

# Utjecaj nitriranja i prevlačenja na svojstva alatnih čelika za topli rad

---

**Kovačić, Saša**

**Doctoral thesis / Disertacija**

**2015**

*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:235:493374>

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

*Download date / Datum preuzimanja:* **2024-07-09**

*Repository / Repozitorij:*

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





Sveučilište u Zagrebu

FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

Saša Kovačić

**UTJECAJ NITRIRANJA I  
PREVLAČENJA NA SVOJSTVA  
ALATNIH ČELIKA ZA TOPLI RAD**

DOKTORSKI RAD

Zagreb, 2015.



Sveučilište u Zagrebu

FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

Saša Kovačić

**UTJECAJ NITRIRANJA I  
PREVLAČENJA NA SVOJSTVA  
ALATNIH ČELIKA ZA TOPLI RAD**

DOKTORSKI RAD

Mentor:

Prof.dr.sc. Franjo Cajner

Zagreb, 2015.



University of Zagreb

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING AND NAVAL  
ARCHITECTURE

Saša Kovačić

**INFLUENCE OF NITRIDING AND  
COATINGS ON THE PROPERTIES OF  
HOT WORK TOOL STEELS**

DOCTORAL THESIS

Supervisor:  
Prof.dr.sc. Franjo Cajner

Zagreb, 2015.

## *PODACI ZA BIBLIOGRAFSKU KARTICU*

---

<b>UDK:</b>	621.793/.795:669.15-194.3
<b>Ključne riječi:</b>	alatni čelik za topli rad, kalupi za tlačni lijev, toplinski umor, plazmatsko nitriranje, PACVD, prevlake, TiCN, TiBN
<b>Znanstveno područje:</b>	TEHNIČKE ZNANOSTI
<b>Znanstveno polje:</b>	STROJARSTVO
<b>Institucija na kojoj je izrađen rad:</b>	Sveučilište u Zagrebu Fakultet strojarstva i brodogradnje
<b>Mentor rada:</b>	Prof.dr.sc. Franjo Cajner
<b>Broj stranica:</b>	216
<b>Broj tablica:</b>	24
<b>Broj slika:</b>	134
<b>Broj korištenih bibliografskih jedinica:</b>	175
<b>Datum obrane:</b>	22.12.2015.
<b>Povjerenstvo:</b>	Izv.prof.dr.sc. Darko Landek, predsjednik Prof.dr.sc. Franjo Cajner, mentor Sveučilište u Zagrebu Fakultet strojarstva i brodogradnje Zagreb, Hrvatska Dr.sc. Vojteh Leskovšek, član Institut za kovinske materiale in tehnologije Ljubljana, Slovenija
<b>Institucija na kojoj je rad pohranjen:</b>	Sveučilište u Zagrebu Fakultet strojarstva i brodogradnje

## ZAHVALA

---

*Na početku želio bih zahvaliti mentoru prof.dr.sc. Franji Cajneru na ukazanom povjerenju, korisnim primjedbama i savjetima te stručnoj i kontinuiranoj potpori tijekom istraživanja i izrade ovog rada. Hvala Vam na vođenju, podršci, strpljenju i prenesenom znanju tijekom mog rada na Katedri za toplinsku obradu i inženjerstvo površina.*

*Zahvaljujem i članovima komisije, izv.prof.dr.sc. Darku Landeku i dr.sc. Vojtehu Leskovšku na velikom strpljenju pri čitanju doktorskog rada te sugestijama, savjetima i konstruktivnim komentarima koje su ovaj rad učinili boljim.*

*Veliko hvala kolegama sa Katedre za toplinsku obradu i inženjerstvo površina: prof.dr.sc. Božidaru Matijeviću, mag.ing.mech. Ivanu Kumiću, dipl.ing. Hrvoju Rafaelu, Bruni Kneževiću i Željku Kostanjskom na podršci, preuzimanju dijela mojih obaveza, ohrabrenju i pomoći prilikom izrade ovog rada. Posebno hvala Željku Kostanjskom na vremenu, velikoj pomoći i strpljenju pri realizaciji mojih (ludih) ideja.*

*Hvala i svima kolegama sa Zavoda za materijale na preuzimanju zadataka, savjetima i pomoći pri provedbi ispitivanja.*

*Hvala Josipu Županu, Matiji Bušiću i Petru Ćurkoviću na ohrabrenju, moralnoj potpori i smijehu u teškim trenucima.*

*Hvala gosp. Srećku Vujnoviću i tvrtki Lipovica na svojem gostoprimstvu, pripremi i realizaciji pogonskih ispitivanja.*

*Hvala mr. sc. Boženi Tokić na pomoći, sugestijama i komentarima.*

*Hvala dr.sc. Biserki Gržeti sa Instituta Ruđer Bošković na pomoći pri ispitivanju i analizi rezultata.*

*Zahvaljujem Institutu Jožef Stefan i doc. dr. Mihi Čekadi i dr.sc. Srećku Paskvaleu na vremenu i pomoći oko ispitivanja uzoraka te analizi i diskusiji rezultata.*

*Hvala prof.dr.sc. Bojanu Podgorniku i Institutu za kovinske materiale in tehnologije u Ljubljani na provedenim ispitivanjima i odvojenom vremenu za analizu rezultata.*

*Neizmjerne hvala mojoj obitelji, mami Marijani, teti Dragici, bratu Igoru, šogorici Kseniji, nećaku Lovri i Tomi Z. na podršci, razumijevanju, strpljenju i odricanju u svakom trenutku. Hvala Vam od srca i bez Vaše pomoći ne bi uspio.*

*Hvala ostatku obitelji i prijateljima na potpori, razumijevanju i veselim trenucima.*

*Najveća hvala supruzi Marini i sinu Noi na neizmornoj ljubavi, razumijevanju, strpljenju i podršci. Vi ste moja snaga i inspiracija.*

**SADRŽAJ**

---

<b>SAŽETAK</b>	<b>I</b>
<b>SUMMARY</b>	<b>III</b>
<b>KLJUČNE RIJEČI</b>	<b>V</b>
<b>KEYWORDS</b>	<b>V</b>
<b>POPIS OZNAKA</b>	<b>VI</b>
<b>POPIS SLIKA</b>	<b>IX</b>
<b>POPIS TABLICA</b>	<b>XVIII</b>
<b>1 UVOD</b>	<b>1</b>
1.1 OBRAZLOŽENJE I MOTIVACIJA ISTRAŽIVANJA	1
1.2 CILJ I HIPOTEZA ISTRAŽIVANJA	3
1.3 SUSTAV ISTRAŽIVANJA I METODOLOGIJA RADA	4
<b>2 ALATNI ČELICI ZA TOPLI RAD</b>	<b>7</b>
2.1 TOPLINSKA OBRADA ALATNIH ČELIKA ZA TOPLI RAD	9
2.2 PRIMJENA ALATNIH ČELIKA ZA TOPLI RAD	12
2.2.1 KALUPI ZA TLAČNI LIJEV	12
2.2.2 ALATI ZA EKSTRUZIJU	14
2.2.3 ALATI ZA KOVANJE	15
2.3 MEHANIZMI DOTRAJAVANJA ALATA OD ALATNIH ČELIKA ZA TOPLI RAD	16
2.3.1 EROZIJA	18
2.3.2 KOROZIJA	19
2.3.3 REAKCIJSKO NATALJIVANJE	19
2.3.4 TOPLINSKI UMOR	21
2.4 ZAHTJEVI NA SVOJSTVA ALATNIH ČELIKA ZA TOPLI RAD	23



<b>3</b>	<b>POSTUPCI MODIFICIRANJA I PREVLAČENJA</b>	<b>25</b>
3.1	NITRIRANJE	25
3.1.1	PLAZMATSKO NITRIRANJE	27
3.1.2	PREGLED I ANALIZA DOSADAŠNJIH ISTRAŽIVANJA PRIMJENE NITRIRANJA NA ALATNIM ČELICIMA ZA TOPLI RAD	31
3.2	POSTUPCI PREVLAČENJA IZ PARNE FAZE	34
3.2.1	PLAZMOM POTPOMOĞNUTO PREVLAČENJE IZ PARNE FAZE (PACVD)	35
3.2.2	TVRDE PREVLAKE	38
3.2.3	PRIONJIVOST PREVLAKA	40
3.2.4	MODUL ELASTIČNOSTI	43
3.2.5	LOMNA ČVRSTOĆA	43
3.2.6	ZAOSTALA NAPREZANJA	45
3.2.7	VIŠESLOJNE PREVLAKE	46
3.2.8	PREGLED I ANALIZA DOSADAŠNJIH ISTRAŽIVANJA PRIMJENA PREVLAKA NA ALATNIM ČELICIMA ZA TOPLI RAD	47
<b>4</b>	<b>EKSPERIMENTALNI DIO</b>	<b>52</b>
4.1	OPIS EKSPERIMENTALNIH ISPITIVANJA	52
4.2	IZBOR MATERIJALA I PRIPREMA UZORAKA	53
4.3	PRIPREMA SEGMENTA KALUPA ZA TLAČNI LIJEV	57
4.4	OPIS PROVEDENE OSNOVNE TOPLINSKE OBRADU	57
4.5	OPIS PROVEDENOG PLAZMATSKOG NITRIRANJA	60
4.6	IZBOR PREVLAKA	63
4.6.1	NANOŠENJE TiCN PREVLAKE	64
4.6.2	NANOŠENJE TiBN PREVLAKE	67
4.7	ISPITIVANJE KEMIJSKOG SASTAVA I STRUKTURE POVRŠINSKIH SLOJEVA	70
4.7.1	GDOES ISPITIVANJE	70
4.7.2	EDS ISPITIVANJE	72
4.7.3	ISPITIVANJE RENDGENSKOM DIFRAKCIJOM	76
4.8	ISPITIVANJE MIKROSTRUKTURE	79
4.9	ISPITIVANJE DEBLJINE PREVLAKA	81
4.10	ISPITIVANJE PRIONJIVOSTI PREVLAKA	83
4.10.1	ROCKWELL-OVA METODA UTISKIVANJA INDENTORA	84
4.10.2	ISPITIVANJE BRAZDANJEM	86
4.11	ISPITIVANJE MIKROTVRDOĆE POVRŠINSKIH SLOJEVA	94
4.11.1	ISPITIVANJE MIKROTVRDOĆE NITRIRANOG SLOJA	94
4.11.2	ISPITIVANJE MIKROTVRDOĆE PREVLAKA	95

4.12	ISPITIVANJE HRAPAVOSTI POVRŠINE	98
4.13	ISPITIVANJE OTPORNOSTI NA ABRAZIJSKO TROŠENJE	100
4.14	ISPITIVANJE OTPORNOST NA EROZIJSKO TROŠENJE	102
4.15	ISPITIVANJE OTPORNOSTI NA KLIZNO TROŠENJE	103
4.16	ISPITIVANJE OTPORNOSTI NA ADHEZIJSKO TROŠENJE	109
4.17	ISPITIVANJE OTPORNOSTI NA ELEKTROKEMIJSKU KOROZIJU	112
4.17.1	ODREĐIVANJE KOROZIJSKOG POTENCIJALA ( $E_{KOR}$ )	112
4.17.2	ODREĐIVANJE POLARIZACIJSKOG OTPORA ( $R_p$ )	113
4.18	ISPITIVANJE OTPORNOSTI NA TOPLINSKI UMOR	116
4.18.1	PREGLED I ANALIZA DOSADAŠNJIH METODA SIMULACIJE TOPLINSKOG UMORA	116
4.18.2	OPIS VLASTITOG UREĐAJA ZA SIMULACIJU TOPLINSKOG UMORA	119
4.18.3	REALIZIRANI CIKLUSI SIMULIRANJA TOPLINSKOG UMARANJA	123
4.18.4	PROVEDBA ISPITIVANJA OTPORNOSTI NA TOPLINSKI UMOR	125
4.18.5	ISPITIVANJE NASTALOG OŠTEĆENJA ISPITNIH UZORAKA NAKON TOPLINSKOG UMARANJA	127
4.18.6	ISPITIVANJE MIKROTVRDOĆE TOPLINSKO UMARANIH UZORAKA	130
4.18.7	ISPITIVANJE TOPLINSKO UMARANIH UZORAKA EDS-OM	132
4.19	ISPITIVANJE POVRŠINSKIH SLOJEVA U RADNIM UVJETIMA	134
<b>5</b>	<b>ANALIZA REZULTATA</b>	<b>139</b>
5.1	KEMIJSKI SASTAV POVRŠINSKIH SLOJEVA	139
5.1.1	GDOES ANALIZA	139
5.1.2	EDS ANALIZA	140
5.1.3	XRD ANALIZA	141
5.2	MIKROSTRUKTURA POVRŠINSKIH SLOJEVA	143
5.3	DEBLJINA PREVLAKE	144
5.4	PRIONJIVOST PREVLAKE	144
5.5	MIKROTVRDOĆA POVRŠINSKIH SLOJEVA	147
5.5.1	MIKROTVRDOĆA I DUBINA NITRIRANOG SLOJA	147
5.5.2	MIKROTVRDOĆA PREVLAKA	147
5.6	HRAPAVOST POVRŠINE	148
5.7	OTPORNOST NA ABRAZIJSKO TROŠENJE	149
5.8	OTPORNOST NA EROZIJSKO TROŠENJE	151
5.9	OTPORNOST NA KLIZNO TROŠENJE	154
5.10	OTPORNOST NA ADHEZIJSKO TROŠENJE	157
5.11	OTPORNOST NA KOROZIJU	160

5.12	OTPORNOST NA TOPLINSKI UMOR	161
5.12.1	MIKROTVRDOĆA TOPLINSKO UMARANIH UZORAKA	165
5.12.2	EDS ANALIZA TOPLINSKO UMARANIH UZORAKA	165
5.13	ANALIZA ISPITIVANJA POVRŠINSKIH SLOJEVA U RADNIM UVJETIMA	166
<b>6</b>	<b>ZAKLJUČAK</b>	<b>168</b>
<b>7</b>	<b>LITERATURA</b>	<b>171</b>
	<b>ŽIVOTOPIS/BIOGRAPHY</b>	<b>183</b>
	<b>POPIS OBJAVLJENIH RADOVA</b>	<b>185</b>
	<b>PRILOG</b>	<b>187</b>

## SAŽETAK

Alatni čelici za topli rad namijenjeni su za izradu alata za oblikovanje metalnih i drugih materijala koji se u radu zagrijavaju na temperaturu iznad 200°C poput kalupa za tlačni lijev, ukovnja, alata za prešanje, ekstruziju, valjanje i duboko vučenje te kalupa u staklarskoj industriji. Navedeni alati u radu su izloženi, osim visokim toplinskim opterećenjima uslijed kontakta površine alata s obrađivanim materijalom, značajnim mehaničkim, tribološkim i kemijskim opterećenjima. Stoga, alatni čelici za topli rad moraju zadovoljiti cijelu skalu vrlo specifičnih svojstava. Za tribološku zaštitu i poboljšanje svojstava reznih alata, u cilju produljenja njihova vijeka trajanja i povećanja produktivnosti, najčešće se koriste tvrde prevlake. Prednosti primjene tvrdih prevlaka, koje su dobro poznate za rezne alate, u znatno su manjoj mjeri istražene kod alata za oblikovanje. Uzroci su složena geometrija, velika masa i niža tvrdoća osnovnog materijala ovih alata što negativno utječe na prionjivost prevlake, a time i na svojstva površinskog sloja.

U okviru doktorskog rada razvijeni su novi površinski slojevi postupcima plazmatskog nitriranja i plazmom potpomognutog prevlačenja iz parne faze (PACVD) s ciljem poboljšanja svojstava alatnih čelika za topli rad i produljenja vijeka trajanja alata. U tu su svrhu razvijeni plazmatski nitrirani sloj i dvije višeslojne gradijentne prevlake TiCN i TiBN.

U teorijskom dijelu rada detaljno su opisani mehanizmi dotrajavanja alata od alatnih čelika za topli rad, postavljeni su najvažniji zahtjevi vezani uz njihova svojstva te je dan pregled postupaka modificiranja i prevlačenja iz perspektive primjene na alatnim čelicima za topli rad.

U eksperimentalnom dijelu rada analizirana su postignuta svojstva novorazvijenih površinskih slojeva, od karakterizacije slojeva do svojstava koje bi alatni čelici za topli rad trebali imati, s posebnim naglaskom na otpornost prema toplinskom umoru kao glavnom uzroku dotrajavanja ovih čelika. Ispitivanje površinskih slojeva i usporedba s konvencionalnom toplinskom obradom kaljenja i popuštanja koja se koristi u praksima provedena je na alatnom čeliku za topli rad X38CrMoV5-3. Detaljna karakterizacija dobivenih površinskih slojeva provedena je analizom kemijskog sastava slojeva (GDOES i EDS) i njihove mikrostrukture (svjetlosnim i skenirajućim elektronskim mikroskopom), određivanjem kristalne strukture (XRD) i hrapavosti površine, ispitivanjem prionjivosti

prevlaka metodom brazdanja i metodom utiskivanja Rockwell C indentora, debljine prevlaka metodom utiskivanja kuglice i mikrotvrdoće dobivenih slojeva.

U cilju kvantificiranja utjecaja novorazvijenih površinskih slojeva na svojstva i trajnost alatnog čelika za topli rad provedeno je ispitivanje otpornosti na trošenje u uvjetima abrazijskog (suhi pijesak/gumeni kotač), adhezijskog (eng. *load scanning test*) i erozijskog trošenja (erozija česticama), određivanje faktora trenja i kliznog trošenja (kuglica na ploči) te ispitivanje otpornosti na koroziju. Ispitivanje otpornosti na toplinski umor provedeno je na vlastito konstruiranom i izrađenom uređaju.

U cilju potvrđivanja rezultata laboratorijskih ispitivanja novorazvijenih površinskih slojeva i istraživanja njihovog utjecaja na trajnost kalupa za tlačni lijev provedeno je ispitivanje u eksploatacijskim uvjetima na kalupu za tlačni lijev radijatora od aluminijske legure.

Provedena analiza dobivenih rezultata ukazala je na bitno poboljšanje svojstava i produljenje vijeka trajanja alatnog čelika za topli rad primjenom novorazvijenih površinskih slojeva što je i potvrđeno ispitivanjem u eksploatacijskim uvjetima.

## *SUMMARY*

---

Hot-work tool steels are intended for the fabrication of tools used for the shaping and forming of metals and other materials, such as die casting dies, drop hammer dies, tools for pressing, extrusion, rolling, deep drawing, and moulds used in glass industry. In service, these tools are heated to temperatures above 200oC because the tool surface and the material being formed are in contact. Besides being subjected to high temperatures, these tools are also subjected to mechanical loads and there are tribological issues and chemical actions involved in the process. Therefore, hot-work tool steels must have a wide range of specific properties. Hard coatings are generally used for tribological protection of cutting tools in order to improve their properties and thus to prolong their life and to increase productivity. Advantages of the application of hard coatings that are well known in the field of cutting tools have been studied less extensively in the field of tools for shaping and forming. This fact can be accounted for by a complex geometry and great weight of the tool together with a lower hardness value of the tool base material, which have a negative effect on the coating-substrate adhesion, and thus on the surface layer properties.

In this doctoral thesis, new surface layers have been developed by using plasma nitriding and plasma assisted chemical vapour deposition (PACVD) with the aim of improving the properties of hot-work tool steels and of prolonging the tool life. For that purpose, a plasma nitrided layer and two gradient multilayer coatings, TiCN and TiBN, have been developed.

The theoretical part of the thesis gives a detailed description of wear mechanisms in tools made of hot-work tool steels together with key requirements related to their properties. In addition, an overview of modification and coating processes is given regarding their application to the hot-work tool steels.

In the experimental part of the thesis, the properties achieved in the newly-developed surface layers are analysed in terms of layer characterisation and expected properties of hot-work tool steels, with special focus on resistance to thermal fatigue as the main cause of failure in hot-work tool steels. The developed surface layers on the X38CrMoV5-3 hot-work tool steel were tested and results were compared with the results of conventional heat III treatment processes of hardening and tempering commonly used in practice. Detailed characterisation of the surface layers was carried out by the analysis of their chemical

composition (using Glow Discharge Optical Emission Spectrometry – GDOES and Energy Dispersive Spectrometry – EDS) and microstructure (using a light microscope and a scanning electron microscope), by determining their crystal structure (using X-Ray Diffraction – XRD) and surface roughness, by testing the adhesion of coatings (using the scratch test method and the Rockwell hardness test method - Rockwell C indenter) and the thickness of layers (using the ball indentation test) and by testing the micro hardness of nitrided layers and PACVD coatings.

In order to quantify the effect of newly-developed surface layers on the properties and durability of hot-work tool steels, the following properties were tested: abrasive wear resistance (using the dry sand/rubber wheel test), adhesive wear resistance (using the load scanning test), erosive wear resistance (using the solid particle erosion test), and corrosion resistance. Resistance to thermal fatigue was tested using a device designed and manufactured by the doctoral candidate. In addition, the coefficients of friction and sliding wear were determined using the ball on flat sliding test.

A die for the casting of aluminium alloy radiators was tested in real conditions in order to confirm the results of laboratory testing of the newly-developed surface layers and of their influence on the durability of the die.

The analysis of results showed that the properties of the tool steel were significantly improved and the tool life prolonged by the newly developed surface layers, which was confirmed in real conditions.

---

## ***KLJUČNE RIJEČI***

---

*alatni čelik za topli rad*

*kalupi za tlačni lijev*

*toplinski umor*

*plazmatsko nitriranje*

*PACVD prevlačenje*

*TiCN*

*TiBN*

---

## ***KEYWORDS***

---

*hot work tool steel*

*die casting die*

*thermal fatigue*

*plasma nitriding*

*PACVD coating*

*TiCN*

*TiBN*



**POPIS OZNAKA**

OZNAKA	OPIS OZNAKE	MJERNA JEDINICA
a	amplituda	mm
D	promjer kuglice	mm
E	Modul elastičnosti	N/mm <sup>2</sup>
E <sub>d</sub>	debljina prevlake	μm
$EIT/(1-\nu_s^2)$	utisni modul elastičnosti	GPa
E <sub>ok</sub>	stacionarni potencijal otvorenog kruga	V
E <sub>w</sub>	ekvivalentna masa uzroka	g
f	frekvencija	Hz
F	sila utiskivanja	mN
F <sub>n</sub>	normalna sila	N
h	dubina utiskivanja	μm
HM	Martensova tvrdoća	N/mm <sup>2</sup>
h <sub>max</sub>	maksimalna dubina prodiranja	μm
HRC	tvrdoća Rockwell	
HU <sub>pl</sub>	utisna tvrdoća	N/mm <sup>2</sup>
HV	tvrdoća po Vickersu	
HV <sub>pl</sub>	tvrdoća po Vickersu s obzirom na plastičnu deformaciju	N/mm <sup>2</sup>
I	jakost struje	A
j <sub>kor</sub>	gustoća korozijske struje	μA/cm <sup>2</sup>
K <sub>w</sub>	faktor trošenja	mm <sup>3</sup> /Nm
L(AE)	sila početka akustične emisije	N
L <sub>c1</sub>	kritična sila za pojavu prvih pukotina u prevlaci	N
L <sub>c2</sub>	sila delaminacije prevlake	N
L <sub>c3</sub>	sila probijanja prevlake	N

$l_n$	duljina uzorkovanja	mm
$m_1$	početna masa	g
$m_2$	krajnja masa	g
$m_{cum}$	kumulativni gubitak mase	g
$m_{sr}$	srednji gubitak mase	g
$n$	broj ciklusa	
$n_{IT}$	omjer energije elastične deformacije i cjelokupne deformacije	%
$p$	tlak	bar
$P$	gustoća pukotina	$\text{mm}^{-1}$
$P_{kum}$	kumulativna dubina pukotina	$\mu\text{m}/\text{mm}$
$P_{max}$	dubina najdublje pukotine	$\mu\text{m}$
$P_{min}$	dubina najpliće pukotine	$\mu\text{m}$
$P_{sred}$	prosječna dubina pukotina	$\mu\text{m}$
$R_a$	srednje aritmetičko odstupanje profila	$\mu\text{m}$
$R_p$	polarizacijski otpor	$\text{k}\Omega\text{cm}^2$
$R_p$	najveća visina izbočine profila hrapavosti	$\mu\text{m}$
$R_v$	najveća dubina udubine profila hrapavosti	$\mu\text{m}$
$R_z$	najveća visina profila hrapavosti	$\mu\text{m}$
$s$	put trošenja	mm
$V$	volumen trošenja	$\text{mm}^3$
$v$	brzina	m/s
$v_{kor}$	brzina korozije	mm/god
$X$	debljina vanjskog prstena otiska	$\mu\text{m}$
$Y$	udaljenost između vanjskog i unutarnjeg prstena otiska	$\mu\text{m}$
$\Delta m$	gubitak mase	g
$\rho$	gustoća uzorka	$\text{g}/\text{cm}^3$

GRČKA SLOVA	OPIS OZNAKE	MJERNA JEDINICA
$\lambda_c$	Gaussov filter	mm
$\vartheta$	temperatura	°C
$\mu$	faktor trenja	

### POPIS SKRAĆENICA

PACVD	Plasma Assisted Chemical Vapour Deposition
PVD	Physical Vapour Deposition
CVD	Chemical Vapour Deposition
DLC	Diamond Like Carbon
UNIZG FSB	Sveučilište u Zagrebu, Fakultet strojarstva i brodogradnje
ESR	Electroslag remelting
GDOES	Optička emisijska spektrometrija s tinjajućim izbojem (eng. <i>Glow Discharge Optical Emission Spectroscopy</i> )
EDS	energijska disperzivna spektroskopija
FCC	plošno centrirana kubična (eng. <i>Face Centered Cubic</i> )
SEM	skenirajući elektronski mikroskop
TiN	titan nitrid
TiCN	titan karbo-nitrid
TiBN	titan bor-nitrid
XRD	Rendgenska difrakcija (eng. <i>X-ray diffraction</i> )
ZKE	zasićena Kalomel elektroda

**POPIS SLIKA**

Slika 2.1	Slijed postupaka toplinske obrade u tehnološkom postupku izrade alata [38]	9
Slika 2.2	Utjecaj temperature austenitizacije na lomnu žilavost alatnog čelika X38CrMoV5-1 za različite temperature popuštanja [44]	10
Slika 2.3	CTT dijagram za kontinuirano ohlađivanje alatnog čelika za topli rad X38CrMoV5-3 [47]	11
Slika 2.4	Utjecaj temperature popuštanja na vlačnu čvrstoću, granicu razvlačenja i kontrakciju alatnog čelika za topli rad X38CrMoV5-3 [46]	12
Slika 2.5	Primjeri odljevaka: a) kućišta mjenjača od aluminijske legure i b) konektor od legure cinka [46]	13
Slika 2.6	Alat za ekstruziju prozorskih profila [53]	15
Slika 2.7	a) alat za kovanje kuka za dizalice b) otkovak [55]	16
Slika 2.8	Karakteristični mehanizmi dotrajavanja kalupa za tlačni lijev [24, 56]	17
Slika 2.9	Erozija uljevnog sustava kalupa za tlačni lijev	18
Slika 2.10	Korozijsko trošenje a) spojne cijevi kalupa za tlačni lijev s toplom komorom, b) površine odljevka [61, 62]	19
Slika 2.11	Shematski prikaz nastanka intermetalnih spojeva na površini kalupa reakcijskim nataljivanjem [60]	20
Slika 2.12	Pojava reakcijskog nataljivanja kod kalupa za tlačni lijev aluminiija	21
Slika 2.13	Shematski prikaz promjene naprezanja površine alata tijekom grijanja i hlađenja [68]	22
Slika 2.14	Mreža pukotina uslijed toplinskog umora na a) površini dijela kalupa za tlačni lijev [80], b) odljevku radijatora od aluminijske legure	23
Slika 3.1	Binarni fazni dijagram Fe-N [17]	26
Slika 3.2	Mikrostruktura nitriranog sloja nakon plazmatskog ili plinskog nitriranja [87]	26
Slika 3.3	Utjecaj a) temperature nitriranja i b) vremena nitriranja na tvrdoću i dubinu nitriranog sloja [88]	28

Slika 3.4	Utjecaj legirnih elemenata na: a) tvrdoću nitriranog sloja, b) dubinu nitriranog sloja [88] _____	29
Slika 3.5	Kölbel-ov model nitriranja u plazmi [93] _____	30
Slika 3.6	Utjecaj zone spojeva na a) zaostala tlačna naprezanja, b) broj i dubinu pukotina nakon toplinskog umaranja plazmatski nitriranog čelika X40CrMoV5-1 [101] _____	32
Slika 3.7	Utjecaj plazmatskog nitriranja na pukotine uslijed toplinskog umora na čeliku X40CrMoV5-1 [77] _____	32
Slika 3.8	Pukotine na poprečnom presjeku plazmatski nitriranog čelika X40CrMoV5-1 sa i bez zone spojeva nakon toplinskog umaranja [101] _____	34
Slika 3.9	Djelovanje plazme kod PACVD postupka prevlačenja _____	36
Slika 3.10	Shematski prikaz PACVD uređaja [110] _____	36
Slika 3.11	Vrste struktura tvrdih prevlaka [113] _____	39
Slika 3.12	Pucanje i ljuštenje prevlake uslijed plastične deformacije podloge niže tvrdoće [84] _____	42
Slika 3.13	Utjecaj plazmatskog nitriranja na prionjivost TiCN i TiBN PACVD prevlaka na čeliku X40CrMoV5-3 [123] _____	43
Slika 3.14	Utjecaj plazmatskog nitriranja na trošenje prevlaka suhim klizanjem [81] _____	43
Slika 3.15	Shematski prikaz nastajanja i propagacije pukotina kod: a) jednoslojnih, b) višeslojnih prevlaka [113] _____	44
Slika 3.16	Nastajanje zaostalih naprezanja tijekom nanošenja prevlake: a) vlačnih, b) tlačnih [113] _____	45
Slika 3.17	Raspored zaostalih naprezanja po poprečnom presjeku kod nanošenja: a) CVD, b) PVD prevlaka [113] _____	46
Slika 3.18	Maksimalna i srednja dubina pukotina nakon toplinskog umaranja različito obrađenog čelika X40CrMoV5-1 [34] _____	49
Slika 3.19	Utjecaj plazmatskog nitriranja i/ili PVD prevlaka na srednju duljinu i gustoću pukotina pri simuliranju toplinskog umora čelika X38CrMoV5-1 za maksimalne temperature: a) 700°C, b) 900°C [134] _____	50
Slika 3.20	Ljuštenje PVD prevlake CrN na kalupu za tlačnu lijevu uslijed loše prionjivosti [30] _____	51

