%. Pri ispitivanju ubrzane korozije koriste se ciklički testovi koji uključuju periodičnu izloženost raspršivanju soli kombiniranu sa drugim uvjetima kao što su: visoka i niska vlažnost, ekstremne temperature, mehaničke sile itd.

Pri provođenju SS testa uzorci su stavljeni u komoru s atmosferom zasičenu elektrolitom (5% NaCl pri temperaturi 35 °C). Na slici 26 prikazani su usporedbeni rezultati ispitivanja konkurentnih postupaka prevlačenja i modificiranja čelika Ck45 prema testu SS DIN 50021.



Slika 26. Korozijska postojanost ispitnih uzoraka od čelika C45 obrađenih različitim postupcima modificiranja i prevlačenja površina (ispitivano prema testu SS DIN 50021) [14]

Na slici 27 prikazani su rezultati SS ispitivanja galvanski nanošenog kromiranog, niklanog sloja u odnosu na sloj dobiven postupkom TENIFER QPQ na čeliku



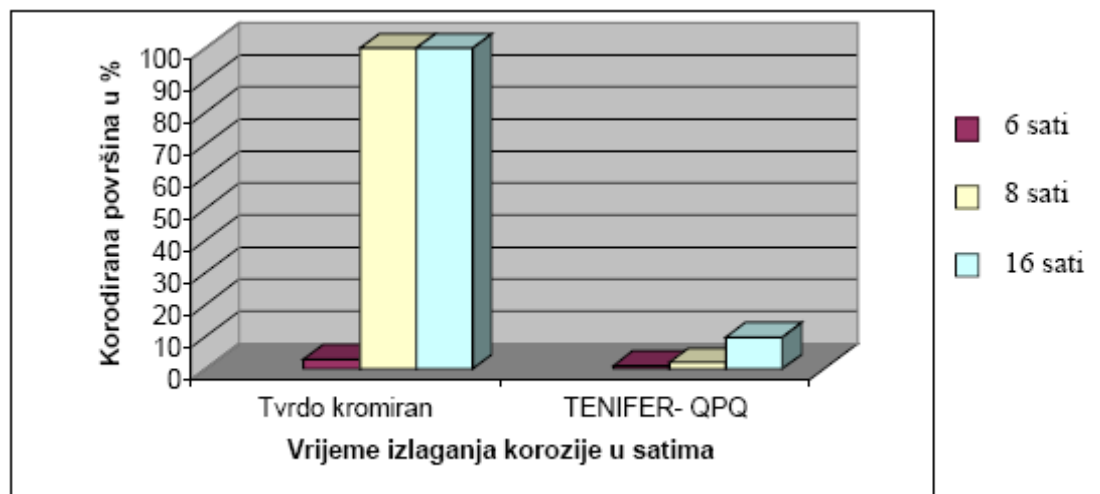
Slika 27: Korozivna postojanost u slanoj magli po DIN 50021 galvaniski nanošenih slojeva u odnosu na sloj dobiven postupkom TENIFER QPQ [12]

Na slici 28 prikazani su ispitni uzorci od čelika C45 nakon 96 sati izlaganja u slanoj magli (SS test) površinski obrađeni postupcima nitrokarburiranja u solnoj kupci TF1 (580°C/2h/ulje), nitrokarburirano i naknadno oksidirano (TENIFER=580°C/2h/ulje : TENIFER Q =TF1 580°C/2h/AB1 390 °C/15 min/voda :TENIFER QP = TENIFER Q + poliranje).Iz slike je uočljiva pojava korozije na površinama toplinski neobrađenog, nitrokarburiranog te naknadno oksidiranog uzorka. Na uzorku obrađenom postupkom TENIFER QP pojava korozije zamijećuje se oko provrta za držač ispitnog uzorka dok je ostatak uzorka pokazao izvrsnu otpornost koroziji nakon 96 sati izlaganja slanoj magli.



Slika 28. Fotografije korozije površine ispitnih uzoraka od čelika C45 nakon SS testa u trajanju od 96 sati [14]

Cass test je najstrožije ispitivanje korozije prema normi DIN 50021. To je ubrzano laboratorijsko ispitivanje u posebno agresivnim uvjetima. Ispitivanje se također provodi u komori u kojoj je atmosfera zasićena kapljicama elektrolita (5% vodena otopina NaCl uz dodatak bakrenog klorida (CuCl₂), pH vrijednost je između 3,1 do 3,3. Temperatura je također viša u odnosu na SS test te iznosi 50 °C . Slika pokazuje usporedbu korozijske postojanosti klipnjača od čelika C 45 (Č1531) koje su također obrađene Tenifer QPQ postupkom i postupkom tvrdog kromiranja.



Slika 29. Korozijska postojanost čeličnih uzoraka od čelika C45 obrađenih tvrdim kromiranjem i TENIFER QPQ postupkom (ispitivano prema CASS testu DIN 50021 [14])

Na slici 29 prikazan je rezultat usporednog ispitivanja klipnih poluga obrađivanih postupkom TENIFER QPQ i postupkom tvrdog kromiranja debljina 10 – 12 μm i 30 – 35 μm. Vidi se da su kromirani uzorci već nakon 8 sati korodirali po cijeloj površini, a kod uzoraka obrađenih TENIFER QPQ postupkom korozija je nastupila tek nakon 16 sati i to samo na 10% površine.

4. KOROZIJSKA I MIKROSTRUKTURALNA ISPITIVANJA SLOJA

4.1. Ispitivanja elektrokemijske korozije

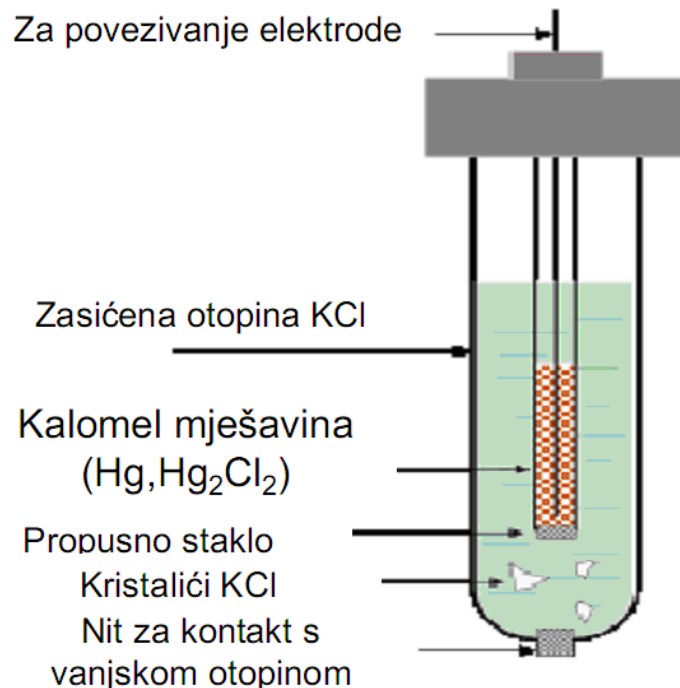
Elektrokemijske metode u prvom redu služe za proučavanje mehanizma korozije i za zaštitu metala izloženih elektrolitu. Elektrokemijske metode ispitivanja korozije su vrlo popularne među inženjerima koji se bave korozijom, pogotovo zbog toga što su vrlo brze metode ispitivanja. Za razliku od metode gubitka mase koja se izvodi u trajanju od nekoliko dana ili tjedana, elektrokemijske metode zahtijevaju najviše nekoliko sati.

U ovom radu ćemo spomenuti i opisati dvije;

- mjerjenje korozijskog (mirujućeg) potencijala (E_{kor} – vrijeme)
- metoda Tafelove ekstrapolacije

4.1.1 Mjerenje mirujućeg potencijala E_{kor}

Mjerenje mirujućeg potencijala, E_{kor} [mV] provodi se u otvorenom strujnom krugu tj. kada ne teče struja i nema otapanja materijala uzorka. Mjeri se mirujući potencijal u odnosu na grafitne protuelektrode uz pomoć referentne elektride poznatog potencijala. Korozijski potencijal E_{kor} sustava uzorak-otopina nije moguće direktno izmjeriti. Pošto uređaji za mjerenja napona (voltmetri) mjere razliku potencijala, korozijski potencijal E_{kor} se uspoređiva u odnosu na potencijal referentne kalomel elektrode čije se mjerenje vrši indirektno.



Slika 30. Standardna zasićena kalomel elektroda za određivanje elektrodnog potencijala [15]

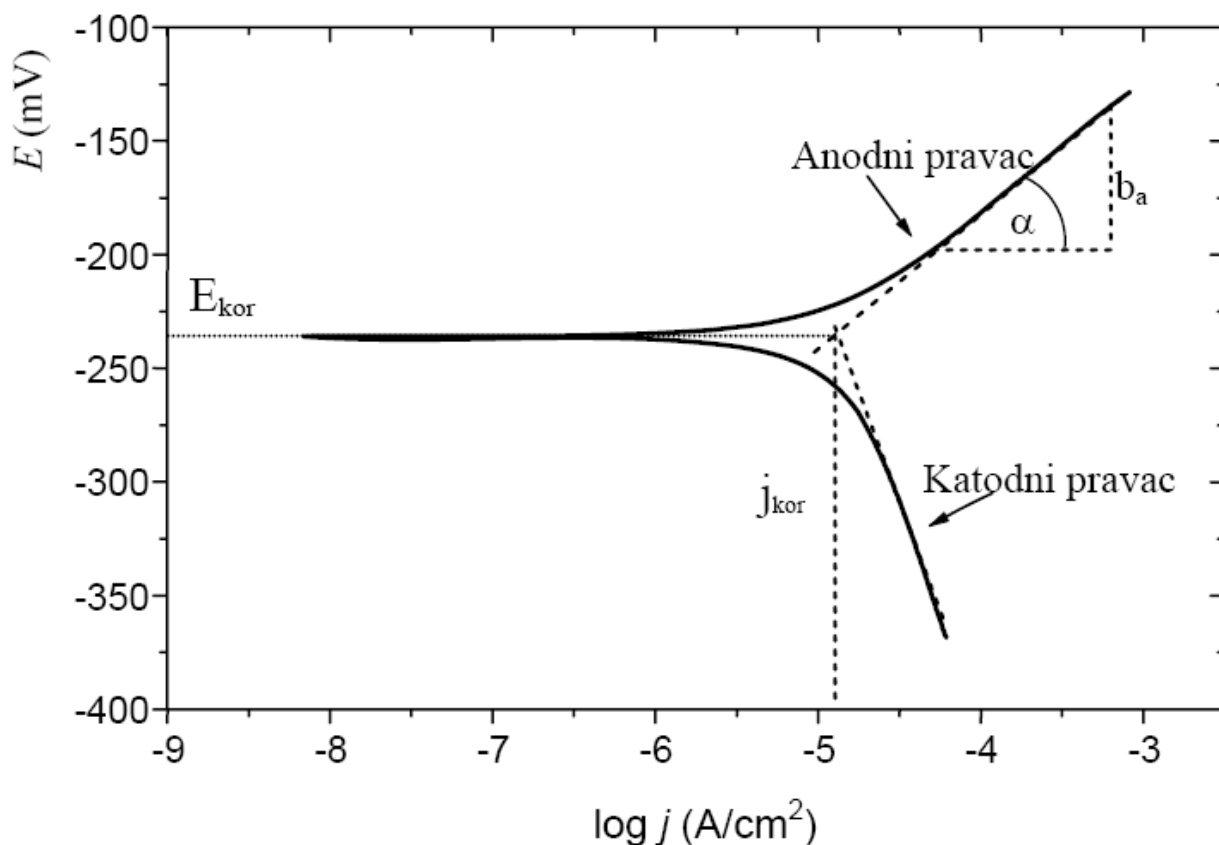
Standardna zasićena kalomel elektroda ,najviše se koristi za određivanje elektrodnog potencijala, jer je rad s njom jednostavniji. Njezin je potencijal određen u odnosu na standardnu vodikovu elektrodu.

Referentna elektroda smještena je u istu otopinu (5% NaCl) kao i ispitni uzorak. Dokle god se koristi ista referentna elektroda pri svakom mjerenju, mjerenje $E_{kor}-E_{ref}$ se može vršiti za bilo koji sustav metal-uzorak. Ako se mjerenje korozijskog potencijala E_{kor} vrši s različitim vrstama referentnih elektroda, dobivene rezultate mjerenja možemo pretvoriti u rezultate koji odgovaraju vrijednostima mjerenja calomel elektrodom, pošto su nam poznate razlike potencijala između različitih vrsta referentnih elektroda.

4.1.2. Metoda kvazi - potenciostatske ekstrapolacije

Metoda Tafelove ekstrapolacije je metoda za određivanje parametara korozije iz kojih se određuje brzina korozije uzoraka u korozivnom mediju. Izvodi se tako da se metalni uzorak polarizira s 250 mV anodnog (pozitivno kretanje potencijala) ili sa 250 mV katodnog (negativno kretanje potencijala) od korozijskog potencijala. Moguće je na istom dijagramu izvesti polarizaciju od -250 do + 250mV, ali postoji opasnost da će negativni napon izazvati otapanje površine uzorka pa će to izazvati promjenu karakteristike anodne polarizacije. Rezultirajuća struja se pokazuje u logaritamskoj skali. Korozijska struja se određuje iz Tafelovog dijagrama potencijal – struja ekstrapolacijom linearnog dijela krivulje do korozijskog potencijala, E_{kor} . (Slika 30). Tafelova metoda može direktno dati korozijsku struju ili Tafelove konstante (β_a i β_k). One se koriste za određivanje vrijednosti polarizacijskog otpora i izračun gustoće korrozijske struje.

Uobičajeno se ispitivanje provodi u elektrokemijskoj ćeliji s tri elektrode s 5% - tnom otopinom NaCl u vodi pri temperaturi 20 – 22 °C.



Slika 31. Određivanje gustoće korozijske struje Tafelovom ekstrapolacijom [16]

Metoda Tafelove ekstrapolacije temelji se na Butler - Volmerovoj jednačbi, osnovnoj jednačbi kemijske kinetike:

$$J = j_0 \{ \exp [(1-\alpha) z F \eta / R T] - \exp [-\alpha z F \eta / R T] \} \quad (1)$$

$$\eta = E - E^0 \quad (2)$$

j – gustoća struje

j_0 – gustoća struje izmjene

η – prednapon

z – broj elektrona

F – Faradayeva konstanta $F = 9,648 \times 10^4 \text{ C mol}^{-1}$

R – opća plinska konstanta $R = 9,314 \text{ J K}^{-1} \text{ mol}^{-1}$

T – termodinamička temperatura (K)

A – koeficijent prijenosa (ima vrijednost od 0 do 1)

Povećanjem prednapona, reakcija redukcije se smanjuje, a povećava se redukcija oksidacije. Kada je prenapon tako velik da se struja redukcije može zanemariti, Butler –Volmerova jednačba poprima sljedeći oblik: (3)

$$j = j_0 \{ \exp [(1-\alpha) z F \eta / R T] \} \quad (3)$$

koja se logaritamski prevodi u oblik:

$$\eta = [-2,303 R T / z F (1- \alpha)] \log j_0 + [+2,303 R T / z F (1- \alpha)] \log j \quad (4)$$

koji se može pisati u obliku:

$$\eta = a + b \log j \quad \text{Tafelova jednačba} \quad (5)$$

$$\beta_a = 2,303 R T / (1 - \alpha) z F \quad \text{nagib anodnog Tafelovog pravca}$$

$$\beta_k = 2,303 R T / \alpha z F \quad \text{nagib katodnog Tafelovog pravca}$$

Rezultati dobiveni anodnom i katodnom polarizacijom u širokom području potencijala u odnosu na korozijski potencijal ($E = E_{kor} \pm 250 \text{ mV}$) prikazuje se grafički u polulogaritamskom obliku ($E - \log j$). Ekstrapolacijom anodnih i katodnih pravaca u njihovu sjecištu određuju se vrijednosti gustoće korozijske struje j_{kor} i korozijskog potencijala. (slika 31)

4.2. Mikrostrukturalna ispitivanja

4.2.1. Priprema uzoraka za mikrostrukturalna ispitivanja

Zadatak metalografije je da pri određenom kemijskom sastavu iz pregleda slika makro i mikro – strukture po mogućnosti unaprijed odredi svojstva i ponašanje legure u eksploataciji te da ukaže na najpovoljniju strukturu za određeni proizvodni proces primjene. Metalografija se bavi istraživanjem strukture metala i legura pomoću svjetlosnog (metalografskog) i elektronskog mikroskopa.

Metalografska analiza može dati informacije o sastavu materijala, posebno o sljedećim karakteristikama :

- veličinu zrna
- mikrostrukturnim fazama
- homogenosti sastava i mikrostrukture
- raspodjele mikrostrukturnih faza
- deformacijama strukture nastalim nakon plastične deformacije

-debljini i strukturi prevlaka

-pojavi pukotina u rubnom sloju itd.

Za mikrostrukturna ispitivanja nužna je metalografska priprema uzorka.

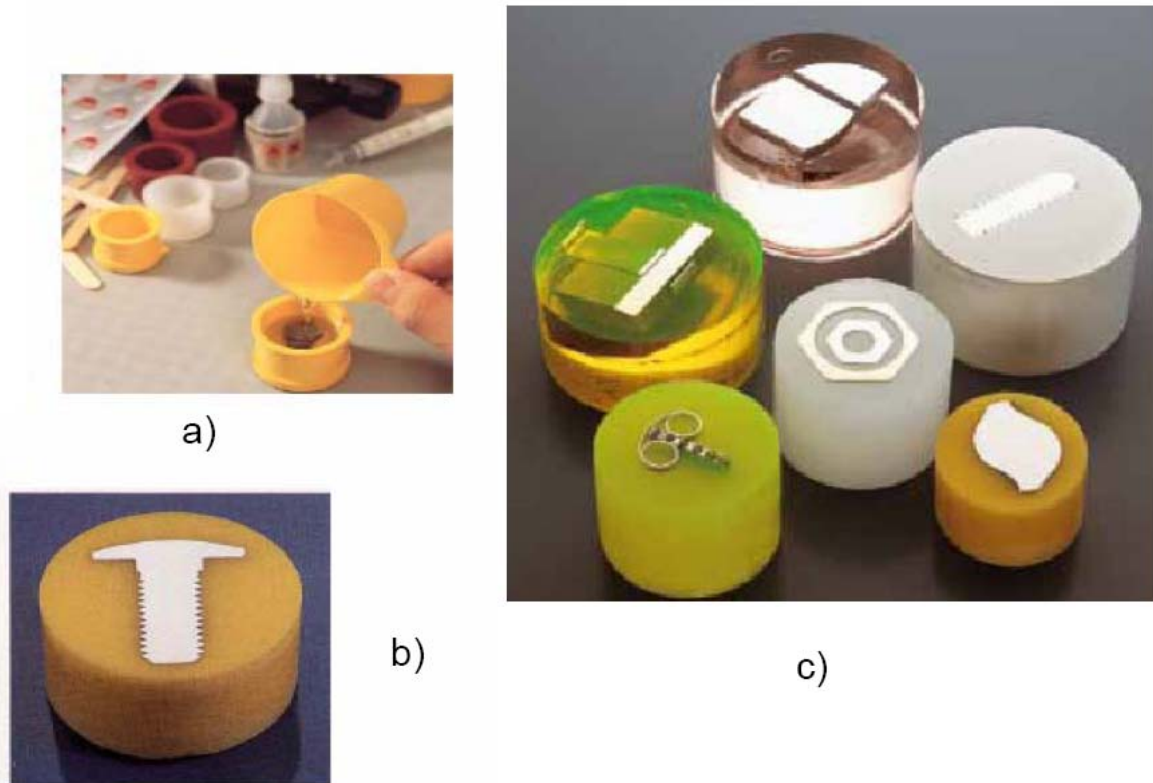
4.2.2. Priprema metalografskih uzoraka

Priprema ispitnih uzoraka za metalografsku analizu sastoji se od nekoliko faza shematski prikazanih na slici 32.



Slika 32. Shematski prikaz pripreme uzorka za mikrostrukturnu analizu [11]

Oprema i postupci za provedbu pojedinih faza metalografske pripreme prikazani su na slici 33 do 34. Slika 33 prikazuje zalijevanje ispitnih uzoraka u polimernu masu radi lakšeg držanja uzoraka u naknadnim fazama brušenja i poliranja te postizanja oštarih rubova uzorka.



Slika 33. Pripremanje uzoraka za metalografsku analizu: a) umetanje uzorka u kalup s polimernom masom, b) Uzorak metala u očvrstnutoj polimernoj masi pripremljen za brušenje i poliranje c) različiti uzorci metala za analizu [11]

Faze brušenja i poliranja koje slijede nakon zalijevanja ispitnih uzoraka u polimernu smjesu ključne su za kvalitetu metalografske analize. Brušenje i poliranje uzoraka se izvode ručno (Slika 34.a) i automatizirano (Slika 34.b) s nekoliko brusnih papira različite gradacije s ciljem uklanjanja tragova rezanja i prethodnog brušenja.

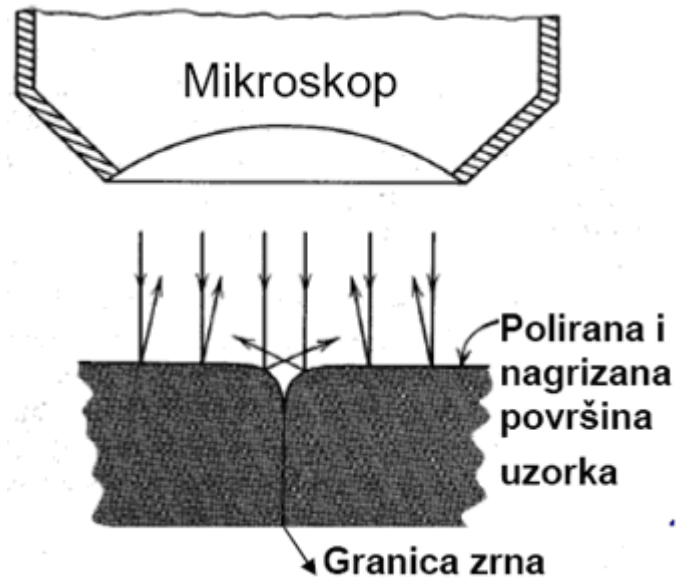


Slika 34.a Poliranje uzoraka na brusnom papiru [11]



Slika 34.b Uređaj za završno fino poliranje istovremeno više uzoraka [11]

Nakon završenog poliranja pastom s dijamantnim zrcima slijedi kemijsko i elektrokemijsko nagrizanje. Kemijskim se nagrizanjem postiže da se glatka, zrcalno sjajna površina uzorka učini vidljivom za mikroskopiranje. Obično se nagrizaju granice kristalnih zrna. Sa nagrizane površine svjetlo se različito reflektira što u okularu mikroskopa daje sliku zrna, faza itd.



Slika 35 :Shematski prikaz utjecaja kemijskog nagrizanja metalnog uzorka na refleksiju upadnog snopa u svjetlosnom mikroskopu [11]

Ispitni uzorci za mikrostrukturna ispitivanja u radu pripremljeni su na sljedeći način:

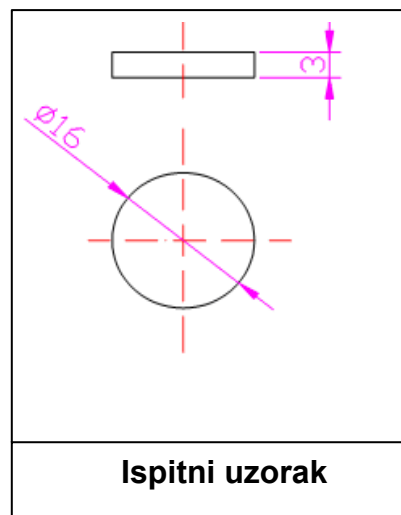
1. faza: rezanje na rezalici s dijamantnom reznom pločom
2. faza: brušenje s brusnim papirima gradacije 500
3. faza: poliranje dijamantnom pastom
4. faza: nagrizanje u 3% - tnoj otopini dušične kiseline (HNO_3) u etilnom alkoholu (3% nital)

EKSPERIMENTALNI DIO

5. PRIPREMA POKUSA NITROKARBURIRANJA S I BEZ NAKNADNE OKSIDACIJE

5.1. Izrada ispitnih uzoraka

U eksperimentalnom dijelu rada provedena su ispitivanja otpornosti na koroziju na uzorcima od čelika Ck45 (Slika 36) koji su bili nitrokarburirani sa i bez naknadne oksidacije u kupki AB1 uz različite kombinacije temperature i trajanja oksidacije. Svi uzorci su fino tokareni i brušeni na kvalitetu površine N5 s ciljem postizanja ujednačene površinske hrapavosti.