Slika 4.1	Segment kalupa za tlačni lijev aluminijskih radiatora tvrtke Lipovica d.o.o. od čelika X38CrMoV5-3 za ispitivanje u radnim uvjetima _____	57
Slika 4.2	Dio laboratorijskih uzoraka a) prije osnovne toplinske obrade, b) šaržiranje uzoraka u vakuumskoj peći _____	58
Slika 4.3	Tijek osnovne toplinske obrade ispitnih uzoraka za laboratorijska ispitivanja od čelika X38CrMoV5-3 _____	59
Slika 4.4	Uređaj za plazmatsko nitriranje i prevlačenje Rübige PC 70/90 _____	61
Slika 4.5	Raspored uzoraka za laboratorijska ispitivanja i segmenata kalupa za tlačni lijev u uređaju za plazmatsko nitriranje _____	62
Slika 4.6	Tijek postupka provedenog plazmatskog nitriranja uzoraka i segmenata od čelika X38CrMoV5-3 _____	63
Slika 4.7	Grafičko sučelje za upravljanje procesom na uređaju Rübige PC70/90 _____	65
Slika 4.8	Raspored uzoraka od čelika X38CrMoV5-3 prije prevlačenja gradijentnom TiCN prevlakom _____	66
Slika 4.9	Tijek postupka prevlačenja čelika X38CrMoV5-3 gradijentnom TiCN prevlakom _____	66
Slika 4.10	Shematski prikaz strukture gradijentne TiCN prevlake _____	67
Slika 4.11	Shematski prikaz strukture višeslojne gradijentne TiBN prevlake _____	69
Slika 4.12	Dijagram postupka prevlačenja čelika X38CrMoV5-3 višeslojnom gradijentnom TiBN prevlakom _____	69
Slika 4.13	Raspored elemenata po dubini metodom GDOES: a) plazmatski nitriranog sloja (A1), b) TiCN prevlake (A2) i c) TiBN prevlake (A3) na čeliku X38CrMoV5-3 _____	71
Slika 4.14	EDS mapiranje poprečnog presjeka uzorka A2 s TiCN prevlakom na čeliku X38CrMoV5-3 _____	73
Slika 4.15	EDS mapiranje poprečnog presjeka uzorka A3 s TiBN prevlakom na čeliku X38CrMoV5-3 _____	74
Slika 4.16	EDS linijska analiza poprečnog presjeka uzorka A2 s TiCN prevlakom na čeliku X38CrMoV5-3 _____	75
Slika 4.17	EDS linijska analiza poprečnog presjeka uzorka A3 s TiBN prevlakom na čeliku X38CrMoV5-3 _____	76
Slika 4.18	Difraktogram uzorka A1 čelika X38CrMoV5-3 s plazmatski nitriranim slojem _____	78

Slika 4.19	Difraktogram uzorka A2 čelika X38CrMoV5-3 s TiCN prevlakom	78
Slika 4.20	Difraktogram uzorka A3 čelika X38CrMoV5-3 s TiBN prevlakom	79
Slika 4.21	Mikrostruktura jezgre osnovnog materijala X38CrMoV5-3 nakon osnovne toplinske obrade kaljenja i popuštanja (nagriženo 3% NITAL)	80
Slika 4.22	Mikrostruktura uzorka A3 čelika X38CrMoV5-3 s nitriranim (difuzijskim) slojem i TiBN prevlakom (nagriženo 3% NITAL)	80
Slika 4.23	SEM prikaz poprečnog presjeka TiCN i TiBN prevlaka na čeliku X38CrMoV5-3	80
Slika 4.24	Mjerenje debljine prevlake: a) shematski prikaz ispitivanja, b) kalotester - uređaj za mjerenje debljine prevlake, c) smještaj uzorka u uređaj	82
Slika 4.25	Trag trošenja na čeliku X38CrMoV5-3 nakon ispitivanja debljine prevlake metodom utiskivanja kuglice: a) na površini uzorka, b) na uzorku A2 s TiCN prevlakom, c) na uzorku A3 s TiBN prevlakom	82
Slika 4.26	a) shematski prikaz mjerenja prionjivosti prevlake HRC metodom b) tragovi otisaka HRC ispitivanja na čeliku X38CrMoV5-3	84
Slika 4.27	Šest razreda klasifikacije mjerenja prionjivosti prevlake metodom HRC [114]	85
Slika 4.28	Rezultati ispitivanja prionjivosti prevlaka na čeliku X38CrMoV5-3 metodom HRC: a) uzorak A2 s TiCN prevlakom b) uzorak A3 s TiBN prevlakom	86
Slika 4.29	Shematski prikaz ispitivanja prionjivosti prevlake metodom brazdanja	86
Slika 4.30	Karakteristični događaji i kritične sile kod ispitivanja prionjivosti brazdanjem [152]	87
Slika 4.31	Tragovi trošenja na ispitnom uzorku od čelika X38CrMoV5-3 nakon ispitivanja prionjivosti prevlake metodom brazdanja	88
Slika 4.32	Tragovi trošenja nakon ispitivanja brazdanjem na čeliku X38CrMoV5-3 za: a) uzorak A2 s TiCN prevlakom, b) uzorak A3 s TiBN prevlakom	89
Slika 4.33	Trag trošenja na uzorku A2 pri ispitivanju brazdanjem TiCN prevlake na čeliku X38CrMoV5-3	89

Slika 4.34	EDS analiza traga trošenja na uzorku A2 pri ispitivanju brazdanjem TiCN prevlake na čeliku X38CrMoV5-3	89
Slika 4.35	SEM analiza traga trošenja na uzorku A2 pri ispitivanju brazdanjem TiCN prevlake na čeliku X38CrMoV5-3	90
Slika 4.36	Trag trošenja na uzorku A3 pri ispitivanju brazdanjem TiBN prevlake na čeliku X38CrMoV5-3	90
Slika 4.37	SEM fotografije tragova trošenja na čeliku X38CrMoV5-3 pri ispitivanju brazdanjem: a) uzorka A2 sa TiCN prevlakom, b) uzorka A3 sa TiBN prevlakom	91
Slika 4.38	Ovisnost faktora i sile trenja o normalnoj sili pri ispitivanju prionjivosti brazdanjem uzorka A2 s TiCN prevlakom na čeliku X38CrMoV5-3	92
Slika 4.39	Ovisnost faktora i sile trenja o normalnoj sili pri ispitivanju prionjivosti brazdanjem uzorka A3 s TiBN prevlakom na čeliku X38CrMoV5-3	93
Slika 4.40	Akustična emisija pri ispitivanju prionjivosti brazdanjem uzorka A2 s TiCN prevlakom na čeliku X38CrMoV5-3	93
Slika 4.41	Akustična emisija pri ispitivanju prionjivosti brazdanjem uzorka A3 s TiBN prevlakom na čeliku X38CrMoV5-3	94
Slika 4.42	Raspored mikrotvrdoće po poprečnom presjeku ispitnih uzoraka čelika X38CrMoV5-3 stanja: a) A1, b) A2, c) A3	95
Slika 4.43	Način mjerenja tvrdoće tankih tvrdih prevlaka	96
Slika 4.44	Tvrdomjer Vickers Helmut Fisher Fisherscope H100C za mjerenje tvrdoće prevlaka	96
Slika 4.45	Ovisnost sile i dubine utiskivanja za TiCN i TiBN prevlake na čeliku X38CrMoV5-3 pri opterećenju 50 mN	97
Slika 4.46	Vrijednosti tvrdoće i dubine utiskivanja za TiCN i TiBN prevlake na čeliku X38CrMoV5-3 pri različitim opterećenjima	97
Slika 4.47	Taylor-Hobson Form Talysurf Series 2 uređaj za mjerenje profila površine	99
Slika 4.48	Shematski prikaz uređaja za ispitivanje abrazijskog trošenja metodom "suhi pijesak/ gumeni kotač" prema normi ASTM G65-81 [161]	100



Slika 4.49	Shematski prikaz detalja uređaja za ispitivanje erozijskog trošenja [163]	102
Slika 4.50	Shematski prikaz i uređaj CSM Instruments za ispitivanje kliznog trošenja metodom „kuglica na ploči“	104
Slika 4.51	Ispitni uzorcima od čelika X38CrMoV5-3 različitog stanja s tragovima trošenja nakon ispitivanja otpornosti na adhezijsko trošenje metodom „kuglica na ploči“	105
Slika 4.52	Tragovi trošenja ispitnih uzoraka različitog stanja od čelika X38CrMoV5-3 nakon ispitivanja otpornosti na adhezijsko trošenje metodom „kuglica na ploči“ sa silama opterećenja: 1, 5 i 10N	106
Slika 4.53	Faktor trenja ispitnih uzoraka od čelika X38CrMoV5-3 nakon ispitivanja suhog kliznog trošenja metodom „kuglica na ploči“ uz različite sile opterećenja: a) 1N, b) 5N, c) 10N	108
Slika 4.54	Ispitivanje otpornost na adhezijsko trošenje naljepljivanjem: a) uređaj „load scanning test“, b) oblik i položaj uzoraka	110
Slika 4.55	Shematski prikaz "load scanning test"-a za ispitivanje otpornosti na adhezijskog trošenje naljepljivanjem i određivanja faktora trenja	110
Slika 4.56	Ovisnost faktora trenja o normalnoj sili ispitnih uzoraka A0, A1, A2 i A3 od čelika X38CrMoV5-3 tijekom ispitivanja „load scanning test“-om pri 20°C i 500°C	111
Slika 4.57	Primjer krivulje za određivanje potencijala otvorenog strujnog kruga $E_{ok}$	112
Slika 4.58	Način određivanja polarizacijskog otpora $R_p$	113
Slika 4.59	Oprema za ispitivanje otpornosti na koroziju DC metodom	114
Slika 4.60	Dijagrami polarizacijskih krivulja ispitnih uzoraka različitog stanja od čelika X38CrMoV5-3 u 3,5 % otopini NaCl	115
Slika 4.61	Izgled površine ispitnih uzoraka od čelika X38CrMoV5-3 nakon izlaganja 3,5% otopini NaCl u trajanju od 24 sata DC tehnikom: a) A0; b) A1; c) A2; d) A3	116
Slika 4.62	Temperaturni profili kod tlačnog lijevanja: a) mjedi, b) aluminija [70], [71]	117
Slika 4.63	Primjeri metoda simuliranja otpornosti na toplinski umor: a) grijanje plamenom i hlađenje na zraku, b) indukcijskim grijanjem i hlađenje vodom [33], [134]	119

Slika 4.64	Temperaturni profili različitih metoda simuliranja otpornosti na toplinski umor: a) grijanje plamenom i hlađenje zrakom, b) indukcijско grijanje i hlađenje uranjanjem u vodu [33], [75]	119
Slika 4.65	Sustav za provedbu simulacije grijanja i hlađenja za ispitivanje otpornosti na toplinski umor	120
Slika 4.66	Ispitni uzorci za ispitivanje otpornosti na toplinski umor	121
Slika 4.67	a) induktor za grijanje, b) mjesto mjerenja temperature na ispitnom uzorku tijekom ciklusa toplinskog umaranja	122
Slika 4.68	Shematski prikaz uređaja i uzorka za simulaciju toplinskog umaranja	122
Slika 4.69	Temperaturni profil snimljen na površini uzorka tijekom jednog ciklusa grijanja-hlađenja pri simuliranju toplinskog umaranja režimom 620-240°C	123
Slika 4.70	Temperaturni profil površine ispitnog uzorka tijekom prvih 60 sekundi toplinskog umaranja režimom 620°C-240°C	124
Slika 4.71	Shematski prikaz i priprema uzoraka za ispitivanje oštećenja površine nakon 4500 ciklusa toplinskog umaranja režimom 620°C-240°C	126
Slika 4.72	Površine ispitnih uzoraka od čelika X38CrMoV5-3 snimljene stereo mikroskopom uz povećanje 12,5:1 nakon 4500 ciklusa toplinskog umaranja režimom 620°C-240°C: a) uzorak A0, b) uzorak A1, c) uzorak A2, d) uzorak A3	127
Slika 4.73	Uzorci od čelika X38CrMoV5-3 različitog stanja u početnom stanju i nakon 4500 toplinskog umaranja ciklusa režimom 620°C-240°C	128
Slika 4.74	Pukotine uslijed toplinskog umora na poprečnom presjeku uzoraka: a) A0, b) A1, c) A2, d) A3	130
Slika 4.75	Raspored tvrdoće po poprečnom presjeku ispitnih uzoraka od čelika X38CrMoV5-3 različitog polaznog stanja nakon 4500 ciklusa toplinskog umaranja režimom od 620°C-240°C	131
Slika 4.76	EDS mapiranje poprečnog presjeka nakon 4500 ciklusa toplinskog umaranja ispitnih uzoraka od čelika X38CrMoV5-3 režimom 620°C-240°C s: a) TiCN, b) TiBN prevlakom	133
Slika 4.77	EDS linijska analiza poprečnog presjeka nakon 4500 ciklusa toplinskog umaranja ispitnih uzoraka od čelika X38CrMoV5-3 režimom 620°C-240°C s: a) TiCN, b) TiBN prevlakom	134

Slika 4.78	Radijator Orion od aluminijske legure tvrtke Lipovica izrađen tlačnim lijevanjem _____	135
Slika 4.79	Odljevak s mrežom pukotina kao rezultat toplinskog umora pri tlačnom lijevanju radijatora od aluminijske legure _____	136
Slika 4.80	Segment kalupa za tlačni lijev radijatora od aluminijske legure "glavčina gornja": a) prije, b) poslije prevlačenja TiCN prevlakom ____	136
Slika 4.81	Ispitivani segmenti različito toplinski obrađenih gornjih glavčina u kalupu za tlačni lijev radijatora od aluminijske legure _____	137
Slika 4.82	a) rastavljeni kalup za tlačni lijev radijatora od aluminijske legure ORION 600 b) ugradnja različito toplinski obrađenih gornjih glavčina _____	138
Slika 5.1	Difraktogram TiCN prevlake na čeliku X38CrMoV5-3 s difrakcijskim maksimumima TiCN i TiN faze _____	142
Slika 5.2	Difraktogram TiBN prevlake na čeliku X38CrMoV5-3 s difrakcijskim maksimumima TiBN, TiB i TiN faza _____	143
Slika 5.3	Debljina TIN potpornog sloja i ukupna debljine TiCN i TiBN prevlaka na uzorcima A2 i A3 od čelika X38CrMoV5-3 _____	144
Slika 5.4	Srednje vrijednosti a) kritičnih sila, b) početka akustične emisije dobivenih ispitivanjem brazdanjem za TiCN i TiBN prevlake na čeliku X38CrMoV5-3 _____	146
Slika 5.5	Raspored tvrdoće po poprečnom presjeku nitriranog sloja ispitnih uzoraka od čelika X38CrMoV5-3 za različita stanja _____	147
Slika 5.6	Srednje vrijednosti tvrdoća TiCN i TiBN prevlaka na čeliku X38CrMoV5-3 za opterećenja 25 i 50 mN _____	148
Slika 5.7	Srednje vrijednosti parametra hrapavosti Ra ispitnih uzoraka za različita stanja _____	149
Slika 5.8	Srednje vrijednosti gubitaka mase ispitnih uzoraka različitih stanja nakon 500 okretaja abrazijskog trošenja metodom suhi pijesak/gumeni kotač _____	150
Slika 5.9	Izgled površine ispitnih uzoraka stanja A0, A1, A2 i A3 nakon trošenja abrazijom metodom suhi pijesak/gumeni kotač _____	151
Slika 5.10	Srednje vrijednosti gubitaka mase ispitnih uzoraka različitih stanja nakon 60 min erozijskog trošenja _____	152

- Slika 5.11 SEM fotografije erodiranih površina nakon 60 minuta: a) samo kaljenog i popuštenog uzorka, b) dodatno plazmatski nitriranog uzorka, c) prevučenog s TiCN prevlakom, d) prevučenog s TiBN prevlakom \_\_\_\_\_ 153
- Slika 5.12 Srednje vrijednosti faktora trošenja ispitnih uzoraka različitih stanja toplinske obrade pri ispitivanju otpornosti na suho klizno trošenje metodom „kuglica na ploči“ za različite sile opterećenja \_\_\_\_\_ 155
- Slika 5.13 Gubitak volumena ispitnih uzoraka različitih stanja toplinske obrade pri ispitivanju otpornosti na suho klizno trošenje metodom „kuglica na ploči“ za različite sile opterećenja \_\_\_\_\_ 155
- Slika 5.14 Srednje vrijednosti faktora trenja različitih stanja čelika X38CrMoV5-3 pri ispitivanju otpornosti na suho klizno trošenje metodom „kuglica na ploči“ \_\_\_\_\_ 156
- Slika 5.15 Vrijednosti DC ispitivanja otpornosti na koroziju ispitnih uzoraka različitih stanja toplinske obrade: a) korozijski potencijal, b) polarizacijski otpor, c) gustoća korozijske struje, d) brzina korozije \_\_\_\_ 161
- Slika 5.16 Srednje vrijednosti a) gustoće, b) maksimalne dubine pukotina ispitnih uzoraka od čelika X38CrMoV5-3 za različita stanja toplinske obrade \_\_\_\_\_ 163
- Slika 5.17 Srednje vrijednosti a) zbroja dubina svih pukotina, b) kumulativne dubine pukotina ispitnih uzoraka od čelika X38CrMoV5-3 za različita stanja toplinske obrade \_\_\_\_\_ 164
- Slika 5.18 Površine segmenata gornjih glavčina i pripadajućih odljevaka nakon 115 148 ciklusa obrađene: a) samo toplinskom obradom b) plazmatskim nitriranjem, c) prevlakom TiCN, d) prevlakom TiBN \_\_\_\_ 167

**POPIS TABLICA**

Tablica 2.1	Temperature lijevanja i karakteristični mehanizmi dotrajavanja kalupa [46]	14
Tablica 2.2	Karakteristični mehanizmi dotrajavanja kod alata za oblikovanje	17
Tablica 3.1	Utjecaj sastava plinova na strukturu zone spojeva	28
Tablica 3.2	Usporedba postupaka prevlačenja iz parne faze [110]	37
Tablica 3.3	Primarni i sekundarni zahtjevi na svojstva tvrdih prevlaka [113]	39
Tablica 4.1	Kemijski sastav ispitivanog čelika X38CrMoV5-3 proizvođača KIND & CO. EDELSTAHLWERK oznake ESR	54
Tablica 4.2	Pregled dimenzija i oblika uzoraka za planirana ispitivanja površinskih slojeva na čeliku X38CrMoV5-3	55
Tablica 4.3	Podjela uzoraka prema stanjima provedene toplinske obrade	56
Tablica 4.4	Pregled svih planiranih ispitivanja prema stanjima toplinske obrade	56
Tablica 4.5	Vrijednosti tvrdoće na uzorcima od čelika X38CrMoV5-3 nakon pojedine faze osnovne toplinske obrade	59
Tablica 4.6	Parametri postupaka otprašivanja i plazmatskog nitriranja čelika X38CrMoV5-3	62
Tablica 4.7	Površinske tvrdoće uzoraka nakon osnovne toplinske obrade i plazmatskog nitriranja	63
Tablica 4.8	Parametri postupka prevlačenja čelika X38CrMoV5-3 gradijentnom TiCN prevlakom PACVD postupkom	67
Tablica 4.9	Parametri postupka prevlačenja čelika X38CrMoV5-3 TiBN višeslojnom gradijentnom prevlakom PACVD postupkom	70
Tablica 4.10	Debljina TiN potpornog sloja, TiCN i TiBN prevlaka na čeliku X38CrMoV5-3	83
Tablica 4.11	Srednje vrijednosti tvrdoće i maksimalne dubine utiskivanja pri različitim opterećenjima za TiCN i TiBN prevlake na čeliku X38CrMoV5-3	98
Tablica 4.12	Srednje vrijednosti mjerenog parametra hrapavosti Ra	99
Tablica 4.13	Prosječan gubitak mase ispitnih uzoraka različitog stanja od čelika X38CrMoV5-3 tijekom ispitivanja abrazijskog trošenja	101

Tablica 4.14 Prosječan gubitak mase ispitnih uzoraka od čelika X38CrMoV5-3 tijekom ispitivanja erozijskog trošenja _____	103
Tablica 4.15 Srednje vrijednosti faktora trošenja i trenja uzoraka različitog stanja od čelika X38CrMoV5-3 metodom „kuglica na ploči“ _____	107
Tablica 4.16 Rezultati ispitivanja korozijske otpornosti ispitnih uzoraka DC tehtikom nakon izlaganja 3,5 % NaCl u trajanju od 24 sata _____	115
Tablica 4.17 Parametri ciklusa simuliranja toplinskog umaranja _____	125
Tablica 4.18 Rezultati ispitivanja (srednje vrijednosti) karakterističnih veličina pukotina ispitnih uzoraka različitih polaznih stanja čelika X38CrMoV5-3 nakon 4500 ciklusa toplinskog umaranja režimom 620°C-240°C _____	129
Tablica 5.1 Broj temperaturnih ciklusa toplinskog umaranja režimom 620°C- 240°C do pojave prvih pukotina na površini uzorka _____	162

## 1 UVOD

### 1.1 Obrazloženje i motivacija istraživanja

Čelici za topli rad namijenjeni su za izradu alata koji se u radu zagrijavaju na temperaturu iznad 200°C poput kalupa za tlačni lijev, ukovnja, alata za prešanje, ekstruziju, izradu cijevi, kalupa u staklarskoj industriji i sl. [1, 2]. Veliki interes za primjenu alatnih čelika za topli rad i potreba stalnog poboljšavanja funkcionalnih svojstava površine alata (posebno izraženo kod kalupa za tlačni lijev) te njihova visoka cijena bili su poticaj za izradu ovog doktorskog rada.

Vijek trajanja i učinkovitost alata izrađenih od čelika za topli rad ograničeni su vrlo složenim toplinskim, mehaničkim, kemijskim i tribološkim opterećenjima. Mehanizmi dotrajavanja koji utječu na vijek trajanja takvih alata su: reakcijsko nataljivanje, toplinski umor, trošenje erozijom, abrazijom i adhezijom taline te korozija [3]. Kod alata za ekstruziju i tlačni lijev obrađivani materijal veći je dio radnog ciklusa u stalnom kontaktu s radnom površinom alata te nastaje lokalno zagrijavanje alata uz dodatno djelovanje triboloških mehanizama trošenja (abrazije, adhezije i erozije). Nadalje, uslijed dodira rastaljenog obrađivanog materijala i površine alata dolazi do tribokorozije. S druge strane, kod vrućeg kovanja, kontakt površine alata i obrađivanog materijala je povremen uz dobro odvođenje topline s površine alata, ali su prisutna značajnija mehanička opterećenja [3, 4]. Kod kalupa za tlačni lijev dominantni mehanizam dotrajavanja je toplinski umor. Tijekom punjenja kalupa talinom njegova se površina vrlo brzo zagrijava na visoku temperaturu (600 do 650°C, a na pojedinim mjestima i znatno više zbog visokog faktora trenja i kontaktnih pritisaka). Nakon ubrizgavanja taline slijedi njeno skrućivanje tijekom kojeg se odljevak intenzivno hladi odvođenjem topline i preko radne površine kalupa. Time je površina kalupa u radnom ciklusu lijevanja izložena cikličkim promjenama temperature i toplinskim šokovima što nakon određenog broja ciklusa uzrokuje pojavu toplinskog umora koji rezultira pojavom mreže pukotina na površini alata. Na početku svakog ciklusa lijevanja površina alata hladi se i podmazuje prskanjem vodotopivim sredstvom koje stvara zaštitni sloj između površine alata i taline sprječavajući njezino naljepljivanje na površinu alata. Prskanje alata neizbježno uzrokuje dodatna temperaturna naprezanja u površinskom sloju. Nakon pojave inicijalnih pukotina daljnje širenje, dubina i broj nastalih pukotina s vremenom se povećava zbog čega se odljevak sve teže izbacuje iz alata, više nije zadovoljena kvaliteta površine odljevka, a mogu

se pojaviti i deformacije i pukotine odljevka. Uznepredovala pojava toplinskog umora naposljetku dovodi do proizvodnje nekvalitetnih odljevaka i kalup postaje neupotrebljiv za daljnju proizvodnju [5-8].

Zbog navedenih složenih eksploatacijskih uvjeta na alatni čelik za topli rad postavljaju se sljedeći glavni zahtjevi: minimalni pad tvrdoće pri povišenim temperaturama, otpornost na trošenje, otpornost na mehaničke i kemijske utjecaje obrađivanog materijala, otpornost na popuštanje, otpornost na nagle promjene temperature, postojanost dimenzija alata, obradljivost te mogućnost poliranja do visokog sjaja [9-12]. Za uspješnu primjenu pri povišenim temperaturama alatni čelik za topli rad mora ispuniti dva kontradiktorna zahtjeva: zadržati visoku tvrdoću i otpornost na trošenje abrazijom, erozijom i reakcijskim nataljivanjem te postići dovoljno visoku žilavost važnu za dobru otpornost na toplinski umor [13, 14].

Istraživanja na području čelika za topli rad s ciljem postizanja optimalnih eksploatacijskih svojstva uglavnom su usmjerena prema povećanju čistoće čelika i poboljšanju svojstava, posebice tvrdoće i lomne žilavosti, ali i razvoju novih sredstava za podmazivanje i hlađenje koja će se bolje zadržavati na mjestu kontakta površine alata s obrađivanim materijalom. Međutim, pojavom novih vrsta materijala, poput novih vrsta legura ili visokočvrstih čelika koje je sve teže oblikovati, zahtjevi za svojstva alata postaju sve složeniji i zahtjevniji [14-16]. Novi pristup poboljšanju svojstava alatnih materijala jest primjena postupaka modificiranja i/ili prevlačenja čime je moguće stvaranje površinskih slojeva s kombinacijom svojstava koja nije moguće postići osnovnim materijalom. Međutim, svojstva površinskih slojeva potrebno je optimizirati za određenu primjenu te nanijeti na mjestima na kojima je potrebno. Kod postupaka modificiranja površinski sloj nastaje od polazne površine prema unutrašnjosti metala dok se kod postupaka prevlačenja površinski sloj stvara na polaznoj površini [17]. Površinski slojevi razlikuju se od osnovnog obrađivanog materijala u pogledu kemijskog sastava, mikrostrukture, kristalne rešetke i drugih fizikalnih i kemijskih svojstava koji daju različita eksploatacijska svojstva [18]. Uobičajeno se kod alatnih čelika provode toplinski i kemijski postupci modificiranja od površinskog kaljenja, plinskog nitriranja i nitriranja u solnim kupkama do novijih postupaka dubokog hlađenja, difuzijske metalizacije i niklanja [15].

Jedan od načina poboljšanja svojstava alata, posebice otpornosti na trošenje, primjena je tvrdih keramičkih prevlaka. Prednosti primjene tvrdih prevlaka, kao što su TiN, TiAlN, CrN



koje su dobro poznate za rezne alate, u znatno manjoj mjeri istražene su kod primjene alata za oblikovanje [19]. Primjenom prevlaka postiže se poboljšanje svojstava reznih alata u pogledu smanjenja trošenja, manjeg trenja i produljenja vijeka trajanja. Prevlačenje kalupa za tlačno lijevanje, alata za ekstruziju i kovanje značajno se razlikuje od reznih alata zbog složene geometrije i velike mase alata te niže tvrdoće osnovnog materijala (problem prionjivosti prevlake) [20]. Alat s prevlakom loše prionjivosti može imati lošija svojstva i niži vijek trajanja od alata bez prevlake. Osim složene geometrije, koja otežava postizanje ujednačene prevlake, većina prevlaka ima visoku sklonost naljepljivanja prema većini legura koje se oblikuju ovim alatima. Također, zbog niske tvrdoće koja je posljedica tražene visoke žilavosti, alatni čelici za topli rad ne pružaju dovoljno čvrstu potporu (podlogu) vrlo tankoj, tvrdj i krhkoj prevlaci [21, 22].

Relativno mali broj istraživanja usmjeren je prema ispitivanju učinkovitosti primjene prevlaka na alatima koji su izloženi visokim temperaturama. Također, vrlo mali broj istraživanja posvećen je ispitivanju toplinskih svojstava plazmatski nitriranih slojeva te svojstava koja utječu na rad pri povišenim temperaturama. Novija istraživanja pokazuju da se navedene kombinacije svojstava na površini alata, koja se ne mogu postići primjenom jednoslojnih konvencionalnih prevlaka, mogu postići višeslojnim prevlakama ili dupleks postupcima (plazmatsko nitriranje + prevlačenje). Oprečna su mišljenja u pogledu primjene plazmatskog nitriranja i prevlačenja na svojstva alatnih čelika za topli rad te njihov utjecaj do danas nije razjašnjen [23-35].

## 1.2 Cilj i hipoteza istraživanja

Cilj doktorskog rada jest primjenom novih tehnologija plazmatskog nitriranja i plazmom potpomognutog kemijskog prevlačenja iz parne faze (PACVD) stvoriti površinski sloj koji će poboljšati svojstva i produljiti trajnost alatnom čeliku za topli rad. Kako bi se postigla optimalna adhezijska veza između podloge i prevlake te svojstva same prevlake, nužno je prilagoditi tehnologiju osnovne toplinske obrade i plazmatskog nitriranja. Na taj način postići će se bolja svojstva podloge (osnovnog materijala) i odgovarajuća adhezijska veza između podloge i prevlake te formirati i novi sustav „podloga/površinski sloj“. Tek se optimalnim svojstvima podloge i prevlake putem njihovog sinergijskog djelovanje može očekivati poboljšanje svojstava i značajno produljenje vijeka trajanja alata. U ostvarenju navedenog cilja istraživana su svojstva plazmatski nitriranog sloja i dvije PACVD prevlake TiCN i TiBN na čeliku za topli rad X38CrMoV5-3. Vrednovanje svojstava navedenih slojeva provedeno je

usporedbom sa svojstvima neprevučenog čelika u kaljenom i popuštenom stanju. Iz navedenoga hipoteza doktorske disertacije glasi: *Primjenom plazmatskog nitriranja i plazmom potpomognutog kemijskog prevlačenje iz parne faze moguće je razviti površinski sloj kojim će se poboljšati svojstva alatnog čelika za topli rad i povećati njegovu otpornost na toplinski umor. Pretpostavlja se da će novo razvijeni površinski sloj produžiti trajnost kalupa za tlačni lijev aluminija.*

### 1.3 Sustav istraživanja i metodologija rada

U svrhu dokazivanja pretpostavljene hipoteze u ovom doktorskom radu istraženi su novi površinski slojevi postupcima plazmatskog nitriranja i plazmom potpomognutog prevlačenja iz parne faze. Navedeni slojevi relativno su novi te je njihova primjena na kalupima na alatnim čelicima za topli rad gotovo nepoznata. U teorijskom dijelu rada prikazan je pregled općih zahtjeva za svojstva i mehanizmi dotrajavanja alatnih čelika za topli rad. Provedena eksperimentalna ispitivanja usmjerena su s jedne strane prema karakterizaciji novorazvijenih površinskih slojeva, a s druge strane prema ispitivanju onih svojstava koja su vrlo značajna kod kalupa za tlačni lijev.

U svrhu ostvarenja planiranog cilja i potvrđivanja navedene hipoteze provedeno ispitivanje može se podijeliti u nekoliko faza:

**1. Određivanje optimalnih parametara i obrada uzoraka.** Čelik predviđen za provedbu istraživanja pripada skupini alatnih čelika za topli rad oznake X38CrMoV5-3 te ga karakterizira visoka otpornost na popuštanje, otpornost na toplinski umor, otpornost na trošenje, otpornost na visokotemperaturnu oksidaciju i koroziju, postojanost tvrdoće pri povišenim temperaturama te dobra dimenzijska stabilnost. Zbog svojih dobrih svojstava uobičajeno se koristi za izradu masivnih te u radu kompleksno opterećenih alata kao što su: kalupi za tlačni lijev, alati za ekstruziju, prešanje, kovanje, duboko vučenje i dr. Ispitni uzorci čelika X38CrMoV5-3 izrađeni su u obliku i dimenzijama potrebnim za pojedinu vrstu ispitivanja. Na temelju literaturnih podataka i vlastitih preliminarnih istraživanja te suradnje s tvrtkom Lipovica d.o.o. definirani su optimalni parametri toplinske obrade, plazmatskog nitriranja i PACVD prevlačenja prema zahtjevima za alatne čelike za topli rad.

**2. Karakterizacija novih površinskih slojeva.** Budući da su slojevi razvijeni prema vlastitim parametrima procesa, provedena je njihova detaljna karakterizacija i analiza koja obuhvaća: (1) analizu sastava površinskih slojeva (GDOES, EDS), (2) određivanje kristalne

strukture površinskih slojeva rendgenskom difrakcijom (XRD), (3) ispitivanje prionjivosti prevlaka brazdanjem i Rockwellovom metodom utiskivanja indentora, (4) mjerenje debljine prevlake metodom utiskivanja kuglice (kalotest), (5) ispitivanje mikrotvrdoće nitriranog sloja Vickersovom metodom, (6) ispitivanje mikrotvrdoće prevlaka i (7) analiza mikrostrukture slojeva svjetlosnim i skenirajućim elektronskim mikroskopom. Na temelju provedene analize doneseni su zaključci o svojstvima i prikladnosti za primjenu ispitanih površinskih slojeva.

**3. Ispitivanje svojstava kaljenog i popuštenog čelika i usporedba sa svojstvima novih površinskih slojeva.** Usporedno s karakterizacijom provedena su i laboratorijska ispitivanja svojstava novorazvijenih površinskih slojeva i njihova usporedba s toplinski obrađenim uzorcima kao početnim stanjem. Naglasak je bio na ispitivanju onih svojstava koja su ključna kod alatnih čelika za topli rad. Ta ispitivanja obuhvaćaju: ispitivanje triboloških svojstava u uvjetima (1) abrazijskog (metoda suhi pijesak/gumeni kotač), (2) adhezijskog (eng. *load scanning test*), (3) erozijskog trošenja (erozija česticama), (4) korozijska ispitivanja, (5) određivanje faktora trenja i kliznog trošenja (metoda kuglica na ploči). Na temelju provedenih ispitivanja vrednovan je utjecaj poboljšanja svojstava čelika X38CrMoV5-3 primjenom novorazvijenih površinskih slojeva.

**4. Ispitivanje otpornosti na toplinski umor.** Poseban naglasak stavljen je na ispitivanje otpornosti na toplinski umor površinskih slojeva kao dominantnog mehanizma dotrajavanja kalupa za tlačni lijev. Ispitivanja su provedena na vlastito izrađenom uređaju koji se sastoji od indukcijskog generatora, pirometra i sustava za upravljanje. Kontinuiranim cikličkim grijanjem i hlađenjem posebno izrađenih laboratorijskih uzoraka simulirani su uvjeti i toplinska naprezanja koja se javljaju u radu na površini kalupa za tlačni lijev aluminijskih legura tijekom ciklusa lijevanja. Pregledom površine ispitnih uzoraka određen je kritičan broj ciklusa toplinskog umaranja do pojave mreže pukotina. Analiza poprečnog presjeka uzoraka provedena je u svrhu određivanja karakterističnih veličina nastale mreže pukotina kao i otkrivanja promjena u mikrostrukтури osnovnog materijala. Na temelju provedene analize određen je utjecaj novorazvijenih površinskih slojeva na otpornost prema toplinskom umoru.

**5. Ispitivanje površinskih slojeva u radnim uvjetima.** Ispitivanje površinskih slojeva na kalupu za tlačni lijev radijatora od aluminijske legure AlSi11Cu2(Fe) provedeno je s ciljem promatranja njihovog ponašanja u eksploatacijskim uvjetima kako bi se mogao dati realan zaključak o ponašanju slojeva pri istovremenom djelovanju više različitih mehanizama trošenja i vrednovati njihov utjecaj na trajnost kalupa.

**6. Analiza rezultata i donošenje zaključaka.** Na temelju rezultata provedenih ispitivanja i njihove detaljne analize određen je utjecaj novorazvijenih površinskih slojeva na svojstva i otpornost na toplinski umor alatnog čelika za topli rad X38CrMoV5-3 te trajnost kalupa za tlačni lijev. Također, dane su preporuke i smjernice za buduća istraživanja.

Navedena ispitivanja provedena su na Sveučilištu u Zagrebu, Fakultetu strojarstva i brodogradnje, Institutu Ruđer Bošković u Zagrebu, Institutu Jožef Stefan, Institutu za kovinske materiale in tehnologije i Fakultetu za strojništvo u Ljubljani te u tvrtki Lipovica d.o.o.

## 2 ALATNI ČELICI ZA TOPLI RAD

Alatni čelici namijenjeni su za izradu alata kojima se obrađuju i oblikuju metalni ili drugi materijali te se dijele na čelike za hladni rad, čelike za topli rad i brzorezne čelike. Čelici za topli rad u radu se zagrijavaju na temperature iznad 200°C te su izloženi složenim toplinskim, kemijskim, tribološkim i mehaničkim opterećenjima. Stoga alatni čelici za topli rad moraju zadovoljiti slijedeće zahtjeve [2, 36]:

- otpornost na (visokotemperaturno) trošenje
- otpornost prema deformacijama pri (visokim) radnim temperaturama
- otpornost na toplinski umor
- otpornost na visokotemperaturnu koroziju
- otpornost na oksidaciju
- otpornost na popuštanje
- otpornost na eroziju
- otpornost na abraziju
- otpornost na nastajanje pukotina zbog visokih toplinskih naprezanja
- otpornost na udarna opterećenja – žilavost
- dobra obradljivost
- stabilnost volumena pri toplinskoj obradi
- niska sklonost naljepljivanju
- kemijska inertnost prema obrađivanom materijalu.

Većinu navedenih zahtjeva može se objediniti jednim pojmom: otpornost na popuštanje. Pojam otpornosti na popuštanje obuhvaća sve neželjene pojave uslijed dugotrajne izloženosti povišenim temperaturama [36]:

- sniženje tvrdoće (omekšavanje)
- promjene mikrostrukture
- toplinski umor.

Sve ove zahtjeve teško može ispuniti jedan čelik, stoga izbor optimalnog alatnog čelika za topli rad za određenu primjenu ovisi o usklađivanju proizvodnih i eksploatacijskih zahtjeva. Na izbor optimalnog alatnog čelika prvenstveno utječe [14]:

- radna temperatura alata
- način i iznos opterećenja
- način hlađenja alata
- vrsta obrađivanog materijala.

Otpornost na popuštanje i ostala bitna svojstva alatnog čelika za topli rad postižu se [14]:

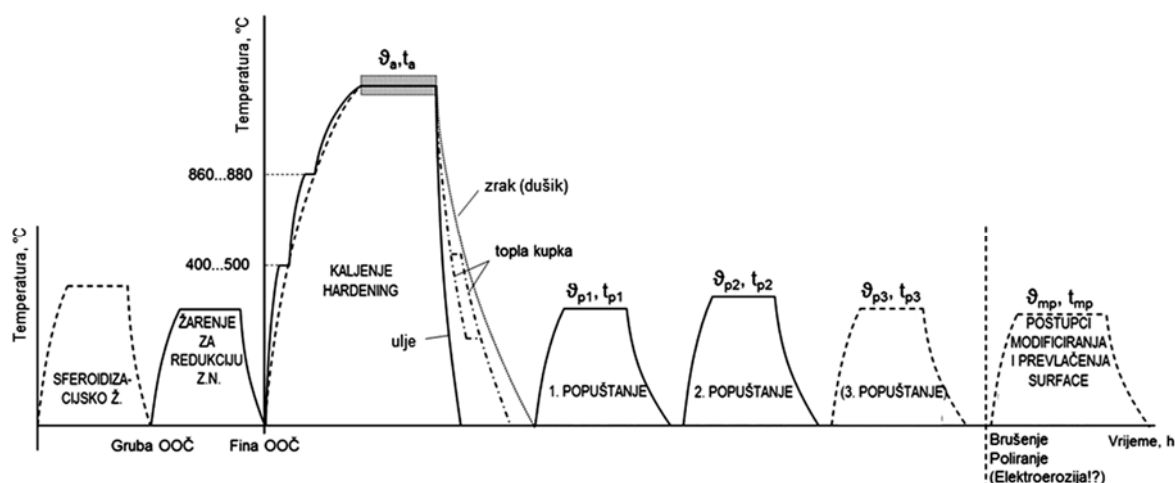
- Nižim masenim udjelom ugljika – visoka žilavost i dobra otpornost prema toplinskom umoru.
- Legiranjem karbidotvorcima – W, Mo, V, Cr pri popuštanju omogućuju stvaranje karbida popuštanja koji, s jedne strane povisuju otpornost na trošenje, a s druge strane otpornost na popuštanje.
- Legiranjem  $\gamma$ -genim elementima (Ni, Co) – povisuju otpornost na popuštanje, žilavost i prokaljivost.

Alatni čelici za topli rad dijele se na Cr, W ili Mo čelike prema glavnom legirnom elementu. Zbog nižeg udjela C (0,35 - 0,45 %C) imaju visoku žilavost i otpornost na toplinski umor, dok zbog jakih karbidotvoraca poput Cr, W, Mo, V imaju visoku tvrdoću pri povišenim temperaturama i otpornost na popuštanje. Legirni elementi imaju velik utjecaj na svojstva alatnog čelika pa kod izbora prikladnog alatnog čelika za topli rad treba voditi računa o uvjetima rada alata. Vrsta i udio karbida prisutnih u alatnim čelicima za topli rad ovise o legirnom elementu, sadržaju ugljika i toplinskoj obradi. Viši udjeli ugljika i legirnih elemenata povećavaju tvrdoću i otpornost na trošenje. Osim toga, stabilnost karbida na visokim temperaturama pozitivno utječe na otpornost na popuštanje i tvrdoću pri višim temperaturama (eng. *hot hardness*). Legirni elementi W i Mo poboljšavaju otpornost na popuštanje i čvrstoću pri višim temperaturama (eng. *hot strenght*) tvorenjem toplinski stabilnih karbida. Legiranje s V povećava otpornost na trošenje i tvrdoću pri povišenim temperaturama jer vanadijevi karbidi imaju najveću tvrdoću od svih karbida. Međutim, velika količina karbida povezana je sa smanjenjem žilavosti. Dodatak Si povećava otpornost na oksidaciju [1, 2, 13, 14].

## 2.1 Toplinska obrada alatnih čelika za topli rad

Svojstva alatnih čelika za topli rad određena su kemijskim sastavom i načinom proizvodnje čelika te njegovom toplinskom obradom. Toplinskom obradom moguće je značajno utjecati na konačna svojstva alatnog čelika za topli rad, stoga kako bi se postigla optimalna mehanička i eksploatacijska svojstva potrebno je pravilno odabrati i provesti toplinsku obradu prema traženim svojstvima konkretnog alata [37]. Toplinska obrada nalazi se pri ili na samom kraju tehnološkog postupka izrade alata, stoga je nužna njena kvalitetna provedba. Nepravilnosti bilo koje vrste, od kvalitete i stanja osnovnog materijala, mehaničke i toplinske obrade, mogu dovesti do bržeg trošenja, deformacije ili oštećenja alata. Pri provedbi postupka toplinske obrade treba posebnu pozornost posvetiti nastalim promjenama dimenzija i oblika koje trebaju, uz eventualne dodatke za korekcijskom obradom (npr. brušenjem) ostati u zadanim tolerancijama [38]. Principi toplinske obrade alatnih čelika ne razlikuju se od onih za konstrukcijske čelike, izuzev razlike u sastavu (viši udjeli ugljika i legirajućih elemenata) koja iziskuje više temperature i veću pažnju prilikom izbora parametara i načina provedbe obrade [38, 39].

Toplinska obrada alatnih čelika za topli rad sastoji se od postupaka toplinske obrade čitavog volumena (žarenje, kaljenje, popuštanje, starenje) i eventualnih postupaka modificiranja i prevlačenja (površinsko kaljenje, nitriranje, nitrokarburiranje, prevlačenje postupcima PVD, PACVD, CVD i dr.) (slika 2.1) [38].

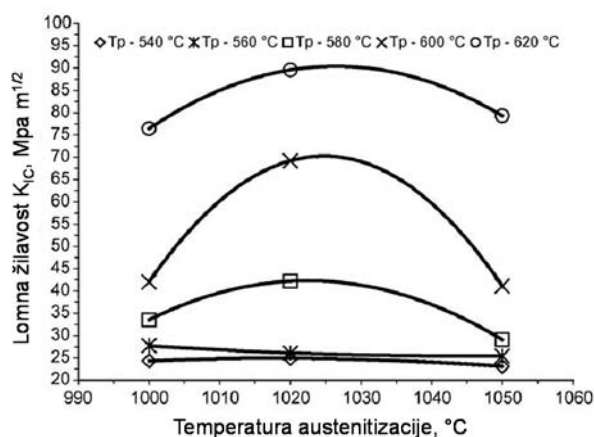


Slika 2.1 Slijed postupaka toplinske obrade u tehnološkom postupku izrade alata [38]

Alatni čelici za topli rad uobičajeno se isporučuju od proizvođača čelika u žarenom stanju. U tom stanju, njihova mikrostruktura sastoji se od feritne matrice sa kuglastim

karbidima. Svojstva konkretnog alatnog čelika biti će određena režimom predgrijavanja, temperaturom austenitizacije, vremenom držanja, metodom i brzinom hlađenja te brojem i temperaturom popuštanja [1]. Zbog sastava (povišeni udio Cr i Mo) alatni čelici za topli rad visoko su prokaljivi. Niža toplinska vodljivost alatnih čelika (viši udio legiranih elemenata smanjuje toplinsku vodljivost) povećava njihovu osjetljivost na grijanje, odnosno opasnost na pojavu nedozvoljenih toplinskih naprezanja i nastanka pukotina, pa ih je potrebno znatno sporije i pažljivije grijati ili barem dva puta predgrijati do temperature austenitizacije [38]. Budući da se radi o osjetljivim čelicima u cilju sprječavanja pougljičenja, razugljičenja i oksidacije potrebno je primijeniti zaštitu površine [40].

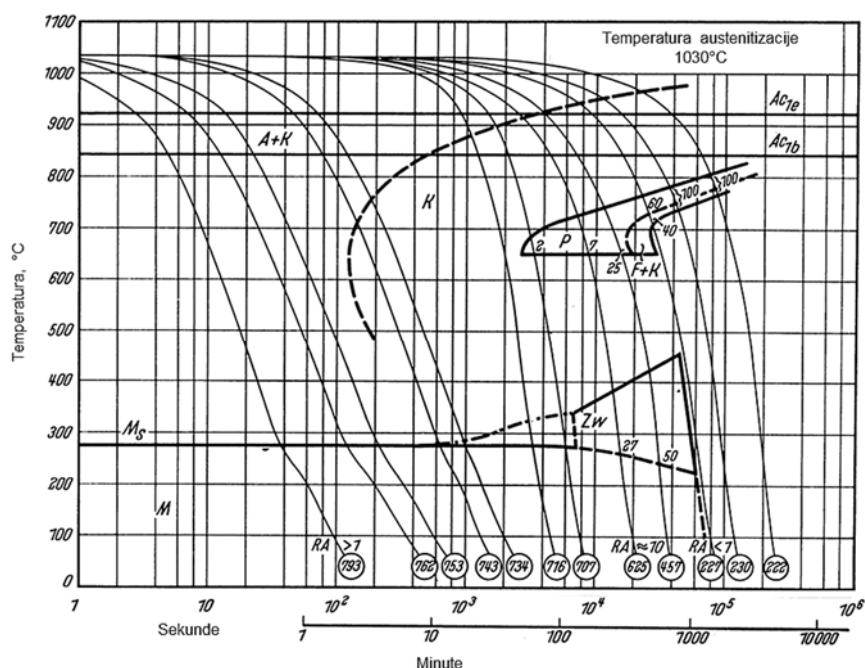
Temperature austenitizacije za ovu skupinu čelika su između 980°C i 1050°C [41]. Iznos temperature austenitizacije kompromis je između potreba za austenitizacijom polazne mikrostrukture čelika i odgovarajućeg otapanja karbida legiranih elemenata te sprječavanja rasta austenitnog zrna i postizanja optimalnog udjela zaostalog austenita i martenzita u gašenom stanju, tvrdoće te otpornosti na popuštanje i lomne žilavosti [37, 42, 43] (slika 2.2). Na izbor temperature austenitizacije utječu i eventualni dodatni postupci modificiranja i prevlačenja površina. Kod niže temperature austenitizacije postoji opasnost od visokog udjela neotopljenih karbida što može rezultirati smanjenom lomnom žilavošću i čvrstoćom pri povišenim temperaturama. Viša temperatura austenitizacije ima pozitivan utjecaj na čvrstoću pri povišenim temperaturama i otpornost prema popuštanju te povećava tvrdoću, što smanjuje tendenciju nastajanja pukotina. S druge strane, visoka temperatura austenitizacije znači povećani rizik od rasta zrna, što može uzrokovati smanjenje žilavosti i duktilnosti. Stoga je viša temperatura austenitizacije preporučljiva za kalupe malih dimenzija, jezgre i izbacivače [37, 39].



Slika 2.2 Utjecaj temperature austenitizacije na lomnu žilavost alatnog čelika X38CrMoV5-1 za različite temperature popuštanja [44]



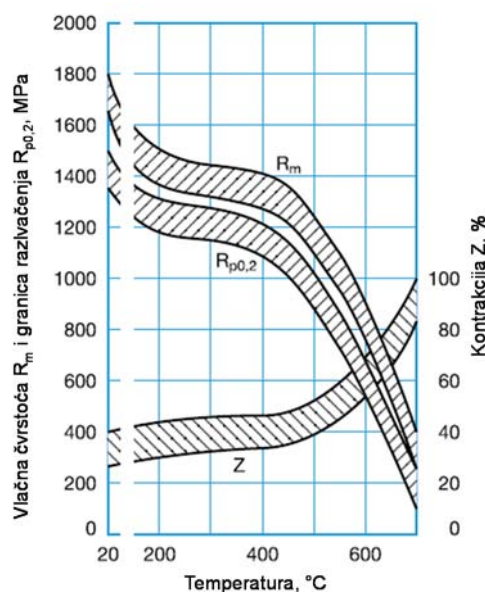
Zbog visokih iznosa vremena inkubacije, osim u ulju, inertnom plinu ili toploj kupki, ova skupina čelika kaljiva je i na zraku. Sporijim hlađenjem smanjuju se toplinska naprezanja i mogućnost pojave deformacija alata te se povećava dimenzijska stabilnost, ali treba računati na nešto nižu tvrdoću ( $\approx 10$  HRC) uslijed nepoželjnih promjena mikrostrukture (nastanak bainita i višeg udjela zaostalog austenita). Također, presporim ohlađivanjem smanjuje se lomna žilavost i čvrstoća te povećava mogućnost izlučivanja nepoželjnih predutektoidnih karbida [45] (slika 2.3). Viša tvrdoća ima pozitivan učinak na otpornost nastajanju pukotina, iako se tvrdoća viša 50 HRC ne preporučuje kod tlačnog lijevanja aluminija, odnosno 46 HRC kod tlačnog lijevanja mjedi [46]. Razlog tomu je povećan rizik od nastajanja pukotina i pucanja kalupa s povećanjem tvrdoće.



**Slika 2.3 CTT dijagram za kontinuirano ohlađivanje alatnog čelika za topli rad X38CrMoV5-3 [47]**

U gašenom stanju mikrostruktura alatnog čelika sastoji se od martenzita, zaostalog austenita i karbida, visoke je tvrdoće i krhkosti (niske žilavosti) s visokom razinom zaostalih naprezanja. Stoga je popuštanje nužno provesti odmah nakon gašenja. Visina temperature popuštanja ovisi o traženim svojstva alata, odnosno o tvrdoći i žilavosti, radnoj temperaturi alata, dozvoljenim dimenzijskim promjenama i eventualnim naknadnim postupcima modificiranja i/ili prevlačenja [14] (slika 2.4). Općenito se kod svih alatnih čelika provode dva popuštanja, dok se kod visokolegiranih preporuča i treće popuštanje kako bi se popustio

nastali martenzit u drugom popuštanju čime se postiže povoljna kombinacija tvrdoće, žilavosti, otpornosti na trošenje i dimenzijska postojanost alata [38, 44, 48].



Slika 2.4 Utjecaj temperature popuštanja na vlačnu čvrstoću, granicu razvlačenja i kontrakciju alatnog čelika za topli rad X38CrMoV5-3 [46]

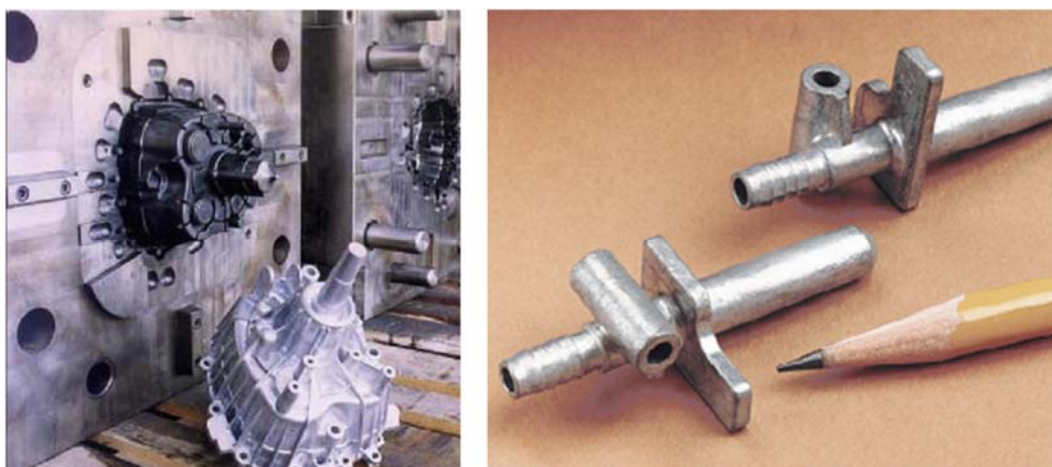
## 2.2 Primjena alatnih čelika za topli rad

Područje primjene alatnih čelika za topli rad vrlo je široko. Uobičajeno se koriste za izradu kalupa za tlačni lijev, ukovnja, alata za prešanje, ekstruziju, izradu cijevi, valjanje i duboko vučenje te kalupa u staklarskoj industriji i sl. Zajedničko svim navedenim alatima jest izloženost površine alata visokim toplinskim, mehaničkim, tribološkim i kemijskim opterećenjima uslijed kontinuiranog (kliznog) kontakta površine alata sa obrađivanim materijalom.

### 2.2.1 Kalupi za tlačni lijev

Tehnologija tlačnog lijevanja je proces proizvodnje odljevaka u kojem se rastaljeni metal (talina) ubrizgava i tlači u metalni kalup te se tlak održava sve dok se skrućivanje potpuno ne završi [3]. Rastaljeni metal popunjava kalupnu šupljinu uz velike brzine i tlakove ubrizgavanja. Tijekom tlačnog lijevanja, ovisno o vrsti legure, velike su promjene temperature u vrlo kratkim vremenskim intervalima. Na odljevku se mogu reproducirati najfiniji detalji i složeni oblici unutrašnjeg oblika kalupa uz visok stupanj točnosti oblika i dimenzija ( $\pm 0,02$  mm). Odljevci mogu biti različitih dimenzija (od malih konektora do blokova motora i kućišta mjenjača), različite teksture i glatkoće površine, oblika i debljina stjenke (0,5 - 15 mm) te

mase od dijela grama do više od 40 kg (slika 2.5). Uobičajeni tlačno lijevani materijali jesu legure aluminija, bakra, magnezija i cinka, dok se željezne legure lijevaju vrlo rijetko [49, 50].



a)

b)

**Slika 2.5** Primjeri odljevaka: a) kućišta mjenjača od aluminijске legure i b) konektor od legure cinka [46]

Za vrijeme eksploatacije kalupi za tlačni lijev izloženi su vrlo složenim i zahtjevnim uvjetima [3]:

- visoki radni tlakovi (do 180MPa)
- visoka radna temperatura (ovisno o prerađivanom materijalu  $>700^{\circ}\text{C}$ )
- visoka temperaturna naprezanja uslijed velikih temperaturnih gradijenata između površine i unutrašnjosti kalupa
- nagle promjene temperature
- abrazija, adhezija i erozija taline
- kemijske reakcije između materijala kalupa i lijevane legure.

Najveći utjecaj na vijek trajanja kalupa za tlačni lijev ima radna temperatura, odnosno vrsta lijevane legure. Osim materijala i provedene toplinske obrade, na vijek trajanja kalupa utječe i konstrukcija kalupa, hlađenje kalupa, površinska obrada i uvjeti lijevanja [3]. Tablica 2.1 prikazuje temperature lijevanja za neke legure s karakterističnim mehanizmima dotrajavanja kalupa.

**Tablica 2.1 Temperature lijevanja i karakteristični mehanizmi dotrajavanja kalupa [46]**

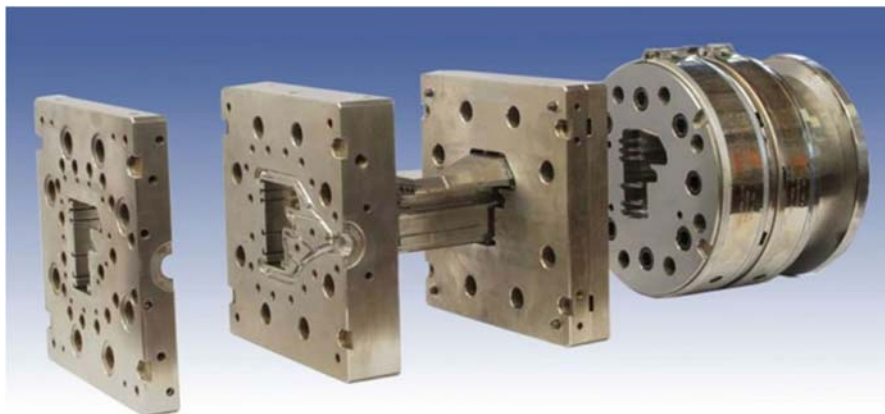
Lijevana legura	Temperatura lijevanja	Mehanizmi dotrajavanja
Cink	430°C	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Erozijska</li> </ul>
Magnezij	650°C	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Erozijska</li> <li>• Toplinski umor</li> <li>• Lom</li> </ul>
Aluminij	700°C	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Erozijska</li> <li>• Toplinski umor</li> <li>• Lom</li> <li>• Nataljivanje</li> </ul>
Bakar/mjed	970°C	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Erozijska</li> <li>• Toplinski umor</li> <li>• Lom</li> <li>• Nataljivanje</li> </ul>

### 2.2.2 Alati za ekstruziju

Ekstruzija je proces oblikovanja koji se koristi za proizvodnju cijevi i posebno oblikovanih složenih punih ili šupljih profila [15] (slika 2.6). Obradak predgrijan na temperaturu deformiranja pod visokim kontinuiranim tlakom protiskuje se kroz alat i oblikuje u zadani oblik proizvoda. Najčešće se koriste aluminijske i bakrene legure te čelik. Ekstruzija se prema vrsti procesa dijeli na: indirektnu, direktnu i hidrostatsku ekstruziju. Dijelovi alata za ekstrudiranje koji su u direktnom kontaktu sa obrađivanim materijalom izloženi su visokim tlakovima, temperaturama i trenju. Visoke temperature proizlaze ne samo od zagrijanog obrađivanog materijala, nego i od topline razvijene uslijed deformacije obrađivanog materijala i njegovog trenja s površinom alata [51]. Toplinska naprezanja koja nastaju uslijed razlika temperature uglavnom su prilično umjerena zbog toga što su brzine promjene temperature vrlo male. Prema tome, opasnost od pojave pukotina zbog toplinskog umora puno je niža kod alata za ekstruziju u odnosu na kalupe za tlačni lijev, gdje su temperaturni ciklusi puno oštriji. S druge strane, trošenje je izraženije kod ekstruzije, budući da proces uključuje jači klizni kontakt između površine alata i materijala koji se ekstrudira [51, 52].