Slika 36. Oblik i dimenzije ispitnih uzoraka od čelika Ck 45 za ispitivanje uzoraka naknadne oksidacije nitrokarburiranog čelika

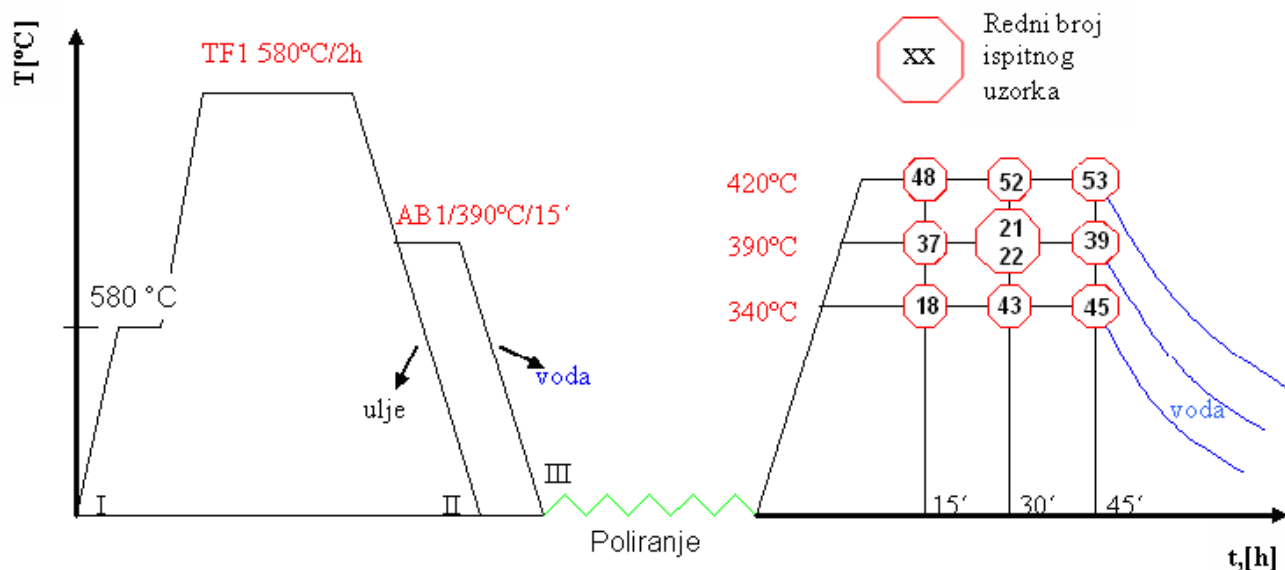
Tablica 2. Kemijski sastav čelika

Čelik	C	Mn	P _{max}	S
C45k	0,32 – 0,39	0,50 – 0,80	0,035	<0,035

5.2. Plan pokusa

U dostupnoj literaturi [2 , 4 , 5 , 9] navedeni su preporučeni rasponi temperature naknadne oksidacije nitrokarburiranog čelika u solnoj kupci AB1 između 340 do 420 °C. Međutim nije u potpunosti definirano iznos temperature i vremena trajanja naknadne oksidacije koji će dati najbolju otpornost koroziji. Stoga je na temelju osnovnog dijagrama postupka TENIFER QPQ (Slika 3) definiran vlastiti plan pokusa prikazan slikom 37.

Uzorci su podijeljeni u grupe i svaka je grupa toplinski obrađena do određenog stanja prema slici 37. Oznake uzoraka prema ovim stanjima navedene su u tablici 3.



Slika 37. Dijagram plana pokusa

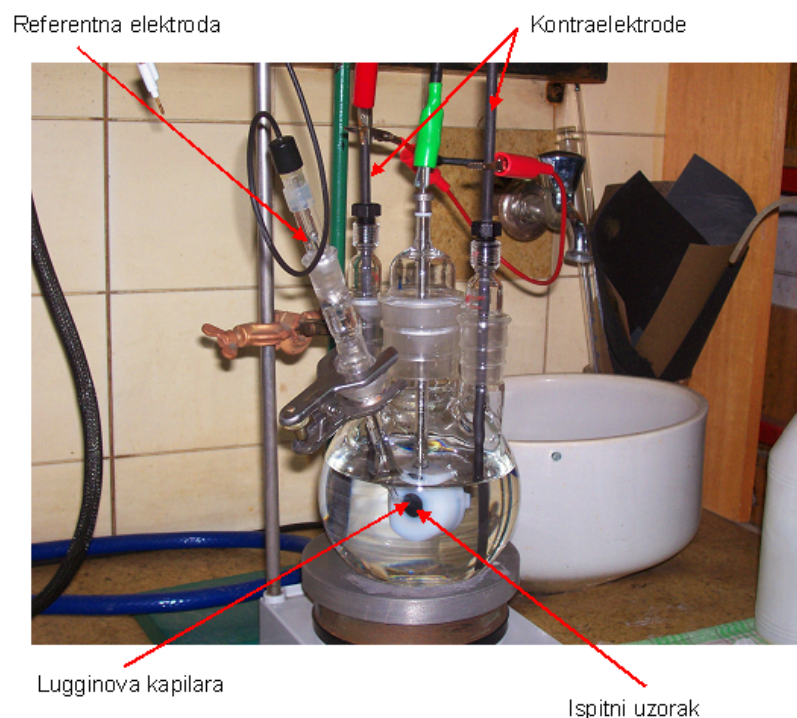
Tablica 3. Radni parametri za toplinsku obradu ispitnih uzoraka čelika CK45

Stanje I	Toplinski neobrađen čelik
Stanje II (uzorak 5)	nitrokarburirano 580 °C/2h/ulje
Stanje III (uzorak 10)	nitrokarburirano 580 °C/2h/AB1 390°C /15 min/voda
Ispitni uzorak 18	Stanje III + polirano + AB1 340 °C /15 min/voda
Ispitni uzorak 48	Stanje III + polirano + AB1 420°C /15 min/voda
Ispitni uzorak 37	Stanje III + polirano + AB1 390°C /15 min/voda
Ispitni uzorak 43	Stanje III + polirano + AB1 340°C /30 min/voda
Ispitni uzorak 52	Stanje III + polirano + AB1 420°C /30 min/voda
Ispitni uzorak 21	Stanje III + polirano + AB1 390°C /30 min/voda
Ispitni uzorak 22	Stanje III + polirano + AB1 390°C /30 min/voda
Ispitni uzorak 53	Stanje III + polirano + AB1 420°C /45 min/voda
Ispitni uzorak 39	Stanje III + polirano + AB1 390°C /45 min/voda
Ispitni uzorak 45	Stanje III + polirano + AB1 340°C /45 min/voda

6.REZULTATI KOROZIJSKIH ISPITIVANJA I DISKUSIJA REZULTATA

6.1. Ispitivanje otpornosti na elektrokemijsku koroziju metodom linearne polarizacije

Metodom linearne polarizacije ispitana su sva stanja na uzorcima od čelika Ck45. Tom prilikom mjereno je mirujući potencijal E_{kor} . Za elektrokemijska ispitivanja u radu korišten je uređaj Potenciostat/Galvanostat Model 273 A. Mjerenja su vođena računalom preko programskog paketa SoftCORR III. Osim navedenog uređaja korištena je staklena ćelija, referentna elektroda, dvije grafitne protu – elektrode, nosač radne elektrode, tj. uzorka, Lugginova kapilara, hvataljka, te električni vodiči za spajanje elektrokorozijske ćelije na mjerni uređaj. (Slika 38) Kao referentna elektroda korištena je zasićena kalomel elektroda čiji je standardni elektrodni potencijal za 0,241V pozitivniji od potencijala vodikove elektrode. Lugginova kapilara služi za smanjenje otpora između radne elektrode i zasićene kalomel elektrode. Hvataljka služila je za pozicioniranje Lugginove kapilare u odnosu na radnu elektrodu. Sastavni dijelovi radne elektrode prikazani su na slici 39. Ispitan je mirujući električni potencijal u odnosu na grafitne protuelektrode uz pomoć referentne elektrode poznatog potencijala. Ispitni uzorak je radna elektroda promjera 16 mm, radne površine 1 cm². Elektrolit je bio 5 % otopina NaCl. Ovisno o iznosu električnog potencijala (E_{kor}) određena je sklonost ispitnog uzorka elektro kemijskoj koroziji.



Slika 38. Standardna ćelija za ispitivanje elektrokemijske korozije



Slika 39. Sastavni dijelovi radne elektrode za ispitivanje elektrokemijske korozije

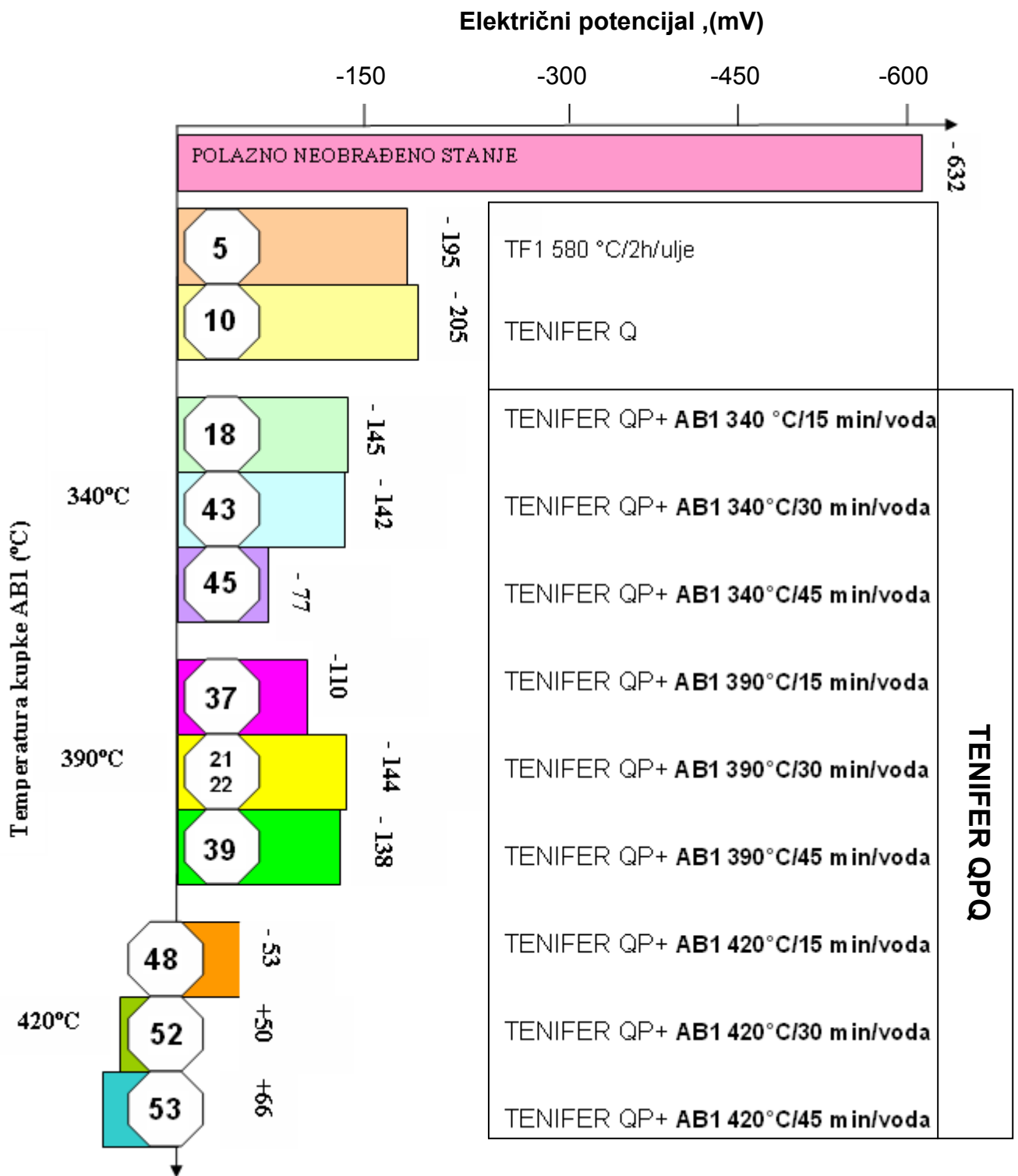
Rezultati ispitivanja električnog potencijala navedeni su u tablici 4, i na histogramskim prikazima na slikama 40 i 41 te dijagramu na slici 42. Iz prikazanih rezultata na slikama 40 do 42 možemo zaključiti sljedeće:

- svi nitrokarburirani te nitrokarburirani i naknadno oksidirani ispitni uzorci pokazali su manji afinitet elektrokemijskoj koroziji od polaznog, toplinski neobrađenog stanja
- Ispitni uzorci obrađeni postupkom TENIFER QPQ pokazali su manji afinitet elektrokemijskoj koroziji u odnosu na nitrokarburirane te nitrokarburirane i samo jednom oksidirane uzorke
- značajan utjecaj temperature naknadne oksidacije (temperatura kupke AB1) u postupku TENIFER QPQ na iznos električnog potencijala pokazao se kod temperature oksidacije na gornjoj granici intervala dozvoljenih radnih temperatura kupke (temperatura kupke AB1 420 °C).
- bez obzira na trajanje naknadne oksidacije (od 15 do 45 min) u kupci AB1 na temperaturi 420 °C postignuti su značajno veći električni potencijali i time manji afinitet elektrokemijskoj koroziji u odnosu na sve ostale kombinacije temperature i vremena naknadne oksidacije.
- utjecaj trajanja naknadne oksidacije čini se da nema toliko značajan utjecaj na električni potencijal kao temperatura kupke AB1. Iz prikaza na slici 42 može se zaključiti da će

produljenje naknadne oksidacije s 15 na 30 minuta uzrokovati značajno veću promjenu električnog potencijala nego produljenje s 30 na 45 minuta. Dodatni argumenti za težnju k kraćem trajanju naknadne oksidacije jesu sniženje troškova postupka i povećanje produktivnosti.

Tablica 4. Rezultati ispitivanja korozijskog potencijala

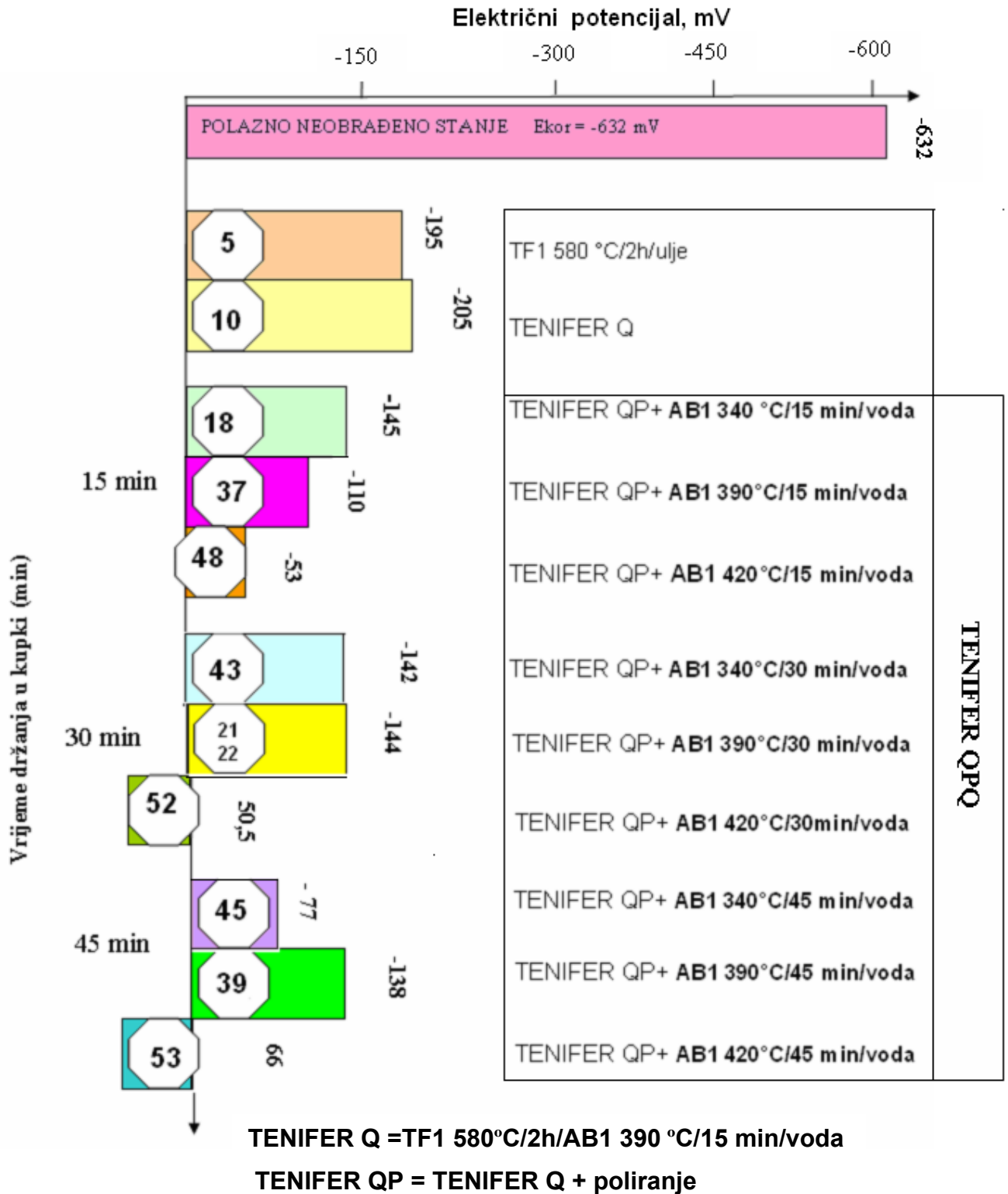
Redni br. uzorka	Radni parametri nitrokarburiranja i naknadne oksidacije	E_{kor} mV po SCE
Osnovni mat.C.45	neobrađeno	- 632
5	TENIFER = TF1 580 °C/2h/ulje	-195
10	TENIFER Q = TF1580°C/2h/AB1 390°C /15 min/voda	-205
18	TENIFER QP + AB1 340 °C/15 min/voda	-145
48	TENIFER QP + AB1 420°C/15 min/voda	-53
37	TENIFER QP + AB1 390°C/15 min/voda	-110
43	TENIFER QP + AB1 340°C/30 min/voda	-142
52	TENIFER QP + AB1 420°C/30 min/voda	50.5
21	TENIFER QP + AB1 390°C/30 min/voda	-153
22	TENIFER QP + AB1 390°C/30 min/voda	-135
53	TENIFER QP + AB1 420°C/45 min/voda	66
39	TENIFER QP + AB1 390°C/45 min/voda	-138
45	TENIFER /polirano + AB1 340°C/45 min/voda	-77



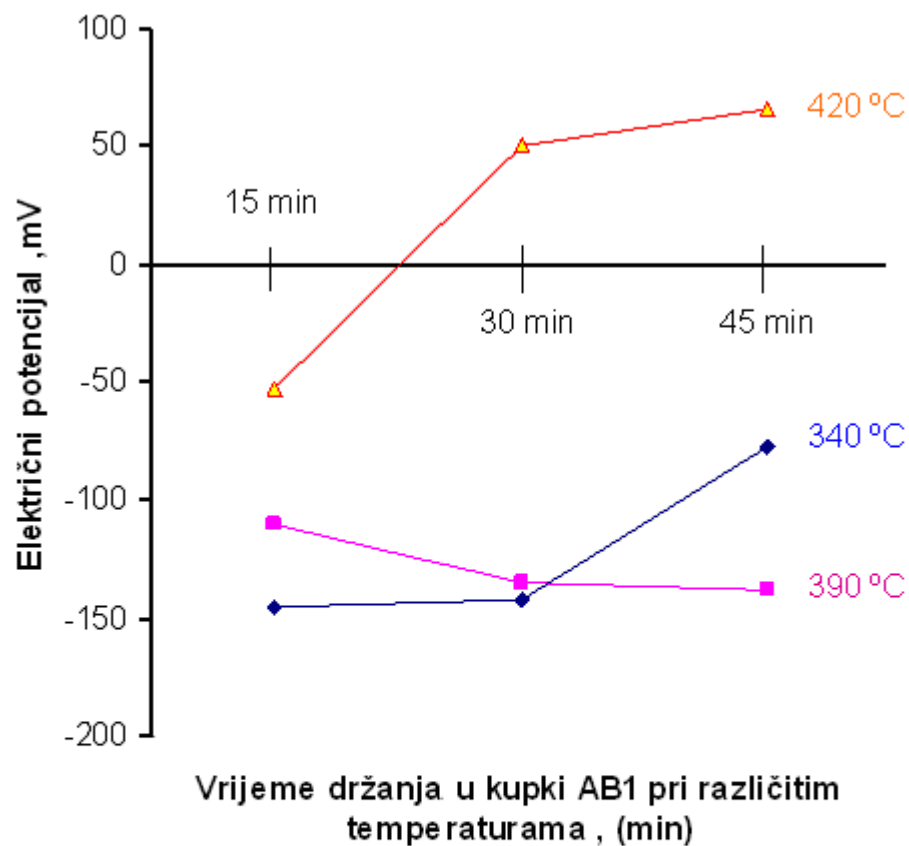
TENIFER Q = TF1 580°C/2h/AB1 390 °C/15 min/voda

TENIFER QP = TENIFER Q + poliranje

Slika 40. Utjecaj parametara naknadne oksidacije nitrokarburiranih uzoraka postupkom Tenifer na električni potencijal pri ispitivanju korozijske postojanosti.



Slika 41. Utjecaj parametara naknadne oksidacije (temperature i vremena držanja na oksidativnoj kupki AB1)nitrokarburiranih uzoraka postupkom Tenifer električni potencijal pri ispitivanju korozijske postojanosti.



- ◆ Temperatura AB1 – 340 °C (uzorci 18 ,43 ,45)
- Temperatura AB1 – 390 °C (uzorci 37 , 22 ,39)
- ▲ Temperatura AB1 – 420 °C (uzorci 48 ,52 ,53)

Slika 42. Utjecaj parametara naknadne oksidacije (temperature i vremena držanja u oksidativnoj kupki AB1) nitrokarburiranih uzoraka postupkom Tenifer (pri 580 °C/2h –ohlađeno u kupki AB1 pri 390 °C/15 min, ohlađeno u vodi i polirano) na električni potencijal pri ispitivanju korozijske postojanosti.

6.2. Ispitivanje otpornosti na elektrokemijsku koroziju metodom kvazi – potenciostatske ekstrapolacije

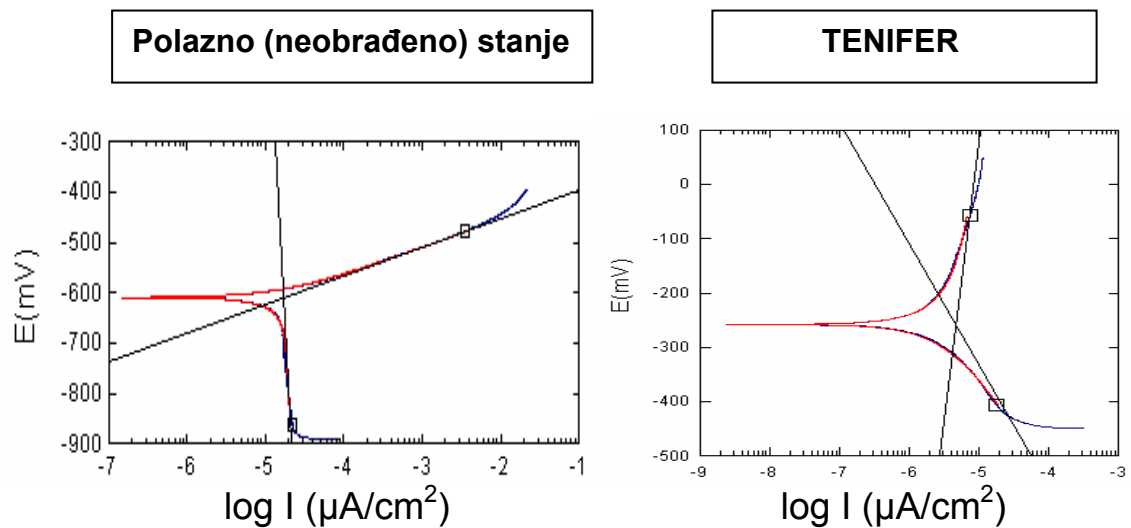
Rezultati ispitivanja otpornosti na elektrokemijsku koroziju metodom kvazi – potenciostatske ekstrapolacije tzv. Tafelovom metodom prikazuje tablica 5.