Kod ekstrudiranja aluminijskih legura na površini ekstrudirane legure trenutno se stvara tvrdi oksidni film koji izaziva abrazijsko trošenje površine alata. Tijekom ekstrudiranja, dimenzijska stabilnost i postojanost oblika alata za ekstruziju vrlo su značajni za proizvodnju

profila visoke kvalitete. Stoga se od alata za ekstruziju očekuje izvrsna otpornost na trošenje, žilavost i čvrstoća pri povišenim temperaturama [15].



Slika 2.6 Alat za ekstruziju prozorskih profila [53]

### 2.2.3 Alati za kovanje

Kovanje je obrada materijala kod koje se promjena oblika i dimenzija predmeta u konačan proizvod odvija udarcima čekića ili bata po sirovcu koji je položen na nakovanj [54] (slika 2.7). Kovanje može biti strojno (bat ili preša) ili ručno te češće u toplom, a rjeđe u hladnom stanju. Batovi i preše razlikuju se u kinematici alata, a koji će se upotrijebiti ovisi o svojstvima obrađivanog materijala. Neki materijali podnose nagle promjene i brze udarce, dok drugi materijali pri takvoj obradi pucaju i nisu za daljnje korištenje [55]. Batovi udaraju s velikom brzinom i mijenjaju oblik udarcima, dok preše postepeno tlače otkovke. Kod kovanja batom mehanička opterećenja su vrlo velika, dok su toplinska naprezanja relativno mala, uz vrlo kratko vrijeme kontakta između otkovka i nakovnja i to tijekom samog udarca. To znači da su lomna žilavosti i duktilnost od presudne važnosti kod alata za kovanje batom. S druge strane, kod kovanja prešom mehanička naprezanja su relativno niska, dok su toplinska naprezanja vrlo velika zbog duljeg vremena kontakta između otkovka i nakovnja tijekom djelovanja sile. To znači da su otpornost na popuštanje i otpornost na trošenje pri povišenim temperaturama važniji u odnosu na lomnu žilavost i duktilnost. Unatoč tome, odnos lomne žilavosti i duktilnosti u odnosu na otpornost na trošenje mora se optimirati. Zahtjevi na svojstva alatnog čelika za topli rad za izradu alata za kovanje ovise o vrsti kovanja, radnom materijalu te veličini alata, dubini kalupne šupljine i dr. [15, 55]. Osnovna svojstva koja alatni čelik za ukovnje mora ispuniti jesu sljedeća [54]:

- visoka tvrdoća (i pri povišenim temperaturama)
- otpornost na popuštanje

- vlačna čvrstoća (i pri povišenim temperaturama)
- dobra lomna žilavost i duktilnost (i pri povišenim temperaturama) u svim smjerovima
- dovoljna otpornost prema toplinskom umoru
- dobra obradljivost i mogućnost popravaka zavarivanjem.



Slika 2.7 a) alat za kovanje kuka za dizalice b) otkovak [55]

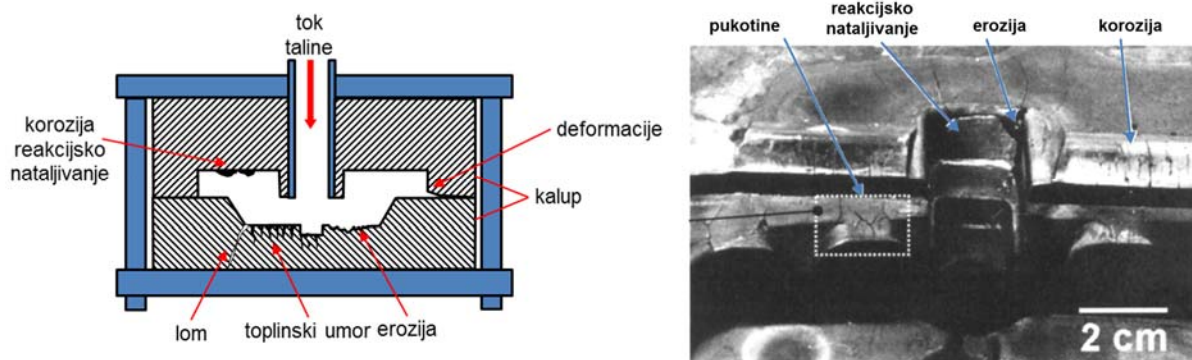
### 2.3 Mehanizmi dotrajavanja alata od alatnih čelika za topli rad

Alati izrađeni od alatnih čelika za topli rad u radu izloženi su visokim mehaničkim, toplinskim, tribološkim i kemijskim naprežanjima koji uzrokuju složene mehanizme dotrajavanja koji se razlikuju od točke do točke na alatu (slika 2.8). Toplinska naprežanja uzrokovana su ponavljajućim prijenosom topline sa obrađivanog materijala i kontinuiranim cikličkim grijanjem i hlađenjem površine alata. Izloženost površine alata visokim temperaturama uzrokuje smanjenje tvrdoće, dok cikličko grijanje i hlađenje uzrokuje toplinski umor. Kao i kod hladnog kovanja, velika mehanička opterećenja kod toplog kovanja uzrokuju umor materijala i plastičnu deformaciju alata. S druge strane, visoke temperature mogu uzrokovati pojavu različitih kemijskih reakcija na površini alata, kao što su oksidacija, korozija i reakcijsko nataljivanje.

Glavni mehanizmi dotrajavanja, mogu se pojaviti pojedinačno ili kombinirano, koji utječu na trajnost alatnog čelika za topli rad jesu sljedeći [10-12]:

- toplinski umor
- abrazija
- erozija
- adhezija
- oksidacija

- korozija
- reakcijsko nataljivanje
- plastične deformacije
- umor materijala.



Slika 2.8 Karakteristični mehanizmi dotrajavanja kalupa za tlačni lijev [24, 56]

Tijekom rada istovremenim djelovanjem različitih mehanizama trošenja dolazi do kumulativnog trošenja alata što uzrokuje smanjenje vijeka trajanja alata i proizvodnju nekvalitetnih proizvoda te povećanje troškova proizvodnje. Svi mehanizmi trošenja ili dotrajavanja, osim toplinskog umora površine, rezultiraju odstranjivanjem materijala od ukupnog volumena i mase kalupa. Odstranjivanje materijala u pravilu se indicira jednim, a nastavlja drugim mehanizmom trošenja. Karakteristični mehanizmi dotrajavanja koji se pojavljuju kod različitih vrsta alata za oblikovanje materijala prikazani su u tablici 2.2.

Tablica 2.2 Karakteristični mehanizmi dotrajavanja kod alata za oblikovanje

Postupak	Mehanizmi dotrajavanja						
	Abrazija	Adhezija	Erozija	Umor materijala	Toplinski umor	Korozija	Plastična deformacija
Tlačno lijevanje	●	●	●		●	●	
Kovanje	●	●	●	●	●	●	
Ekstrudiranje	●	●	●	●	●		●
Duboko vučenje	●	●	●				
Valjanje	●	●	●	●	●	●	●

U daljnjem tekstu detaljnije će biti prikazani najznačajniji mehanizmi dotrajavanja kalupa za tlačni lijev.

### 2.3.1 Erozijska

Erozijska talinom pojavljuje se u prvoj fazi lijevanja zbog prisutnosti onečišćenja i neotopljenih konstituenata u talini koja se giba visokim brzinama [24]. Trajanja udaraca općenito su vrlo kratka pa se u površinu kalupa unose intenzivni i vrlo oštri tlačni udarci koji kod tvrdih metala stvaraju kružne pukotine dok kod žilavih materijala nastaje udubljenje površine uslijed plastične deformacije (slika 2.9). Strujanje taline velikom brzinom između (20-60 m/s za aluminijske legure) pod visokim tlakom preko deformirane zone uzrokuje jaka smična naprezanja i deformacije površinskih slojeva gravure kalupa. Uzastopnim ponavljanjem ovakvih deformacija dolazi do oštećenja umorom površine koje rezultira rupičenjem i ohrapljivanjem površine kalupa. Tvrdi zrnaca nečistoća i uključaka dovode do dodatnog abrazivnog trošenja kombinacijom mehanizama odrezivanja, dubljenja, otkidanja i brazdanja [57-59]. Veličina upadnog kuta mlaza, sastav i ulazna brzina rastaljenog materijala direktno utječu na erozijsko trošenje. Konstrukcija uljavnog sustava ima važnu ulogu u smanjenju erozije talinom. Pravilnim oblikovanjem uljavnog sustava može se smanjiti upadni kut taline i time smanjiti erozijsko trošenje kalupa. Najveće erozijsko trošenje javlja se na mjestima koja su prva izložena udaru taline, na mjestima gdje se oblik i geometrija kalupa značajno mijenja (kutovi sa mali radijusima), na mjestima gdje su zaostala naprezanja tijekom izrade alata najveća i na mjestima upada taline na površinu kalupa pod kutovima između 70° i 90° [3, 57]. Erozijsko trošenje kalupa za tlačni lijev uobičajeno se pojavljuje u obliku tri procesa [57]:

- erozijska česticama – nastaje zbog interakcije čvrstih čestica u rastaljenom metalu i površine kalupa
- erozijska kapljevnom- nastaje zbog udara kapljica ili mlaza taline na površinu kalupa
- kavitacijska erozijska – kao posljedica pojave mjehurića pare ili plina u talini.

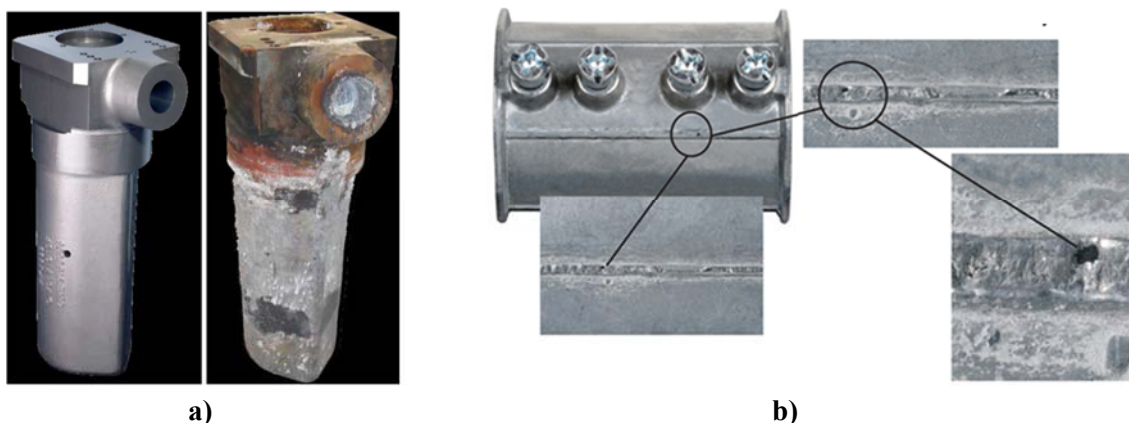


Slika 2.9 Erozijska uljavnog sustava kalupa za tlačni lijev



### 2.3.2 Korozijska

Korozijsko trošenje nastaje kemijskim i metalurškim reakcijama između taline i površine kalupa [60]. Razlika između korozijske i reakcijske nataljivanja je vrlo mala, odnosno smatraju se uzajamnim procesima. Na mjestima površine kalupa gdje nema zaštitnog sloja (vodotopivo sredstvo ili sloj oksida) lijevana legura će difundirati u površinu kalupa, dok će legirni elementi, i posebice željezo difundirati sa površine kalupa u lijevanu leguru [57, 60]. Ovi procesi mogu izazvati otapanje materijala kalupa, odnosno korozijsku i stvaranje intermetalnih spojeva (reakcijsko nataljivanje). Korozijsko trošenje može prouzročiti kraterne na površini kalupa te male izbočine intermetalnih faza Fe-Al. Korozijska, u kombinaciji s erozijom, može izazvati znatno trošenje površine kalupa te utječe na kvalitetu površine i dimenzijsku točnost odljevaka [59]. Na pojavu korozijske utječe sastav i temperatura lijevane legure, oblik i površinska obrada kalupa. Primjer trošenja odljevka uslijed korozijske prikazan je na slici 2.10.



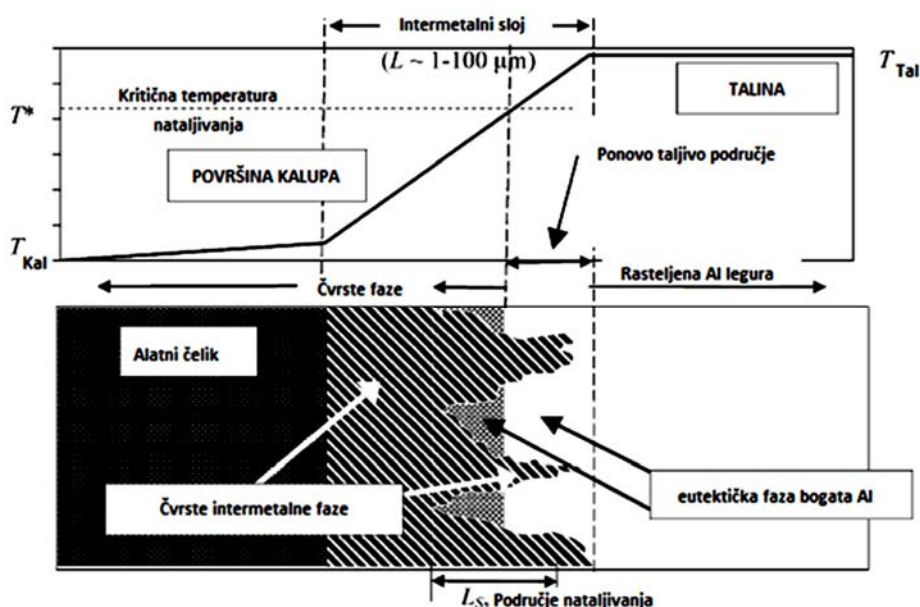
Slika 2.10 Korozijsko trošenje a) spojne cijevi kalupa za tlačni lijev s toplom komorom, b) površine odljevka [61, 62]

### 2.3.3 Reakcijsko nataljivanje

Reakcijsko nataljivanje nastaje uslijed kemijskih interakcija između obrađivanog materijala i površine alata [63]. Posebice je to izraženo kod kalupa za tlačni lijev jer se obrađivani materijal nalazi u tekućem stanju. Reakcijsko nataljivanje moguće je objasniti afinitetom željeza i aluminija zbog lošije tribološke kompatibilnosti s velikom topljivosti u čvrstom stanju. Pri dodiru rastaljene legure s površinom alata dolazi do adhezije ili stvaranja lokalnih „zavara“ te difuzije atoma željeza iz površine alata i atoma aluminija u površinu alata (slike 2.11 i 2.12). Njihovom međusobnom reakcijom dolazi do stvaranja intermetalnih faza te lijevana legura ostaje „zalijepljena“ na površinu kalupa. Na isti način mogu se objasniti i reakcije između drugih talina i materijala kalupa [64, 65].

Reakcijsko nataljivanje uzrokuju brojni čimbenici kao što su [65]:

- sastav i temperatura lijevane legure
- brzina i mjesto ulaza taline
- premazi i njihovo prijanjanje.



Slika 2.11 Shematski prikaz nastanka intermetalnih spojeva na površini kalupa reakcijskim nataljivanjem [60]

Reakcijskim nataljivanjem najviše stradavaju ušća zbog povećanja temperature i brzine strujanja taline (veće od 50 m/s), jezgre zbog slabog odvođenja topline, klizni elementi, izbacivači i površine alata koje su direktno na udaru mlaza taline [60]. Reakcijsko nataljivanje uzrokuje povećanje trenja što utječe na silu izbacivanja odljevka iz kalupa. Povećanje trenja, odnosno sile izbacivanja može prouzročiti savijanje izbacivača, pojavu tragova na površini odljevka i njegovu deformaciju. Jedan od načina smanjenja pojave reakcijskog nataljivanja jest prskanje vodotopivog sredstva na površinu kalupa prije svakog ciklusa lijevanja. Time se stvara zaštitni sloj između površine kalupa i lijevane legure čime se sprječava njezino naljepljivanje na površinu kalupa, a ujedno se i smanjuje potrebna sila za izbacivanje odljevka. Karakteristično obilježje reakcijskog nataljivanja jest pojava ostataka lijevane legure na površini alata, što utječe na kvalitetu površine i dimenzije odljevka [63, 65].

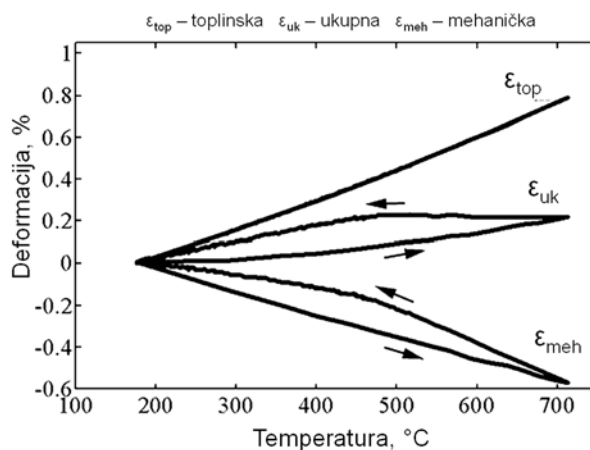


Slika 2.12 Pojava reakcijskog nataljivanja kod kalupa za tlačni lijev aluminija

### 2.3.4 Toplinski umor

Toplinski umor dominantan je mehanizam dotrajavanja kod alata za topli rad te nastaje uslijed kombinacije cikličkih toplinskih napreznja, vlačnih napreznja i plastične deformacije [12]. Tijekom radnog ciklusa površina kalupa vrlo brzo se zagrijava na visoku temperaturu (600-650°C, a na pojedinim mjestima kalupa zbog trenja i tlakova moguće su i znatno više temperature) te se nakon ubrizgavanja taline odljevka počinje hladiti preko radne površine. Nakon skrućivanja i vađenja odljevka iz kalupa proces se ponavlja. Dodatni temperaturni utjecaj na površinu kalupa ima nanošenje vodotopivog premaza temperature 10-20°C prije svakog ciklusa ulijevanja taline zbog lakšeg odvajanja odljevka što dodatno snižava temperaturu površine kalupa. Time je površina kalupa uslijed kontinuiranog zagrijavanja i hlađenja izložena učestalim cikličkim promjenama temperature i toplinskim šokovima (slika 2.13) što uzrokuje toplinski umor materijala koji rezultira pojavom fine mreže pukotina na površini alata (slika 2.14 a). U toku rada broj pukotina se povećava kao i njihova dubina te se odljevak teško izbacuje iz alata, deformira ili puca, ili više nije zadovoljena kvaliteta površine odljevka. Sve to na kraju dovodi do proizvodnje nekvalitetnih odljevaka i kalup postaje neupotrebljiv za daljnju proizvodnju (slika 2.14 b). Dodatno, oksidacija površine kalupa ima utjecaj na nastanak i propagaciju pukotina [66-68].

Uzrok ovom mehanizmu trošenja toplinska su napreznja koje se javljaju zbog temperaturnih razlika između površine i unutrašnjosti alata. Za vrijeme radnog ciklusa uslijed kontinuiranog grijanja i hlađenja dolazi do stvaranja velikih toplinskih gradijenata između površine i jezgre alata koja uzrokuju toplinska napreznja s cikličkim promjenama smjera i veličine. Tijekom grijanja nastaju tlačna napreznja, dok ohlađivanjem površine nastaju vlačna napreznja [68-71].



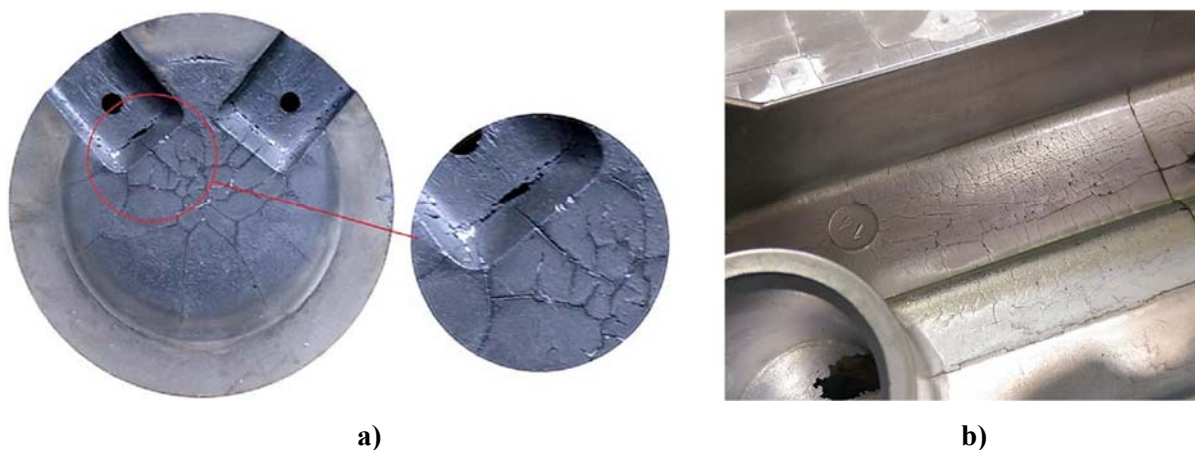
**Slika 2.13 Shematski prikaz promjene napreznosti površine alata tijekom grijanja i hlađenja [68]**

Na pojavu toplinskog umora utječe mnoštvo čimbenika vezanih uz vrstu alatnog materijala, njegova svojstva i parametre postupka [72, 73, 74–77]:

- sastav i mikrostruktura materijala
- tvrdoća (pri povišenim temperaturama)
- čvrstoća (pri povišenim temperaturama)
- modul elastičnosti
- žilavost (pri povišenim temperaturama)
- duktilnost (pri povišenim temperaturama)
- koeficijent toplinskog rastezanja
- koeficijent toplinske vodljivosti
- koeficijent prijelaza topline.

Toplinski umor najčešće se javlja [78, 79]:

- na područjima promjena debljine presjeka
- na mjestima zaobljenja
- oko provrta gdje se nalaze izbacivači jer su ova mjesta značajni koncentratori napreznosti
- na ušćima gdje zbog suženja dolazi do povećanja brzine i temperature taline
- na uljevnim kanalima zbog velike mase i visoke temperature taline.



Slika 2.14 Mreža pukotina uslijed toplinskog umora na a) površini dijela kalupa za tlačni ljev [80], b) odljevku radijatora od aluminijske legure

## 2.4 Zahtjevi na svojstva alatnih čelika za topli rad

U daljnjem tekstu bit će detaljnije prikazani najznačajniji zahtjevi na svojstva alatnih čelika za topli rad. Trajnost alatnih čelika za topli rad u značajnoj mjeri ovisi o sposobnosti zadržavanja polaznih svojstava čelika tijekom dugotrajne cikličke izloženosti visokim temperaturama. Kako su u radu, osim visokim temperaturama, izloženi i znatnim tribološkim, mehaničkim i kemijskim opterećenjima moraju zadovoljiti niz kompleksnih zahtjeva. Različiti mehanizmi trošenja zahtijevaju različita svojstva materijala posebno na površini alata. Premda su ta svojstva često kontradiktorna i u međusobnoj interakciji, neka od njih su ipak prioritetna. Općenito, površina alata mora imati visoku tvrdoću koju treba zadržati i pri visokim temperaturama kako bi se smanjilo (abrazijsko i erozijsko) trošenje. Nadalje, alat treba biti dovoljno žilav kako bi se smanjio (toplinski) umor površine i biti otporan prema visokim temperaturama, odnosno imati visoku toplinsku vodljivost [81].

Duktilnost i žilavost najvažnija su svojstva u pogledu otpornost na trošenje alatnog čelika za topli rad u uvjetima mehaničkog i toplinskog naprezanja [44]. Duktilnost je otpornost materijala prema plastičnoj deformaciji bez pojave loma te je vrlo bitna kod alatnih čelika za topli rad u početnoj fazi toplinskog umora kada dolazi do pojave prvih pukotina. Duktilnost ovisi o čistoći i homogenosti alatnog čelika za topli rad te se njezin utjecaj smanjuje u fazi propagacije pukotina. Žilavost materijala je otpornost materijala prema naprezanjima bez pojave pukotina. Kod alatnih čelika za topli rad izrazito je važno da zadrže visoku žilavost i duktilnost pri povišenim temperaturama [44, 82].

Na materijal za kalupe za tlačni lijev postavljaju se dva kontradiktorna zahtjeva:

- otpornost na toplinski umor i nastajanje pukotina što traži visoku lomnu žilavost i duktilnost
- otpornost na plastične deformacije i trošenje površine alata uslijed abrazije, erozije i ostalih mehanizama trošenja što traži visoku tvrdoću.

Stoga je za postizanje optimalnih svojstava alatnog čelika za topli rad, za zadanu vrijednost tvrdoće, potrebno postići što višu žilavost. Odnos tvrdoće i žilavosti te njihovi iznosi ovise o parametrima toplinske obrade te homogenosti i čistoći alatnog čelika za topli rad [82, 83].

Alati za oblikovanje traže visoku toplinsku vodljivost. Visoka toplinska vodljivost omogućuje brže odvođenje topline s površine kalupa prema jezgri čime se smanjuju temperaturni gradijenti u kalupu, a time i toplinska naprezanja. To doprinosi smanjenju deformacija, toplinskom umoru i pucanju kalupa. Također, kako bi se smanjila toplinska naprezanja poželjno je da koeficijent toplinske rastezljivosti bude što niži. Visoka čvrstoća pri povišenim temperaturama smanjuje pojavu plastičnih deformacija i pozitivno djeluje na otpornost prema nastajanju i propagaciji pukotina. Ukoliko dođe do pojave mikrostrukturnih promjena uslijed popuštanja pri visokim temperaturama značajno će pasti čvrstoća [39, 41].

Drugo važno svojstvo kod alatnih čelika za topli rad jest i otpornost na popuštanje. Ono uključuje neželjene promjene mikrostrukture uslijed dugotrajne izloženosti povišenim temperaturama koje rezultiraju sniženjem tvrdoće i pojavom toplinskog umora. Alatni čelici za topli rad raditi će pri povišenim temperaturama pa ih je nužno popustiti na temperaturi koja je viša od radne. Prvo popuštanjem provodi se na temperaturi sa ciljem postizanja maksimalne sekundarne tvrdoće, dok temperaturu drugoga popuštanja treba odabrati ovisno o zahtijevanoj tvrdoći. Alatni čelik za topli rad nužno je popustiti dva puta kod alata za kovanje i ekstruziju, dok se trostruko popuštanje preporučuje kod kalupa za tlačni lijev [43, 44]. Omekšavanje uslijed popuštanja u radu, ali i pojava toplinskog umora, nastaju kao zajedničko djelovanje visoke temperature, ali i visokih mehaničkih opterećenja. Stoga je nužna i visoka otpornost prema puzanju alatnog čelika za topli rad [48].

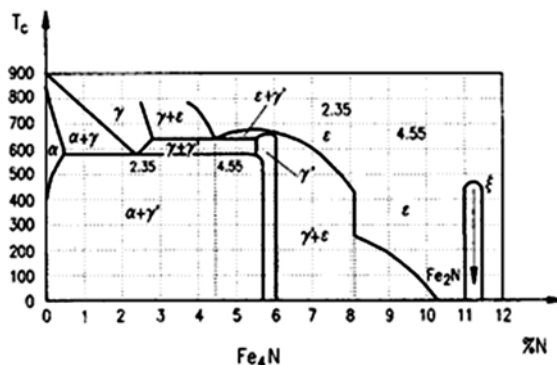
### 3 POSTUPCI MODIFICIRANJA I PREVLAČENJA

Primjenom postupaka modificiranja i prevlačenja mogu se postići značajno drugačija svojstva površine obrađivanog materijala u odnosu na jezgru [18]. To se, prije svega, odnosi na povišenje tvrdoće i otpornosti na trošenje, povećanje otpornosti na koroziju i smanjenje faktora trenja. Na taj način značajno se povećava vijek trajanja obrađivanog proizvoda. Kod postupaka modificiranja površinski sloj nastaje od polazne površine prema unutrašnjosti materijala, dok se kod prevlačenja površinski sloj stvara na polaznoj površini materijala [17]. Posljednjih desetljeća istraživanja su usmjerena prema razvoju dupleks postupaka koji se sastoje od dva ili više postupka modificiranja i/ili prevlačenja površina. Kombinacijom različitih toplinsko-kemijskih postupaka moguće je objediniti karakteristike obaju postupaka i postići kombinaciju svojstava koja se ne mogu postići svakim postupkom zasebno. Prilikom odabira postupaka ili površinske tehnologije neophodno je u potpunosti uzeti u obzir očekivane radne uvjete alata [84, 85]. U nastavku se ukratko opisuju neki od postupaka koji se mogu primijeniti u obradi kalupa za tlačni ljev.

#### 3.1 Nitriranje

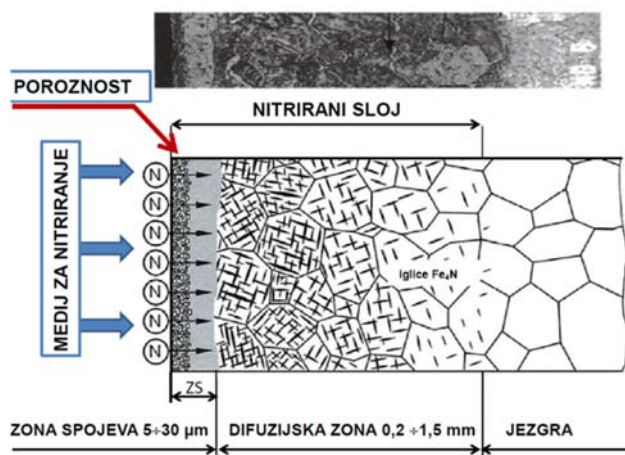
Nitriranje je toplinsko-kemijski postupak modificiranja površine koji se temelji na difuziji dušika u površinski sloj obrađivanog predmeta. Temperatura nitriranja ispod je temperature  $A_1$ , pa stoga jezgra obrađivanog predmeta ne doživljava nikakve mikrostrukturne promjene, uz uvjet da je temperatura prethodno provedenog popuštanja ili žarenja bila viša od temperature nitriranja. Nitriranjem se postiže: visoka površinska tvrdoća, povećanje otpornosti na (osobito adhezijsko) trošenje, kontaktne pritiske, umor materijala, koroziju, trošenje i povećanje dinamičke izdržljivosti pri povišenim temperaturama te sniženje faktora trenja uz malo smanjenje žilavosti i povećanje hrapavosti površine te male ili nikakve deformacije [85, 86].

Dušik se u nitriranom sloju može nalaziti u trima oblicima: željezni nitridi ( $\epsilon$  i  $\gamma'$ ), nitridi legiranih elemenata i otopljen u  $\alpha$  rešetki (slika 3.1). Faza  $\epsilon$  je nitrid  $Fe_{2-3}N$  koji sadrži 8,1 – 11,2 %N, dok je faza  $\gamma'$  nitrid  $Fe_4N$  koji je siromašniji dušikom (5,5-5,95 %) [17, 18].



Slika 3.1 Binarni fazni dijagram Fe-N [17]

Povišenje tvrdoće rezultat je promjene kemijskog sastava površinskog sloja pri čemu nastaje zona spojeva i/ili difuzijska zona (slika 3.2). Zona spojeva, često se naziva i „bijeli sloj“ debljine do 30  $\mu\text{m}$  sastoji se od nitrida željeza ( $\text{Fe}_{2-3}\text{N}$ ,  $\text{Fe}_4\text{N}$ ) i nastaje kada se premaši rastvorljivost dušika u osnovnom materijalu. Osim željeznih nitrida, zona spojeva može se sadržavati i nitride legirajućih elemenata (CrN, TiN, AlN, itd.) te karbonitride željeza i legirajućih elemenata ( $\text{Fe}_x\text{C}_y\text{N}_z$ ). Zona spojeva tvrda je i krhka, a u nekim postupcima nitiranja nakon dugotrajnog nitiranja može se pojaviti i poroznost. Debljina i sastav zone spojeva ovise o temperaturi nitiranja, vremenu nitiranja, sastavu obrađivanog materijala te postupku nitiranja (sredstvu za nitiranje). Povišenjem temperature i povećanje vremena nitiranja debljina zone spojeva biti će veća. Udio legiranih elemenata i ugljika, uz udio dušika koji difundira, utječe na faze koje će se formirati u zoni spojeva. Općenito, kod legiranih čelika postižu se manje debljine zbog slabije difuzije dušika. Ovisno o parametrima i vrsti postupka, moguće je postići zonu spojeva sa  $\epsilon$  ili  $\gamma'$  nitridima, odnosno sa  $\epsilon$  i  $\gamma'$  nitridima te je također moguće postići nitirani sloj bez zone spojeva [17, 18].



Slika 3.2 Mikrostruktura nitiranog sloja nakon plazmatskog ili plinskog nitiranja [87]



Ispod zone spojeva nitriranog sloja nalazi se difuzijska zona. Prilično tvrda i debela (20-1500  $\mu\text{m}$ ) nastaje otapanjem dušika u željeznoj matrici i stvaranjem intersticijskih kristala mješanaca. Dubina difuzijske zone ovisi primarno o temperaturi nitriranja te osnovnom materijalu i vremenu nitriranja. Kod legiranih čelika, tijekom sporog hlađenja s temperature nitriranja, u difuzijskoj zoni dolazi do izlučivanja nitrida i karbonitrida legiranih elemenata što rezultira povećanjem tvrdoće, otpornosti na trošenje i kontaktne pritiske [88].

Nitriranje se može provoditi u:

- plinu
- solnim kupkama
- plazmi (ionsko nitriranje).

Budući da je u ovom radu korištena tehnologija plazmatskog nitriranja u daljnjem tekstu ukratko se ona opisuje.

### 3.1.1 Plazmatsko nitriranje

Plazmatsko nitriranje je toplinsko-kemijski postupak koje je razvijen kao alternativa plinskom nitriranju. Ono se provodi u vakuumu zbog veće oslobođene energije ioniziranog plina, pri čemu obrađivani predmet predstavlja katodu dok stjenka retorte (vakuumaska komora) predstavlja anodu. Molekule uvedenog plina za nitriranje u vakuumskoj komori se pod djelovanjem visokog napona (400-1200V) disociraju i ioniziraju. Ioni velikom brzinom udaraju i difundiraju u površinu obrađivanog predmeta pri čemu ionizirani plin istovremeno služi i kao sredstvo za nitriranje i kao izvor topline za odvijanje procesa (udaranje iona razvija toplinu na površini obrađivanog predmeta). Udaranjem iona na površinu obrađivanog predmeta izbijaju se ili otprašuju atomi željeza koji se pritom vežu sa atomima dušika iz plazme stvarajući željezne nitride koje se adsorbiraju ili talože na površini obrađivanog predmeta. Također, udaranjem iona dolazi do čišćenja površine obrađivanog predmeta od kisika i drugih nečistoća. Efekt čišćenja ostvaruje se prisustvom vodika koji kemijskim reakcijama reducira okside s površine čelika. Dodatkom argona postiže se još učinkovitije čišćenje zbog dodatnog otprašivanja oksida izazvanog sudarima iona argona i površinskog sloja [17, 18].

27

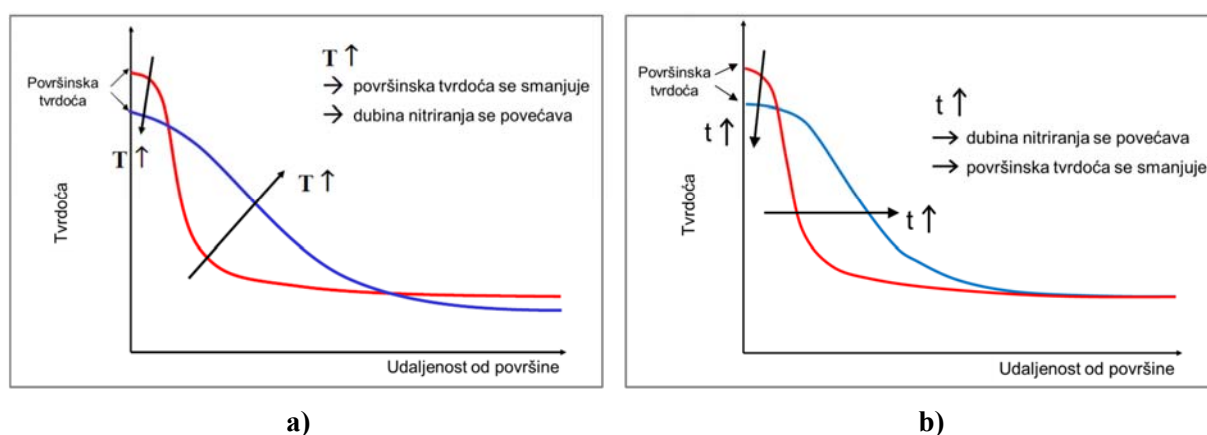
Kao i kod ostalih postupaka nitriranja, plazmatski nitrirani sloj sastoji se od zone spojeva i difuzijske zone. Ovisno o parametrima nitriranja zona spojeva može se sastojati od  $\epsilon$  faze

i/ili  $\gamma'$  faze (tablica 3.1). Kod plazmatskog nitriranja zonu spojeva je moguće i izbjeći, što se može postići reguliranjem parametara procesa kao što je sniženje udjela dušika u plinu za nitriranje, sniženje tlaka ili povišenje radnog napona [89].

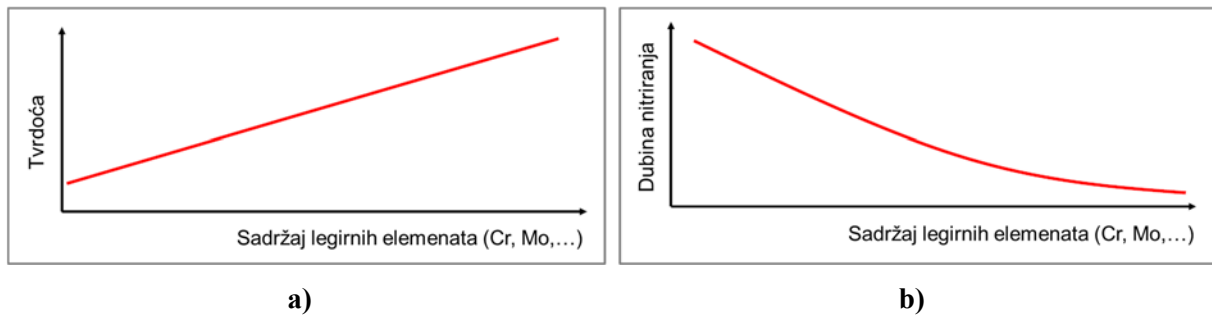
**Tablica 3.1 Utjecaj sastava plinova na strukturu zone spojeva**

N <sub>2</sub> [%]	H <sub>2</sub> [%]	CH <sub>4</sub> [%]	Zona spojeva
8 – 15	ostatak	-	0 – 1 $\mu$ m
20 – 35	ostatak	-	tanka i kontinuirana
40 - 60	ostatak	-	deblja i kontinuirana
75 – 79	ostatak	1 - 2	debela sa $\epsilon$ -fazom

Na svojstva, sastav i dubinu nitriranog sloja utječu: temperatura, vrijeme procesa, sastav plinova i parametri plazme. Određeni, ali manji, utjecaj imaju i kemijski sastav i mikrostruktura obrađivanog predmeta, prethodna toplinska obrada te hrapavost površine [18]. Utjecaj pojedinih parametara je različit, ali u pravilu viša temperatura povećava dubinu zone spojeva i difuzijske zone, ali smanjuju površinsku tvrdoću (slika 3.3 a). Vremena plazmatskog nitriranja uobičajeno su kraća nego kod uobičajenih postupaka nitriranja i postižu se više tvrdoće. Povećanjem vremena plazmatskog nitriranja povećava se dubina nitriranog sloja, ali se smanjuje površinska tvrdoća (slika 3.3 b). Legirajući elementi povećavaju tvrdoću nitriranog sloja, ali smanjuju dubinu uz oštriji prijelaz tvrdoće od površine prema jezgri (slika 3.4) [88].



**Slika 3.3 Utjecaj a) temperature nitriranja i b) vremena nitriranja na tvrdoću i dubinu nitriranog sloja [88]**



Slika 3.4 Utjecaj legirnih elemenata na: a) tvrdoću nitriranog sloja, b) dubinu nitriranog sloja [88]

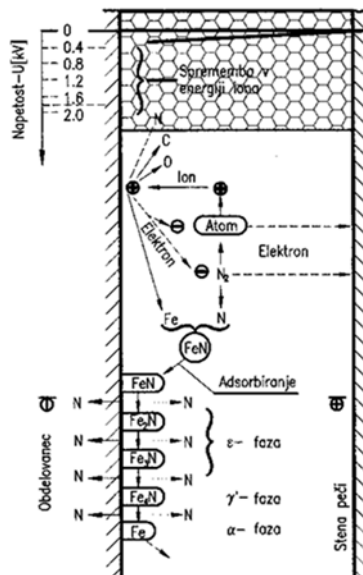
Prednosti plazmatskog nitriranja u odnosu na druge postupke nitriranja jesu sljedeći [90]:

- preciznija kontrola i regulacija parametara procesa
- izborom odgovarajućih parametara moguće je postići slojeve različitog faznog sastava npr. difuzijska zona sa ili bez zone spojeva (s točnom željenim faznim sastavom)
- manja krhkost ili ljuštenje slojeva uz više površinske tvrdoće
- mogućnost kontroliranja dubine nitriranog sloja
- mogućnost selektivnog nitriranja zaštitom površine pastama ili kemijskim putem
- uniformna tvrdoća i dubina nitriranja posebice kod predmeta složenijih geometrija
- visoka čistoća i niža hrapavost obrađivanih predmeta
- manje deformacije
- ekološki prihvatljiv postupak
- mogućnost obrade šireg spektra različitih materijala (ljevovi, nehrđajući čelici, brzorezni čelici, metalne legure, itd.)
- viša tvrdoća i žilavost, manja poroznost i veća gustoća te niži faktor trenja zone spojeva
- mogućnost automatizacije procesa.

Nedostatci plazmatskog nitriranja jesu sljedeći [90]:

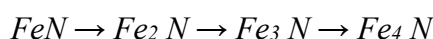
- složena i skupa oprema
- opasnost od pregrijavanja
- teškoće s homogenošću i mjerenjem temperature kod većih predmeta i složenije geometrije.

Unatoč provedenim opsežnim istraživanjima još uvijek niti jedan model plazmatskog nitriranja nije postavljen [91]. Predloženo je nekoliko modela, a koji su u osnovi kontradiktorni. Najpoznatiji su Kölbel-ov (slika 3.5) i Hudis-onov model [92, 93].



Slika 3.5 Kölbel-ov model nitriranja u plazmi [93]

Po Kölbel-ovom modelu atomi željeza, otprašeni s površine dijelova, reagiraju s dušikovim ionima, koji se nalaze u blizini površine katode. Željezni nitrid FeN, koji se stvaraju u ovoj reakciji, taloži se na površini katode - uzorku. Budući da je FeN na temperaturi plazmatskog nitriranja toplinski nestabilan, raspada se u niže nitride:



U svakoj fazi disocijacije oslobađa se dušik. Hudis [92] je mjerenjem masenog spektrometra uočio da pri plazmatskom nitriranju u smjesi plinova vodika i dušika na katodu udaraju slijedeći ioni:  $H^+$ ,  $N^+$ ,  $N_2^+$ ,  $N_3^+$ ,  $NH^+$ ,  $NH_2^+$ ,  $NH_3^+$ ,  $NH_4^+$ ,  $NH_5^+$  i  $N_2H_2^+$ . Rezultati mjerenja pokazali su da je broj dušik-vodik iona, koji udaraju na površinu katode, puno veći od broja dušikovih iona [92, 94]. Stoga je Hudis pretpostavio da postoji prijenos dušika iz plazme u površinu katode primarno bombardiranjem dušik-vodik iona. Željezni nitridi formiraju se direktno u površinskom sloju, a ne u plazmi upravo iznad površine, kao što pretpostavlja Kölbel-ov model [92].

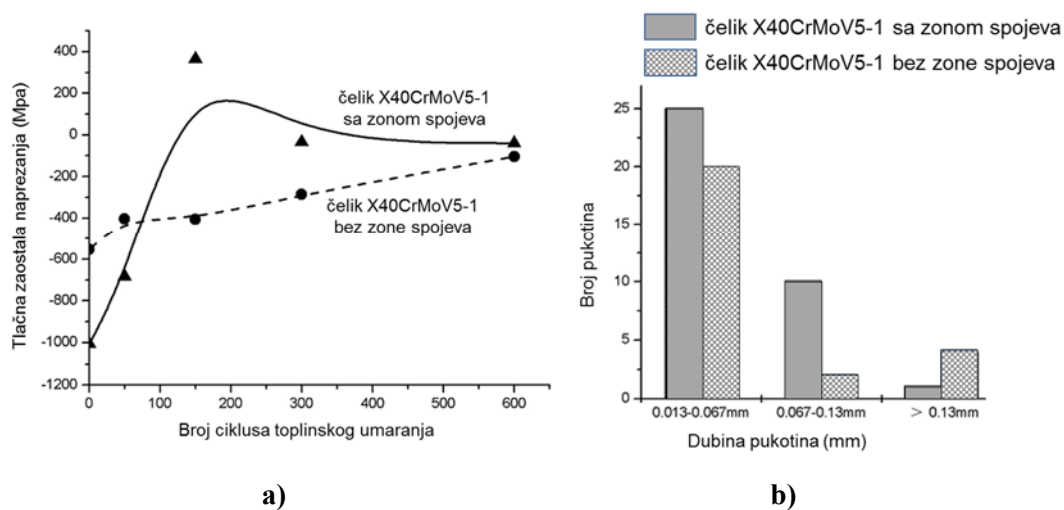
### 3.1.2 Pregled i analiza dosadašnjih istraživanja primjene nitriranja na alatnim čelicima za topli rad

Danas se postupci nitriranja u plinu, solnim kupkama i plazmi često koriste u uvjetima gdje su mehanička i antikorozivna svojstva te otpornost na trošenje od velike važnosti. Niski troškovi s obzirom na primjenjivost za razne vrste čelika razlog su uspješne i česte primjene ovih tehnika. Mnoga istraživanja na području primjene nitriranja usmjerena su prema utjecaju nitriranja, ovisnosti parametara nitriranja, sastava i strukture nitriranog sloja na mehanička svojstva, međutim vrlo mali broj istraživanja posvećen je ispitivanju toplinskih svojstava i svojstava koja su vezana uz rad pri povišenim temperaturama. Niža žilavost nitriranog sloja (niža lomna žilavost) u odnosu na osnovni materijal može negativno utjecati na trošenje alata koji su izloženi visokim smičnim i/ili tlačnim naprezanjima te visokim temperaturama [95-97]. Studije su pokazale da se plazmatskim nitriranjem postiže viša žilavosti i duktilnost nitriranog sloja sa većim udjelom zaostalih tlačnih naprezanja u usporedbi s plinskim nitriranjem [98].

Najvažniji mehanizam povećanja tvrdoće kod nitriranja jest disperzija nitrida legiranih elemenata uz površinu čineći difuzijsku zonu [99, 100]. To uzrokuje stvaranje zaostalih tlačnih naprezanja za koja se smatra da su upravo ona razlog povećanju otpornosti na toplinski umor (slika 3.6 a). Nastajanje pukotina znatno je teže u površinskom sloju s tlačnim zaostalim naprezanjima. Isto tako, brzina napredovanja pukotina smanjena je zbog tlačnih naprezanja u difuzijskom sloju, koja suzbijaju vlačna naprezanja koje se javljaju tijekom toplinskih ciklusa (slika 3.6 b) [101-103]. Ovaj efekt zadržava se do trenutka nestanka zaostalih naprezanja uslijed kontinuiranog izlaganja povišenim temperaturama ili do nastanka velikog broja pukotina. Međutim, u slučaju prekomjernog nitriranja dolazi do značajnog povećanja krhkosti nitriranog sloja što može uzrokovati vrlo ranu pojavu i brzo širenje pukotina [96].

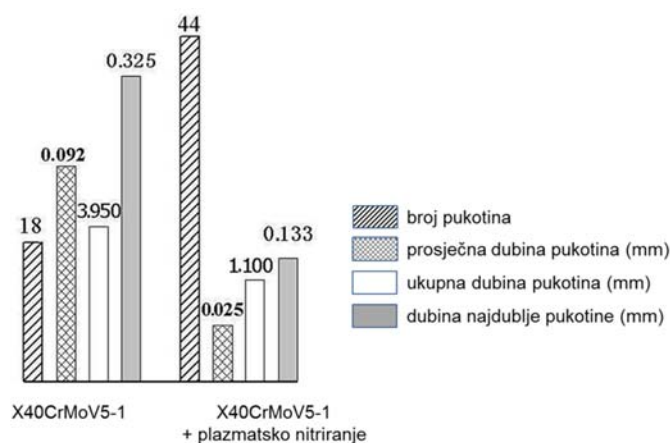
Dokazano je da zona spojeva kod plazmatskog nitriranja zbog svoje tvrdoće, značajno utječe na otpornost alatnih čelika za topli rad na eroziju i reakcijsko nataljivanje [95, 104, 105]. Međutim, uloga zone spojeva na otpornost prema toplinskom umoru nije do kraja razjašnjena. S jedne strane visoki koeficijent toplinskog rastezanja i niska žilavost  $\epsilon$  faze ( $\text{Fe}_2\text{-}_3\text{N}$ ) povećava toplinska naprezanja tijekom temperaturnih ciklusa i samim time mogućnost pojave pukotina, dok s druge strane visoka tvrdoća i otpornost na koroziju zone spojeva

smanjuje trošenje, eroziju i reakcijsko nataljivanje te prolongira nastanak i propagaciju pukotina što ima pozitivan utjecaj na otpornost prema toplinskom umoru [101-103].



**Slika 3.6 Utjecaj zone spojeva na a) zaostala tlačna napreznja, b) broj i dubinu pukotina nakon toplinskog umaranja plazmatski nitriranog čelika X40CrMoV5-1 [101]**

Rezultati istraživanja na području povećanja otpornosti prema toplinskom umoru alatnih čelika za topli rad impliciraju mogućnost primjene različitih vrsta nitriranja [77, 97, 106]. Pokazalo se da ukoliko je i došlo do pojave pukotina uslijed toplinskog umora, one ostaju lokalizirane unutar difuzijskog sloja što ukazuje na pozitivan učinak difuzijskog sloja u sprječavanju napredovanja i porasta broja pukotina (slika 3.7). Nadalje, nije zabilježen utjecaj sastava difuzijskog sloja na nastanak i rast pukotina.



**Slika 3.7 Utjecaj plazmatskog nitriranja na pukotine uslijed toplinskog umora na čeliku X40CrMoV5-1 [77]**

Istraživanje [96] plinskog i plazmatskog nitriranja na otpornost prema toplinskom umoru čelika X30WCrV9-3 pokazalo je da je debela i porozna zona spojeva kod plinskog nitriranja,

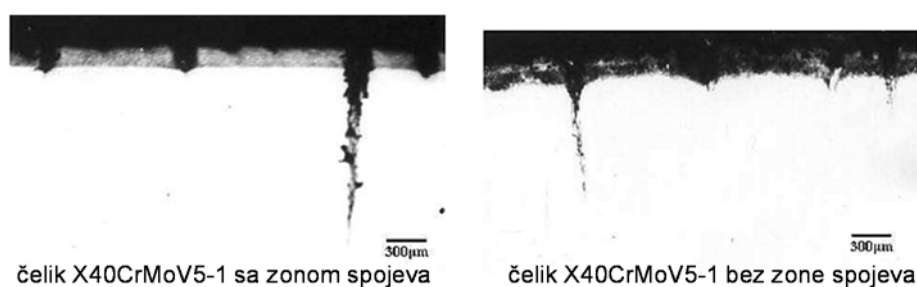
zbog svoje krhkosti, oštećenja i pora, vrlo pogodna za nukleaciju i širenje pukotina uslijed toplinskog umora, dok tanka i kompaktna zona spojeva kod plazmatskog nitriranja pokazuje veću otpornost u pogledu nastanka i rasta pukotina. Prekomjerno nitriranje može povećati krhkost, odnosno smanjiti lomnu žilavost, nitriranog sloja što dovodi do pojave većeg broja pukotina. Difuzijska zona kod plazmatskog nitriranja pozitivno djeluje na izbjegavanje pojave pukotina. Najbolja mehaničkih svojstava i najveća otpornosti prema toplinskom umoru alatnog čelika za topli rad postiže se u slučaju plazmatskog nitriranja bez zone spojeva [97].

Autori rada [6] ispitali su utjecaj dubine nitriranog sloja kod dupleks postupka (plazmatsko nitriranje + PVD prevlaka CrN) na kalupu za tlačni lijev. Njihov zaključak jest da dubina nitriranja nema utjecaja na erozijsko trošenje uljevnog sustava kalupa. Međutim, broj pukotina koje se javljaju na površini smanjuje se povećanjem dubine nitriranja, ali se srednja dubina pukotina povećava sa dubinom nitriranog sloja. Autori rada [77] u svom istraživanju ispitivali su utjecaj zaostalih napreznja različitih sastava plazmatski nitriranih slojeva na pojavu pukotina uslijed toplinskog umora. Zaostala tlačna napreznja zadržala su se dulje vrijeme kod plazmatskog nitriranja bez zone spojeva, dok su zaostala tlačna napreznja zone spojeva vrlo brzo iščezla tijekom toplinskog umaranja. Razlog povećanja otpornost prema toplinskom umoru kod plazmatskog nitriranja bez zone spojeva uglavnom su zaostala tlačna napreznja na površini čelika.

Najnovija istraživanja upućuju na mogući negativan učinak nitriranja na otpornost prema toplinskom umoru alatnog čelika uslijed pojave krhkih pukotina zbog smanjenja lomne žilavosti nitriranog sloja [96, 100-103, 107].

Birol [107] u svome istraživanju zaključuje da plazmatsko nitriranje ne nudi poboljšanje otpornosti prema toplinskom umoru alatnog čelika za topli rad, uglavnom zbog niske otpornosti prema oksidaciji i toplinskom omekšavanju. Oksidacija i stvaranje  $Fe_3O_4$  i  $Fe_2O_3$  na površini alatnog čelika za topli rad X32CrMoV33 te njihovo pucanje, raslojavanje i konačno ljuštenje uslijed daljnjeg izlaganja toplinskom umoru rezultiralo je izlaganjem čiste površine daljnjoj oksidaciji što je dovelo do značajnog uklanjanja materijala i narušavanja integriteta površine čelika. Povišenje tvrdoće površinskog sloja plazmatskim nitriranjem potpuno je eliminirano zbog pojave toplinskog omekšavanja, gdje je popuštena martenzitna struktura zamijenjena feritnom zbog procesa rekristalizacije tijekom temperaturnih ciklusa.

Peng i autori [101] u svome istraživanju zaključili su da zona spojeva kod plazmatskog nitriranja ima dvostruki efekt. S jedne strane, prisutnost zone spojeva ima pozitivan utjecaj na kasniji nastanak pukotina i sprječava njihovu propagaciju zbog veće vlačne čvrstoće zone spojeva od iznosa toplinskih napreznja. S druge strane, zbog krhkosti zone spojeva pukotine su šire i dublje (slika 3.8) te iako su zaostala napreznja veća kod zone spojeva, ona brze iščezavaju tijekom izlaganja temperaturnim ciklusima uslijed raspadanja zone spojeva. Također, prednosti zone spojeva u pogledu otpornosti na trošenje, eroziju i reakcijsko nataljivanje mogle bi se poništiti uslijed širokih i dubokih pukotina te raspadanja zone spojeve.



**Slika 3.8 Pukotine na poprečnom presjeku plazmatski nitriranog čelika X40CrMoV5-1 sa i bez zone spojeva nakon toplinskog umaranja [101]**

### 3.2 Postupci prevlačenja iz parne faze

U posljednje vrijeme intenzivan je razvoj i primjena postupaka prevlačenja iz parne faze (eng. *vapour deposition*) kojima je osnovni cilj povećanje otpornosti na trošenje [18]. Dodatno se povisuje korozijska i kemijska postojanost, otpornost na visokotemperaturnu oksidaciju i toplinski umor [86]. Iako se ne radi strogo o toplinsko-kemijskim (difuzijskim) postupcima, adsorpcija igra važnu ulogu u učvršćenju sloja na podlogu (osnovni materijal). Prvenstveno se radi o procesima taloženja (nanošenja) zaštitnog sloja različitog sastava u odnosu na osnovni materijal, ali koji nije difundirao u podlogu [18]. Slojevi su vrlo tanki i tvrdi te mogu biti spojevi oksidne keramike ( $Al_2O_3$ ,  $TiO_2$ ,...), neoksidne keramike ( $TiC$ ,  $TiN$ ,  $TiCN$ ,  $TiAlN$ ,  $TiAlCN$ ,  $B_4C$ ,  $SiC$ ,...), metaloorganskih spojeva  $Me:CH$  ( $W_{97}C_3$ ,...) te dijamentu sličnog ugljika (eng. *DLC-Diamond Like Carbon*) [80]. Postoje postupci kemijskog (eng. *Chemical Vapour Deposition*) i fizikalnog (eng. *Physical Vapour Deposition*) prevlačenja u parnoj fazi te plazmom potpomognuti postupci kemijskog prevlačenja u parnoj fazi (eng. *Plasma Assisted Chemical Vapour Deposition*) [90].

CVD postupak je postupak nanošenja slojeva u parnoj fazi kemijskim putem koji se provodi na temperaturama između  $800-1000^{\circ}C$  u struji reakcijskog plina, a uključuje



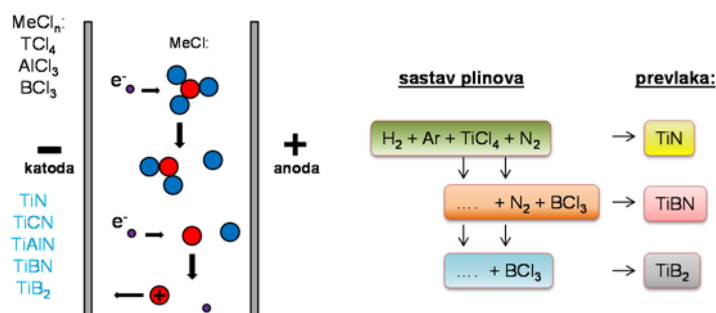
interakciju između smjese plinova u aktivnom okolišu (toplina, svjetlo, plazma) i površine zagrijanoga osnovnog materijala. Princip CVD postupka temelji se na kemijskom raspadu nekih od korištenih plinskih konstituenata i kemijskim reakcijama jednog ili više plinovitih spojeva s drugim parnim ili plinovitim spojevima za dobivanje gustoga, čvrstog i stabilnog filma ili prevlake na zagrijanom supstratu. Upravo visoka temperatura, koja je viša od svih temperatura popuštanja predstavlja najveći nedostatak CVD postupaka te se iz toga razloga najčešće primjenjuje kod prevlačenja tvrdih metala i keramike. Budući da se prethodno sinteriranje provodi pri višim temperaturama, pri postupku CVD nema promjena mikrostrukture i dimenzija. S druge strane, prevlačenje čelika CVD postupkom usko je povezano s tehnološkim poteškoćama zbog mikrostrukturnih promjena i deformacija osnovnog materijala te potrebe za naknadnom toplinskom obradom [108].