Tablica 5. Rezultati ispitivanja elektrokemijske korozije kvazi – potenciostatske ekstrapolacije

Redni br. uzorka	$i_{kor}, \mu A cm^{-2}$	$\beta_a, vdek^{-1}$	$\beta_k, vdek^{-1}$	$v_{kor}, mm god^{-1}$
Osnovni mat.C.45	17,66	0,05734	4,368	0.20
5	4,706	1,041	0,222	0,054
10	4,944	1.231	0,191	0.057
18	2,290	0,8108	0,152	0,026
48	1,576	0,5927	0,126	0,018
37	0,766	2,416	0,131	0,009
43	2,327	1,067	0,148	0,027
52	0,342	1,246	0,084	0,004
21	1,843	1,177	0,133	0,021
22	1,168	1,066	0,140	0,013
53	0,154	0,919	0,076	0,002
39	2,254	1,496	0,169	0,026
45	1,261	0,7341	0,087	0,015

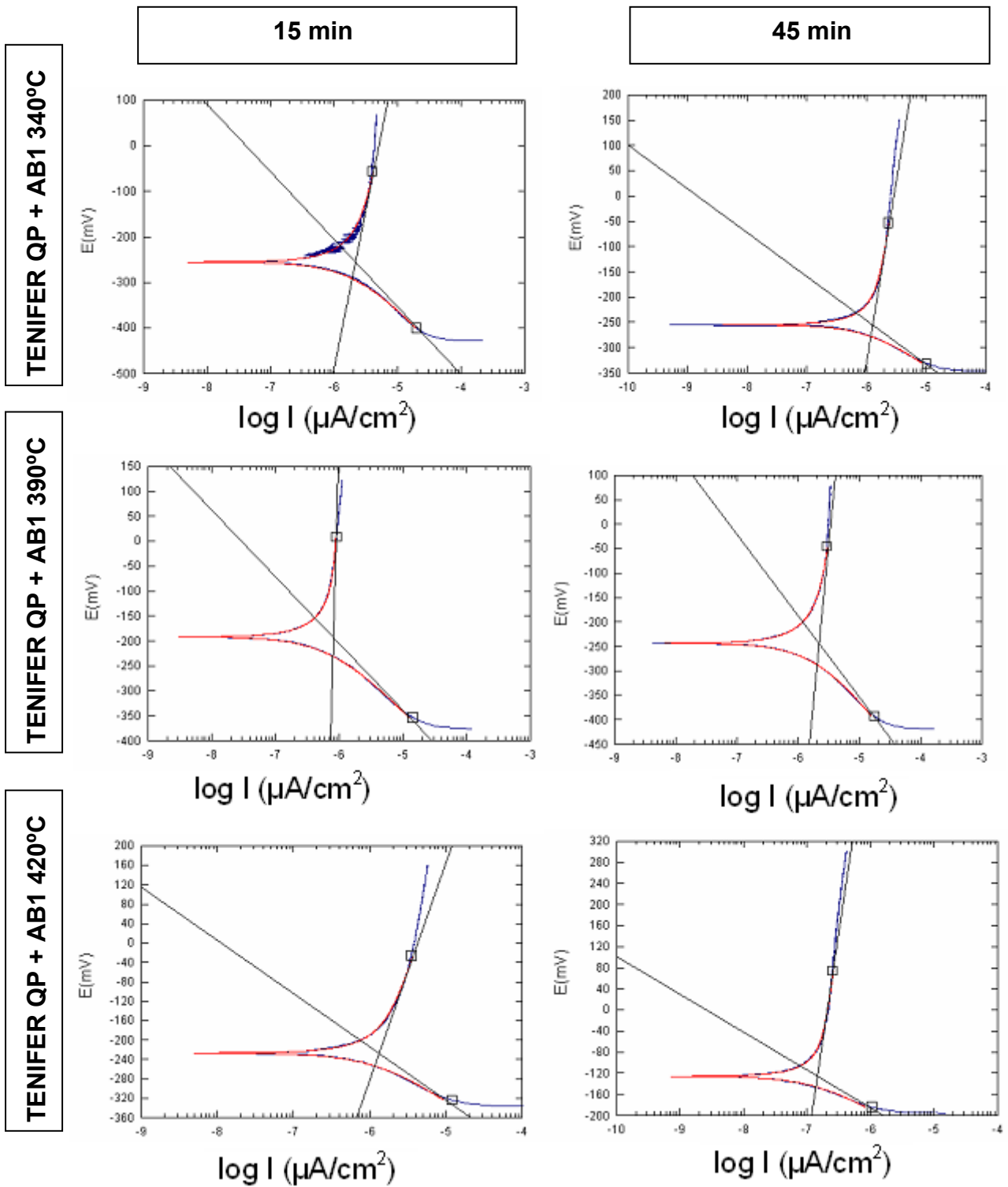
U tablici 5 su navedene konstante iz Tafelove jednadžbe (3) za nagib anodnog i katodnog pravca, gustoća korozijske struje (i_{kor}) i brzina korozije (v_{kor}).

Rezultati ispitivanja elektrokemijske korozije metodom Tafelove ekstrapolacije osim u tablici 5 prikazani su na sumarnim prikazima Tafelovih krivulja na slikama 43 i 44 i na histogramima na slikama 45 i 46 .



TENIFER = TF1 580 °C/2h/ulje

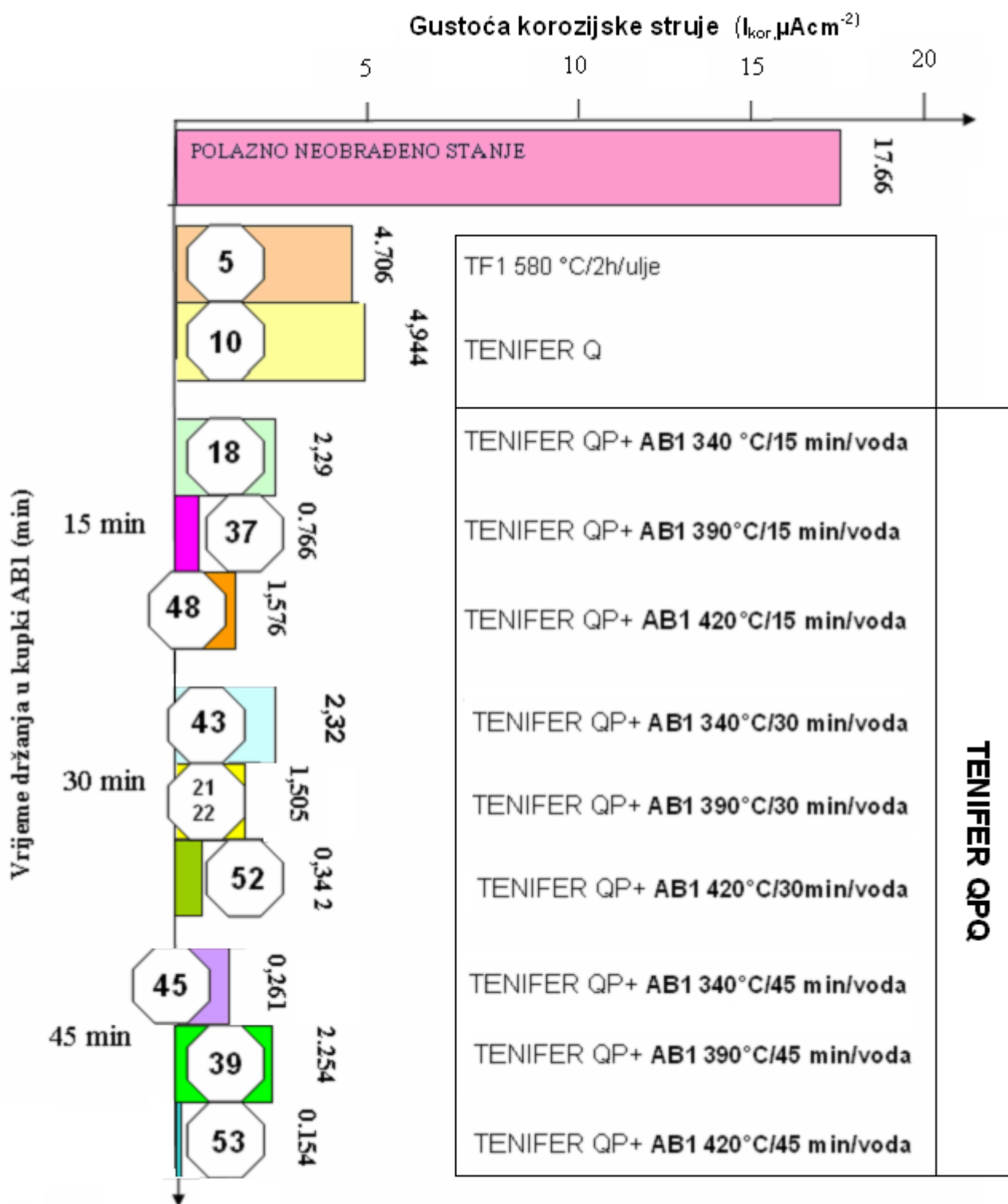
Slika 43. Prikaz Tafelovih krivulja dvaju ispitnih uzoraka



TENIFER Q = TF1 580°C/2h/AB1 390 °C/15 min/voda

TENIFER QP = TENIFER Q + poliranje

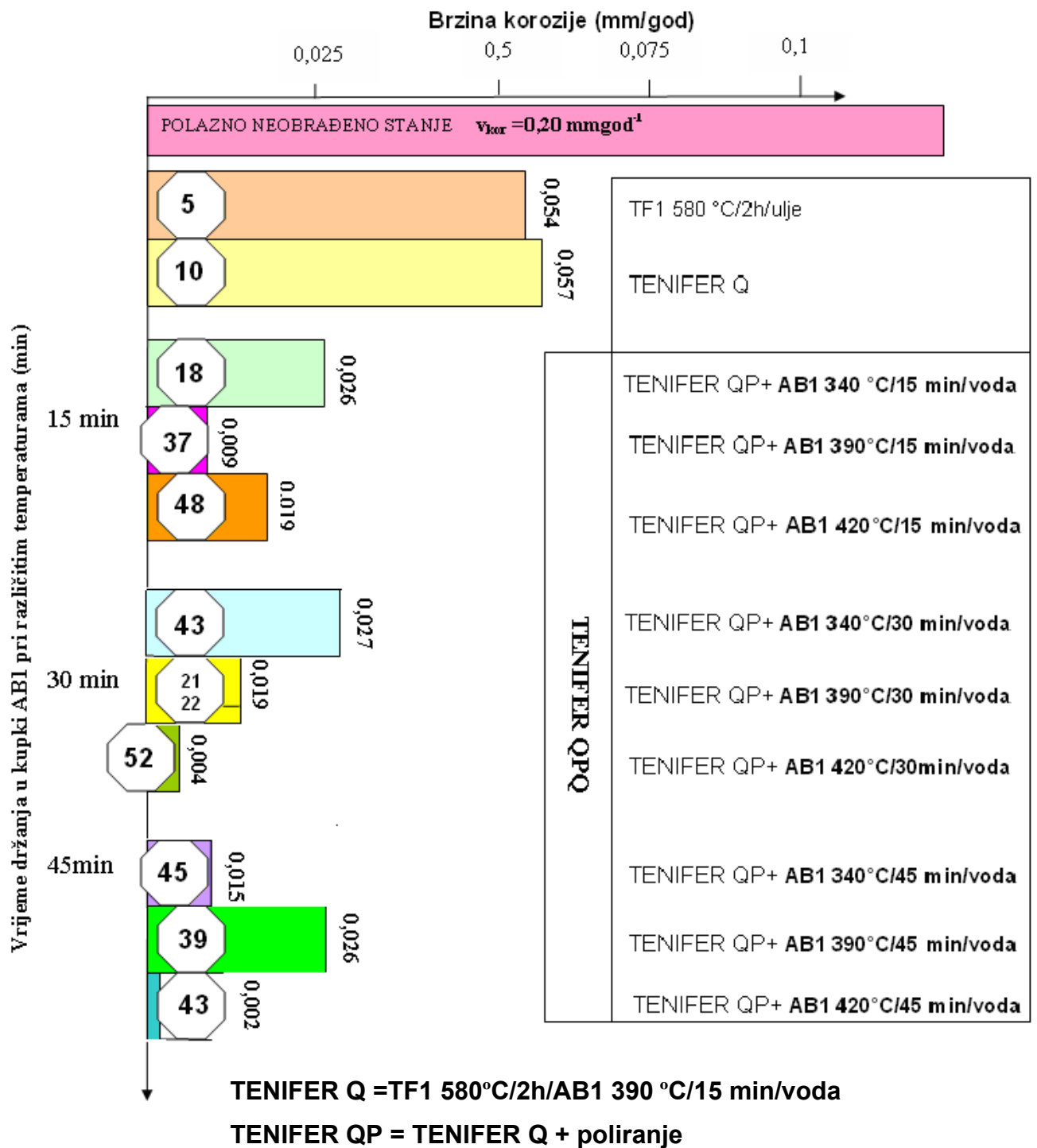
Slika 44. Prikaz Tafelovih krivulja za različite temperature i vrijeme držanja u kupci AB1



TENIFER Q = TF1 580°C/2h/AB1 390 °C/15 min/voda

TENIFER QP = TENIFER Q + poliranje

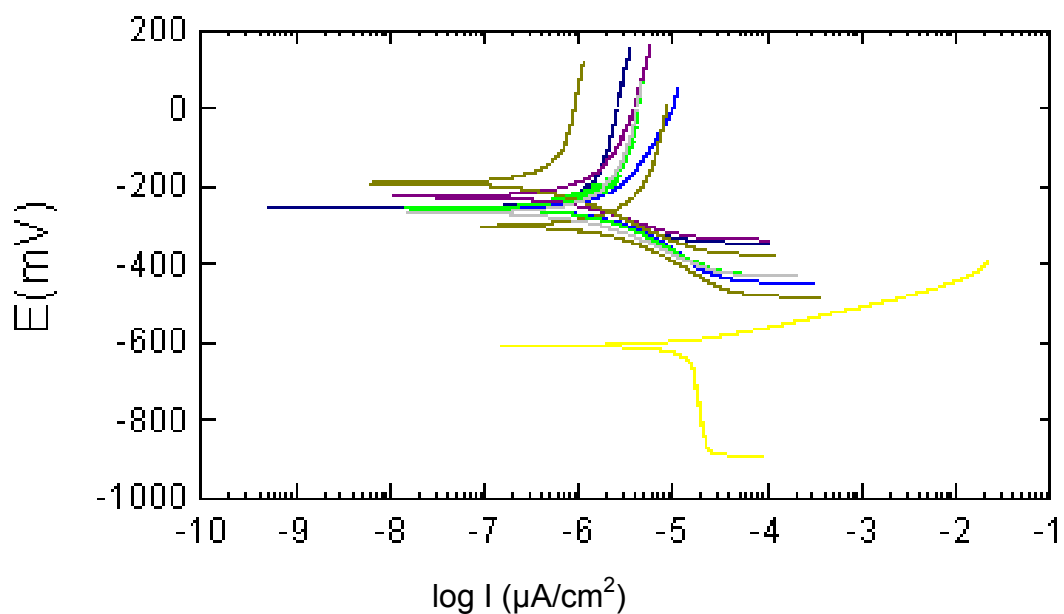
Slika 45. Utjecaj parametara naknadne oksidacije (temperature i vremena držanja u oksidativnoj kupki AB1) nitrokarburiranih uzoraka postupkom Tenifer na gustoću korozivne struje



Slika 46. Utjecaj parametara naknadne oksidacije (temperature i vremena držanja u oksidativnoj kupki AB1) nitrokarburiranih uzoraka . postupkom Tenifer brzinu korozije.

Iz dobivenih rezultata proizlaze sljedeći zaključci:

- Gustoća korozijske struje i brzina korozije najveće su kod toplinski neobrađenih uzoraka u odnosu na sva ostala ispitivana stanja.
- Uzorci površinski modificirani postupcima nitrokarburiranja TENIFER i nitrokarburiranjem s naknadnom oksidacijom (jednostrukom) oksidacijom (postupak TENIFER Q) pokazali su oko tri puta manju gustoću korozijske struje, brzinu korozije u odnosu na toplinski neobrađene uzorke, ali ovi rezultati su još uvijek lošiji u odnosu na ispitne uzorke modificirane postupkom TENIFER QPQ.
- Svi ispitni uzorci površinski modificirani postupkom TENIFER QPQ pokazali su barem dva puta manju gustoću korozijske struje i brzinu korozije u odnosu na ispitne uzorke koji su bili obrađeni postupcima TENIFER i TENIFER Q.
- Iz histogramskih prikaza na slikama 45 i 46 uočava se značajan utjecaj temperature i trajanja naknadne oksidacije u postupku TENIFER QPQ.
- Naknadnom oksidacijom na temperaturi 340°C tj. na donjoj granici preporučenih temperatura kupke AB1 postiže se dobra otpornost na koroziju tek nakon 45 minuta u odnosu na naknadnu oksidaciju sa ostalim ispitivanim kombinacijama temperature i trajanja oksidacije.
- Naknadnom oksidacijom ispitnih uzoraka u kupci AB1 temperature 420 °C, tj. gornjoj granici radne temperature kupke, postižu se najniže vrijednosti gustoće korozijske struje i brzine korozije, u odnosu na sve ostale kombinacije temperature i trajanja oksidacije. Pri tome dulje držanje u kupci AB1 daje proporcionalno manju vrijednost gustoće korozijske struje i brzine korozije. Najveće sniženje gustoće korozijske struje i brzine korozije (oko pet puta) nastaje produljenjem naknadne oksidacije s 15 na 30 minuta. Produljenjem naknadne oksidacije s 30 na 45 minuta gustoća korozijske struje i brzina korozije smanjuju se približno dvostruko(s 0,0342 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$ na 0,154 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$). Međutim dugotrajna naknadna oksidacija od 45 minuta u većini industrijskih slučajeva bilo bi ekonomski neisplativo i predugo, pa se kao optimalno rješenje za postupak Tenifer QPQ može preporučiti naknadna oksidacija na 420°C.u trajanju minimalno 30 minuta.



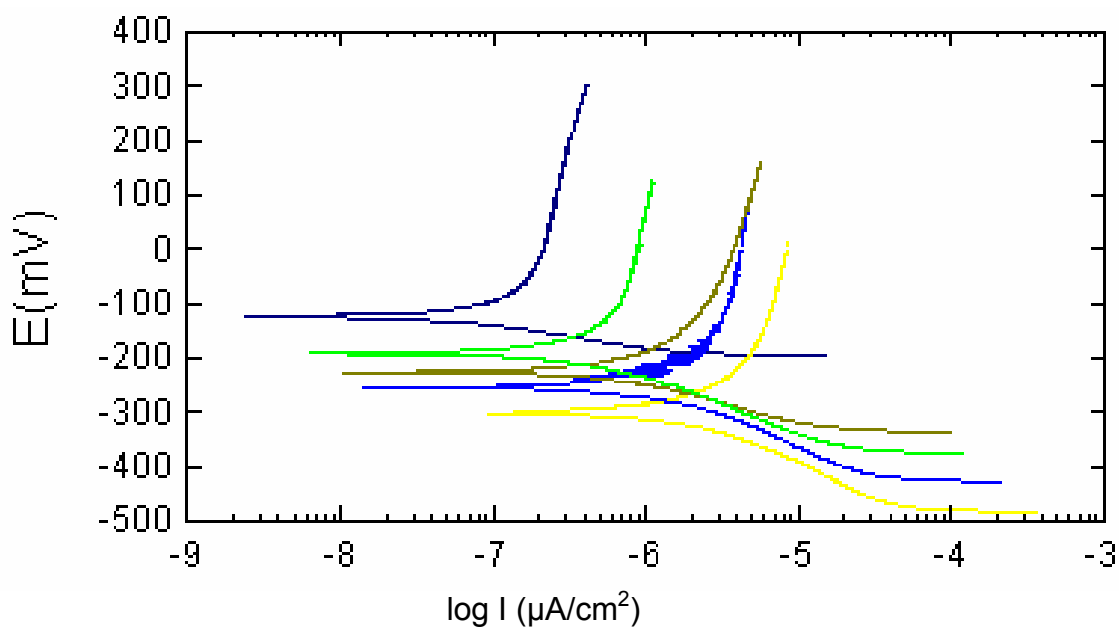
- Uzorak 45: TENIFER QP + AB1 340°C/45 Min/Voda
- Polazno (Neobrađeno Stanje)
- Uzorak 5: TENIFER
- Uzorak 10: TENIFER Q
- Uzorak 18: TENIFER QP + AB1 340 °C/15 Min/Voda
- Uzorak 48: TENIFER QP + AB1 420°C/15 Min/Voda
- Uzorak 37: TENIFER QP + AB1 390°C/15 Min/Voda
- Uzorak 43: TENIFER QP + AB1 340°C/30 Min/Voda

TENIFER = TF1 580 °C/2h/ulje

TENIFER Q =TF1 580°C/2h/AB1 390 °C/15 min/voda

TENIFER QP = TENIFER Q + poliranje

Slika 47. Zbirni prikaz rezultata ispitivanja elektrokemijske korozije metodom kvazi - potenciostatske ekstrapolacije



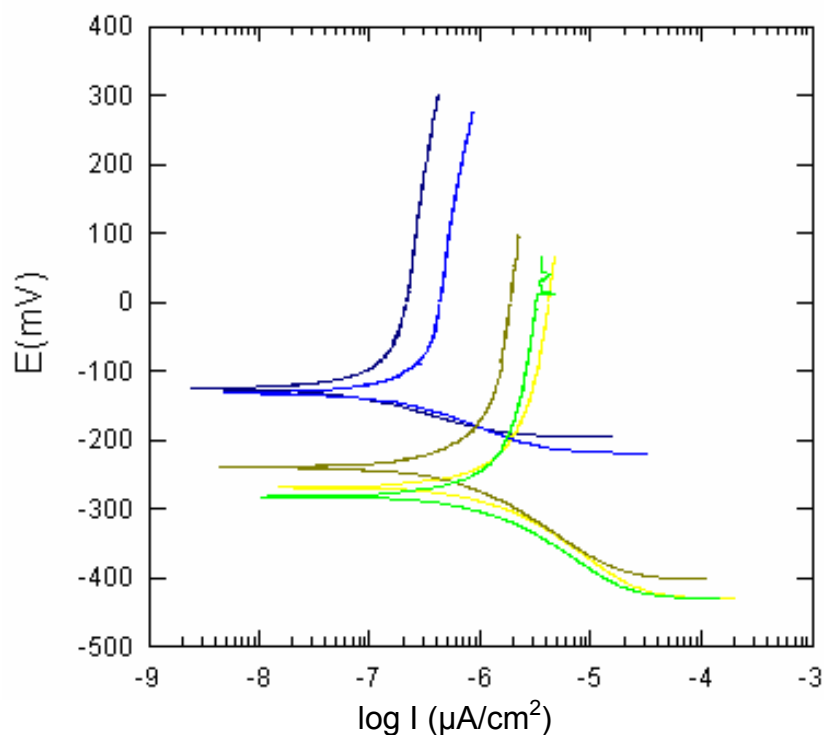
- Uzorak 53: TENIFER QP + AB1 420°C/45 min/voda (referentni)
- Uzorak 10: TENIFER Q
- Uzorak 18: TENIFER QP + AB1 340 °C/15 min/voda
- Uzorak 48: TENIFER QP + AB1 420°C/15 min/voda
- Uzorak 37: TENIFER QP + AB1 390°C/15 min/voda

TENIFER = TF1 580 °C/2h/ulje

TENIFER Q =TF1 580°C/2h/AB1 390 °C/15 min/voda

TENIFER QP = TENIFER Q + poliranje

Slika 48. Zbirni prikaz rezultata ispitivanja elektrokemijske korozije metodom kvazi - potenciostatske ekstrapolacije nitrokarburiranih ispitnih uzoraka koji su bili dodatno izloženi postupku naknadne oksidacije u vremenu od 15 min



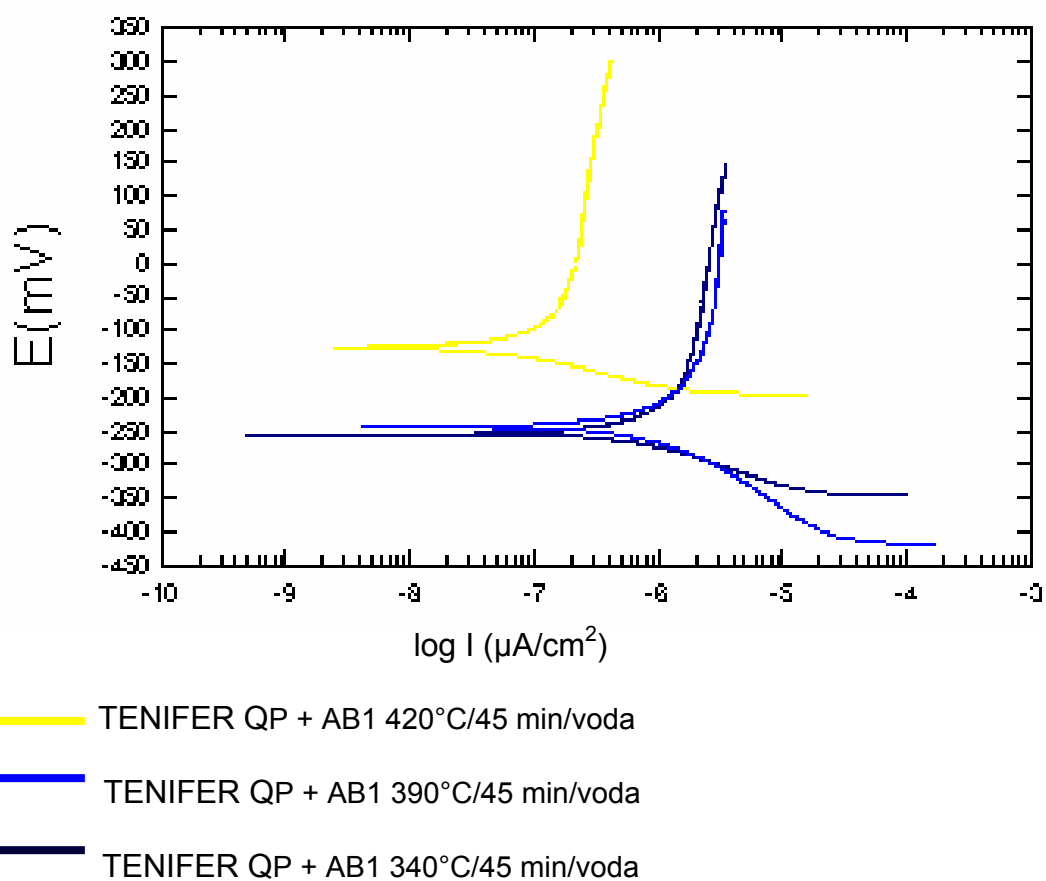
- Uzorak 53: TENIFER QP + AB1 420°C/45 min/voda
- Uzorak 43: TENIFER QP + AB1 340°C/30 min/voda
- Uzorak 52: TENIFER QP + AB1 420°C/30 min/voda
- Uzorak 22: TENIFER QP + AB1 390°C/30 min/voda
- Uzorak 21: TENIFER QP + AB1 390°C/30 min/voda

TENIFER = TF1 580 °C/2h/ulje

TENIFER Q =TF1 580°C/2h/AB1 390 °C/15 min/voda

TENIFER QP = TENIFER Q + poliranje

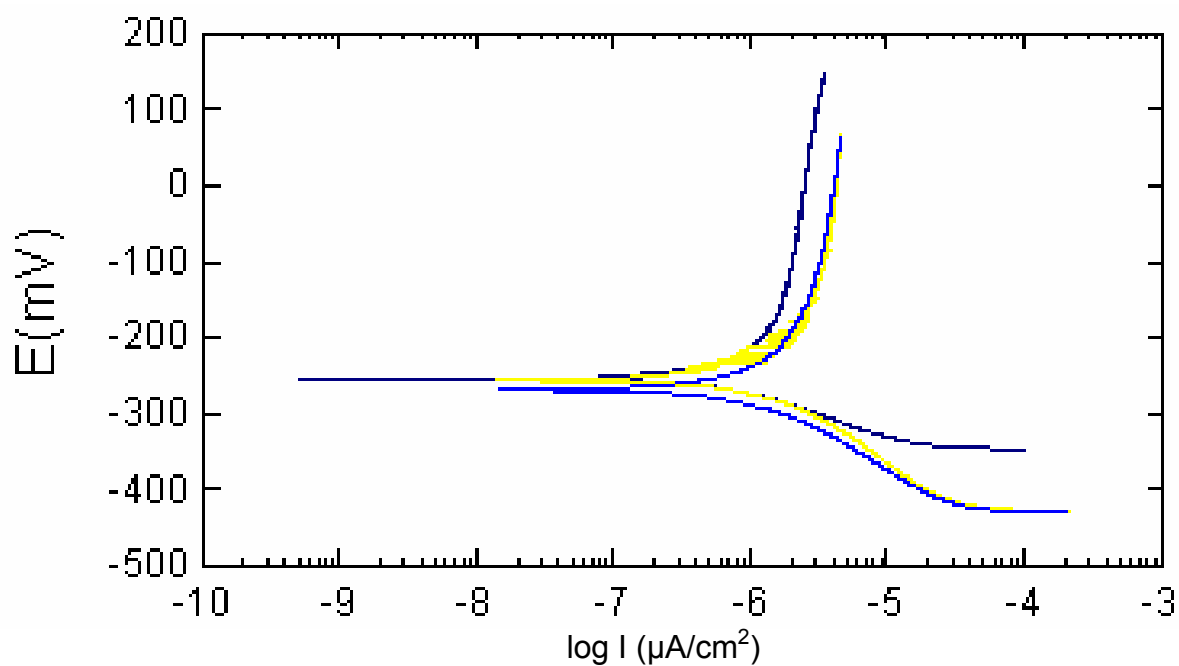
Slika 49. Zbirni prikaz rezultata ispitivanja elektrokemijske korozije metodom kvazi - potenciostatske ekstrapolacije nitrokarburiranih ispitnih uzoraka koji su bili dodatno izloženi postupku naknadne oksidacije u vremenu od 30 min



TENIFER Q = TF1 580°C/2h/AB1 390 °C/15 min/voda

TENIFER QP = TENIFER Q + poliranje

Slika 50. Zbirni prikaz rezultata ispitivanja elektrokemijske korozije metodom kvazi - potenciostatske ekstrapolacije nitrokarburiranih ispitnih uzoraka koji su bili dodatno izloženi postupku naknadne oksidacije u vremenu od 45 min



— TENIFER QP + AB1 340°C/45 min/voda

— TENIFER QP + AB1 340 °C/15 min/voda

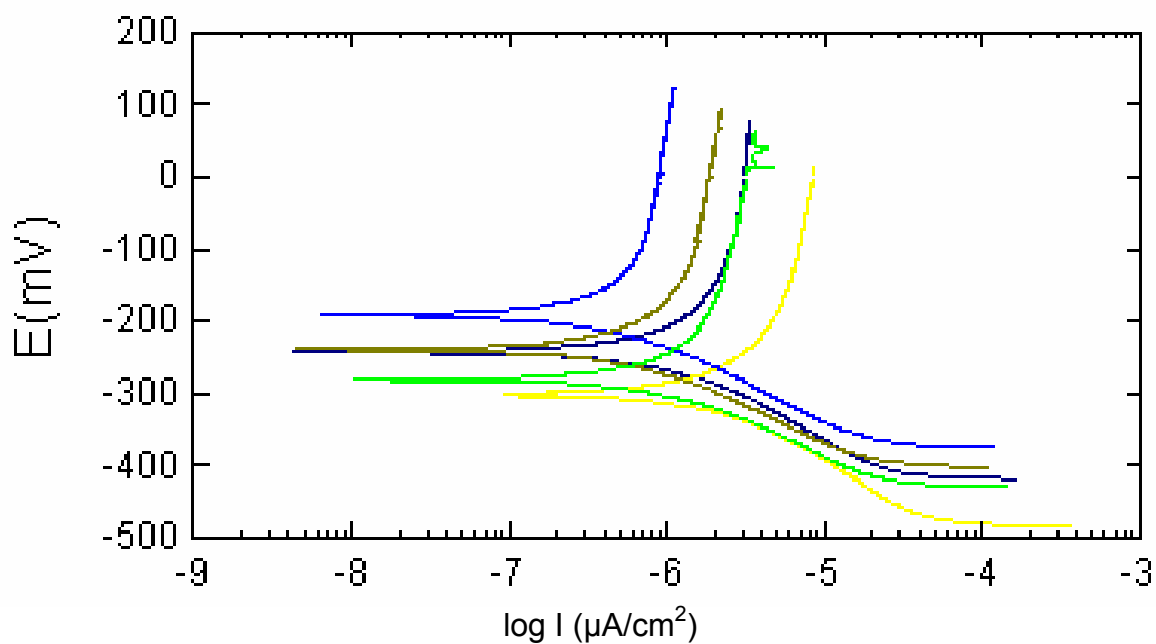
— TENIFER QP + AB1 340°C/30 min/voda

TENIFER = TF1 580 °C/2h/ulje

TENIFER Q =TF1 580°C/2h/AB1 390 °C/15 min/voda

TENIFER QP = TENIFER Q + poliranje

Slika 51. Zbirni prikaz rezultata ispitivanja elektrokemijske korozije metodom kvazi - potenciostatske ekstrapolacije nitrokarburiranih ispitnih uzoraka koji su bili dodatno izloženi postupku naknadne oksidacije pri temperaturi 340°C.



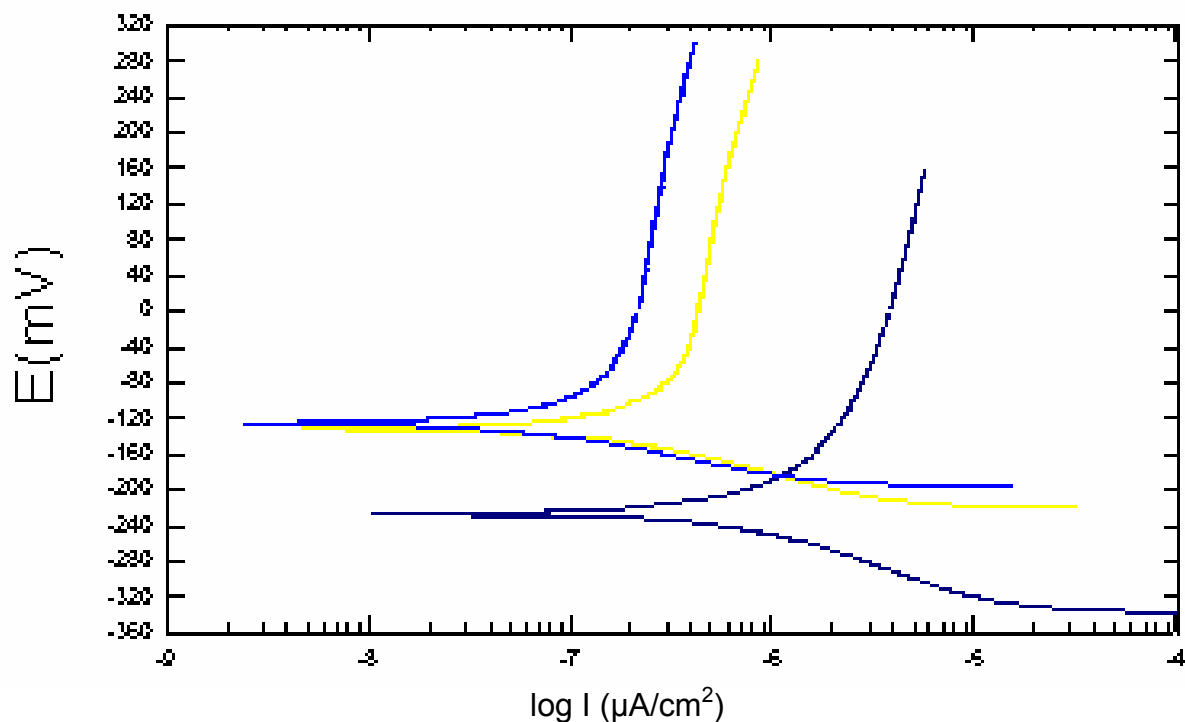
- Uzorak 39: TENIFER QP + AB1 390°C/45 min/voda
- Uzorak 10: TENIFER
- Uzorak 37: TENIFER QP + AB1 390°C/15 min/voda
- Uzorak 21: TENIFER QP + AB1 390°C/30 min/voda
- Uzorak 22: TENIFER QP + AB1 390°C/30 min/voda

TENIFER = TF1 580 °C/2h/ulje

TENIFER Q = TF1 580°C/2h/AB1 390 °C/15 min/voda

TENIFER QP = TENIFER Q + poliranje

Slika 52. Zbirni prikaz rezultata ispitivanja elektrokemijske korozije metodom kvazi - potenciostatske ekstrapolacije nitrokarburiranih ispitnih uzoraka koji su bili dodatno izloženi postupku naknadne oksidacije pri temperaturi 390°C.



- Uzorak 53: TENIFER QP + AB1 420°C/45 min/voda
- Uzorak 52: TENIFER QP + AB1 420°C/30 min/voda
- Uzorak 48 : TENIFER QP + AB1 420°C/15 min/voda

TENIFER = TF1 580 °C/2h/ulje

TENIFER Q =TF1 580°C/2h/AB1 390 °C/15 min/voda

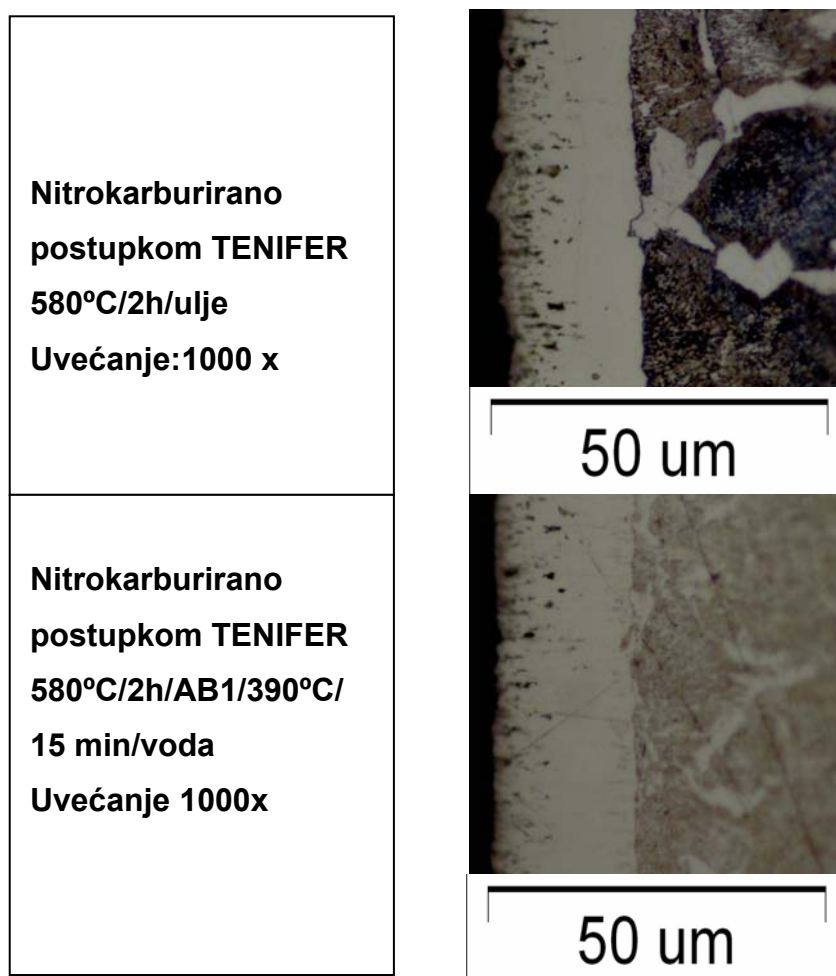
TENIFER QP = TENIFER Q + poliranje

Slika 53. Zbirni prikaz rezultata ispitivanja elektrokemijske korozije metodom kvazi - potenciostatske ekstrapolacije nitrokarburiranih ispitnih uzoraka koji su bili dodatno izloženi postupku naknadne oksidacije pri temperaturi 390°C.

7. ANALIZA MIKROSTRUKTURE RUBNOG SLOJA

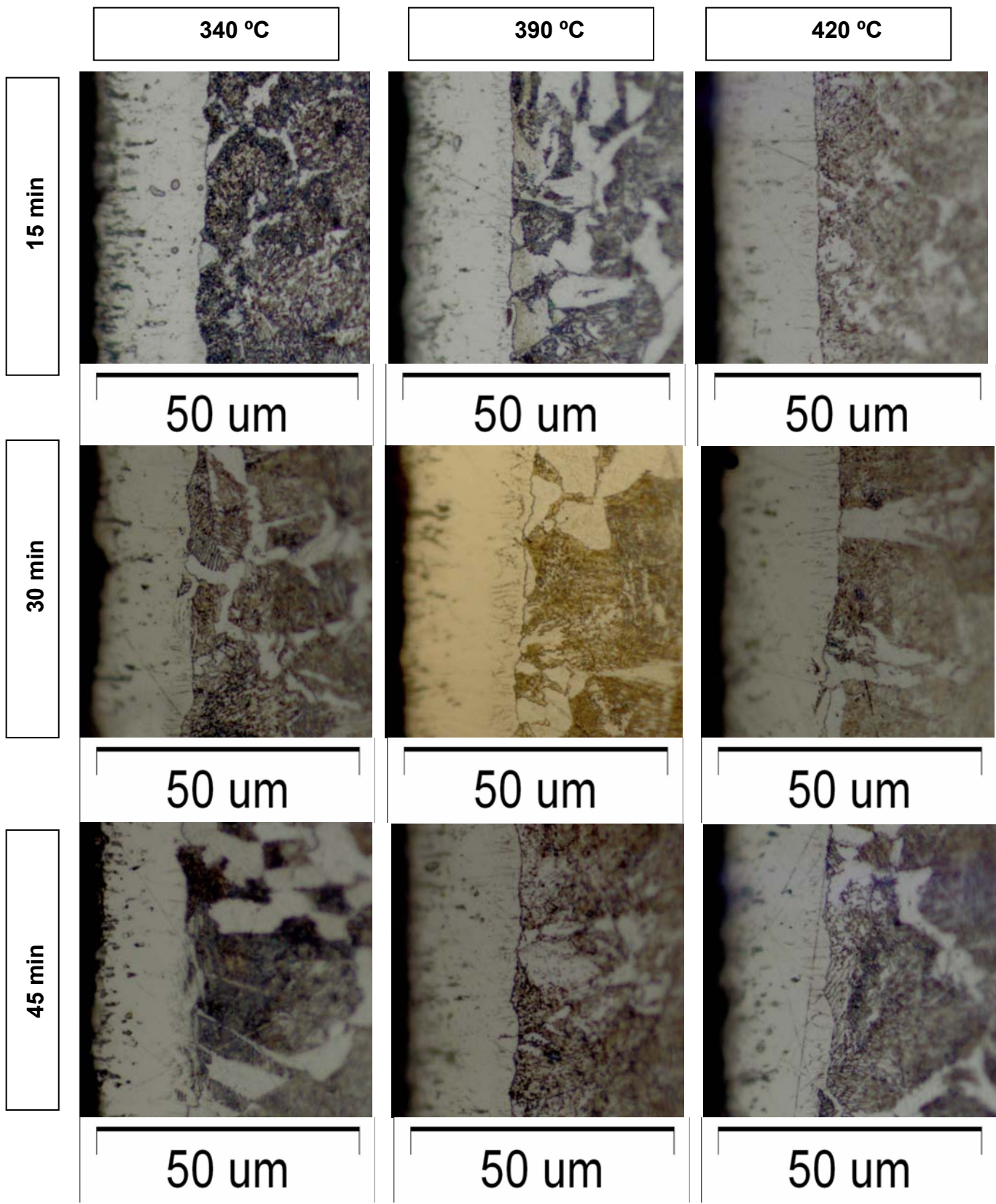
7.1. Analiza mikrostrukture svjetlosnom mikroskopijom

Mikrostrukturna analiza ispitnih uzoraka provedena je na metalografski pripremljenim uzorcima u poliranom i nagriženom stanju. Rezultati snimanja mikrostrukture rubnog sloja prikazani su na slikama 54 i 55.



Slika 54. Rezultati svjetlosne mikroskopije

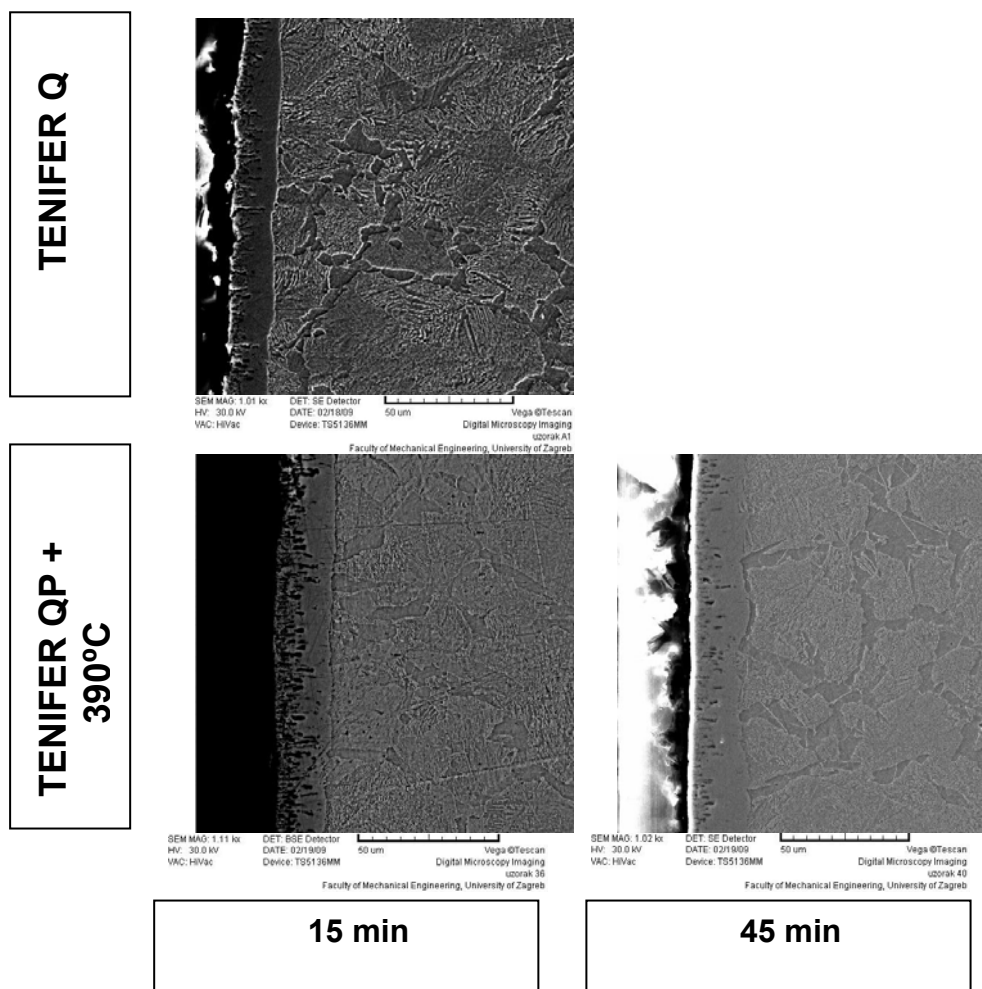
Iz slika mikrostrukture vidi se da je nitrokarburiranjem postignuta zona spojeva debljine oko 18 μm . Zona je porozna u 1/3 debljine što je uobičajeno za nitrokarburiranje postupkom TENIFER. Zona je bez pukotina i valovitosti i ujednačene hrapavosti.



Slika 55.Svjetlosna mikroskopija uzoraka

7.2. Analiza mikrostrukture svjetlosnom mikroskopijom

Elektronskom mikroskopijom snimljeni su ispitni uzorci 3 , 36 i 40 povećanjem 1000 : 1 i 3500 : 1.



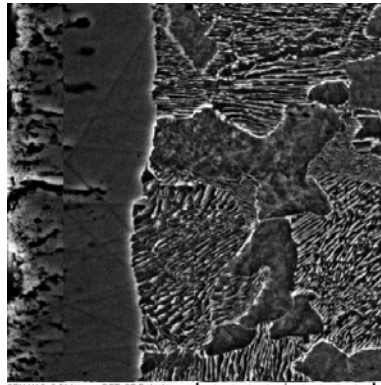
TENIFER Q = TF1 580°C/2h/AB1 390 °C/15 min/voda

TENIFER QP = TENIFER Q + poliranje

Slika 56. Snimke elektronske mikroskopije (povećanje 1000 x)

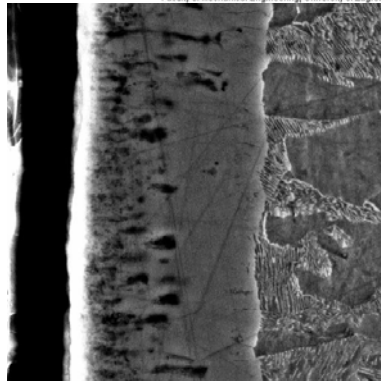
Na snimkama rubnog sloja pri povećanju 3500 : 1 uočljivo je djelomično popunjavanje poroznosti zone spojeva, vjerojatno željeznim oksidom. Pore nisu u potpunosti popunjene niti nakon 45 minuta naknadne oksidacije (slika 57), premda se čine smanjene u odnosu na pore u sloju koji je bio naknadno oksidiran samo 15 minuta.