Kod PVD postupka materijal prevlake u vakuumskoj komori dovodi se u parnu fazu (isparavanjem, sublimacijom, bombardiranjem ionima, itd.) te se potom usmjerava na površinu obradka gdje parna faza kondenzira u obliku tankog filma. Postupak PVD provodi se pri nižim temperaturama (150-500°C) kod kojih nema faznih transformacija u čeliku. Ovim se postupkom mogu postići tanke prevlake gotovo svih elemenata. Nanošenje slojeva PVD postupkom odvija se u tri faze: 1. razgradnja izvornog materijala iz čvrstog u plinovito stanje; 2. transport atoma ili molekula materijala kroz vakuum do osnovnog materijala uz aktiviranje reaktivnog plina; 3. taloženje materijala u tankom sloju na osnovni materijal uz toplinsko-kemijske reakcije na površini osnovnog materijala [18, 109].

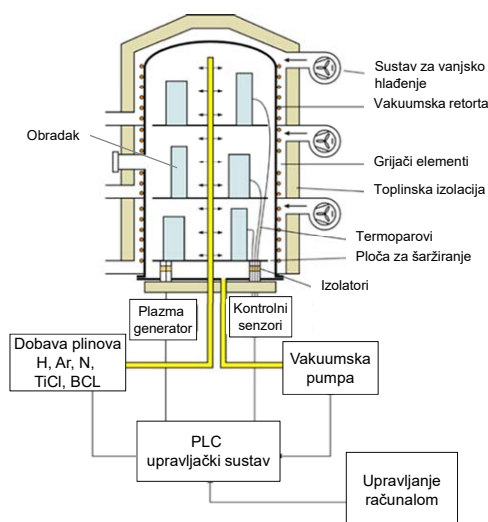
### 3.2.1 Plazmom potpomognuto prevlačenje iz parne faze (PACVD)

Kod PACVD postupka plazma se koristi za ionizaciju i disocijaciju plinova kao i za zagrijavanje osnovnog materijala i aktivaciju kemijskih procesa što omogućuje sniženje temperature nanošenja (slika 3.9) [18]. Postoji više načina aktiviranja plazme: pulsiranje istosmjerne struje (DC) ili izmjenične struje (AC), izboji radio frekvencije (RF), primjena mikrovalne (MW) pobude i dr. Pulsirajući DC (eng. *direct current*) plazma CVD postupak istosmjerni napon dijeli na kontrolirane pulsirajuće intervale i intervale pauze. Pulsirajući intervali stvaraju plazmu koja omogućuje prevlačenje te je podešavanjem trajanja pulsirajućih intervala i intervala pauze moguće koristiti dovoljno visok napon bez pregrijavanja supstrata. Sastavni dijelovi uređaja za PACVD postupak su vakuumaska komora s grijačima, vakuumske crpke, sustav za dobavu plinova (N<sub>2</sub>, Ar, H<sub>2</sub>, CH<sub>4</sub>) i prekursora (TiCl<sub>4</sub>, BCl<sub>3</sub>), generator

plazme, sustav za neutralizaciju nusprodukata prevlačenja i PLC regulacijski sustav [109]. Na slici 3.8 prikazan je shematski prikaz PACVD uređaja.



Slika 3.9 Djelovanje plazme kod PACVD postupka prevlačenja



Slika 3.10 Shematski prikaz PACVD uređaja [110]

Glavni nedostatak CVD postupka je već spomenuta visoka temperatura procesa (800-1000°C). PVD postupak provodi se na nižim temperaturama od CVD postupka, ali uz nužnost pomicanja i zakretanja alata tijekom procesa zbog ostvarenja tzv. linije vidljivosti (eng. *line of sight*). U PVD postupku isparivanje metala prevlake i njeno taloženje na površinu obrađivanog predmeta provodi se najkraćim putem, tj. linijom vidljivosti prijenosa atoma između izvora materijala prevlake i površine obradaka u šarži. Ovaj problem djelomično se može riješiti rotiranjem obradaka tijekom prevlačenja, ali prevlačenje dijelova većih masa i/ili složene geometrije, s utorima, rupama i sl. ponekad nije izvedivo. Kako bi se prevladali neki od ovih nedostataka, PACVD postupkom nastoje se objediniti prednosti CVD i PVD tehnologije. Poboljšanje postupka CVD u smjeru sniženje radne temperature obrade na 450 do 600°C ostvareno je ionizacijom plinova (N<sub>2</sub>, Ar, H<sub>2</sub>) u vakuumskoj komori peći i ubrzavanjem kemijskih reakcija upotrebom plazme. Također, PACVD postupak omogućuje obradu velikih

i teških alata bez rotacije i nanošenje jednolične prevlake na alate složene geometrije i oblika te prevlačenje provrta. Mogućnost prethodnog plazmatskog nitriranja omogućuje stvaranje potpornog sloja i bolje prionjivosti prevlake u slučajevima niže tvrdoće osnovnog materijala, što je čest slučaj kod alatnih čelika za topli rad. Stoga je navedeni PACVD postupak pogodan za obradu velikih i kompleksno oblikovanih alata izrađenih i od alatnih čelika za topli rad [18, 90, 109]. Usporedba glavnih obilježja postupaka prevlačenja iz parne faze prikazana je u tablici 3.2.

**Tablica 3.2 Usporedba postupaka prevlačenja iz parne faze [110]**

Postupak Karakteristika	PVD	CVD	PACVD
Temperatura procesa (°C)	200 - 500	800 - 1000	470 - 580
Kaljenje poslije prevlačenja	ne	potrebno	ne
Potreba za „linijom vidljivosti“	da	ne	ne
Pomicanje šarže	potrebno	ne	ne
Kvaliteta površine obratka	glatka	gruba	vrlo glatka
Poliranje poslije prevlačenja	ovisno	potrebno	ne
Dupleks proces	ne	ne	moгуće
Prionjivost na tvrde metale	vrlo dobra	vrlo dobra	prosječna
Troškovi održavanja	vrlo visoki	niski	niski
Troškovi procesa	visoki	niski	niski
Troškovi ulaganja	visoki	niski	prosječni
Primjena postupka prevlačenja	- tvrdi metali, brzorezni, niskolegirani čelici, - mali dijelovi - masovna proizvodnja - rezni alati	- dijelovi s nižim zahtjevima na postojanost mjera, - alati za duboko vučenje - tvrdi metali	- poboljšani čelik, - potrebna određena otpornost na popuštanje, - veliki alati - složene geometrije

### 3.2.2 Tvrde prevlake

Tvrde prevlake (eng. *hard coatings*) najčešće se koriste za tribološku zaštitu reznih alata te su uobičajeno sastavljene od nitrida, borida i karbida prijelaznih metala (TiN, CrN, TiAlN, TiBN, TiCN, itd.). Izbor odgovarajuće tvrde prevlake ovisi o specifičnom tribološkom sustavu (materijal obratka, parametri obrade i materijal alata). Glavna uloga tvrdih prevlaka je poboljšanje svojstava alata i produljenje njegovog vijeka trajanja te unaprjeđenje produktivnosti. Osim zaštite površine alata od trošenja, prevlake se koriste radi poboljšanja podmazivanja, povećanja kemijske postojanosti i otpornosti na koroziju. Prevlake uglavnom nemaju utjecaja na svojstva osnovnog materijala (podloge), ali mogu značajno promijeniti mehanička, toplinska, optička i električna svojstva površine podloge (osnovnog materijala) [109].

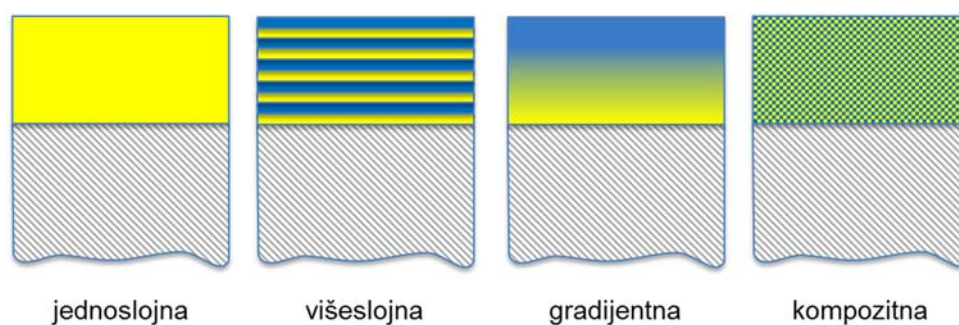
U posljednjih nekoliko godina, zbog velikih zahtjeva za niže troškove, povećanjem produktivnosti i kvalitete proizvoda potiče se razvoj tvrdih prevlaka za primjenu na kalupima za obradu metala i preradu polimera. Međutim, prednosti primjene tvrdih prevlaka, koje su dobro poznate za rezne alate, u znatno manjoj su mjeri istražene kod alata za oblikovanje. Primjena postupaka prevlačenja na kalupima za tlačno lijevanje, hladno i toplo oblikovanje te preradu polimera značajno se razlikuje od primjene na reznim alatima zbog: znatno više cijene alata, složene geometrije i velike mase alata te niže tvrdoće osnovnog materijala (problem prionjivosti prevlake). Prevlake koje pokazuju dobra svojstva u pogledu zaštite površine i produljenja vijeka trajanja reznog alata pokazuju relativno veliku sklonost naljepljivanju u kontaktu sa legurama koje se uobičajeno obrađuju alatima za oblikovanje. Nadalje, niska tvrdoća osnovnog materijala kod alatnih čelika za topli rad ne pruža dovoljno čvrstu podlogu (potporu) prevlaci te uslijed plastičnih deformacija osnovnog materijala dolazi do pucanja, delaminacije i konačno uklanjanja prevlake sa površine alata. Ova ograničenja nameću vrlo specifične zahtjeve prema svojstvima prevlake, ali i samom načinu (parametrima) njezinog nanošenja. Osim toga, sama prevlaka bez odgovarajuće „podrške“ podloge ne može izdržati složene uvjete rada koji su prisutni kod alatnih čelika za topli rad. Stoga je nužno provesti pravilnu predobradu koja uključuje i osnovnu toplinsku obradu i neki od toplinsko-kemijskih postupaka kako bi se postigla kvalitetna prevlaka s odgovarajućim svojstvima (tablica 3.3) [111, 112].

**Tablica 3.3 Primarni i sekundarni zahtjevi na svojstva tvrdih prevlaka [113]**

Primarni zahtjevi	Sekundarni zahtjevi
dobra prionjivost na osnovni materijal (podlogu)	zaostala tlačna naprezanja
visoka tvrdoća zbog otpornosti na trošenje	niski koeficijent prijelaza topline
dovoljna žilavost radi sprječavanja pukotina i ljuštenja	kvalitetna i glatka površina bez pukotina
dobra kemijska postojanost	sitnozrnata kristalna mikrostruktura

Prema mikrostrukturi tvrde prevlake mogu se podijeliti na sljedeće osnovne vrste (slika 3.11) [113]:

- jednoslojne prevlake (eng. *single layer coatings*) – sadrže jednu strukturnu fazu
- višeslojne prevlake (eng. *multilayer coatings*) – sadrže više slojeva različitog sastava s jasnim prijelazom između slojeva
- gradijentne prevlake (eng. *gradient coatings*) – slojevi čiji se sastav postupno mijenja od jednog do drugog sloja, prijelaz između slojeva nije jasno izražen
- kompozitne prevlake (eng. *composite coatings*) – jedna faza raspršena u kontinuiranoj matrici.

**Slika 3.11 Vrste struktura tvrdih prevlaka [113]**

Svojstva prevlaka mogu se podijeliti u sljedeće osnovne skupine [113]:

- mikrostrukturalna svojstva (debljina, kristalna struktura, kemijski sastav, mikrostruktura, topografija površine, hrapavost)
- fizikalna i kemijska svojstva (gustoća, električna, magnetska, toplinska i optička svojstva, otpornost na koroziju i oksidaciju)

- mehanička svojstva (adhezivnost, tvrdoća, čvrstoća, žilavost, otpornost na trošenje, trenje).

Iz navedenog skupa svojstava za tribološku primjenu od primarne je važnosti tvrdoća. Povećanje tvrdoće utječe na smanjene žilavosti za gotovo sve vrste materijala. Tvrdoću i žilavost treba uzeti u obzir kada se raspravlja o otpornosti na trošenje. Tvrdoća modernih prevlaka koje se danas koriste kod alata više je nego dovoljna, odnosno tvrdoća prevlaka je veća od gotovo svih abrazivnih čestica. Današnji trend u razvoju triboloških prevlaka usmjeren je prema povećanju žilavosti prevlaka (npr. primjenom višeslojnih prevlaka ili gradijentnih prevlaka sa slojevima različitih tvrdoća i žilavosti), prema poboljšanju kemijske i toplinske otpornosti. Tvrdoća prevlake ovisi o debljini, strukturi, kemijskom sastavu prevlake i tvrdoći podloge [109]. Na tvrdoću, ali i vlačnu čvrstoću prevlake utječe i veličina zrna. Smanjenjem veličine zrne dolazi do povećanja tvrdoće i vlačne čvrstoće [18].

### 3.2.3 Prionjivost prevlaka

Pojam „adhezivnosti“ ili „prionjivosti“ odnosi se na interakciju između dodirnih površina, odnosno prevlake i podloge [114]. Adhezija se definira kao stanje u kojem se dvije površine drže zajedno uslijed kemijskih i/ili mehaničkih veza. Adhezija se za razliku od kohezije koja se odnosi na veze unutar jednog materijala odnosi na veze između dva različita materijala. Sposobnost prevlake da ostane pričvršćena za podlogu pri zadanom radnom opterećenju jedan je od najvažnijih svojstava prevlake jer ukoliko ne postoji dovoljna adhezivnost prema podlozi sva ostala svojstva (mehanička, tribološka, kemijska prevlake) neće doći do izražaja [86, 115].

Loša adhezivnost prevlake manifestira se stvaranjem pukotina i mjehurića koji uslijed opterećenja propagiraju što u konačnici rezultira ljuštenjem (delaminacijom) prevlake te je jedan od najčešćih uzroka narušavanju integriteta prevlake i uzrok njezinom prekomjernom trošenju. Ljuštenje prevlake nikada nije potpuno i ne pojavljuje se naglo već nastaje kao rezultat postupnog pucanja vezivnih sila između prevlake i podloge. Alat s prevlakom loše prionjivosti može imati lošija svojstva i niži vijeka trajanja od alata bez prevlake [86, 109]. Ljuštenje prevlake najprije će se pojaviti na mjestima gdje su zaostala naprezanja najveća kao što su provrti, rubovi ili kutovi. Iako je od kritične važnosti, adhezivnost prevlake jedno je od najmanje shvaćenih svojstava zbog svoje kompleksnosti koje uključuje velik broj različitih

čimbenika i njihovu međusobnu interakciju (elektrostatske sile, difuzija, kemijsko i mehaničko vezivanje, itd.) [109].

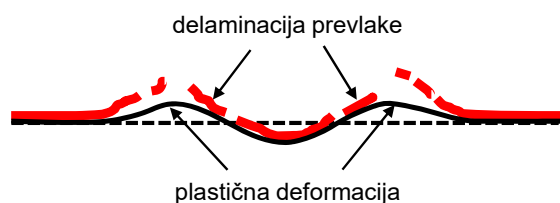
Na prionjivost, a time i na svojstva prevlake prvenstveno utječe osnovni materijal. Za dobru prionjivost prevlake nužna je kvalitetna predobrada površine, njena čistoća i u mnogim slučajevima potporni međusloj (npr. nitrirani sloj) [109]. Stoga je priprema površine osnovnog materijala bitna za adhezivnost i topografiju prevlake [116]. Pored mehaničkog i kemijskog čišćenja površine, prije nanošenja same prevlake uobičajeno se provodi ionsko čišćenje površine otprašivanjem (eng. *sputtering*). Iako mehaničko i ionsko čišćenje površine otprašivanjem mogu uzrokovati neravnine na površini koje mogu poboljšati adheziju prevlake zbog stvaranje mehaničkih veza sa podlogom, različite nepravilnosti i nečistoće mogu uzrokovati lokalni porast naprezanja [117]. Previsoka zaostala tlačna naprezanja u prevlaci loše utječu na njezinu adhezivnost, a ostali čimbenici koji imaju utjecaj na adhezivnosti prevlake su razlike u kristalnoj strukturi i koeficijentu toplinskog rastezanja prevlake i podloge [118].

Svojstva prevlake određena su kako sastavom i strukturom prevlake tako i kemijskim sastavom, mikrostrukturom i svojstvima podloge. Stoga je prije prevlačenja nužno prilagoditi tehnologiju osnovne toplinske obrade podloge i naknadnog modificiranja i/ili prevlačenja površinskog sloja. Kako bi se optimirala adhezivnost prevlake, a samim time i njezina svojstva može se pristupiti sljedećim mjerama [109]:

- priprema površine prije nanošenja prevlake – mehaničko i kemijsko čišćenje površine uz adekvatnu hrapavost
- predobrada prije nanošenja prevlake- nanošenje međusloja (vezivnog sloja) između podloge i prevlake ili promjena kemijskog sastava i strukture površinskog sloja podloge bez promjene u jezgri osnovnog materijala
- primjena višeslojnih prevlaka – smanjenje gradijenta naprezanja na sučelju podloge i prevlake.

Kod prevlaka nanesenih u cilju povišenja otpornosti na trošenje i visoke temperature te povišenja korozijske postojanosti povezanost svojstava prevlake i podloge još je naglašenija nego kod ostalih vrsta prevlaka. Osim složenosti oblika alata, što ih čini vrlo nepogodnim za prevlačenje, alatni čelici za topli rad zbog niske tvrdoće imaju ograničenu nosivost površine. Ona mora biti takva da pri nanošenju prevlake ne dođe do njezinog deformiranja što bi

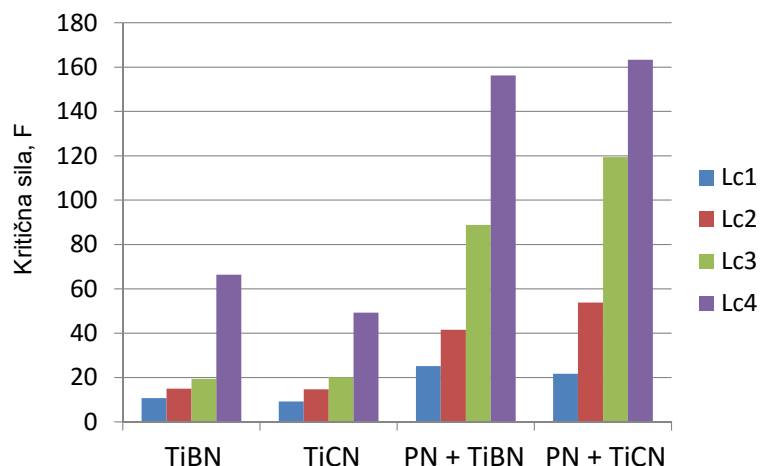
utjecalo na deformiranje i ljuštenje prevlake, što uvelike ograničava njihovu primjenu. Tvrde prevlake uvijek treba nanijeti na dovoljno tvrdu podlogu kako bi se postigla optimalna svojstva prevlake. Kod podloga niže tvrdoće uslijed opterećenja dolazi do plastične deformacije koja uzrokuje pucanje i u konačnici ljuštenje tvrde, ali krhke prevlake (slika 3.12) [84].



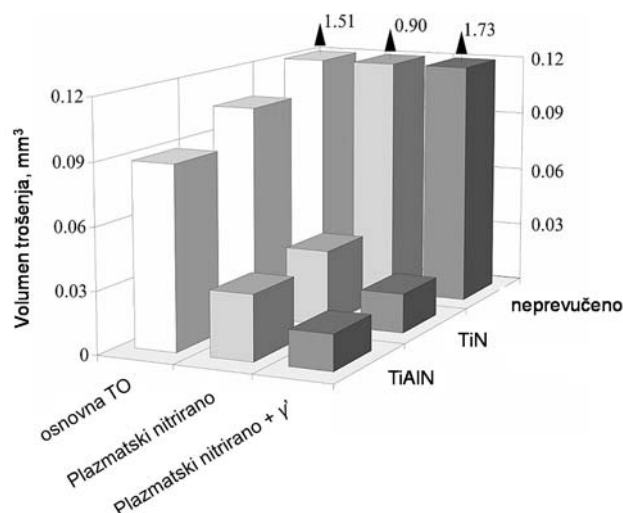
**Slika 3.12 Pucanje i ljuštenje prevlake uslijed plastične deformacije podloge niže tvrdoće [84]**

Rezultati istraživanja na području prionjivosti prevlaka i primjene kod mekših podloga impliciraju primjenu prethodnog nitriranja [119, 120]. Tzv. dupleks postupak koji kombinira plazmatsko nitriranje i PVD ili PACVD prevlačenje, pokazao se vrlo učinkovitim načinom poboljšanja nosivosti i prionjivosti prevlaka (slika 3.13). Osim prionjivosti, plazmatsko nitriranje pozitivno djeluje na mehanička, tribološka i kemijska svojstva prevlaka (slika 3.14) [81, 121, 122]. Preduvjeti za uspješnu kombinaciju nitriranja i prevlačenja jest kompatibilnost strukture i svojstva slojeva. Pod strukturom nitriranog sloja misli se na vrstu i debljinu nitriranog sloja. Odabir adekvatne vrste, odnosno kemijskog sastava i strukture prevlake ima velik utjecaj na dobru prionjivost prevlake kroz razliku u koeficijentu toplinskog rastezanja između podloge i prevlake. Difuzijska zona pozitivno utječe na prionjivost i svojstva prevlaka dok se zona spojeva smatra nepoželjnom zbog svoje krhkosti i poroznosti usprkos visokoj tvrdoći [116, 123, 124]. Prethodna toplinska obrada ima također značajan utjecaj na prionjivost i svojstva prevlake. Zajedničkom integracijom i prilagodbom osnovne toplinske obrade, predobrade nitriranjem i prevlačenjem formirati će se takav sustav podloga/površinski sloj koji će njihovim sinergijskim djelovanjem dati optimalna svojstva alatu [110], [125, 126].





Slika 3.13 Utjecaj plazmatskog nitriranja na prionjivost TiCN i TiBN PACVD prevlaka na čeliku X40CrMoV5-3 [123]



Slika 3.14 Utjecaj plazmatskog nitriranja na trošenje prevlaka suhim klizanjem [81]

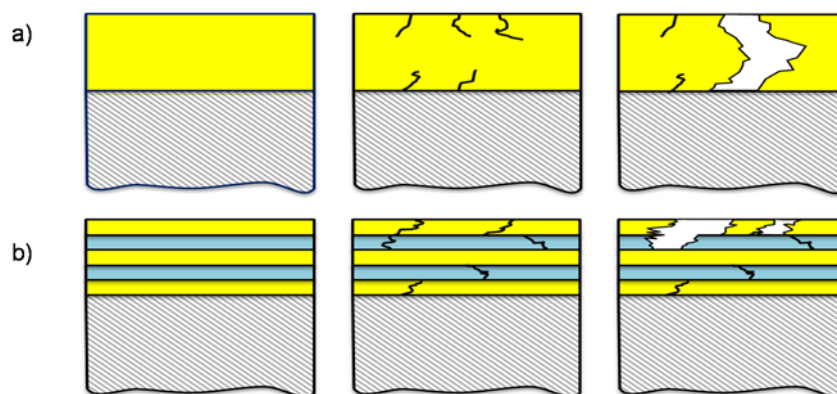
### 3.2.4 Modul elastičnosti

Youngov modul elastičnosti prevlaka  $E$  gotovo je nemoguće odrediti zbog njihove male debljine. Međutim, modul elastičnosti prevlaka ima značajan utjecaj na ljuštenje, pucanje i zaostala naprezanja u prevlaci. Uobičajeno tvrde prevlake imaju veći Youngov modul elastičnosti od podloge dok im je koeficijent toplinskog rastezanja niži. Rezultat toga jest da se u prevlaci s povećanjem temperature induciraju vlačna naprezanja [113].

### 3.2.5 Lomna čvrstoća

Trošenju i ljuštenju prevlake uobičajeno prethodi nastajanje i propagacija pukotina. Tvrde prevlake uobičajeno su vrlo krhke, odnosno njihova vlačna čvrstoća relativno je niska u

usporedbi sa granicom razvlačenja tijekom tlačnih opterećenja. Vlačna čvrstoća je vrlo značajna u situacijama kada se prevlaka mora deformirati kako bi pratila deformaciju podloge. U uvjetima visokih kontaktnih pritisaka i mehaničkih opterećenja ili velikih toplinskih naprezanja (što je čest slučaj kod alatnih čelika za topli rad) lomna čvrstoća ima važniji utjecaj na ponašanje i svojstva prevlake od njezine tvrdoće [113]. Kod jednoslojnih prevlaka nastajanje mikropukotina odvija se istovremeno na površini prevlake i na sučelju prevlake i podloge (slika 3.15 a). Prema tome, pucanje prevlake se razvija kroz cijeli njezin presjek kao rezultat širenja i povezivanja lokalnih mikropukotina. Kod višeslojnih prevlaka, mikropukotine se pojavljuju prvenstveno u gornjim slojevima te na sučelju između slojeva, gdje može doći do promjene smjera propagacije inicijalne pukotine kada ona prodire duboku u prevlaku (slika 3.15 b) [109, 113].

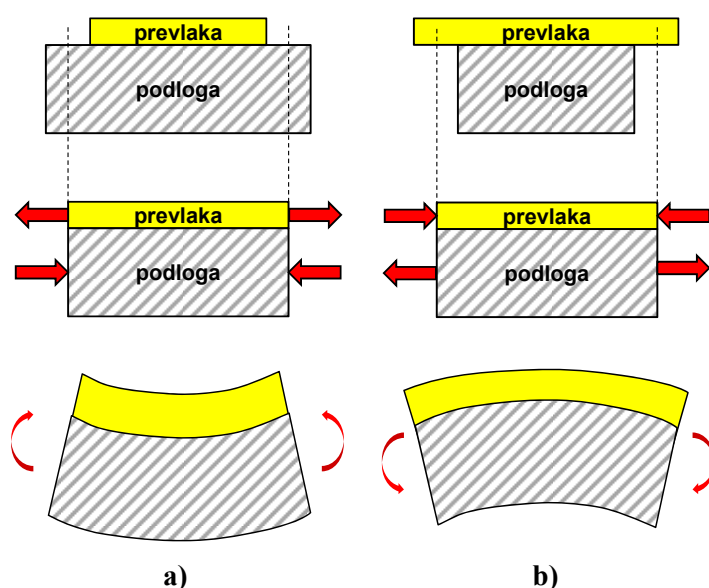


**Slika 3.15 Shematski prikaz nastajanja i propagacije pukotina kod: a) jednoslojnih, b) višeslojnih prevlaka [113]**

Kod alatnih čelika za topli rad, posebno kod alata za kovanje, lomna žilavost ima jednak značaj kao tvrdoća i otpornosti na trošenje. Stoga je pravilan omjer tvrdoće i lomne žilavosti od presudne važnosti kako bi se poboljšala svojstva alatnog čelika za topli rad i njegov vijek trajanja te stvorili preduvjeti za potencijalno nanošenje prevlake. Istraživanja su pokazala da unatoč prethodnom nitriranju osnovna toplinska obrada ima značajan utjecaj na prionjivost prevlake, ali i na cjelokupna svojstva alatnog čelika za topli rad. Pokazalo se da se toplinskom obradom, odnosno temperaturom austenitizacije i temperaturom popuštanja te sa i bez dubokog hlađenja mogu poboljšati mehanička i tribološka svojstva prevlake. Stvaranje podloge dovoljno visoke tvrdoće, uz zadržavanje prikladne žilavosti pokazala se povoljnom u smislu smanjenja faktora trenja, povećanja prionjivosti i otpornosti na trošenje prevlake [125, 126].

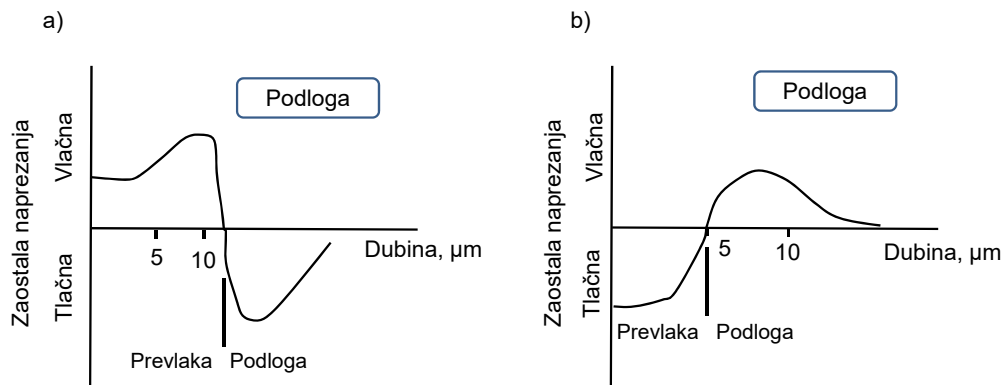
### 3.2.6 Zaostala naprezanja

Gotovo kod svih tvrdih prevlaka javljaju se zaostala naprezanja kao rezultat procesa nanošenja. Prisutna zaostala naprezanja mogu biti rezultat mehanizma rasta prevlake ili uslijed hlađenja nakon nanošenja prevlake pri višim temperaturama zbog velike razlike u koeficijentu toplinskog rastezanja između prevlake i podloge (slika 3.16). Primjerice, kod nanošenja CVD prevlaka mogu se pojaviti i tlačna i vlačna zaostala naprezanja ovisno o vrsti podloge i prevlake, dok se kod PVD prevlaka uglavnom pojavljuju tlačna zaostala naprezanja (slika 3.17) [109, 113].



Slika 3.16 Nastajanje zaostalih naprezanja tijekom nanošenja prevlake: a) vlačnih, b) tlačnih [113]

Zaostala naprezanja u prevlaci mogu imati višestruki utjecaj na njezina svojstva. Naprezanja su rezultat vanjskih utjecaja te i nakon rasterećenja prevlake ona ostaju prisutna. Tlačna zaostala naprezanja uglavnom su poželjna jer povećavaju tvrdoću i otpornost na trošenje te otpornost na toplinski umor. Dok tlačna zaostala naprezanja sprječavaju nastanak i propagaciju pukotina, vlačna naprezanja su nepoželjna jer pospješuju nastajanje i propagaciju pukotina. Međutim, visoka tlačna naprezanja mogu rezultirati ljuštenjem i raslojavanjem prevlake na rubovima ili kod površina više hrapavosti.



Slika 3.17 Raspored zaostalih naprezanja po poprečnom presjeku kod nanošenja: a) CVD, b) PVD prevlaka [113]

### 3.2.7 Višeslojne prevlake

U novije doba upotrebljavaju se višeslojne prevlake radi poboljšanja mehaničkih i triboloških svojstava [127]. Primjenom slojeva različitih svojstava kao što su nizak faktor trenja, niska toplinska vodljivost, visoka tvrdoća, visoka žilavost i drugo, može se postići kombinacija svojstava prevlake kakvu nije moguće postići jednoslojnim. Svaki sloj u višeslojnom sustavu doprinosi svojstvima površine sa svojim specifičnim svojstvima. Višeslojnost prevlake povećava tvrdoću, žilavost i vlačnu čvrstoću prevlake te otpornost na adhezijsko i abrazijsko trošenje uz optimalnu debljinu prevlake [128]. Ukupna debljina višeslojnih prevlaka uglavnom je veća od 1  $\mu\text{m}$  dok su pojedini slojevi debljine od nekoliko nm do nekoliko desetaka nm. Kad su pojedini slojevi višeslojnog sustava debljine  $\approx 10$  nm ili manje, tada govorimo o nanoslojevima. Kod višeslojnih prevlaka, zbog manjih debljina slojeva pojavljuju se drugačiji mehanizmi deformacije u odnosu na konvencionalne jednoslojne prevlake. Granice između tankih slojeva predstavljaju prepreku gibanju dislokacija i propagaciji mikropukotina što povećava tvrdoću prevlake, ali ju čini i žilavijom i otpornijom na abrazijsko trošenje. Kod jednoslojnih prevlaka prijelaz između osnovnog materijala i prevlake zbog nagle promjene svojstava može uzrokovati koncentraciju naprezanja na spoju prevlake i podloge koja će rezultirati delaminacijom prevlake i smanjenjem vijeka trajanja alata. U takvim uvjetima prevlaka mora imati visoku žilavost radi periodičnih izmjena opterećenja uz visoku tvrdoću i dobru prionjivost kako bi se smanjilo trošenje i produljio vijek trajanja alata [129].

Međutim, istraživanja višeslojnih prevlaka nisu intenzivna kao što je slučaj sa jednoslojnim prevlakama. CVD tehnologija nije prikladna za nanošenje višeslojnih prevlaka zbog interdifuzije kod visokih temperatura procesa, stoga su uglavnom zastupljene višeslojne

prevlake nanese PVD postupkom. Višeslojne prevlake nanese PACVD postupkom u znatno manjoj mjeri su istražene [130].

### 3.2.8 Pregled i analiza dosadašnjih istraživanja primjena prevlaka na alatnim čelicima za topli rad

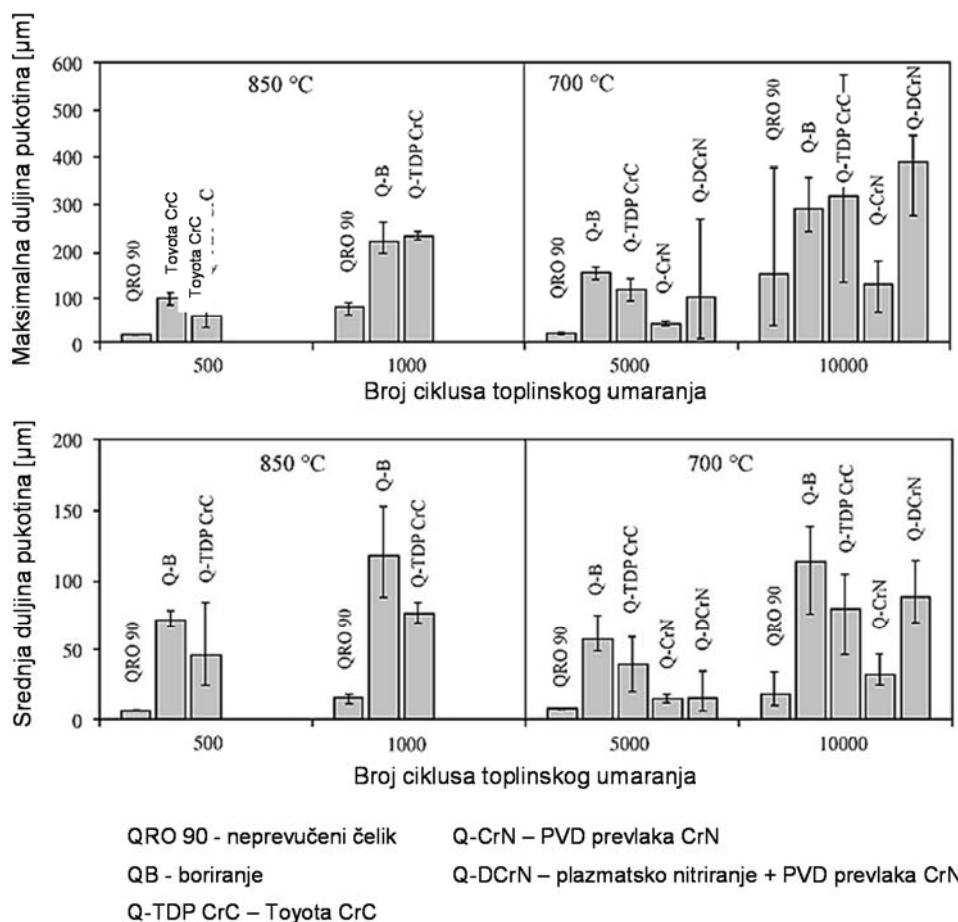
Iako su postupci prevlačenja prvobitno bili namijenjeni isključivo za rezne alate, u posljednjih nekoliko godina, zbog velikih zahtjeva za niže troškove, povećanje produktivnosti alata i veće kvalitete proizvoda potiče se razvoj tvrdih prevlaka i za primjenu na alatima za oblikovanje. Kod ovih alata postavljaju se i dodatni zahtjevi za mogućnost poliranja površine do visokog sjaja i zadržavanje postignute visoke kvalitete površine tijekom radnog vijeka alata [110]. Navedeni alati u radu su izloženi visokim temperaturama i kontaktnim pritiscima, udarcima i trošenju, a neki i korozivskom djelovanju [13]. Stoga je prisutnost malih pukotina i strukturnih nehomogenosti potencijalni izvor inicijalnih pukotina i dotrajavanja alata. Nadalje, primjena novih legura i visokočvrstih čelika još više pojačava mehaničko i tribološko djelovanje spomenutih radnih uvjeta. To postavlja višestruke zahtjeve na svojstva površinskog sloja poput niskog faktora trenja, visoke otpornosti na trošenje (adhezijsko, abrazijsko i tribokorozivsko), dobre adhezivnosti sloja i podloge, visoke otpornosti na kontaktne pritiske, dobre prionjivosti maziva na površinu alata te zadržavanje visoke kvalitete površine postignute polaznim brušenjem i poliranjem.

Relativno mali broj istraživanja usmjeren je prema ispitivanju učinkovitosti prevlaka na alatima koji su izloženi visokim temperaturama. To je posebno značajno kod kalupa za tlačni lijev i alata za kovanje, gdje se od alata uz visoku žilavost, otpornost na popuštanje i trošenje traži i otpornost prema toplinskom umoru. Autori radova [11, 20, 23, 35, 131, 132] tvrde da se primjenom plazmatskog nitriranja i/ili prevlačenja može povećati otpornost prema toplinskom umoru, dok su autori [25-27, 29-34, 70, 77, 133, 134] suprotnog mišljenja. Stoga, utjecaj plazmatskog nitriranja i prevlačenja prema otpornosti na toplinski umor nije do kraja razjašnjen.

Autori radova [20, 131, 132] u svojim istraživanjima ispitivali su utjecaj prevlaka na bazi titana (TiN, TiCN, TiBN i TiAlCN) na kalupu za tlačni lijev aluminijske legure izrađenom od alatnog čelika za topli rad X37CrMoV5-1. Rezultati istraživanja pokazali su povećanje vijeka trajanja kalupa za tlačni lijev primjenom navedenih prevlaka uslijed smanjenja utjecaja erozije, korozije i reakcijskog nataljivanja na površinu alatnog čelika za topli rad. Međutim,

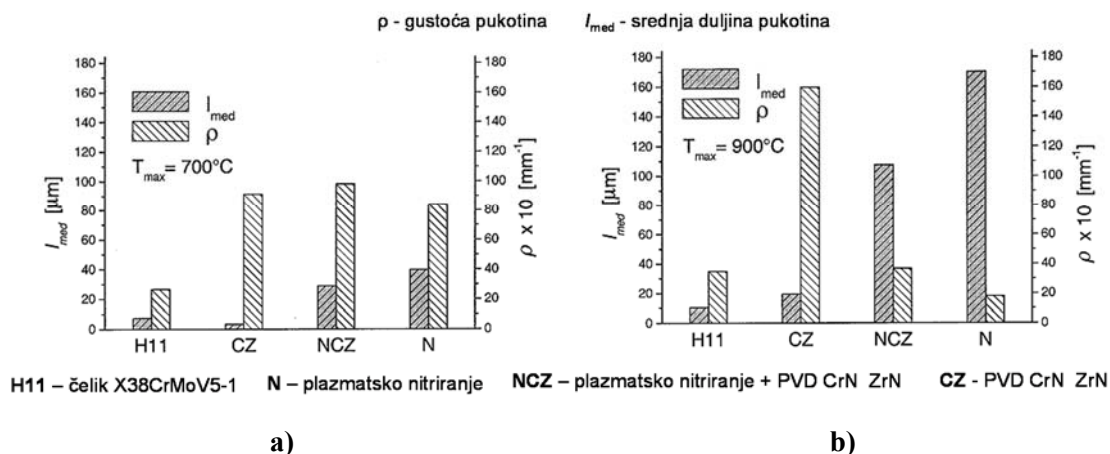
utjecaj na toplinski umor nije ispitivan. U svome istraživanju C.M.D. Starling i J.R.T. Branco [35] utvrdili su da zbog visoke kemijske postojanosti i tvrdoće te visokih zaostalih tlačnih naprezanja PVD prevlaka (TiN i CrN) dolazi do kasnijeg nastajanja i sporijeg rasta pukotina na površini alatnog čelika za topli rad X40CrMoV5-1, što ima pozitivan utjecaj na vijek trajanja alata. Srivastava i suradnici [23] u istraživanju utjecaja višeslojne prevlake Ti/TiAlN/O<sub>2</sub> na otpornost toplinskom umoru alatnog čelika za topli rad pokazali su da tijekom simulacije toplinskog umaranja dolazi do smanjenja naljepljivanja taline na podlogu i prijenosa topline iz taline na podlogu što rezultira smanjenjem broja pukotina na površini alata. U istraživanju Björka i autora [11] usporedba trošenja alata za ekstruziju aluminijska nakon plazmatskog nitriranja i dupleks postupka (plazmatsko nitriranje i PVD prevlaka CrN) rezultirala je duljim vijekom trajanja alata u slučaju primjene dupleks postupka. Dominantni mehanizam trošenja kod plazmatskog nitriranja bio je delaminacija intermetalnih Fe-Mg-Al-O slojeva koji su nastali na površini alata tijekom ekstruzije kemijskom reakcijom osnovnog materijala i ekstrudirane legure što posljedično vodi prema trošenju zone spojeva. U slučaju dupleks postupka, CrN prevlaka štiti površinu alata od kemijskog i mehaničkog utjecaja taline, ali nakon određenog vremena dolazi do delaminacije i ljuštenja prevlake pri čemu nitrirana površina alata postaje izložena direktnom utjecaju taline te se trošenje nastavlja kao i u slučaju samo plazmatskog nitriranja.

Međutim, postoje i oprečna mišljenja u pogledu utjecaja plazmatskog nitriranja i prevlaka prema otpornosti na toplinski umor. Persson i autori [29, 34] u svojim radovima ispitali su utjecaj plazmatskog nitriranja, boriranja, Toyota CrC difuzijskog postupka i PVD prevlake CrN na toplinski umor alatnog čelika za topli rad X40CrMoV5-1. Radi simuliranja uvjeta tlačnog lijevanja legura bakra i aluminijska odabrana su dva temperaturna režima s gornjim temperaturama od 700°C i 850°C, dok je minimalna temperatura u oba slučaja iznosila 170°C. Rezultati su pokazali da izuzev dupleks postupka (plazmatsko nitriranje i PVD prevlaka CrN), svi postupci pokazuju tendenciju smanjenja otpornosti toplinskom umoru u odnosu na osnovno stanje (slika 3.18). Razlog tome je nedovoljna čvrstoća i žilavost navedenih slojeva pri višim temperaturama zbog čega dolazi do pojave plastičnih deformacija pri temperaturnim ciklusima koja uzrokuju pukotine na površini alata.



**Slika 3.18** Maksimalna i srednja dubina pukotina nakon toplinskog umaranja različito obrađenog čelika X40CrMoV5-1 [34]

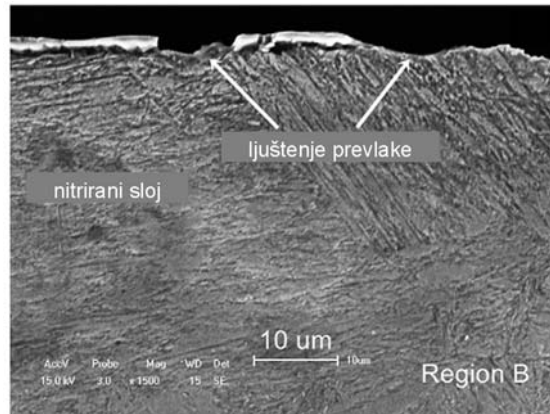
U istraživanju [134] utjecaja plazmatskog nitriranja, PVD višeslojnih prevlaka (CrN i ZrN) i dupleks postupka (plazmatsko nitriranje i PVD prevlaka) na otpornost prema toplinskom umoru alatnog čelika za topli rad X38CrMoV5-1 za dvije maksimalne temperature od 700°C i 900°C rezultati su pokazali da plazmatsko nitriranje i PVD prevlake imaju negativan utjecaj na otpornost prema toplinskom umoru ispitivanog čelika. Niska žilavost difuzijskog sloja, odnosno zona spojeva radi niske toplinske stabilnosti koja uzrokuje oksidaciju željeznih nitrida na površini čelika i ljuštenje prevlake, pogoduje nastanku i širenju pukotina. Također, primjenom krhkih CrN i ZrN prevlaka pospješuje se nastanak i rast pukotina izazvanih toplinskim umorom zbog niskog modula elastičnosti i koeficijenta toplinskog rastezanja prevlaka (slika 3.19).



**Slika 3.19 Utjecaj plazmatskog nitriranja i/ili PVD prevlaka na srednju duljinu i gustoću pukotina pri simuliranju toplinskog umora čelika X38CrMoV5-1 za maksimalne temperature: a)  $700^{\circ}\text{C}$ , b)  $900^{\circ}\text{C}$  [134]**

Corujeira Gallo i autori [30] u svojoj analizi trošenja kalupa za tlačni lijev obrađenog dupleks postupkom plazmatskog nitriranja i PVD prevlake CrN zaključili su da je loša prionjivost prevlake razlog preranog dotrajavanja kalupa (slika 3.20). Prema [33, 133] PVD prevlake AlTiN, AlTiON i AlCrN imaju negativan utjecaj na otpornost toplinskom umoru X32CrMoV33 alatnog čelika za topli rad. To se pripisuje omekšavanju osnovnog materijala tijekom izlaganja visokim temperaturama i velikoj razlici u koeficijentu toplinskog rastezanja između podloge, odnosno alatnog čelika za topli rad i prevlake. Omekšavanjem osnovnog materijala, podloga više ne pruža dovoljnu potporu i nosivost vrlo tvrdoj prevlaci što dovodi do pucanja i ljuštenja prevlake. S povećanjem broja temperaturnih ciklusa situacija se znatno pogoršava zbog plastične deformacije podloge što u prevlaci uzrokuje plastična naprezanja. Birol i Isler [31] zaključili su da, iako PVD AlCrN prevlaka pruža odgovarajuću zaštitu od oksidacije kao jednog od mehanizama koji vodi prema toplinskom umoru, dolazi do brzog trošenja prevlake uslijed omekšavanja podloge (osnovnog materijala) i razlike u koeficijentu toplinskog rastezanja između podloge i prevlake čime prevlaka gubi potporu podloge i dolazi do narušavanja njezinog integriteta. Slični se rezultati mogu naći i u radovima [26, 32, 70].





**Slika 3.20 Ljuštenje PVD prevlake CrN na kalupu za tlačnu lijevu uslijed loše prionjivosti [30]**

U poglavljima 3.1.2 i 3.2.8 izneseni su najvažniji radovi u kojima su istraživani mehanizmi dotrajavanja alatnih čelika za topli rad, odnosno kalupa za tlačni lijev i prikazani rezultati istraživanja utjecaja nitriranja i prevlačenja na toplinski umor alatnih čelika za topli rad. Na temelju iznesenih rezultata, mogu se izvesti sljedeći zaključci:

- Svi autori suglasni su da je toplinski umor dominantan mehanizam dotrajavanja alatnih čelika za topli rad, odnosno kalupa za tlačni lijev.
- Oprečna su mišljenja u pogledu utjecaja nitriranja i prevlačenja na otpornost prema toplinskom umoru.

U svim dosadašnjim istraživanjima utjecaja prevlaka na otpornost prema toplinskom umoru provedena su na prevlakama dobivenim PVD postupkom. Pregledom dostupne literature nisu pronađeni radovi u kojima se proučava ponašanje PACVD prevlaka u uvjetima toplinskog umora. Utjecaj PACVD prevlaka proučavan je samo kroz njihovo sumarno djelovanje na ostale mehanizme dotrajavanja (abrazija, erozija, reakcijsko nataljivanje) alatnih čelika za topli rad, odnosno kalupa za tlačni lijev.

## 4 EKSPERIMENTALNI DIO

---

Iz navedene analize i diskusije prethodnih znanstvenih rezultata primjene nitriranja i prevlačenja na alatima za topli rad za cilj doktorskog rada postavljen je razvoj novih površinskih slojeva primjenom tehnologija plazmatskog nitriranja i PACVD prevlačenja na alatnim čelicima za topli rad te vrednovanje svojstava novog površinskog sloja koji će alatnom čeliku za topli rad poboljšati svojstava i produljiti njegovu trajnost. U tu svrhu provedena su ispitivanja i usporedba svojstava alatnog čelika za topli rad s novim površinskim slojevima u odnosu na svojstva istoga nakon konvencionalne toplinske obrade kaljenja i popuštanja (bez modificiranja i prevlačenja). Pri izradi plana istraživanja ovog doktorskog rada, na temelju postavljene hipoteze rada i definiranih ciljeva istraživanja, izrađen je koncept eksperimentalnih ispitivanja koji se sastoji od: pripreme materijala, izrade i obrade uzoraka, karakterizacije i ispitivanja svojstava površinskih slojeva, ispitivanja površinskih slojeva u radnim uvjetima i analize rezultata. U vidu potencijalne primjene naglasak istraživanja biti će na svojstvima koja su važna za alatni čelik za topli rad te imaju direktan utjecaj na njegovu trajnost.

### 4.1 Opis eksperimentalnih ispitivanja

Eksperimentalni dio istraživanja podijeljen je na četiri dijela:

Prvi dio istraživanja obuhvaća izradu i pripremu uzoraka, određivanje optimalnih parametara i provedbu postupaka osnovne toplinske obrade kaljenja i popuštanja, plazmatskog nitriranja i PACVD prevlačenja. Parametri provedenih procesa toplinske obrade, plazmatskog nitriranja i PACVD prevlačenja TiCN i TiBN prevlaka definirani su na temelju literaturnih izvora i vlastitih preliminarnih istraživanja te suradnje s tvrtkom Lipovica d.o.o. Ukupno je izrađeno 120 laboratorijskih uzoraka koji su podijeljeni u 4 skupine, gdje svaka skupina predstavlja jedno stanje toplinske obrade. Prva skupina uzoraka predstavlja osnovno (referentno) stanje te je obrađena konvencionalnom toplinskom obradom kaljenja i popuštanja što je uobičajeni način toplinske obrade alatnih čelika za topli rad, odnosno kalupa za tlačni lijev. Druga skupina uzoraka obrađena je plazmatskim nitriranjem, treća skupina plazmatskim nitriranjem i TiCN prevlakom, dok je na četvrtu skupinu uzoraka nakon plazmatskog nitriranja nanescena TiBN prevlaka.

Drugi dio istraživanja obuhvaća laboratorijska ispitivanja s ciljem karakterizacije površinskih slojeva dobivenih plazmatskim nitriranjem i PACVD prevlačenjem. U njima je obuhvaćena analiza sastava površinskih slojeva metodama GDOES i EDS, određivanje kristalografskih karakteristika slojeva rendgenskom difrakcijom (XRD), određivanje hrapavosti, ispitivanje prionjivosti prevlaka metodom brazdanja (eng. *scratch test*) i metodom utiskivanja Rockwell C indentora, određivanje debljine metodom utiskivanja kuglice (kalotest), analiza mikrostrukture slojeva svjetlosnom i skenirajućom elektronskom mikroskopijom (SEM) te ispitivanja mikrotvrdoće nitriranog sloja i prevlaka.

U trećem dijelu istraživanja provedena su laboratorijska ispitivanja otpornosti na pojedine mehanizme trošenja, otpornosti na koroziju i toplinski umor kako bi se utvrdio doprinos plazmatskog nitriranja i PACVD prevlačenja poboljšanju navedenih svojstva alatnih čelika za topli rad. Pri tome će se za referentne vrijednosti uzeti vrijednosti svojstva određena na uzorcima obrađenim konvencionalnom toplinskom obradom kaljenja i popuštanja. Navedena ispitivanja obuhvaćaju: ispitivanje triboloških svojstava u uvjetima abrazijskog (metoda suhi pijesak/gumeni kotač), adhezijskog (eng. *load scanning test*) i erozijskog trošenja (erozija česticama), određivanje faktora trenja i kliznog trošenja metodom kuglica na ploči (eng. *ball on flat*) i ispitivanja otpornosti na koroziju. Ispitivanje otpornosti na toplinski umor kao glavnog uzroka dotrajavanja alatnih čelika za topli rad provedeno je na vlastito konstruiranom i izrađenom uređaju. Oblik ispitnih uzoraka, parametri ispitivanja te konstrukcija i dijelovi uređaja za ispitivanje otpornosti na toplinski umor definirani su na način kako bi se što vjerodostojnije simulirali temperaturni uvjeti u kalupu za tlačni lijev.

U četvrtom dijelu istraživanja provedeno je ispitivanje kritičnih segmenta kalupa za tlačni lijev aluminijske legure s novim površinskim slojevima u stvarnim radnim uvjetima kalupa. Rezultati pogonskih ispitivanja korišteni su u svrhu potvrđivanja ocjene i vrednovanja rezultata laboratorijskih ispitivanja te analize ponašanja površinskih slojeva u realnim radnim uvjetima i kvantificiranja njihova utjecaja na trajnost kalupa za tlačni lijev aluminijske legure.

#### **4.2 Izbor materijala i priprema uzoraka**

U skladu s postavljenim ciljem ovoga rada, najprije je trebalo izabrati odgovarajući čelik na kojem će se izvršiti pokusi plazmatskog nitriranja i PACVD prevlačenja. Za osnovni materijal izabran je alatni čelik za topli rad oznake X38CrMoV5-3 (1.2367) proizvođača KIND & CO. EDELSTAHLWERK proizveden postupkom elektropretalživanja pod troskom (engl. ESR). Ovaj čelik pripada skupini Cr-Mo-V alatnih čelika za topli rad te je

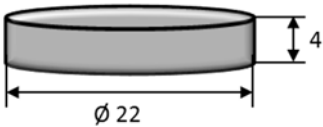
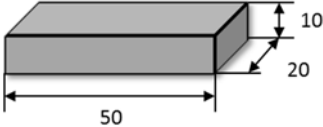
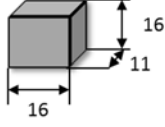
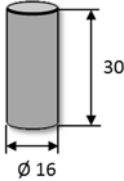
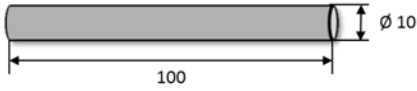
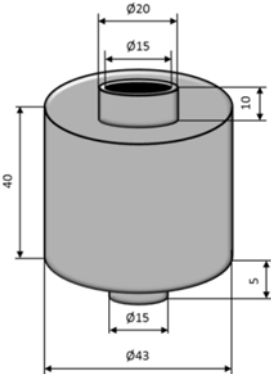
reprezentativni primjerak alatnih čelika za topli rad sa širokom primjenom i ujednačenim svojstvima. Ovaj čelik posjeduje vrlo dobru žilavost, visoku otpornost na popuštanje, toplinski umor i trošenje, te dobru otpornost na visokotemperaturnu oksidaciju i koroziju, postojanost tvrdoće pri povišenim temperaturama i dobru dimenzijsku stabilnost. Zbog svojih dobrih svojstava uobičajeno se koristi za izradu masivnih i u radu kompleksno opterećenih alata kao što su: kalupi za tlačni lijev, alati za ekstruziju, prešanje, kovanje i duboko vučenje te alati za toplo valjanje [47, 135]. Rezultati analize kemijskog sastava ispitivanog čelika metodom GDOES prikazani su u tablici 4.1 i oni potvrđuju da sastav ispitnih uzoraka odgovara normom propisanom sastavu čelika X38CrMoV5-3 [47].

**Tablica 4.1 Kemijski sastav ispitivanog čelika X38CrMoV5-3 proizvođača KIND & CO. EDELSTAHLWERK oznake ESR**

% C	% Si	% Mn	% Cr	% Mo	% V
0,38	0,4	0,4	5,0	2,8	0,6

Čelik je isporučen u obliku šipki dimenzija 220 x 50 x 260 mm. Za svako ispitivanje izrađeni su uzorci posebnog oblika i dimenzija propisanih normom. Tablica 4.2 prikazuje oblik i dimenzije uzoraka za pojedina ispitivanja te plan ispitivanja. Osim ovih uzoraka od istog čelika izrađeno je i osam segmenata kalupa za tlačni lijev aluminijske legure koji su predviđeni za ispitivanje u radnim uvjetima.

**Tablica 4.2 Pregled dimenzija i oblika uzoraka za planirana ispitivanja površinskih slojeva na čeliku X38CrMoV5-3**

Oblik i dimenzije uzoraka	Planirana ispitivanja
	<ul style="list-style-type: none"> <li>- kemijski sastav površinskih slojeva (GDOES, EDS)</li> <li>- rendgenska difrakcija (XRD)</li> <li>- prionjivost prevlake (Rockwell i scratch test)</li> <li>- debljina prevlake (kalotest)</li> <li>- hrapavost površine</li> <li>- mikrotvrdoća slojeva</li> <li>- analiza mikrostrukture</li> <li>- faktor trenja (kuglica na ploči)</li> <li>- klizno trošenje (kuglica na ploči)</li> </ul>
	<ul style="list-style-type: none"> <li>- abrazija (suhi pijesak/gumeni kotač)</li> </ul>
	<ul style="list-style-type: none"> <li>- erozija</li> </ul>
	<ul style="list-style-type: none"> <li>- korozijska ispitivanja</li> </ul>
	<ul style="list-style-type: none"> <li>- faktor trenja (load scanning test)</li> <li>- klizno trošenje (load scanning test)</li> </ul>
	<ul style="list-style-type: none"> <li>- toplinski umor</li> </ul>

Svi uzorci za laboratorijska ispitivanja podijeljeni su u 4 skupine prema vrsti provedene toplinske obrade te je ukupno izrađeno 120 uzoraka. U cilju ispitivanja utjecaja površinskih

slojeva na svojstva alatnih čelika za topli rad jedna skupina uzoraka toplinski je obrađena samo kaljenjem i popuštanjem. Ostale skupine ispitnih uzoraka su, osim osnovne toplinske obrade obrađene modificiranjem površine plazmatskim nitriranjem, odnosno nakon plazmatskog nitriranja prevučene dvjema različitim prevlakama TiCN i TiBN postupkom PACVD-a (tablica 4.3). Pregled planiranih ispitivanja koja će se provesti za pojedino stanje uzoraka prikazan je u tablica 4.4.