TENIFER Q

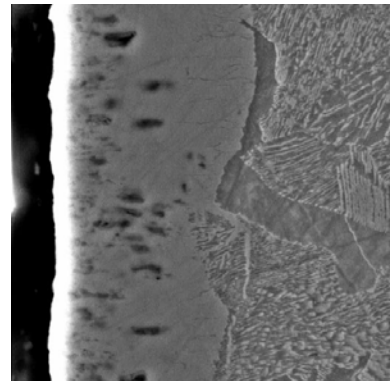


SEM MAO: 3.51 kx
HV: 20.0 kV
VAC: HVVac
DET: SE Detector
DATE: 02/18/09
Device: T95136MM
20 um
Vega ©Tescan
Digital Microscopy Imaging
u000ak AT 2
Faculty of Mechanical Engineering, University of Zagreb

**TENIFER QP +
390°C**



SEM MAO: 3.52 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HVVac
DET: SE Detector
DATE: 02/18/09
Device: T95136MM
20 um
Vega ©Tescan
Digital Microscopy Imaging
u000ak 36
Faculty of Mechanical Engineering, University of Zagreb



SEM MAO: 3.49 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HVVac
DET: SE Detector
DATE: 02/18/09
Device: T95136MM
20 um
Vega ©Tescan
Digital Microscopy Imaging
u000ak 40
Faculty of Mechanical Engineering, University of Zagreb

15 min

45 min

TENIFER Q = TF1 580°C/2h/AB1 390 °C/15 min/voda

TENIFER QP = TENIFER Q + poliranje

Slika 57. Snimke elektronske mikroskopije (povećanje 3500 x)

ZAKLJUČAK

Na temelju provedenih ispitivanja otpornosti na koroziju nitrokarburiranih i naknadno oksidiranih ispitnih uzoraka, te njihove mikrostrukturne analize zaključuje se sljedeće:

- Gustoća korozijske struje i brzina korozije najveće su kod toplinski neobrađenih uzoraka u odnosu na sva ostala ispitivana stanja.
- Svi ispitni uzorci površinski modificirani postupkom TENIFER QPQ pokazali su barem dva puta manju gustoću korozijske struje i brzinu korozije u odnosu na ispitne uzorke koji su bili obrađeni postupcima TENIFER i TENIFER Q.
- Naknadnom oksidacijom ispitnih uzoraka u kupci AB1 temperature 420 °C, tj. gornjoj granici radne temperature kupke, postižu se najniže vrijednosti gustoće korozijske struje i brzine korozije, u odnosu na sve ostale kombinacije temperature i trajanja oksidacije. Najveće sniženje gustoće korozijske struje i brzine korozije (oko pet puta) nastaje produljenjem naknadne oksidacije s 15 na 30 minuta. Produljenjem naknadne oksidacije s 30 na 45 minuta gustoća korozijske struje i brzina korozije smanjuju se približno dvostruko(s $0,0342 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ na $0,154 \mu\text{A}/\text{cm}^2$). Međutim dugotrajna naknadna oksidacija od 45 minuta u većini industrijskih slučajeva bilo bi ekonomski neisplativo i predugo, pa se kao optimalno rješenje za postupak Tenifer QPQ može preporučiti naknadna oksidacija na 420°C.u trajanju minimalno 30 minuta.

U provedenim ispitivanjima analiziran je utjecaj parametara naknadne oksidacije (temperature kupke AB1 i trajanja oksidacije). Pri tom su svi ispitni uzorci bili prije nitrokarburiranja fino brušeni, a u fazi poliranja ujednačeno polirani. U daljnjim istraživanjima utjecajnih čimbenika na otpornost na koroziju trebalo bi uzeti u obzir i razmatranje utjecaja prethodne strojne obrade, odnosno površinske hrapavosti na kvalitetu i svojstva rubnog sloja. Također se kao mogući pravac istraživanja prema navodima u literaturi ističe i mogućnost primjene višestruke naknadne oksidacije s međufazama poliranja.

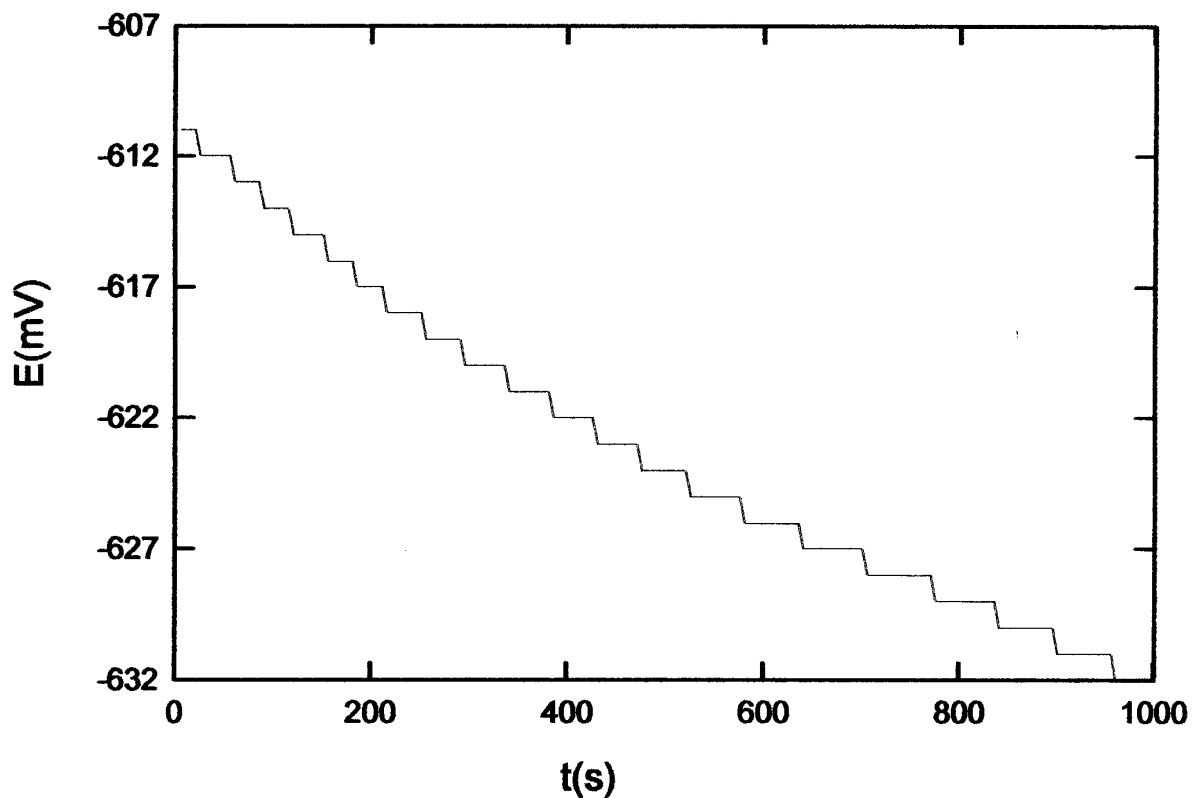
LITERATURA

- [1] Wahl , Hanau :“Salt bath nitriding - Tufftride® TF1 – AB1 an economical heat treatment proces with a variety of applications“ (3 – 7)
- [2] F. Wendel: Current Trends in surface Treatment of Tools Used for Plastic Processing, Berlin, 1990.
- [3] M. Mainka,J. Bosslet:New Developments in salth bath nitrocarburizing, Duferrit Gmbh, 68169 Manheim, Germany (396 – 403)
- [4] F. Cajner, D. Landek, S. Šolić:Karakterizacija nitrokarburiranog sloja, MATRIB, Vela Luka, 22. – 24. 06. 2006.
- [5] Dr. J. Bosslet, M. Kreutz:TUFFTRIDE® - QPQ – process, Tehnical informatuon, 1-15.
- [6] www.ovako.com
- [7] M. Novosel:Osnove toplinske obrade, Inžinjerski priručnik,Školska knjiga Zagreb, 1998
- [8] Toplinska obrada i površinska zaštita, FSB Zagreb
- [9] K. Marušić, H.Otmačić, D. Landek, F.Cajner, E. Stupnišek – Lisac: Modification of carbon steel surface by the Tenifer®process of Nitrocarburizing and post – oxidation, FSB Zagreb, 2006
- [10] F. Cajner, D. Landek:Influence of oxidation of nitrocarburized steel upon the Resistance to wear and corrosion, Dubrovnik
- [11] L. Pomenić:Mikrostruktura metala, lekcija 11,Tehnički fakultet Sveučilišta u Rijeci
- [12] R. Lappanen, H.Jonsson:Properies of Nitrided Components – A Result of The Material and Nitrided proces, Tehnical Report 1/1999
- [13] Dr. Sommer:The heat treatment market, Januar 2006
- [14] I. Jozić: Diplomski rad, Fakultet strojarstva i brodogradnje, Zagreb, 2005
- [15] L. Pomenić: Zaštita materijala, Tehnički Fakultet u Rijeci
- [16] M. Kliškić, L. Vrsalović:Vježbe iz tehnologije površinske zaštite, Split 2005

PRILOG

PRILOG 1.a Ispitivanje električnog potencijala na uzorcima od ugljičnog čelikC45 u polaznom (toplinski neobrađenom) stanju

352 SoftCorr III Corrosion Measurement Software for Windows, v. 3.03
Filename: C:\PROGRA~1\EGG_INST\tempfill1.352
Pstat: M273A[96] Ver 200
EC ECORR VS. TIME
File Status: NORMAL
Date Run: 01-07-96
Time Run: 07:55:08
Time/Pt. TP 5.000 s
Time Step 1 T1 1.000E3 s
No. of Points NP 199
Stop On SO Pass
Line Sync. LS no
Filter FL Off
Working Elec. WE Solid
Ref. Elec. RE SCE 241.5E-3V
Sample Area AR 1.000 cm²
Equiv. Wt. EW 27.90 g
Density DE 7.870 g/ml
AUX A/D AU no
Open Circuit OC -632 mV
Comment: UC45-5%NaCL



PRILOG 1.b Ispitivanje elektrokemijske korozije Tafelovom metodom na uzorcima od Ugljičnog čelikC45 u polaznom (toplinski neobrađenom) stanju

352 SoftCorr III Corrosion Measurement Software for Windows, v. 3.03

Filename: C:\PROGRA~1\EGG_INST\tempfill.352

Pstat: M273A[96] Ver 200

TA TAFEL

File Status: NORMAL

Date Run: 01-07-96

Time Run: 08:27:29

Cond. Time	CT	pass	s
Initial Pot.	IP	-250.0E-3	V oc
Cond. Pot.	CP	pass	V
Final Pot.	FP	250.0E-3	V oc
Initial Delay	ID	pass	s
Scan Rate	SR	166.0E-3	mV/s
Curr. Range	CR	Auto	
Scan Incr.	SI	500.0E-3	mV
Step Time	ST	3.012	s
No. of Points	NP	1000	
GI Time Const.	TC	Off	
Line Sync.	LS	no	
IR Mode	IR	none	
Rise Time	RT	high stability	
Filter	FL	Off	
Working Elec.	WE	Solid	
Ref. Elec.	RE	SCE 241.5E-3V	
Sample Area	AR	1.000	cm ²
Equiv. Wt.	EW	27.90	g
Density	DE	7.870	g/ml
AUX A/D	AU	no	
Open Circuit	OC	-642.0E-3	V

Comment: UC45_5%NaCl

TAFEL CALCULATIONS:

Corrosion Rate = 204.6E-3 mmpy

Chi² = 6.13E+000

E(I=0) = -608.8 mV

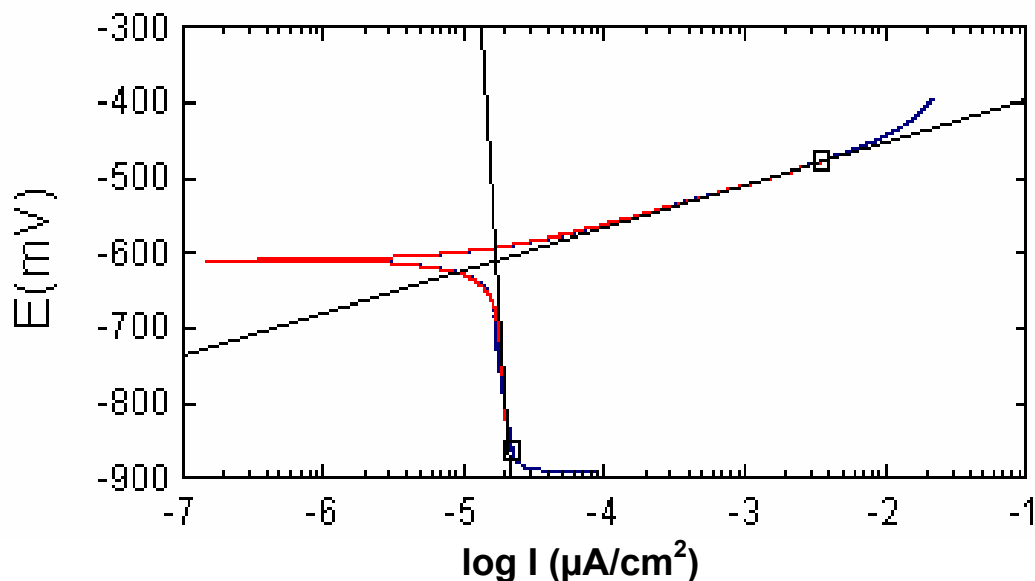
Icorr = 17.66 uA

Beta Anodic = 57.34E-3

Beta Cathodic = 4.368 V/decade

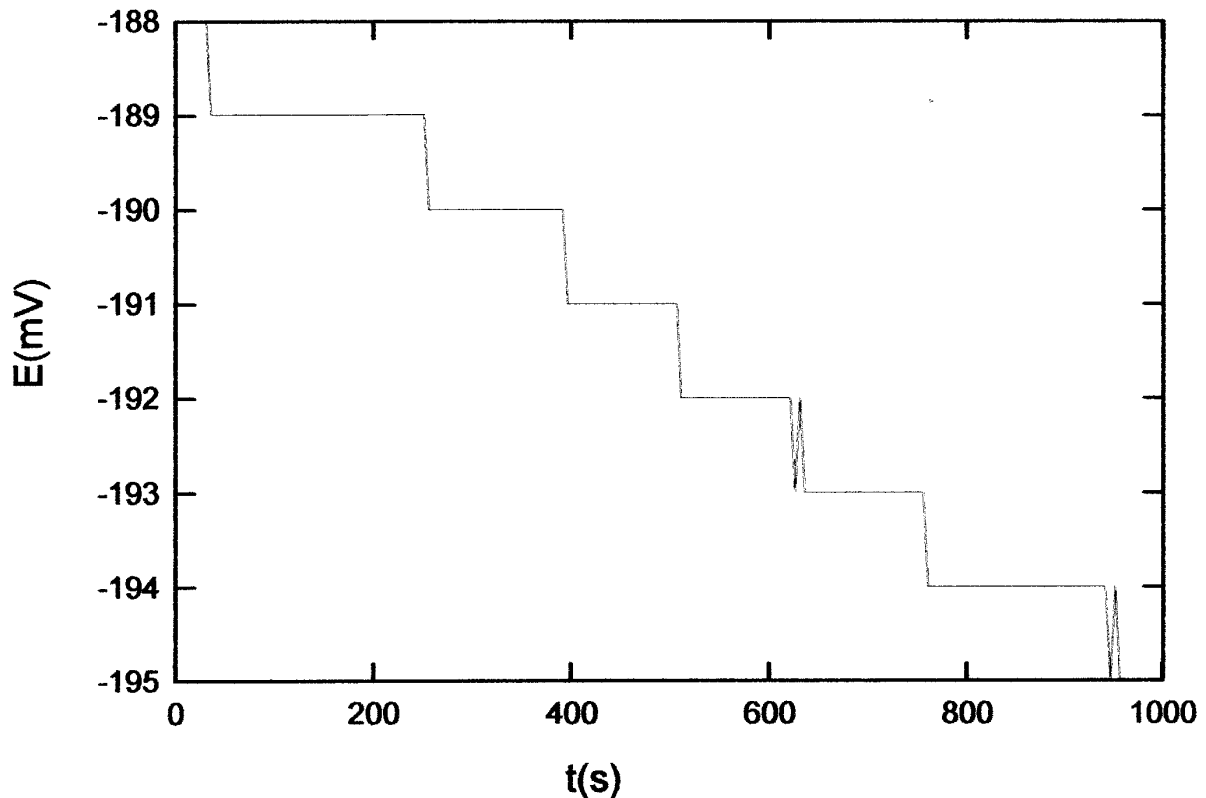
Begin = -861.5 mV

End = -451.0 mV



**PRILOG 2.a Ispitivanje električnog potencijala na uzorcima od ugljičnog čelikC45
UZORAK BR. 5: Nitrokarburirano postupkom Tenifer: 580 °C/2h/ulje**

352 SoftCorr III Corrosion Measurement Software for Windows, v. 3.03
Filename: C:\PROGRA~1\EGG_INST\tempfill1.352
Pstat: M273A[96] Ver 200
EC ECORR VS. TIME
File Status: NORMAL
Date Run: 01-07-96
Time Run: 10:05:16
Time/Pt. TP 5.000 s
Time Step 1 T1 1.000E3 s
No. of Points NP 199
Stop On SO Pass
Line Sync. LS no
Filter FL Off
Working Elec. WE Solid
Ref. Elec. RE SCE 241.5E-3V
Sample Area AR 1.000 cm²
Equiv. Wt. EW 27.90 g
Density DE 7.870 g/ml
AUX A/D AU no
Open Circuit OC -188.0E-3 V
Comment: UC45/NITRIRAN/580C/2h/ulje-5%NaC



PRILOG 2.b Ispitivanje elektrokemijske korozije Tafelovom metodom na uzorcima od Ugljičnog čelik C45
UZORAK BR. 5: Nitrokarburirano postupkom Tenifer: 580 °C/2h/ulje

352 SoftCorr III Corrosion Measurement Software for Windows, v. 3.03

Filename: C:\PROGRA~1\EGG_INST\PEHARTF2.DAT

Pstat: M273A[96] Ver 200

TA TAFEL

File Status: NORMAL

Date Run: 01-07-96

Time Run: 10:42:55

Cond. Time	CT	pass	s
Initial Pot.	IP	-250.0E-3	V oc
Cond. Pot.	CP	pass	V
Final Pot.	FP	250.0E-3	V oc
Initial Delay	ID	pass	mV/s
Scan Rate	SR	166.0E-3	mV/s
Curr. Range	CR	Auto	
Scan Incr.	SI	500.0E-3	mV
Step Time	ST	3.012	s
No. of Points	NP	1000	
GI Time Const.	TC	Off	
Line Sync.	LS	no	
IR Mode	IR	none	
Rise Time	RT	high stability	
Filter	FL	Off	
Working Elec.	WE	Solid	
Ref. Elec.	RE	SCE 241.5E-3V	
Sample Area	AR	1.000	cm ²
Equiv. Wt.	EW	27.90	g
Density	DE	7.870	g/ml
AUX A/D	AU	no	
Open Circuit	OC	-200.0E-3	V

Comment: UC45/NITRIRAN/580C/2h/ulje-5%NaC

TAFEL CALCULATIONS:

Corrosion Rate = 54.52E-3 mmpy

Chi² = 8.54E+000

E(I=0) = -258.5 mV

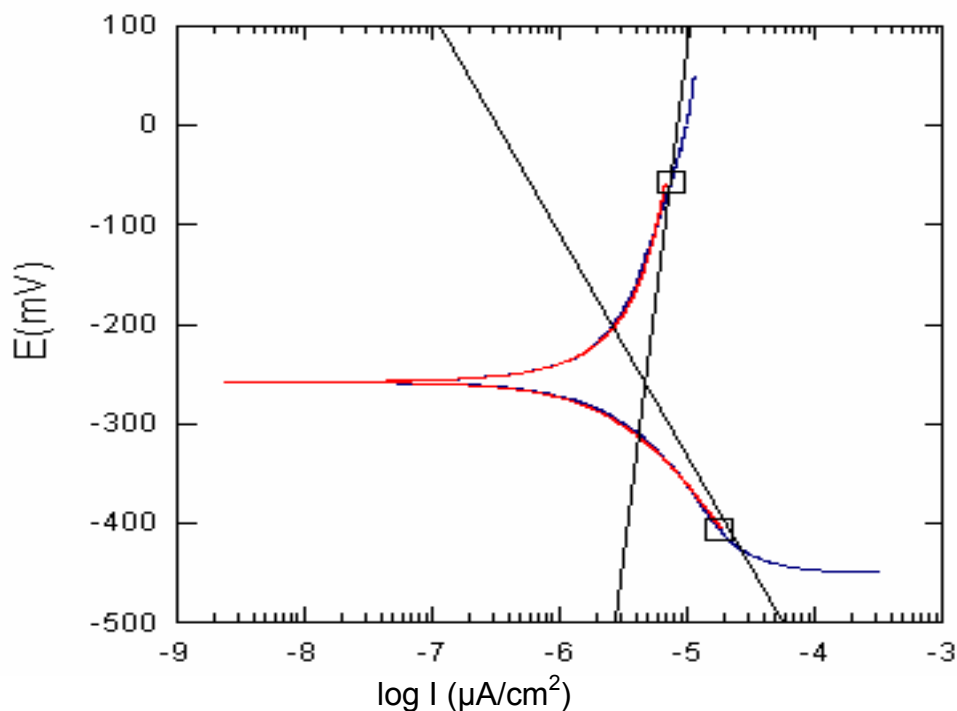
I_{corr} = 4.706 uA

Beta Anodic = 1.041

Beta Cathodic = 222.3E-3 V/decade

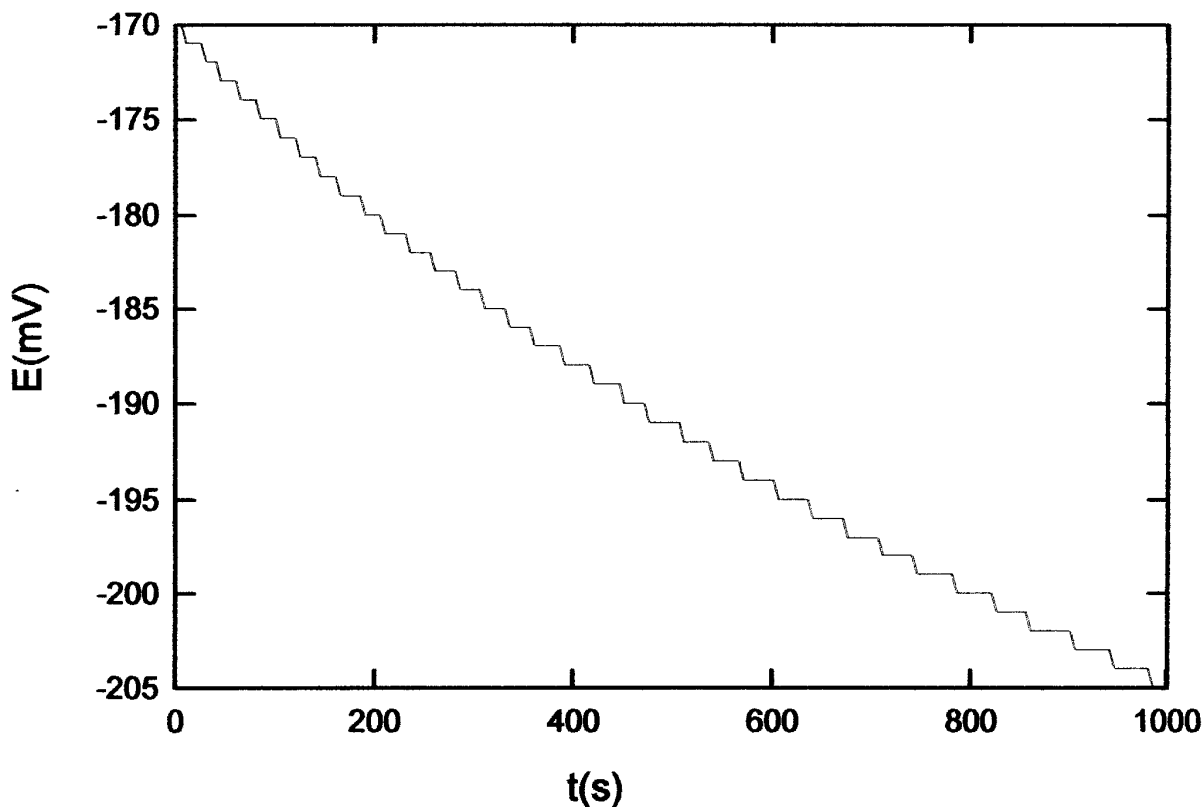
Begin = -422.5 mV

End = -56.50 mV



**PRILOG 3.a Ispitivanje električnog potencijala na uzorcima od ugljičnog čelikC45
UZORAK BR. 10– Nitrokarburirano postupkom Tenifer 580 °C/2h/ AB1 390°C /15
min/voda**

352 SoftCorr III Corrosion Measurement Software for Windows, v. 3.03
Filename: C:\PROGRA~1\EGG_INST\tempfill1.352
Pstat: M273A[96] Ver 200
EC ECORR VS. TIME
File Status: NORMAL
Date Run: 01-07-96
Time Run: 12:34:42
Time/Pt. TP 5.000 s
Time Step 1 T1 1.000E3 s
No. of Points NP 199
Stop On SO Pass
Line Sync. LS no
Filter FL Off
Working Elec. WE Solid
Ref. Elec. RE SCE 241.5E-3V
Sample Area AR 1.000 cm²
Equiv. Wt. EW 27.90 g
Density DE 7.870 g/ml
AUX A/D AU no
Open Circuit OC -170.0E-3 V
Comment: UC45/UZORAK10/NITROKARBURIRANO/T



**PRILOG 3.b Ispitivanje elektrokemijske korozije Tafelovom metodom na uzorcima od Ugljičnog čelik C45
UZORAK BR. 10– Nitrokarburirano postupkom Tenifer 580 °C/2h/ AB1 390°C /15 min/voda**

352 SoftCorr III Corrosion Measurement Software for Windows, v. 3.03

Filename: C:\PROGRA~1\EGG_INST\tempfill1.352

Pstat: M273A[96] Ver 200

TA TAFEL

File Status: NORMAL

Date Run: 01-07-96

Time Run: 13:18:18

Cond. Time	CT	pass	s
Initial Pot.	IP	-250.0E-3	V oc
Cond. Pot.	CP	pass	V
Final Pot.	FP	250.0E-3	V oc
Initial Delay	ID	pass	s
Scan Rate	SR	166.0E-3	mV/s
Curr. Range	CR	Auto	
Scan Incr.	SI	500.0E-3	mV
Step Time	ST	3.012	s
No. of Points	NP	1000	
GI Time Const.	TC	Off	
Line Sync.	LS	no	
IR Mode	IR	none	
Rise Time	RT	high stability	
Filter	FL	Off	
Working Elec.	WE	Solid	
Ref. Elec.	RE	SCE 241.5E-3V	
Sample Area	AR	1.000	cm ²
Equiv. Wt.	EW	27.90	g
Density	DE	7.870	g/ml
AUX A/D	AU	no	
Open Circuit	OC	-234.0E-3	V

Comment: UC45/UZORAK10/NITROKARBURIRANO

TAFEL CALCULATIONS:

Corrosion Rate = 57.29E-3 mmpy

Chi² = 1.39E+001

E(I=0) = -303.0 mV

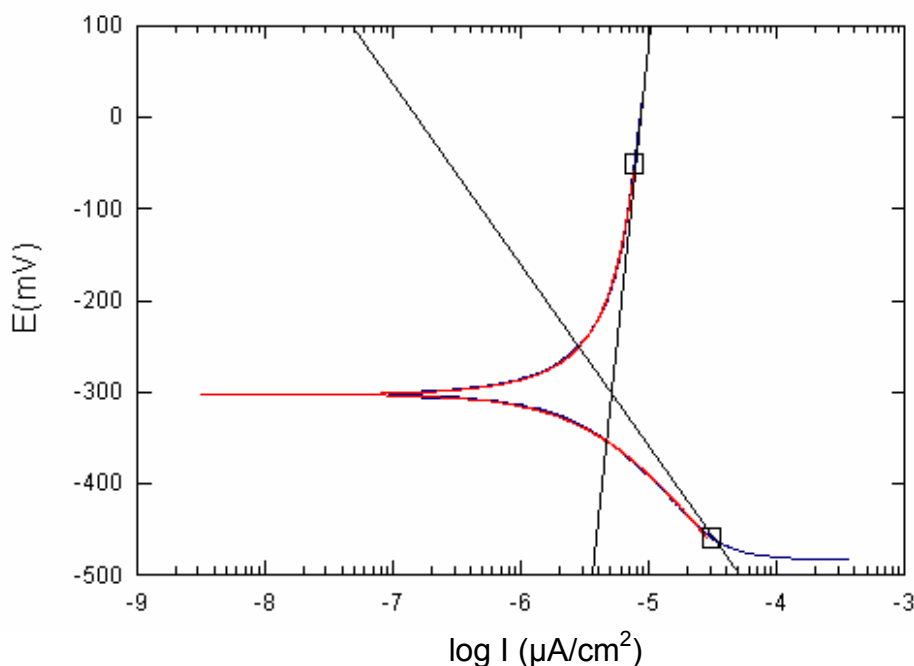
I_{corr} = 4.944 uA

Beta Anodic = 1.231

Beta Cathodic = 191.9E-3 V/decade

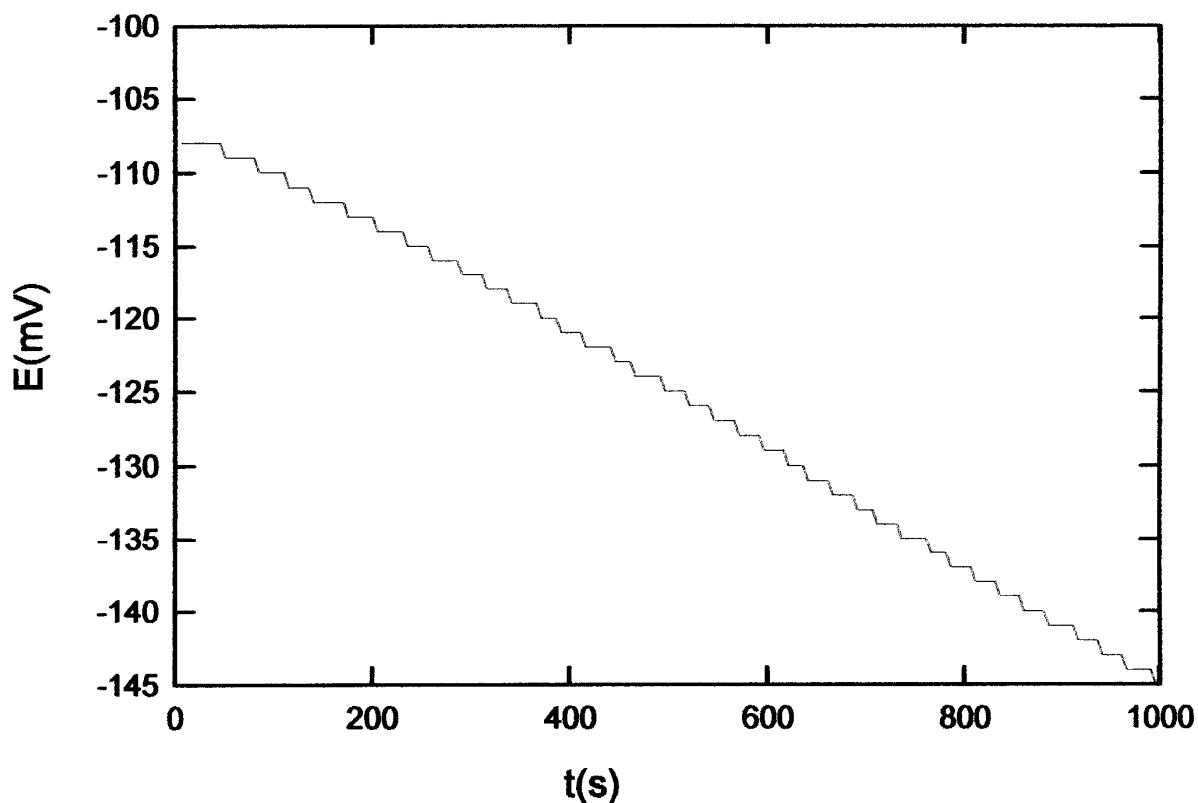
Begin = -472.0 mV

End = -20.50 mV



**PRILOG 4.a Ispitivanje električnog potencijala na uzorcima od ugljičnog čelikC45
UZORAK BR. 18:Nitrokarburirano postupkom Tenifer 580 °C/2h/ polirano + AB1 340
°C/15 min/voda**

352 SoftCorr III Corrosion Measurement Software for Windows, v. 3.03
Filename: C:\PROGRA~1\EGG_INST\tempfil1.352
Pstat: M273A[96] Ver 200
EC ECORR VS. TIME
File Status: NORMAL
Date Run: 01-07-96
Time Run: 15:17:20
Time/Pt. TP 5.000 s
Time Step 1 T1 1.000E3 s
No. of Points NP 199
Stop On SO Pass
Line Sync. LS no
Filter FL Off
Working Elec. WE Solid
Ref. Elec. RE SCE 241.5E-3V
Sample Area AR 1.000 cm²
Equiv. Wt. EW 27.90 g
Density DE 7.870 g/ml
AUX A/D AU no
Open Circuit OC -108.0E-3 V
Comment: UC45/UZORAK18/POLIRANO



**PRILOG 4.b Ispitivanje elektrokemijske korozije Tafelovom metodom na uzorcima od Ugljičnog čelik C45
UZORAK BR. 18:Nitrokarburirano postupkom Tenifer 580 °C/2h/ polirano + AB1 340 °C/15 min/voda**

352 SoftCorr III Corrosion Measurement Software for Windows, v. 3.03

Filename: C:\PROGRA~1\EGG_INST\tempfill1.352

Pstat: M273A[96] Ver 200

TA TAFEL

File Status: NORMAL

Date Run: 01-07-96

Time Run: 15:55:41

Cond. Time	CT	pass	s
Initial Pot.	IP	-250.0E-3	V oc
Cond. Pot.	CP	pass	V
Final Pot.	FP	250.0E-3	V oc
Initial Delay	ID	pass	s
Scan Rate	SR	166.0E-3	mV/s
Curr. Range	CR	Auto	
Scan Incr.	SI	500.0E-3	mV
Step Time	ST	3.012	s
No. of Points	NP	1000	
GI Time Const.	TC	Off	
Line Sync.	LS	no	
IR Mode	IR	none	
Rise Time	RT	high stability	
Filter	FL	Off	
Working Elec.	WE	Solid	
Ref. Elec.	RE	SCE 241.5E-3V	
Sample Area	AR	1.000	cm ²
Equiv. Wt.	EW	27.90	g
Density	DE	7.870	g/ml
AUX A/D	AU	no	
Open Circuit	OC	-179.0E-3	V

Comment: UC45/UZORAK18/POLIRANO

TAFEL CALCULATIONS:

Corrosion Rate = 26.54E-3 mmpy

Chi² = 4.55E+001

E(I=0) = -255.9 mV

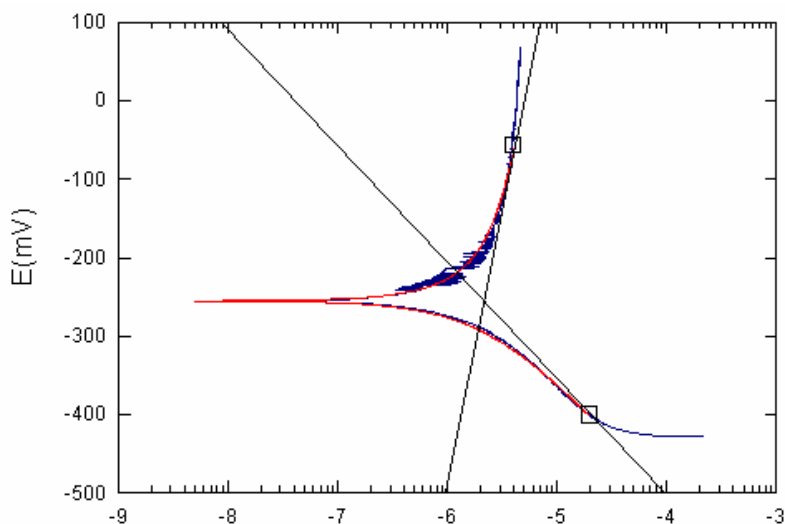
I_{corr} = 2.290 uA

Beta Anodic = 810.8E-3

Beta Cathodic = 152.4E-3 V/decade

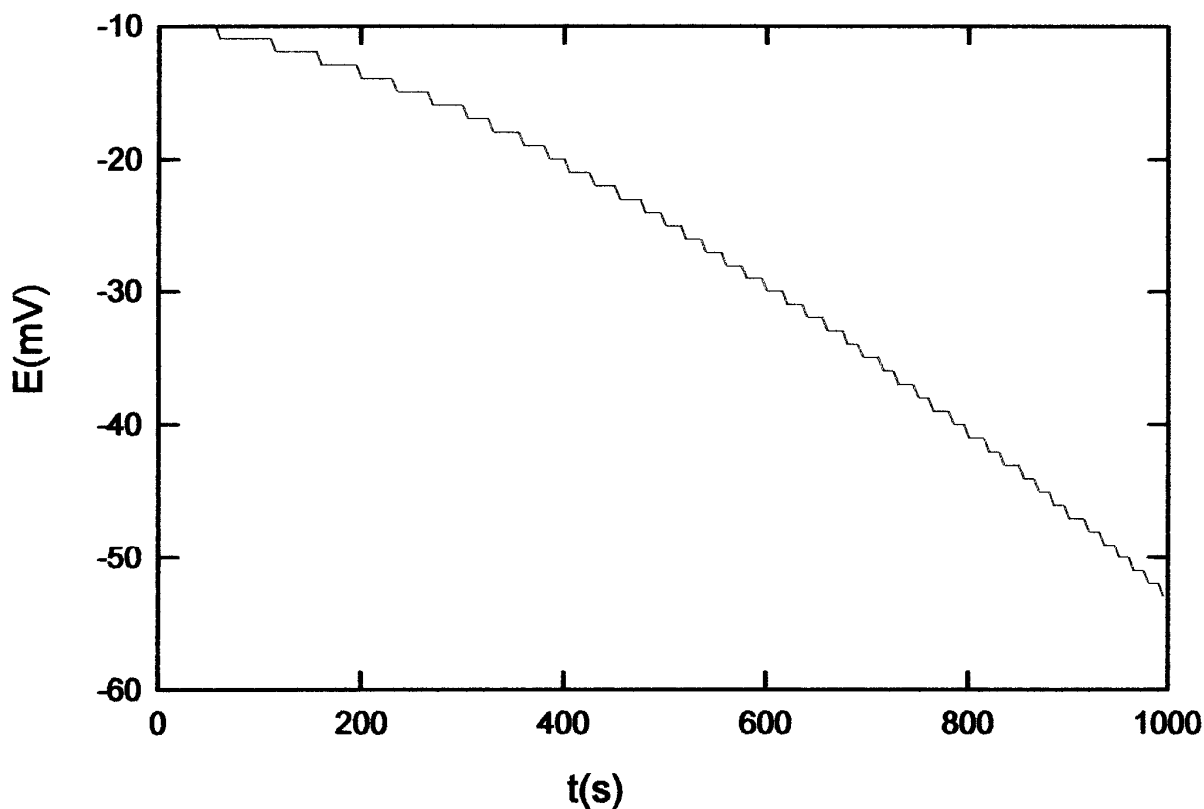
Begin = -409.0 mV

End = -21.00 mV



**PRILOG 5.a Ispitivanje električnog potencijala na uzorcima od ugljičnog čelikC45
UZORAK BR. 48:Nitrokarburirano postupkom Tenifer 580 °C/2h/ polirano + AB1 420
°C/15 min/voda**

352 SoftCorr III Corrosion Measurement Software for Windows, v. 3.03
Filename: C:\PROGRA~1\EGG_INST\tempfill1.352
Pstat: M273A[96] Ver 200
EC ECORR VS. TIME
File Status: NORMAL
Date Run: 01-07-96
Time Run: 17:02:02
Time/Pt. TP 5.000 s
Time Step 1 T1 1.000E3 s
No. of Points NP 199
Stop On SO Pass
Line Sync. LS no
Filter FL Off
Working Elec. WE Solid
Ref. Elec. RE SCE 241.5E-3V
Sample Area AR 1.000 cm²
Equiv. Wt. EW 27.90 g
Density DE 7.870 g/ml
AUX A/D AU no
Open Circuit OC -10.00E-3 V
Comment: UC45/UZORAK 48



**PRILOG 5.b Ispitivanje elektrokemijske korozije Tafelovom metodom na uzorcima od Ugljičnog čelik C45
UZORAK BR. 48:Nitrokarburirano postupkom Tenifer 580 °C/2h/ polirano + AB1 420 °C/15 min/voda**

352 SoftCorr III Corrosion Measurement Software for Windows, v. 3.03
 Filename: C:\PROGRA~1\EGG_INST\tempfill.352
 Pstat: M273A[96] Ver 200

TA TAFEL

File Status: NORMAL

Date Run: 01-07-96

Time Run: 17:26:43

Cond. Time	CT	pass	s
Initial Pot.	IP	-250.0E-3	V oc
Cond. Pot.	CP	pass	V
Final Pot.	FP	250.0E-3	V oc
Initial Delay	ID	pass	s
Scan Rate	SR	166.0E-3	mV/s
Curr. Range	CR	Auto	
Scan Incr.	SI	500.0E-3	mV
Step Time	ST	3.012	s
No. of Points	NP	1000	
GI Time Const.	TC	Off	
Line Sync.	LS	no	
IR Mode	IR	none	
Rise Time	RT	high stability	
Filter	FL	Off	
Working Elec.	WE	Solid	
Ref. Elec.	RE	SCE 241.5E-3V	
Sample Area	AR	1.000	cm ²
Equiv. Wt.	EW	27.90	g
Density	DE	7.870	g/ml
AUX A/D	AU	no	
Open Circuit	OC	-87.00E-3	V

Comment: UC45/UZORAK 48

TAFEL CALCULATIONS:

Corrosion Rate = 18.26E-3 mmpy

Chi² = 7.61E+000

E(I=0) = -227.1 mV

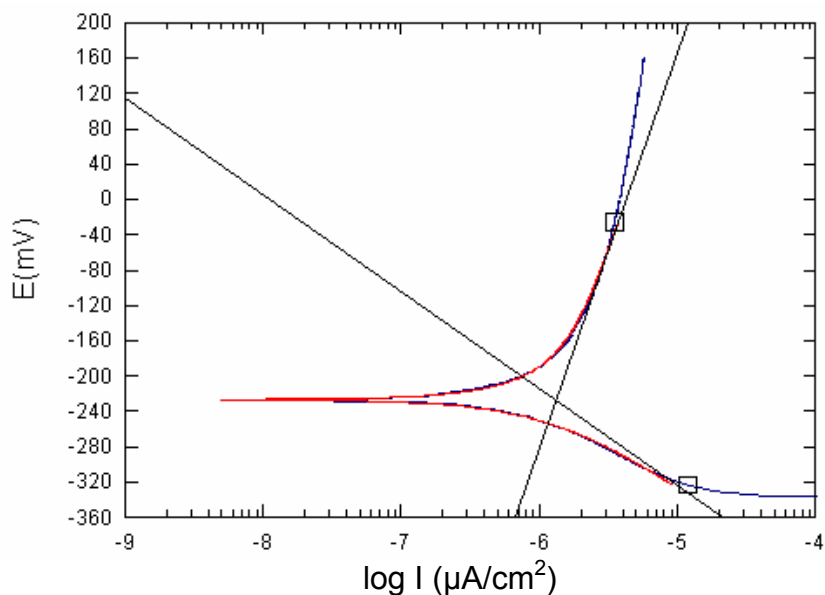
I_{corr} = 1.576 uA

Beta Anodic = 592.7E-3

Beta Cathodic = 126.2E-3 V/decade

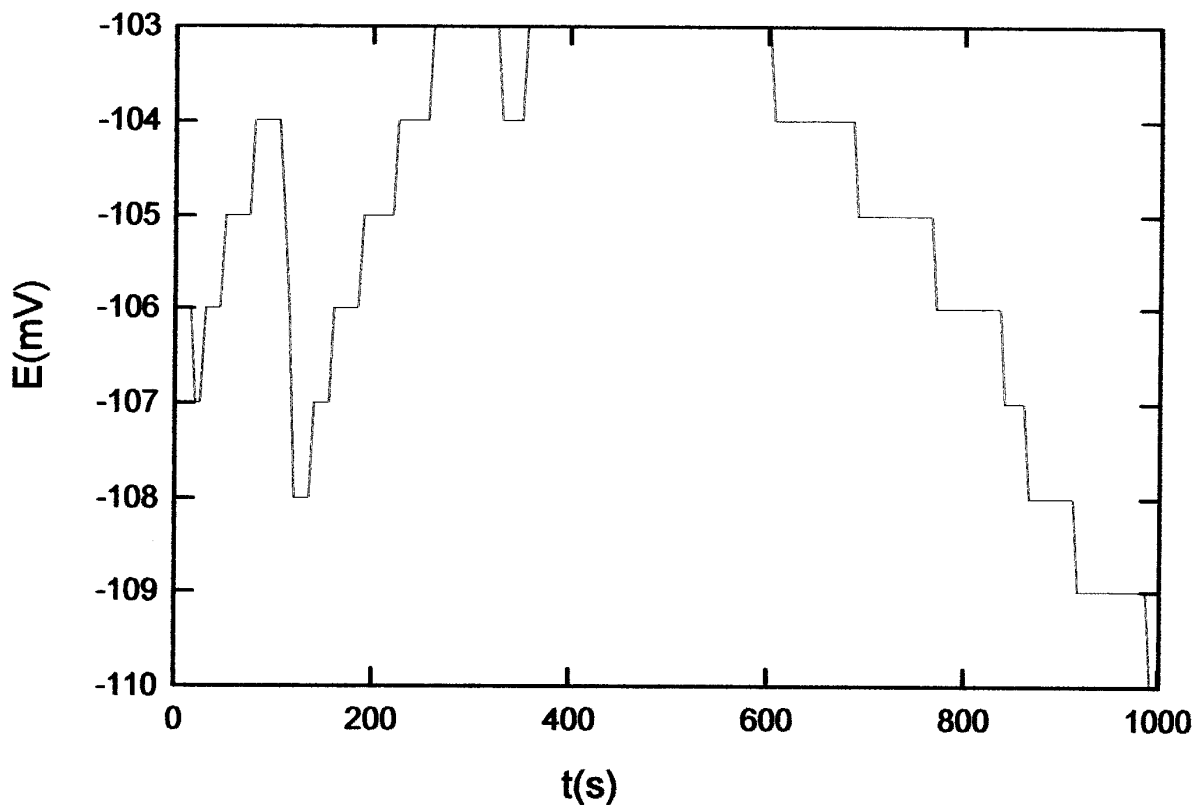
Begin = -310.0 mV

End = 51.50 mV



**PRILOG 6.a Ispitivanje električnog potencijala na uzorcima od ugljičnog čelikC45
UZORAK BR. 37:Nitrokarburirano postupkom Tenifer 580 °C/2h/ polirano + AB1 390
°C/15 min/voda**

352 SoftCorr III Corrosion Measurement Software for Windows, v. 3.03
Filename: C:\PROGRA~1\EGG_INST\tempfil1.352
Pstat: M273A[96] Ver 200
EC ECORR VS. TIME
File Status: NORMAL
Date Run: 01-07-96
Time Run: 18:38:15
Time/Pt. TP 5.000 s
Time Step 1 T1 1.000E3 s
No. of Points NP 199
Stop On SO Pass
Line Sync. LS no
Filter FL Off
Working Elec. WE Solid
Ref. Elec. RE SCE 241.5E-3V
Sample Area AR 1.000 cm²
Equiv. Wt. EW 27.90 g
Density DE 7.870 g/ml
AUX A/D AU no
Open Circuit OC -107.0E-3 V
Comment: UC45/UZORAK37/POLIRANO



**PRIOLOG 6.b Ispitivanje elektrokemijske korozije Tafelovom metodom na uzorcima od Ugljičnog čelik C45
UZORAK BR. 37:Nitrokarburirano postupkom Tenifer 580 °C/2h/ polirano + AB1 390 °C/15 min/voda**

352 SoftCorr III Corrosion Measurement Software for Windows, v. 3.03

Filename: C:\PROGRA-1\EGG_INST\tempfill1.352

Pstat: M273A[96] Ver 200

TA TAFEL

File Status: NORMAL

Date Run: 01-07-96

Time Run: 19:09:55

Cond. Time	CT	pass	s
Initial Pot.	IP	-250.0E-3	V oc
Cond. Pot.	CP	pass	V
Final Pot.	FP	250.0E-3	V oc
Initial Delay	ID	pass	s
Scan Rate	SR	166.0E-3	mV/s
Curr. Range	CR	Auto	
Scan Incr.	SI	500.0E-3	mV
Step Time	ST	3.012	s
No. of Points	NP	1000	
GI Time Const.	TC	Off	
Line Sync.	LS	no	
IR Mode	IR	none	
Rise Time	RT	high stability	
Filter	FL	Off	
Working Elec.	WE	Solid	
Ref. Elec.	RE	SCE 241.5E-3V	
Sample Area	AR	1.000	cm ²
Equiv. Wt.	EW	27.90	g
Density	DE	7.870	g/ml
AUX A/D	AU	no	
Open Circuit	OC	-126.0E-3	V

Comment: UC45/UZORAK37/POLIRANO

TAFEL CALCULATIONS:

Corrosion Rate = 8.878E-3 mmpy

Chi² = 1.90E+000

E(I=0) = -192.3 mV

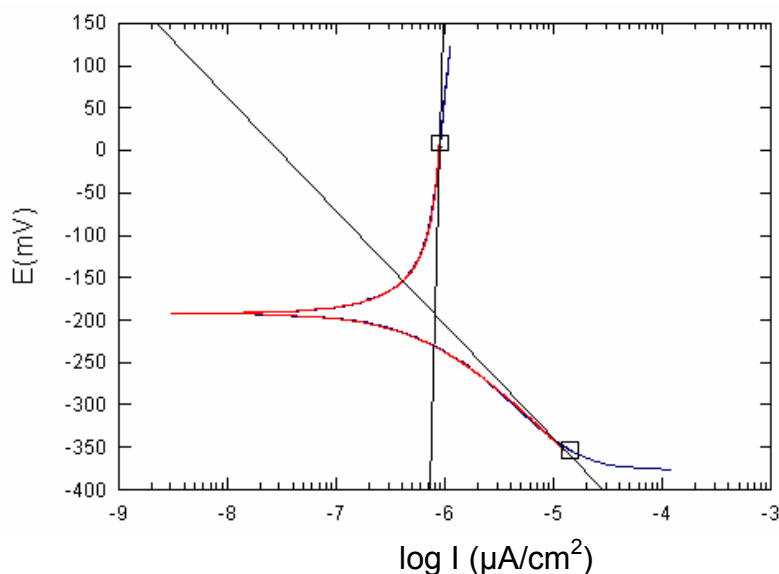
I_{corr} = 766.2 nA

Beta Anodic = 2.416

Beta Cathodic = 131.7E-3 V/decade

Begin = -347.5 mV

End = 97.00 mV



**PRILOG 7.a Ispitivanje električnog potencijala na uzorcima od ugljičnog čelikC45
UZORAK BR. 43: Nitrokarburirano postupkom Tenifer 580 °C/2h/ polirano + AB1 340
°C/30 min/voda**

352 SoftCorr III Corrosion Measurement Software for Windows, v. 3.03

Filename: C:\PROGRA~1\EGG_INST\tempfill1.352

Pstat: M273A[96] Ver 200

EC ECORR VS. TIME

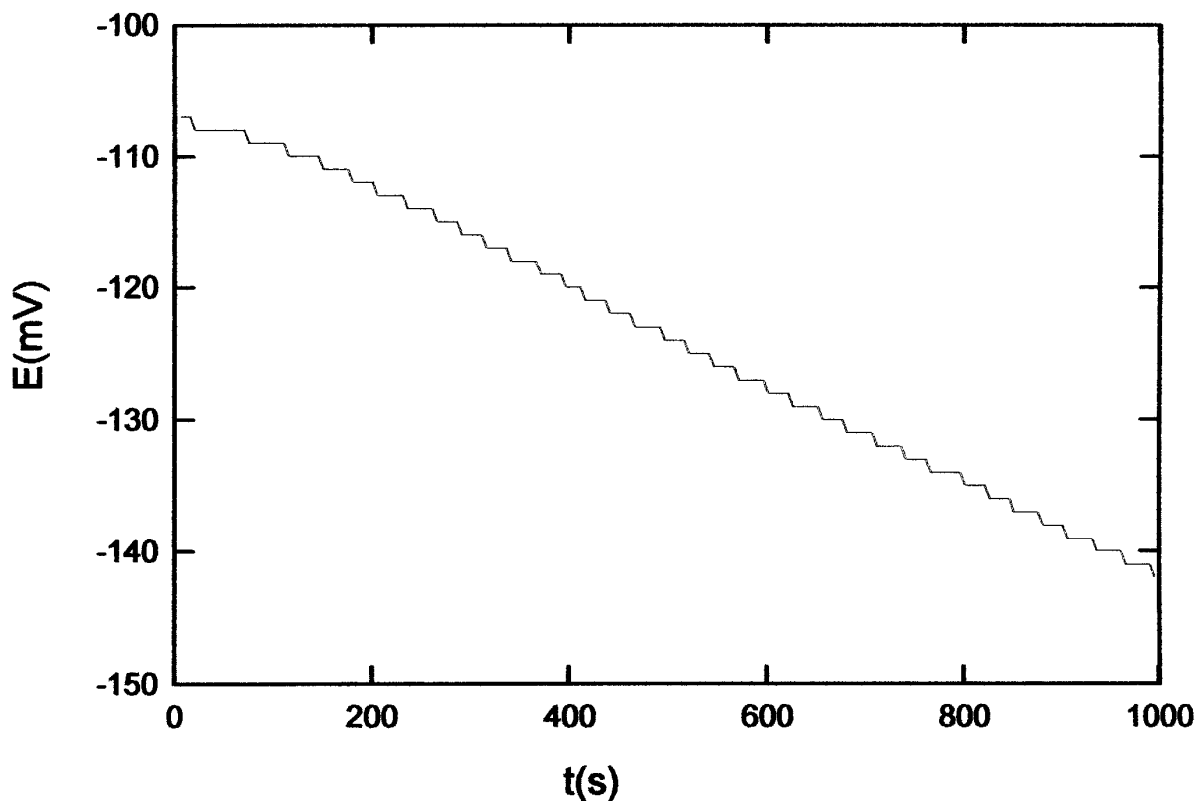
File Status: NORMAL

Date Run: 01-07-96

Time Run: 20:41:09

Time/Pt.	TP	5.000	s
Time Step 1	T1	1.000E3	s
No. of Points	NP	199	
Stop On	SO	Pass	
Line Sync.	LS	no	
Filter	FL	Off	
Working Elec.	WE	Solid	
Ref. Elec.	RE	SCE 241.5E-3V	
Sample Area	AR	1.000	cm ²
Equiv. Wt.	EW	27.90	g
Density	DE	7.870	g/ml
AUX A/D	AU	no	
Open Circuit	OC	-107.0E-3	V

Comment: UC45/UZORAK43/POLIRANO



PRILOG 7.b Ispitivanje elektrokemijske korozije Tafelovom metodom na uzorcima od Ugljičnog čelik C45
UZORAK BR. 43: Nitrokarburirano postupkom Tenifer 580 °C/2h/ polirano + AB1 340 °C/30 min/voda

352 SoftCorr III Corrosion Measurement Software for Windows, v. 3.03
 Filename: C:\PROGRA-1\EGG_INST\tempfill1.352
 Pstat: M273A[96] Ver 200

TA TAFEL

File Status: NORMAL
 Date Run: 01-07-96
 Time Run: 21:19:49
 Cond. Time CT pass s
 Initial Pot. IP -250.0E-3 V oc
 Cond. Pot. CP pass V
 Final Pot. FP 250.0E-3 V oc
 Initial Delay ID pass s
 Scan Rate SR 166.0E-3 mV/s
 Curr. Range CR Auto
 Scan Incr. SI 500.0E-3 mV
 Step Time ST 3.012 s
 No. of Points NP 1000
 GI Time Const. TC Off
 Line Sync. LS no
 IR Mode IR none
 Rise Time RT high stability
 Filter FL Off
 Working Elec. WE Solid
 Ref. Elec. RE SCE 241.5E-3V
 Sample Area AR 1.000 cm²
 Equiv. Wt. EW 27.90 g
 Density DE 7.870 g/ml
 AUX A/D AU no
 Open Circuit OC -181.0E-3 V

Comment: UC45/UZORAK43/POLIRANO

TAFEL CALCULATIONS:

Corrosion Rate = 26.96E-3 mmpy

Chi² = 3.28E+000

E(I=0) = -269.2 mV

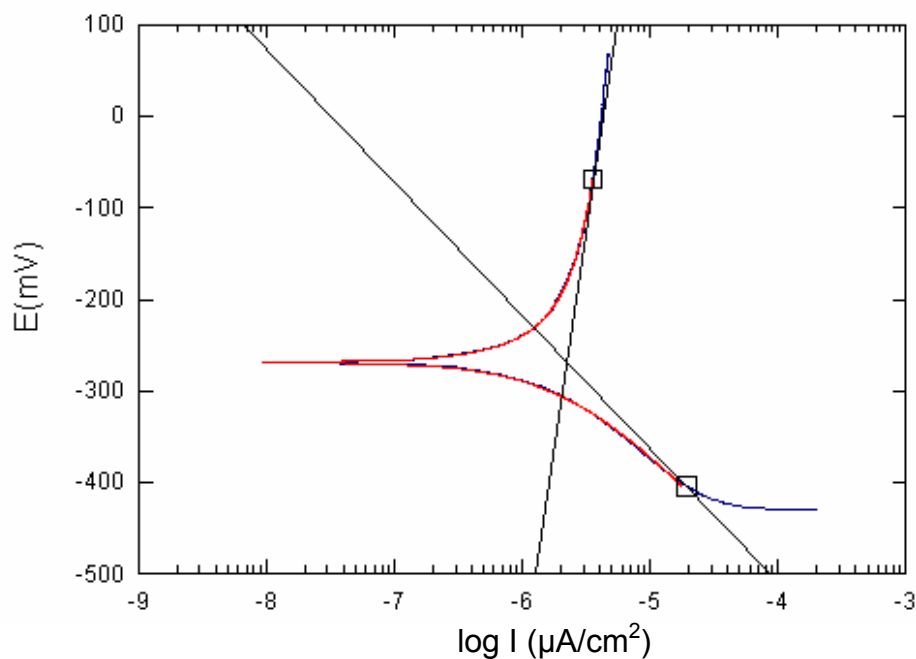
Icorr = 2.327 uA

Beta Anodic = 1.067

Beta Cathodic = 148.1E-3 V/decade

Begin = -405.5 mV

End = 39.50 mV

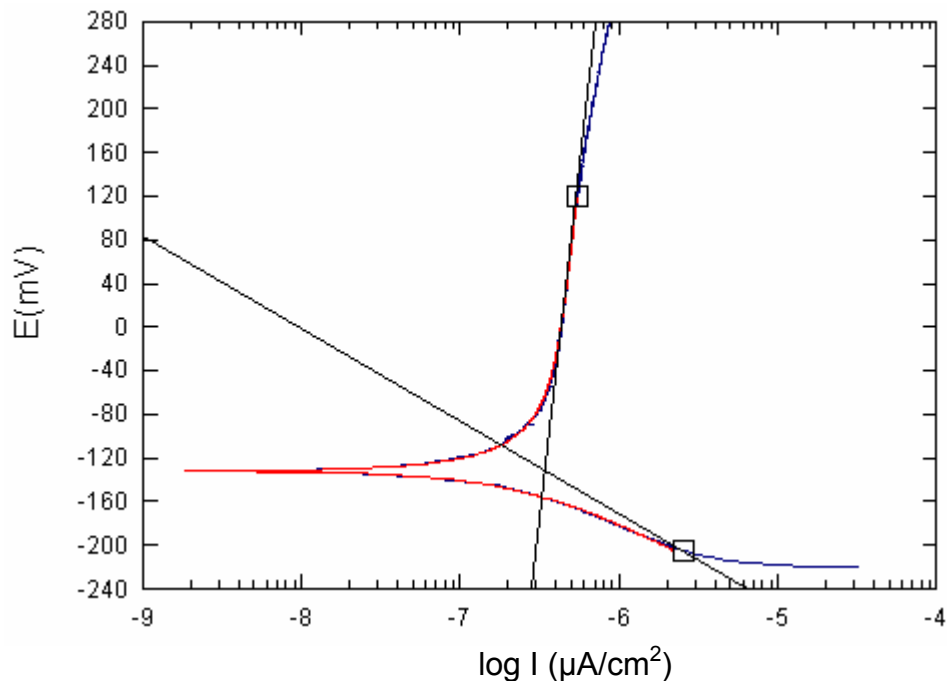


**PRILOG 8.b Ispitivanje elektrokemijske korozije Tafelovom metodom na uzorcima od Ugljičnog čelik C45
UZORAK BR. 52:Nitrokarburirano postupkom Tenifer 580 °C/2h/ polirano + AB1 420 °C/30 min/voda**

Ecor = -50,5 mV

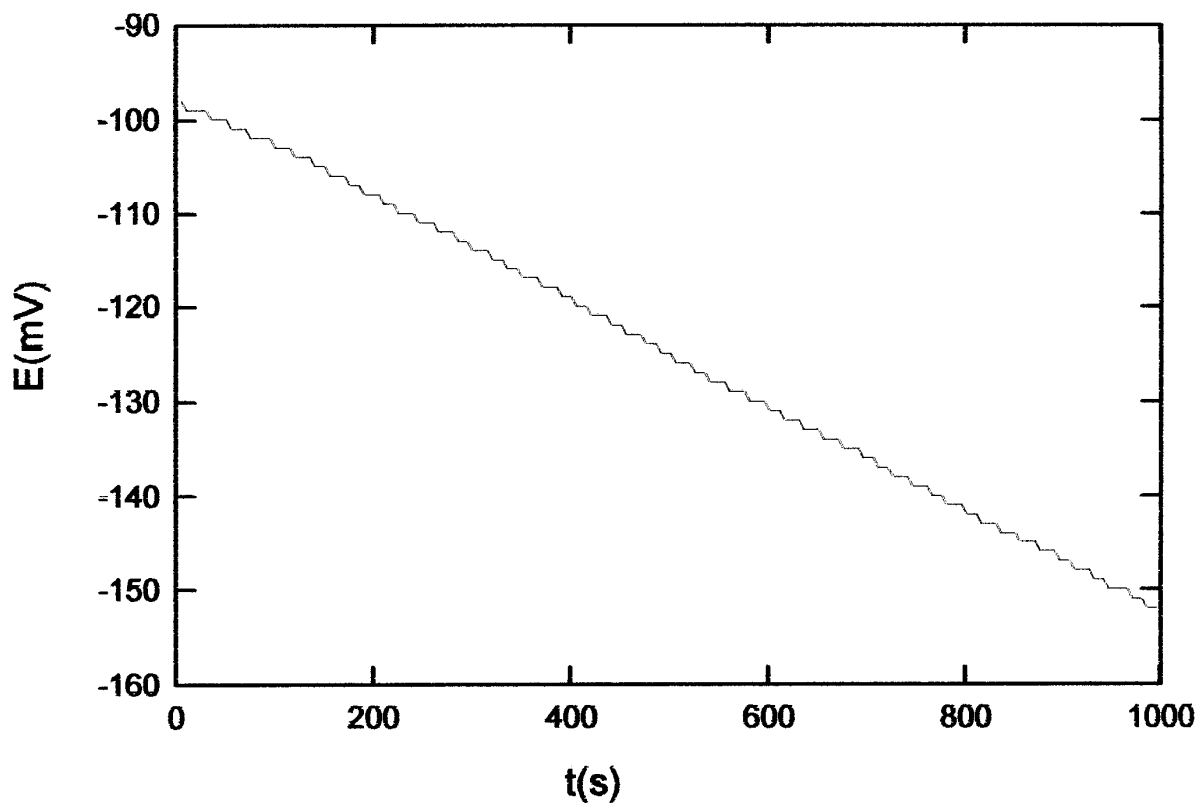
```

352 SoftCorr III Corrosion Measurement Software for Windows, v. 3.03
Filename: C:\PROGRA-1\EGG_INST\tempfill1.352
Pstat: M273A[96] Ver 200
TA TAFEL
File Status: NORMAL
Date Run: 01-07-96
Time Run: 23:24:01
Cond. Time CT pass s
Initial Pot. IP -250.0E-3 V oc
Cond. Pot. CP pass V
Final Pot. FP 250.0E-3 V oc
Initial Delay ID pass s
Scan Rate SR 166.0E-3 mV/s
Curr. Range CR Auto
Scan Incr. SI 500.0E-3 mV
Step Time ST 3.012 s
No. of Points NP 1000
GI Time Const. TC Off
Line Sync. LS no
IR Mode IR none
Rise Time RT high stability
Filter FL Off
Working Elec. WE Solid
Ref. Elec. RE SCE 241.5E-3V
Sample Area AR 1.000 cm^2
Equiv. Wt. EW 27.90 g
Density DE 7.870 g/ml
AUX A/D AU no
Open Circuit OC 30.00E-3 V
Comment: UC45/UZORAK52/POLIRANO
TAFEL CALCULATIONS:
Corrosion Rate = 3.963E-3 mmpy
Chi^2 = 1.93E+000
E(I=0) = -132.2 mV
Icorr = 342.0 nA
Beta Anodic = 1.246
Beta Cathodic = 84.73E-3 V/decade
Begin = -205.0 mV
End = 80.00 mV
    
```



**PRILOG 9.a Ispitivanje električnog potencijala na uzorcima od ugljičnog čelikC45
UZORAK BR. 21:Nitrokarburirano postupkom Tenifer 580 °C/2h/ polirano + AB1 390
°C/30 min/voda**

352 SoftCorr III Corrosion Measurement Software for Windows, v. 3.03
Filename: C:\PROGRA~1\EGG_INST\tempfill1.352
Pstat: M273A[96] Ver 200
EC ECORR VS. TIME
File Status: NORMAL
Date Run: 01-08-96
Time Run: 02:13:05
Time/Pt. TP 5.000 s
Time Step 1 T1 1.000E3 s
No. of Points NP 199
Stop On SO Pass
Line Sync. LS no
Filter FL Off
Working Elec. WE Solid
Ref. Elec. RE SCE 241.5E-3V
Sample Area AR 1.000 cm²
Equiv. Wt. EW 27.90 g
Density DE 7.870 g/ml
AUX A/D AU no
Open Circuit OC -98.00E-3 V
Comment: UC45/UZORAK21



**PRILOG 9.b Ispitivanje elektrokemijske korozije Tafelovom metodom na uzorcima od Ugljičnog čelik C45
UZORAK BR. 21:Nitrokarburirano postupkom Tenifer 580 °C/2h/ polirano + AB1 390 °C/30 min/voda**

352 SoftCorr III Corrosion Measurement Software for Windows, v. 3.03

Filename: C:\PROGRA~1\EGG_INST\tempfill.352

Pstat: M273A[96] Ver 200

TA TAFEL

File Status: NORMAL

Date Run: 01-08-96

Time Run: 02:39:14

Cond. Time	CT	pass	s
Initial Pot.	IP	-250.0E-3	V oc
Cond. Pot.	CP	pass	V
Final Pot.	FP	250.0E-3	V oc
Initial Delay	ID	pass	s
Scan Rate	SR	166.0E-3	mV/s
Curr. Range	CR	Auto	
Scan Incr.	SI	500.0E-3	mV
Step Time	ST	3.012	s
No. of Points	NP	1000	
GI Time Const.	TC	Off	
Line Sync.	LS	no	
IR Mode	IR	none	
Rise Time	RT	high stability	
Filter	FL	Off	
Working Elec.	WE	Solid	
Ref. Elec.	RE	SCE 241.5E-3V	
Sample Area	AR	1.000	cm ²
Equiv. Wt.	EW	27.90	g
Density	DE	7.870	g/ml
AUX A/D	AU	no	
Open Circuit	OC	-181.0E-3	V

Comment: UC45/UZORAK21

TAFEL CALCULATIONS:

Corrosion Rate = 21.35E-3 mmpy

Chi² = 3.63E+000

E(I=0) = -282.4 mV

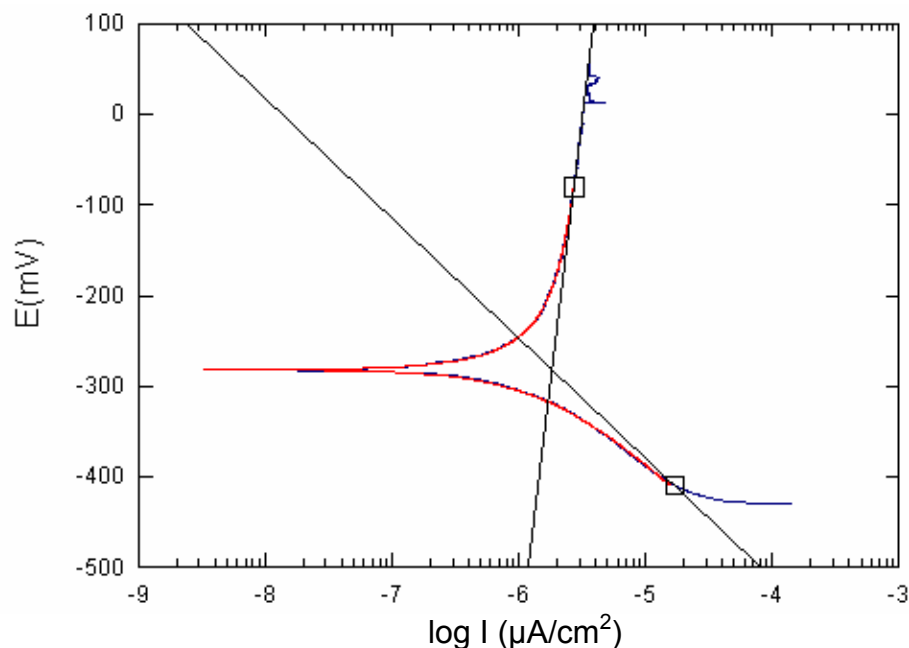
Icorr = 1.843 uA

Beta Anodic = 1.177

Beta Cathodic = 133.4E-3 V/decade

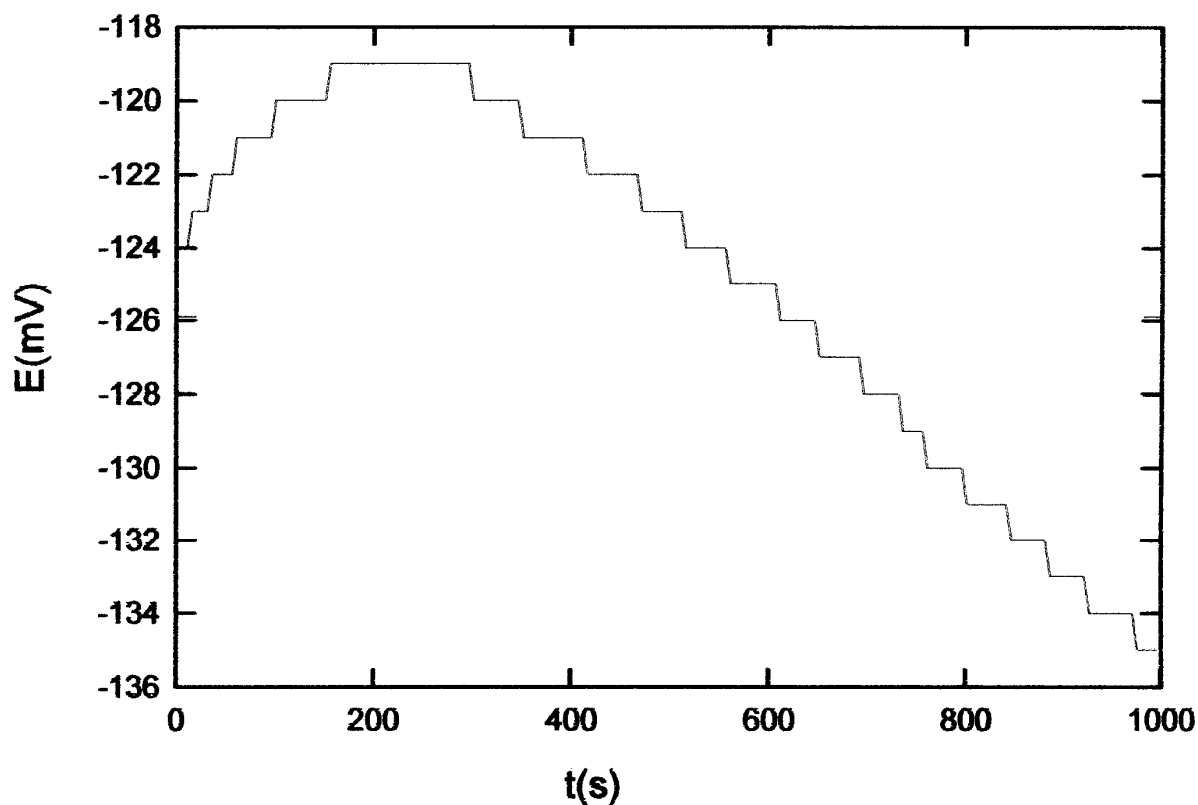
Begin = -405.5 mV

End = -79.00 mV



**PRILOG 10.a Ispitivanje električnog potencijala na uzorcima od ugljičnog čelikC45
UZORAK BR. 22: Nitrokarburirano postupkom Tenifer 580 °C/2h/ polirano + AB1 390
°C/30 min/voda**

352 SoftCorr III Corrosion Measurement Software for Windows, v. 3.03
Filename: C:\PROGRA~1\EGG_INST\PEHAREC8.DAT
Pstat: M273A[96] Ver 200
EC ECORR VS. TIME
File Status: NORMAL
Date Run: 01-08-96
Time Run: 00:35:48
Time/Pt. TP 5.000 s
Time Step 1 T1 1.000E3 s
No. of Points NP 199
Stop On SO Pass
Line Sync. LS no
Filter FL Off
Working Elec. WE Solid
Ref. Elec. RE SCE 241.5E-3V
Sample Area AR 1.000 cm²
Equiv. Wt. EW 27.90 g
Density DE 7.870 g/ml
AUX A/D AU no
Open Circuit OC -124.0E-3 V
Comment: UC/UZORAK22



PRILOG 10.b Ispitivanje elektrokemijske korozije Tafelovom metodom na uzorcima od Ugljičnog čelik C45
UZORAK BR. 22: Nitrokarburirano postupkom Tenifer 580 °C/2h/ polirano + AB1 390 °C/30 min/voda

352 SoftCorr III Corrosion Measurement Software for Windows, v. 3.03

Filename: C:\PROGRA~1\EGG_INST\PEHARTF9.DAT

Pstat: M273A[96] Ver 200

TA TAFEL

File Status: NORMAL

Date Run: 01-08-96

Time Run: 01:03:24

Cond. Time	CT	pass	s
Initial Pot.	IP	-250.0E-3	V oc
Cond. Pot.	CP	pass	V
Final Pot.	FP	250.0E-3	V oc
Initial Delay	ID	pass	mV/s
Scan Rate	SR	166.0E-3	mV/s
Curr. Range	CR	Auto	
Scan Incr.	SI	500.0E-3	mV
Step Time	ST	3.012	s
No. of Points	NP	1000	
GI Time Const.	TC	Off	
Line Sync.	LS	no	
IR Mode	IR	none	
Rise Time	RT	high stability	
Filter	FL	Off	
Working Elec.	WE	Solid	
Ref. Elec.	RE	SCE 241.5E-3V	
Sample Area	AR	1.000	cm ²
Equiv. Wt.	EW	27.90	g
Density	DE	7.870	g/ml
AUX A/D	AU	no	
Open Circuit	OC	-153.0E-3	V

Comment: UC45/UZORAK22/POLIRANO

TAFEL CALCULATIONS:

Corrosion Rate = 13.53E-3 mmpy

Chi² = 2.92E+000

E(I=0) = -240.1 mV

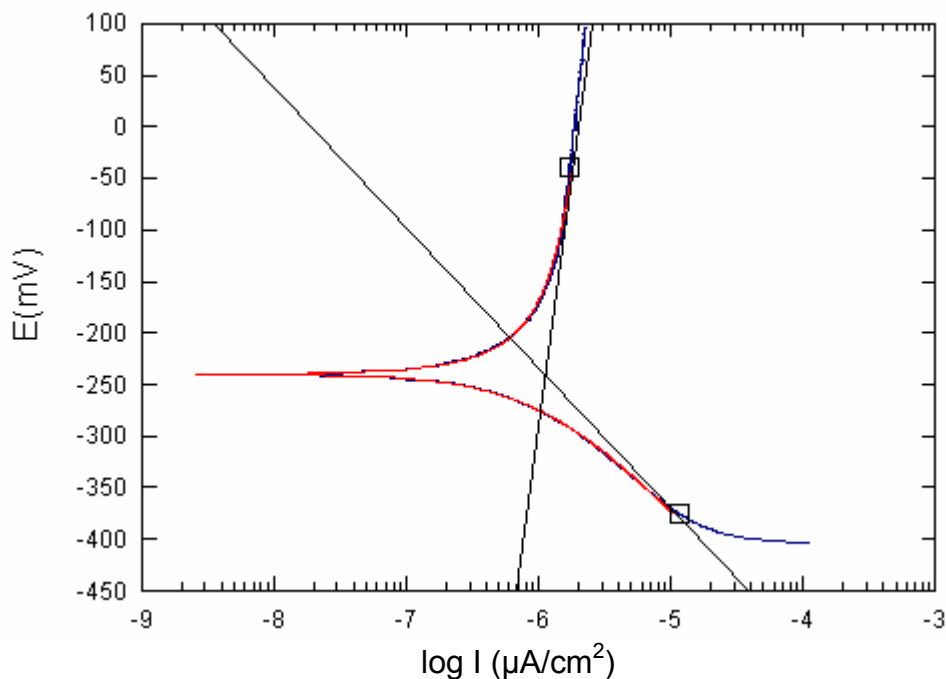
I_{corr} = 1.168 uA

Beta Anodic = 1.066

Beta Cathodic = 140.4E-3 V/decade

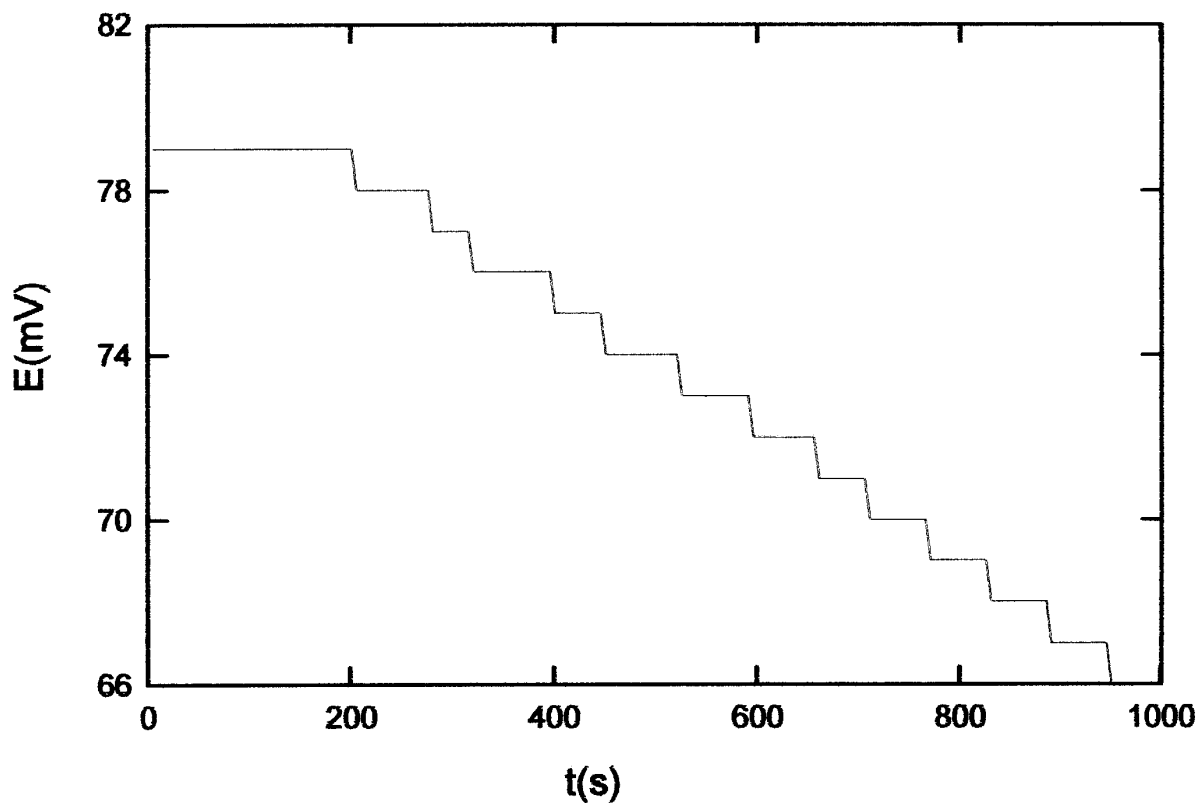
Begin = -364.5 mV

End = -33.50 mV



**PRILOG 11.a Ispitivanje električnog potencijala na uzorcima od ugljičnog čelikC45
UZORAK BR. 53: Nitrokarburirano postupkom Tenifer 580 °C/2h/ polirano + AB1 420
°C/45 min/voda**

352 SoftCorr III Corrosion Measurement Software for Windows, v. 3.03
Filename: C:\PROGRA~1\EGG_INST\tempfill1.352
Pstat: M273A[96] Ver 200
EC ECORR VS. TIME
File Status: NORMAL
Date Run: 01-08-96
Time Run: 03:47:12
Time/Pt. TP 5.000 s
Time Step 1 T1 1.000E3 s
No. of Points NP 199
Stop On SO Pass
Line Sync. LS no
Filter FL Off
Working Elec. WE Solid
Ref. Elec. RE SCE 241.5E-3V
Sample Area AR 1.000 cm²
Equiv. Wt. EW 27.90 g
Density DE 7.870 g/ml
AUX A/D AU no
Open Circuit OC 79.00E-3 V
Comment: UC45/UZORAK53



PRILOG 11.b Ispitivanje elektrokemijske korozije Tafelovom metodom na uzorcima od Ugljičnog čelik C45
UZORAK BR. 53: Nitrokarburirano postupkom Tenifer 580 °C/2h/ polirano + AB1 420 °C/45 min/voda

352 SoftCorr III Corrosion Measurement Software for Windows, v. 3.03

Filename: C:\PROGRA~1\EGG_INST\tempfill1.352

Pstat: M273A[96] Ver 200

TA TAFEL

File Status: NORMAL

Date Run: 01-08-96

Time Run: 04:15:12

Cond. Time	CT	pass	s
Initial Pot.	IP	-250.0E-3	V oc
Cond. Pot.	CP	pass	V
Final Pot.	FP	250.0E-3	V oc
Initial Delay	ID	pass	s
Scan Rate	SR	166.0E-3	mV/s
Curr. Range	CR	Auto	
Scan Incr.	SI	500.0E-3	mV
Step Time	ST	3.012	s
No. of Points	NP	1000	
GI Time Const.	TC	Off	
Line Sync.	LS	no	
IR Mode	IR	none	
Rise Time	RT	high stability	
Filter	FL	Off	
Working Elec.	WE	Solid	
Ref. Elec.	RE	SCE 241.5E-3V	
Sample Area	AR	1.000	cm ²
Equiv. Wt.	EW	27.90	g
Density	DE	7.870	g/ml
AUX A/D	AU	no	
Open Circuit	OC	54.00E-3	V

Comment: UC45/UZORAK53

TAFEL CALCULATIONS:

Corrosion Rate = 1.794E-3 mmpy

Chi² = 1.50E+000

E(I=0) = -125.9 mV

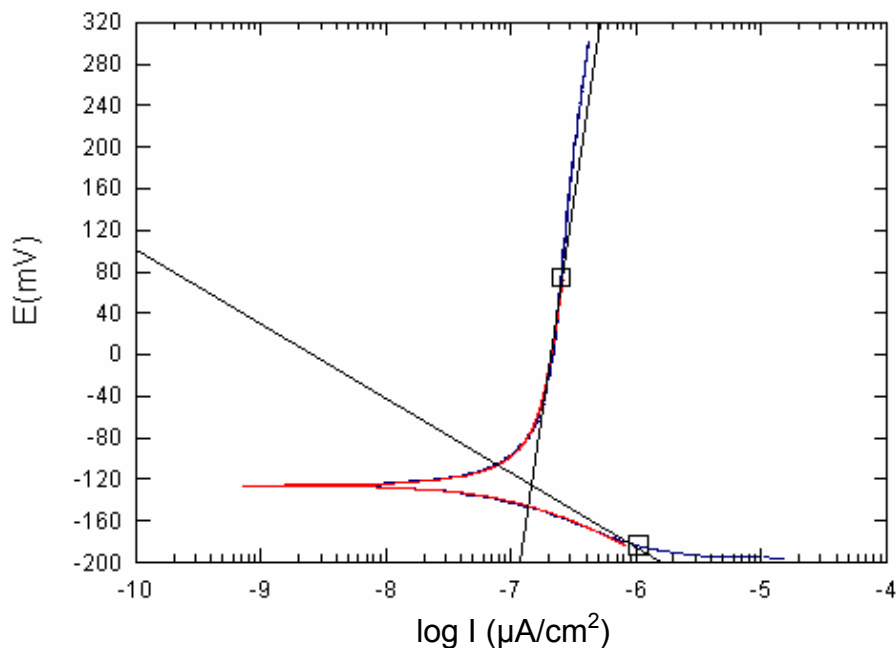
Icorr = 154.8 nA

Beta Anodic = 919.0E-3

Beta Cathodic = 76.96E-3 V/decade

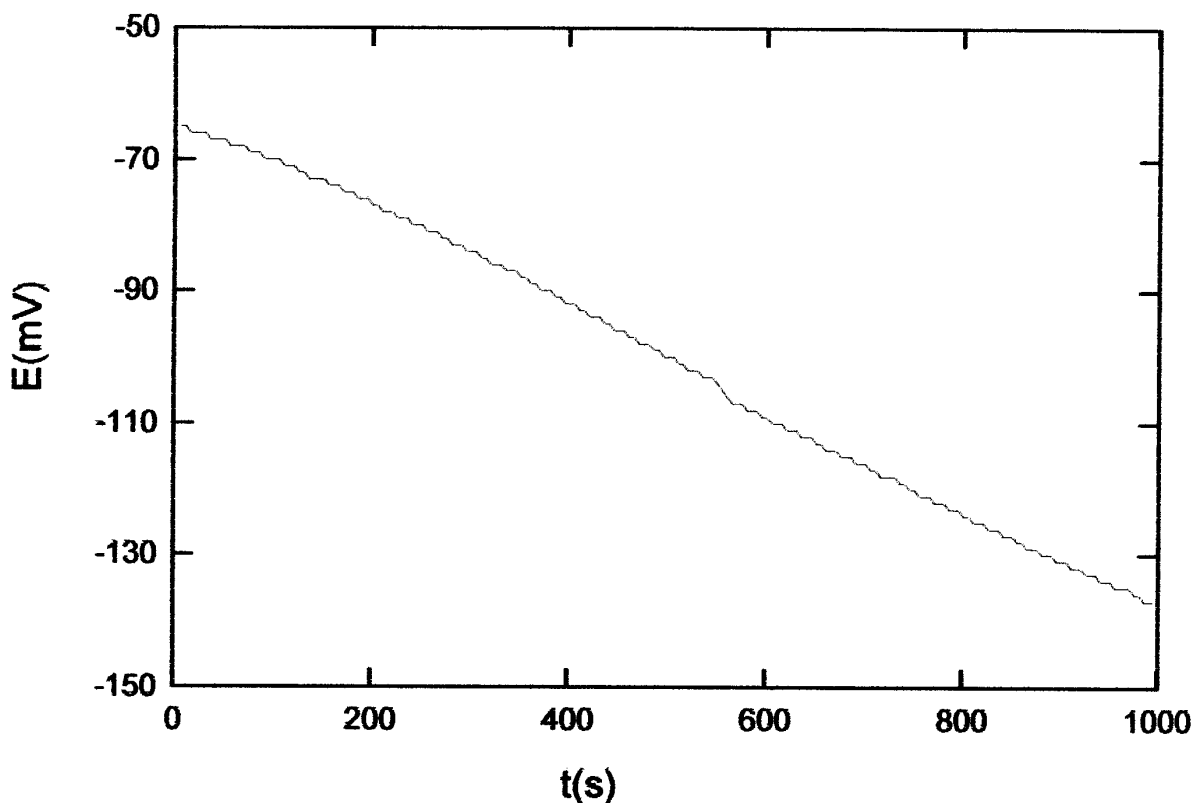
Begin = -175.0 mV

End = 74.50 mV



**PRILOG 12.a Ispitivanje električnog potencijala na uzorcima od ugljičnog čelikC45
UZORAK BR. 39: Nitrokarburirano postupkom Tenifer 580 °C/2h/ polirano + AB1 340
°C/45 min/voda**

352 SoftCorr III Corrosion Measurement Software for Windows, v. 3.03
Filename: C:\PROGRA~1\EGG_INST\tempfill.352
Pstat: M273A[96] Ver 200
EC ECORR VS. TIME
File Status: NORMAL
Date Run: 01-08-96
Time Run: 05:31:40
Time/Pt. TP 5.000 s
Time Step 1 T1 1.000E3 s
No. of Points NP 199
Stop On SO Pass
Line Sync. LS no
Filter FL Off
Working Elec. WE Solid
Ref. Elec. RE SCE 241.5E-3V
Sample Area AR 1.000 cm²
Equiv. Wt. EW 27.90 g
Density DE 7.870 g/ml
AUX A/D AU no
Open Circuit OC -65.00E-3 V
Comment: UC45/UZORAK39



**PRILOG 12.b Ispitivanje elektrokemijske korozije Tafelovom metodom na uzorcima od Ugljičnog čelik C45
UZORAK BR. 39: Nitrokarburirano postupkom Tenifer 580 °C/2h/ polirano + AB1 340 °C/45 min/voda**

352 SoftCorr III Corrosion Measurement Software for Windows, v. 3.03

Filename: C:\PROGRA~1\EGG_INST\tempfill1.352

Pstat: M273A[96] Ver 200

TA TAFEL

File Status: NORMAL

Date Run: 01-08-96

Time Run: 06:01:24

Cond. Time	CT	pass	s
Initial Pot.	IP	-250.0E-3	V oc
Cond. Pot.	CP	pass	V
Final Pot.	FP	250.0E-3	V oc
Initial Delay	ID	pass	s
Scan Rate	SR	166.0E-3	mV/s
Curr. Range	CR	Auto	
Scan Incr.	SI	500.0E-3	mV
Step Time	ST	3.012	s
No. of Points	NP	1000	
GI Time Const.	TC	Off	
Line Sync.	LS	no	
IR Mode	IR	none	
Rise Time	RT	high stability	
Filter	FL	Off	
Working Elec.	WE	Solid	
Ref. Elec.	RE	SCE 241.5E-3V	
Sample Area	AR	1.000	cm ²
Equiv. Wt.	EW	27.90	g
Density	DE	7.870	g/ml
AUX A/D	AU	no	
Open Circuit	OC	-169.0E-3	V

Comment: UC45/UZORAK39

TAFEL CALCULATIONS:

Corrosion Rate = 26.12E-3 mmpy

Chi² = 1.96E+000

E(I=0) = -243.7 mV

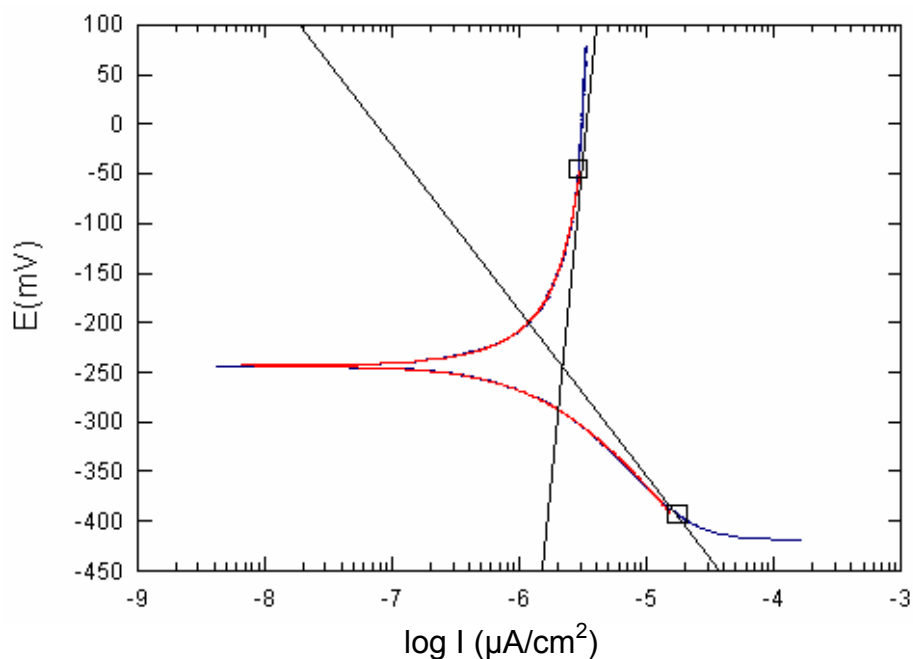
Icorr = 2.254 uA

Beta Anodic = 1.496

Beta Cathodic = 169.6E-3 V/decade

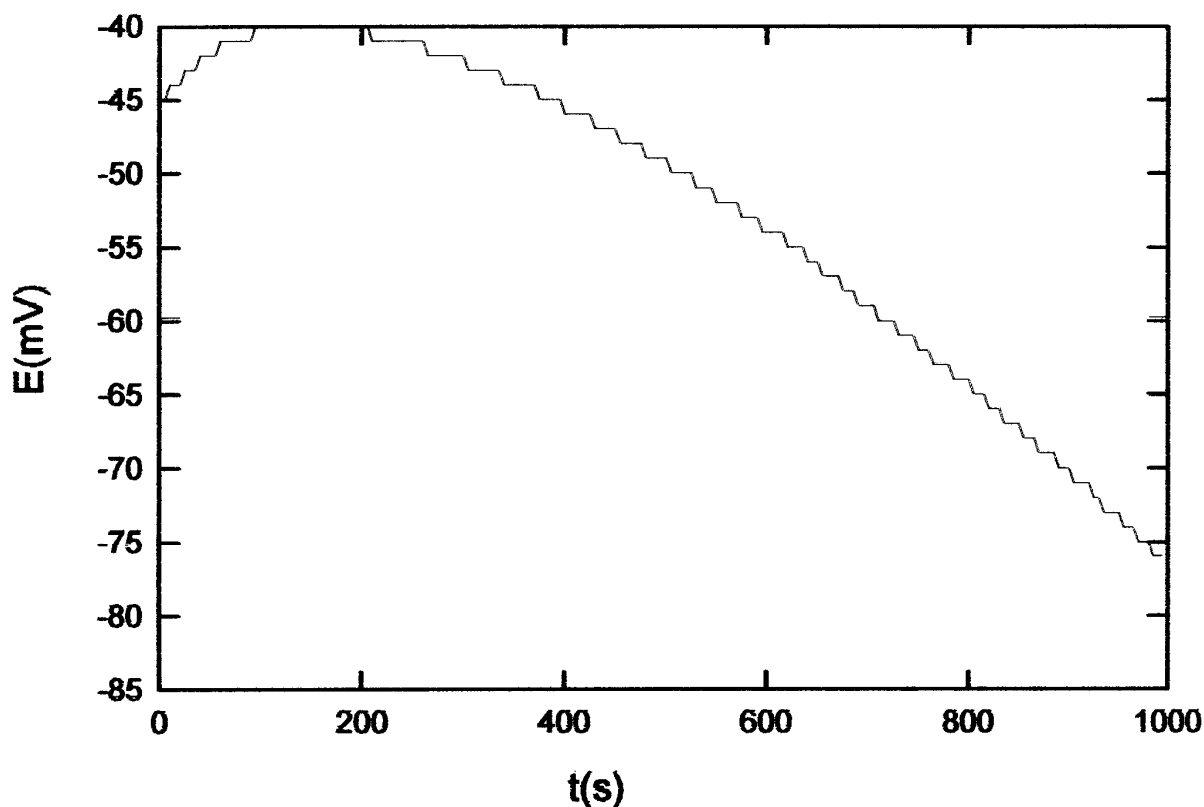
Begin = -393.0 mV

End = -13.00 mV



**PRILOG 13.a Ispitivanje električnog potencijala na uzorcima od ugljičnog čelikC45
UZORAK BR. 45:Nitrokarburirano postupkom Tenifer 580 °C/2h/ polirano + AB1 340
°C/30 min/voda**

352 SoftCorr III Corrosion Measurement Software for Windows, v. 3.03
Filename: C:\PROGRA~1\EGG_INST\tempfill1.352
Pstat: M273A[96] Ver 200
EC ECORR VS. TIME
File Status: NORMAL
Date Run: 01-08-96
Time Run: 07:13:21
Time/Pt. TP 5.000 s
Time Step 1 T1 1.000E3 s
No. of Points NP 199
Stop On SO Pass
Line Sync. LS no
Filter FL Off
Working Elec. WE Solid
Ref. Elec. RE SCE 241.5E-3V
Sample Area AR 1.000 cm²
Equiv. Wt. EW 27.90 g
Density DE 7.870 g/ml
AUX A/D AU no
Open Circuit OC -45.00E-3 V
Comment: UC45/UZORAK45



PRILOG 13.b Ispitivanje elektrokemijske korozije Tafelovom metodom na uzorcima od UZORAK BR. 45:Nitrokarburirano postupkom Tenifer 580 °C/2h/ polirano + AB1 340 °C/30 min/voda

352 SoftCorr III Corrosion Measurement Software for Windows, v. 3.03

Filename: C:\PROGRA~1\EGG_INST\tempfill1.352

Pstat: M273A[96] Ver 200

TA TAFEL

File Status: NORMAL

Date Run: 01-08-96

Time Run: 07:35:13

Cond. Time	CT	pass	s
Initial Pot.	IP	-250.0E-3	V oc
Cond. Pot.	CP	pass	V
Final Pot.	FP	250.0E-3	V oc
Initial Delay	ID	pass	s
Scan Rate	SR	166.0E-3	mV/s
Curr. Range	CR	Auto	
Scan Incr.	SI	500.0E-3	mV
Step Time	ST	3.012	s
No. of Points	NP	1000	
GI Time Const.	TC	Off	
Line Sync.	LS	no	
IR Mode	IR	none	
Rise Time	RT	high stability	
Filter	FL	Off	
Working Elec.	WE	Solid	
Ref. Elec.	RE	SCE 241.5E-3V	
Sample Area	AR	1.000	cm ²
Equiv. Wt.	EW	27.90	g
Density	DE	7.870	g/ml
AUX A/D	AU	no	
Open Circuit	OC	-97.00E-3	V

Comment: UC45/UZORAK45

TAFEL CALCULATIONS:

Corrosion Rate = 14.61E-3 mmpy

Chi² = 1.63E+001

E(I=0) = -254.9 mV

Icorr = 1.261 uA

Beta Anodic = 734.1E-3

Beta Cathodic = 87.73E-3 V/decade

Begin = -328.0 mV

End = -53.00 mV