**Tablica 4.3 Podjela uzoraka prema stanjima provedene toplinske obrade**

Oznaka stanja/uzoraka	TOPLINSKA OBRADA
A0	osnovno stanje (Osnovna Toplinska Obrada)
A1	OTO + plazmatski nitrirano
A2	OTO + Plazmatski Nitrirano + PACVD TiCN
A3	OTO + Plazmatski Nitrirano + PACVD TiBN

**Tablica 4.4 Pregled svih planiranih ispitivanja prema stanjima toplinske obrade**

Oznaka stanja/uzoraka	Vrsta ispitivanja													
	Analiza sastava (GDOES, EDS)	Rendgenska difrakcija	Prionjivost (Rockwell test, scratch test)	Debljina prevlake (kalotest)	Mikrotvrdoća	Analiza mikrostrukture	Hrapavost površine	Abrazija (suhi pijesak/gumeni kotač)	Adhezija (load scanning test)	Erozija (erozija česticama)	Korozija	Faktor trenja i klizno trošenje(kuglica na ploči)	Toplinski umor	Pogonska ispitivanja
A0	-	-	-	-	-	•	•	•	•	•	•	•	•	•
A1	•	•	-	-	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•
A2	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•
A3	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•

### 4.3 Priprema segmenata kalupa za tlačni lijev

Usporedno s izradom i pripremom uzoraka za laboratorijska ispitivanja izrađeni su i segmenti kalupa za tlačni lijev radijatora od aluminijske legure tvrtke Lipovica d.o.o. koji će se ispitati u radnim uvjetima (slika 4.1). Izabrani segment izrađuju se od istog čelika koji je odabran u ovom radu te je u radu izrazito opterećeni (toplinski, mehanički, tribološki i kemijski) i najprije stradava u eksploataciji. Izrađeno je ukupno osam segmenata kalupa, po dva za svako stanje (tablica 4.3). Segmenti kalupa izrađeni su prema uobičajenom tehnološkom postupku proizvodnje tih alata od strane dobavljača.



Slika 4.1 Segment kalupa za tlačni lijev aluminijskih radijatora tvrtke Lipovica d.o.o. od čelika X38CrMoV5-3 za ispitivanje u radnim uvjetima

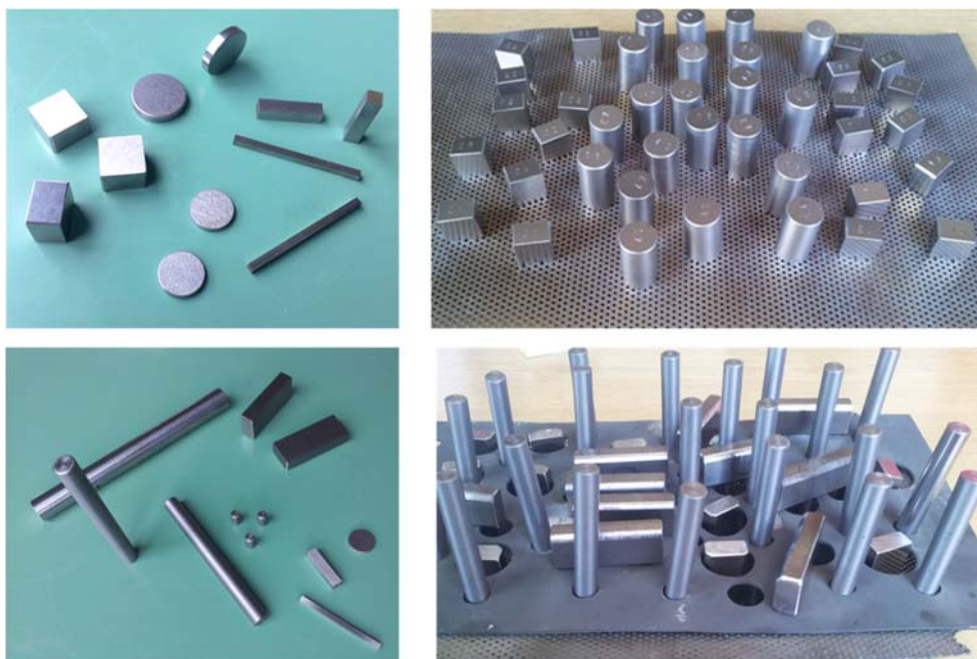
### 4.4 Opis provedene osnovne toplinske obrade

Parametrima toplinske obrade (temperatura austenitizacije i temperatura popuštanja) može se utjecati na lomnu žilavost i tvrdoću čelika za topli rad [39, 44]. Nužno je optimirati njihov odnos s obzirom na specifičnu primjenu i zahtijevana svojstva alata. Povećanjem temperature popuštanja smanjuje se tvrdoća uz značajno povećanje lomne žilavosti, dok viša temperatura austenitizacije povećava tvrdoću uz značajno smanjenje lomne žilavosti koja ima vrlo veliku važnost kod kalupa za tlačni lijev. Viša tvrdoća povećava otpornost na trošenje, ali uz uvjet da je zadržana dovoljno visoka lomna žilavost. Dokazano je da toplinska obrada ima značajan utjecaj na svojstva naknadno nanesenih prevlaka čak i uz prethodno plazmatsko nitriranje [125, 126]. Kod prevlačenja osnovni materijal mora pružiti adekvatnu podlogu i

nosivost kako bi se postigla dobra prionjivost i svojstva prevlake. U tom slučaju primarnu važnost ima tvrdoća osnovnog materijala uz zadržavanje dovoljno visoke lomne žilavosti. Stoga je osnovnu toplinsku obradu trebalo s jedne strane prilagoditi alatnom čeliku za topli rad i zahtijevanim svojstvima, a s druge strane osigurati dovoljnu nosivost (tvrdoću) prevlaci.

Osnovna toplinska obrada svih uzoraka provedena je u Laboratoriju za toplinsku obradu, Sveučilište u Zagrebu, Fakultet strojarstva i brodogradnje (UNIZG FSB). Kaljenje i popuštanje provedeno je u vakuumskoj peći VFC25 proizvođača Ipsen GmbH, Njemačka uz primjenu tehnički super čistog dušika kvalitete 5.0. Dio laboratorijskih uzoraka i njihovo šaržiranje za osnovnu toplinsku obradu prikazani su na slici 4.2. Toplinska obrada provedena je sa sljedećim parametrima, slika 4.3:

- Predgrijavanje: 580°C / 30 min, 850°C / 20 min / dušik
- Austenitizacija: 1060°C / 20 min / dušik
- Gašenje: struja dušika  $p = 1050$  mbar
- 1. popuštanje: 620°C / 2 h / dušik
- 2. popuštanje: 570°C / 2 h / dušik

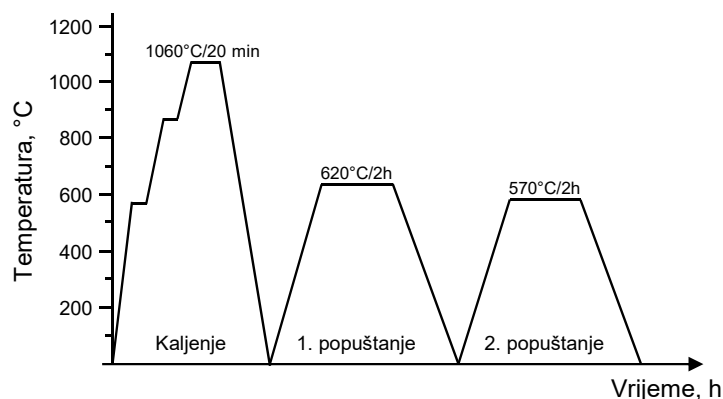


a)

b)

Slika 4.2 Dio laboratorijskih uzoraka a) prije osnovne toplinske obrade, b) šaržiranje uzoraka u vakuumskoj peći





**Slika 4.3 Tijek osnovne toplinske obrade ispitnih uzoraka za laboratorijska ispitivanja od čelika X38CrMoV5-3**

Austenitizacija je provedena u vakuumskoj peći, nakon dva predgrijavanja, pri temperaturi od 1060°C u trajanju od 20 min. Izabrana temperatura austenitizacije nalazi se na gornjoj granici preporučenih vrijednosti (1040°C-1060°C) od strane proizvođača čelika [47]. Izabrana viša temperatura ima pozitivan utjecaj na čvrstoću pri povišenim temperaturama i otpornost prema popuštanju, ali uz opasnost za smanjenje žilavosti i duktilnosti. Nakon gašenja u struji dušika do sobne temperature na svim je uzorcima izmjerena tvrdoća metodom Rockwell C (HRC). Nakon toga uzorci su odmah popušteni u vakuumskoj peći na temperaturi 620°C u trajanju od 2 sata, nakon čega je ponovno izvršeno mjerenje tvrdoće. Uzorci su drugi puta popušteni u vakuumskoj peći na 570°C/2h. Nakon drugog popuštanje ponovno je izmjerena tvrdoća. Nakon svake faze toplinske obrade tvrdoća je ispitana na po dva uzorka od svakog stanja. Na svakom uzorku provedeno je pet mjerenja. Srednje vrijednosti izmjerenih tvrdoća prikazane u tablici 4.5 odgovaraju zahtijevanoj tvrdoći kalupa za tlačni lijev (44-46 HRC) i u skladu su s podacima proizvođača čelika za izabrane parametre osnovne toplinske obrade [47]. U prilogu P.1 dane su sve izmjerene vrijednosti tvrdoće.

**Tablica 4.5 Vrijednosti tvrdoće na uzorcima od čelika X38CrMoV5-3 nakon pojedine faze osnovne toplinske obrade**

OSNOVNA TOPLINSKA OBRADA	
Stanje toplinske obrade	HRC
Kaljenje (1060°C / 20 min / N <sub>2</sub> )	57 ± 2
1. popuštanje (620°C / 2 h)	45 ± 1
2. popuštanje (570°C / 2 h)	45 ± 2

Nakon toplinske obrade svi uzroci najprije su strojno brušeni nakon čega je slijedilo mokro brušenje brusnim papirom redosljedom zrnatosti P320, P600, P1000 te poliranje dijamantnom pastom Struers DP 9.

Usporedno sa provedbom osnovne toplinske obrade uzoraka za laboratorijska ispitivanja, provedena je osnovna toplinska obrada segmenata kalupa za tlačni lijev. Zbog nedovoljne veličine komore vakuumske peći u kojoj je provedena osnovna toplinska obrada uzoraka za laboratorijska ispitivanja, osnovna toplinska obrada segmenata provedena je prema navedenim parametrima kod dobavljača alata. Izmjerena tvrdoća segmenata nakon toplinske obrade odgovara tvrdoći laboratorijskih uzoraka.

#### 4.5 Opis provedenog plazmatskog nitriranja

Nitriranje je postupak površinske toplinske obrade koji se temelji na difuziji atoma dušika u površinski sloj obrađivanog predmeta u cilju postizanja mikrostrukture otporne na trošenje. Pri tome relativno mali atom koji se intersticijski otapa u željezu ili tvori nitride sa željezom i nitridotvorcima. Otpornost na trošenje površinskog sloja posljedica je stvaranja nitrida, dušikovih spojeva sa željezom, i dušikovih spojeva s elementima kojima je čelik legiran [84, 136]. Osim otpornosti na trošenje, nitriranjem se postiže visoka površinska tvrdoća, poboljšanje otpornosti na umor, viša korozijska postojanost s neznatnim promjenama dimenzija obrađivanog predmeta. S obzirom na sredstvo koje daje dušik postupak nitriranja se može provoditi u plinovitom sredstvu, u ioniziranom plinu i solnim kupkama. Zajedničko svim postupcima jest da se nitriranje provodi ispod temperature  $A_1$  pa uz pravilnu prilagodbu prethodnog stanja (toplinske obrade) neće doći do nikakvih mikrostrukturnih promjena u jezgri obrađivanog predmeta [136]. Uz mogućnost nitriranja u solnoj kupki i plinu, izabran je postupak plazmatskog nitriranja koji preciznom i točnom regulacijom parametara procesa, omogućuje velike kombinacije svojstava i sastava nitriranog sloja. Postizanje specifičnih svojstava površinskog sloja ovdje je vrlo važna radi uvjeta rada alatnih čelika za topli rad, ali i naknadnog prevlačenja.

Pravilnim izborom parametara plazmatskog nitriranja može se izbjeći stvaranje zone spojeva koja ima negativan utjecaj na prionjivost i svojstva prevlake [18, 136]. Zona spojeva visoke je tvrdoće i uobičajeno se sastoji od  $\epsilon$ -faze ( $Fe_{2-3}N$ ) i/ili  $\gamma'$ -faze ( $Fe_4N$ ), ali zbog velikih zaostalih naprezanja nije poželjna za nanošenje prevlaka. Prema literaturi [120, 123] dubina nitriranog (difuzijskog sloja) ima značajan utjecaj na prionjivost prevlake. Veća dubina difuzijskog sloja rezultirati će boljom prionjivošću prevlake, ali će smanjiti žilavost podloge.

Stoga je potreban kompromis između tvrdoće i žilavosti nitiranog difuzijskog sloja ovisno o namjeni i radnim uvjetima alata te hoće li se provesti naknadno prevlačenje ili ne. U ovom doktorskom radu, proces plazmatskog nitiranja kao završnog stanja, ali i onaj koji je prethodio prevlačenju, postavljen je u cilju postizanja nitiranog sloja dubine između 80-100  $\mu\text{m}$  bez zone spojeva.

Predviđenim planom istraživanja uzorci iz grupa A1, A2 i A3 plazmatski su nitirani. Uzorci A2 nakon nitiranja su prevučeni TiCN prevlakom, a uzorci A3 TiBN prevlakom (tablica 4.3). Nitirani sloj služi kao potporni sloj prevlaci kako bi se postigla što bolja prionjivost i svojstva prevlake. Nitiranjem se, uz povećanje tvrdoće koje pozitivno djeluje na prionjivost, u podlogu unose i zaostala tlačna naprezanja. PACVD prevlačenjem također nastaju prevlake sa zaostalim tlačnim naprezanjima. Stoga se primjenom nitiranja prije PACVD prevlačenja očekuje ostvarenje bolje prionjivosti prevlake zbog male razlike između vrijednosti zaostalih naprezanja podloge i zaostalih naprezanja u prevlaci [124].

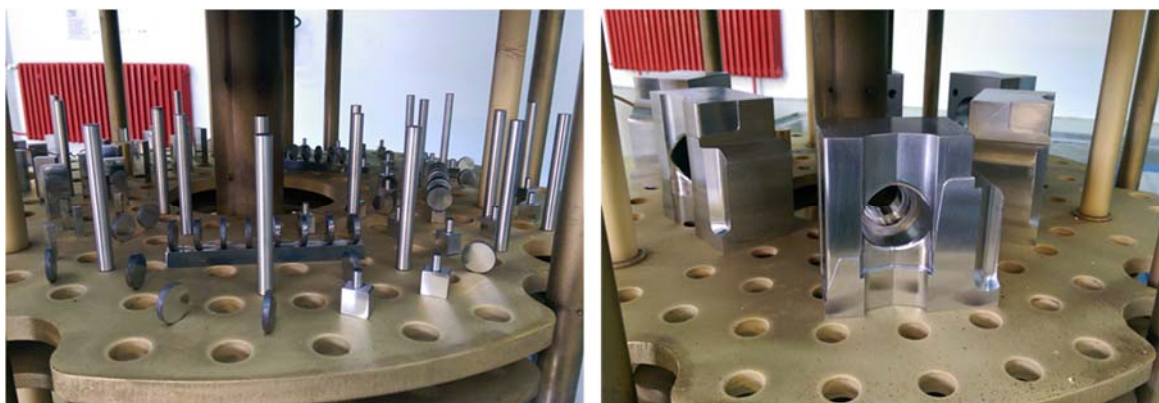
Nitiranje je provedeno u plazmi ionizirajućih plinova u uređaju Rübiger PC 70/90 u Laboratoriju za toplinsku obradu UNIZG FSB (slika 4.4). Zajedno s uzorcima provedeno je i plazmatsko nitiranje segmenata kalupa za tlačni lijev koji će se ispitati u radnim uvjetima.



**Slika 4.4 Uređaj za plazmatsko nitiranje i prevlačenje Rübiger PC 70/90**

Uzorci i segmenti kalupa prije prevlačenja temeljito su ručno očišćeni sa 96% etilnim alkoholom. Prije plazmatskog nitiranja, u uređaju za nitiranje i prevlačenje proveden je dodatni postupak ionskog čišćenja površine tzv. otprašivanje (eng. *sputtering*) kako bi se dobila čista površina, kao jedan od preduvjeta za postizanje dobre prionjivosti prevlake [121, 122, 137]. Proces otprašivanja sastavni je dio procesa plazmatskog nitiranja i temelji se na

borbardiranju površine ionima dušika, vodika i argona izbijajući nečistoće sa površine obradka. S druge strane, otprašivanje može imati negativan utjecaj na hrapavost površine te uzrokovati nejednaku raspodjelu nitriranog sloja ili čak oštećenje površine u slučaju krivo zadanih parametara procesa, npr. pogrešne vrijednosti tlaka u vakuumskoj komori [138-140]. Slika 4.5 prikazuje raspored uzoraka za laboratorijska ispitivanja i segmenata kalupa za tlačni lijev u uređaju za plazmatsko nitriranje.

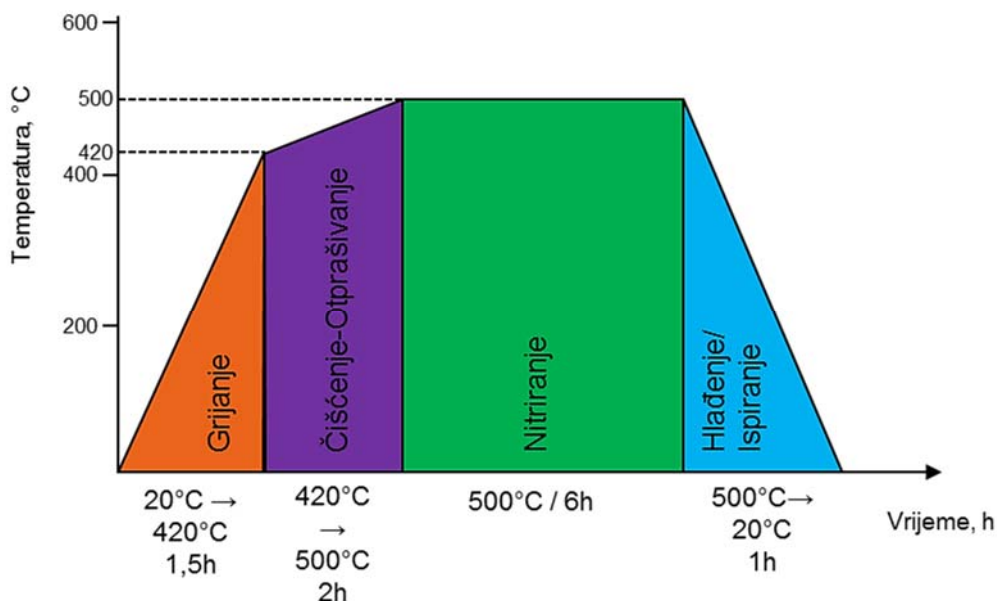


Slika 4.5 Raspored uzoraka za laboratorijska ispitivanja i segmenata kalupa za tlačni lijev u uređaju za plazmatsko nitriranje

U cilju postizanja planiranih karakteristika nitriranog sloja postupci otprašivanja i plazmatskog nitriranja provedeni su parametrima prikazanim u tablici 4.6 i prema slici 4.6.

Tablica 4.6 Parametri postupaka otprašivanja i plazmatskog nitriranja čelika X38CrMoV5-3

Parametri procesa	Otprašivanje	Plazmatsko nitriranje
<b>Temperatura</b>	420 - 500°C	500 °C
<b>Vrijeme</b>	2 h	6 h
<b>Protok H<sub>2</sub></b>	200 l/h	190 l/h
<b>Protok N<sub>2</sub></b>	20 l/h	10 l/h
<b>Protok Ar</b>	10 l/h	10 l/h
<b>Sastav plinova</b>	4% Ar, 9% N <sub>2</sub> , 87% H <sub>2</sub>	5% Ar, 5% N <sub>2</sub> , 90% H <sub>2</sub>
<b>Snaga plazme</b>	1000 W	1000 W
<b>Napon</b>	540 V	560 V
<b>Tlak</b>	2 mbar	2 mbar



Slika 4.6 Tijek postupka provedenog plazmatskog nitriranja uzoraka i segmenata od čelika X38CrMoV5-3

Nakon provedenog plazmatskog nitriranja izmjerena je tvrdoća površine metodom HV 0,05 i uspoređena sa površinskom tvrdoćom samo toplinski obrađenih uzoraka. Ispitano je po 10 otisaka za svako stanje. Tablica 4.7 prikazuje srednje vrijednosti površinskih tvrdoća, a sve izmjerene dane su u prilogu P.2.

Tablica 4.7 Površinske tvrdoće uzoraka nakon osnovne toplinske obrade i plazmatskog nitriranja

Stanje	HV 0,05
A0 – osnovna toplinska obrada	556 ± 8
A1, A2, A3 – plazmatski nitrirano	784 ± 12

#### 4.6 Izbor prevlaka

Budući da je ispitivanjem predviđeno istražiti utjecaj prevlaka, u nastavku će se opisati način prevlačenja pokusnih uzoraka prema predviđenom planu pokusa. Pregledom dostupne literature za primjenu PACVD prevlaka na alatnim čelicima za topli rad pronađeno je malo podataka. Uglavnom se radi o jednoslojnim prevlakama na bazi titana, uz sve rašireniju primjenu višeslojnih prevlaka. Nadalje, prednost izabranog postupka nanošenja prevlaka jest mogućnost prevlačenja velikih alata i alata složene geometrije, kao što su alati od alatnih čelika za topli rad te vrijednosti temperatura procesa koje su ispod uobičajenih temperatura popuštanja ovih čelika. S obzirom da je cilj ovog rada poboljšanje svojstava alatnog čelika za

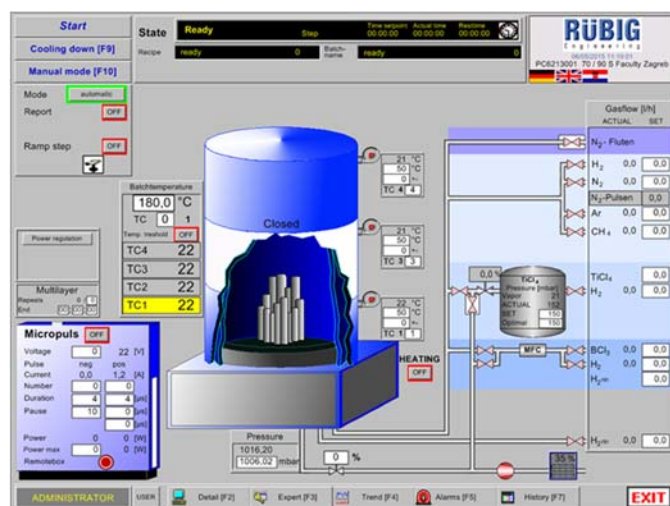
topli rad, nakon detaljne analize zahtjeva koji se postavljaju na alatne čelike za topli rad i kalupe za tlačni lijev, ali i analize najčešćih uzroka prekomjernog trošenja prevlaka kod alatnih čelika za topli rad, definiran je sastav i struktura prevlaka koje će se primijeniti. Potencijalno jedan od najvećih problema jest postizanje nedovoljne prionjivosti prevlake na alatnom čeliku za topli rad. Ključan parametar pri odabiru prevlaka bila su svojstva pri povišenim temperaturama i prema dominantnim mehanizmima dotrajavanja alatnih čelika za topli rad. Višeslojnost prevlake povećava tvrdoću i žilavost prevlake te otpornost na adhezijsko i abrazijsko trošenje. U višeslojnim tvrdim prevlakama granice između tankih slojeva predstavljaju prepreku gibanju dislokacija i propagaciji mikropukotina [129, 141, 142]. Također, višeslojnim prevlakama mogu se kombinirati svojstva različitih slojeva što može rezultirati optimalnim svojstvima prevlake. Nitridi posjeduju relativno visoku toplinsku stabilnost i imaju manju tendenciju interakcije s drugim materijalima, karbidi posjeduju visoku tvrdoću i bolju prionjivost, dok boride karakterizira visoka otpornost na koroziju i niska topivost u aluminiju [143]. Gradijente prevlake omogućuju postepen prijelaz iz jednog u drugi sloj bez jasno izraženog prijelaza između slojeva čime se osigurava blagi postepeni prijelaz između svojstava prevlake [144, 145]. Iz navedenih razmatranja slijedio je izbor dvaju sustava PACVD prevlaka: TiCN i TiBN.

#### 4.6.1 Nanošenje TiCN prevlake

TiCN je prevlaka sive boje tvrdoće oko 3200 HV 0,01, što je više od uobičajeno korištene TiN prevlake ( $\approx 2500$  HV 0,01). TiCN prevlaka nastaje supstitucijom atoma N s atomima C u FCC kristalnoj rešetki TiN-a, gdje uslijed razlike u veličini atoma i naprezanja u kristalnoj rešetki dolazi do povećanja tvrdoće TiCN prevlake [146]. Maksimalna radna temperatura TiCN prevlake iznosi oko 450°C te se zbog visoke otpornosti na oksidaciju i kemijske inertnosti prema rastaljenom aluminiju može smatrati prikladnom za primjenu kod kalupa za tlačno lijevanje te alata za ekstruziju i kovanje [147]. Nanošenje TiCN prevlake izvedeno je prema predviđenom planu pokusa na skupini uzoraka A2 nakon provedenog plazmatskog nitriranja. Kombinacijom plazmatskog nitriranja i prevlačenja zapravo se radi o *dupleks* postupku. Prevlaka je nanosena PACVD postupkom u uređaju Rübiger PC 70/90 u kojem je provedeno i plazmatsko nitriranje. PACVD postupak koristi plazmu za ionizaciju i disocijaciju plinova kao i za zagrijavanje osnovnog materijala i aktivaciju kemijskih procesa. Iako navedeni uređaj nudi mogućnost provedbe postupka plazmatskog nitriranja i prevlačenja u jednom procesu u ovom radu prevlačenje je provedeno kao zaseban proces. Razlog tome je

provjera i analiza nitriranog sloja radi postojanja zone spojeva za koju je dokazano da nije poželjna prije nanošenja PACVD prevlaka [119, 121, 123].

Tijekom depozicije prevlake parametri procesa, temperatura, protok plinova, napon, snaga plazme, vrijeme pulsiranja i tlak, programirani i regulirani su putem korisničkog sučelja i programibilnog logičkog kontrolera (slika 4.7). Za proces prevlačenja korišteni su superčisti plinovi (kvalitete 5.0) H<sub>2</sub>, Ar, N<sub>2</sub>, CH<sub>4</sub> i prekursor TiCl<sub>4</sub>.

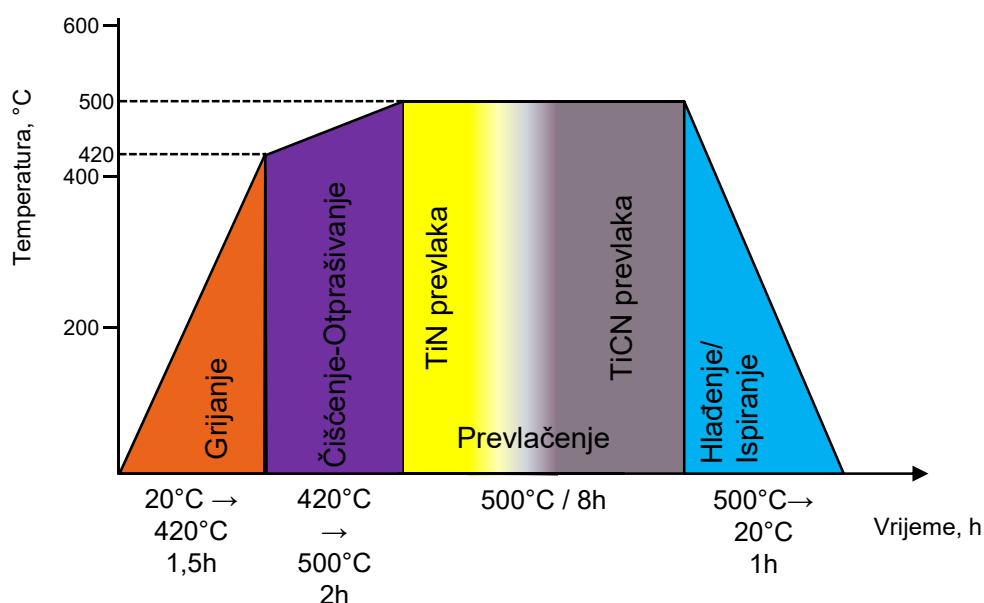


Slika 4.7 Grafičko sučelje za upravljanje procesom na uređaju Rübzig PC70/90

Uzorci iz grupe A2 prije prevlačenja ručno su očišćeni sa 96% etilnim alkoholom te smješteni u uređaj za prevlačenje (slika 4.8). Prije prevlačenja u uređaju je provedeno i ionsko čišćenje otprašivanjem u trajanju od 2 sata na temperaturi 420 - 500°C. Čišćenje je provedeno u smjesi plinova 13% N<sub>2</sub>, 4% Ar i 83% H<sub>2</sub> uz napon od 540V i snagu plazme od 1800W. Nakon ionskog čišćenja slijedilo je prevlačenje TiN prevlakom u trajanju od 1,5 sati na temperaturi 500°C. TiN prevlaka služi kad potporni sloj TiCN prevlaci u cilju smanjenja zaostalih tlačnih napreznja na samom spoju prevlake i podloge te povećanja prionjivosti prevlake [128]. Iako zaostala tlačna napreznja mogu povećati tvrdoću i otpornost na trošenje, mogu imati i negativan utjecaj na prionjivost prevlake. Dokazano je da zbog manje razlike u koeficijentu toplinske dilatacije TiN prevlake ( $TiN = 9,4 \times 10^{-6} \text{C}^{-1}$ ,  $TiCN = 8 \times 10^{-6} \text{C}^{-1}$ , alatni čelik za topli rad X38CrMoV5-3 =  $11,9 \times 10^{-6} \text{C}^{-1}$  pri 20°C) prema osnovnom materijalu (čeliku) i uz visoku žilavost, TiN sloj kod višeslojnih prevlaka smanjuje zaostala napreznja za 50 % [147]. Depozicija TiCN prevlake provedena je na temperaturi od 500°C u trajanju od 6 sati. Ukupno trajanje prevlačenja iznosilo je 8 sati, dok je ukupno trajanje procesa iznosilo 12,5 sati (slika 4.9). Zajedno s uzorcima za laboratorijska ispitivanja obrađena su i 2 segmenta kalupa za tlačni lijev aluminija. Parametri postupka prevlačenja prikazani su u tablici 4.8.



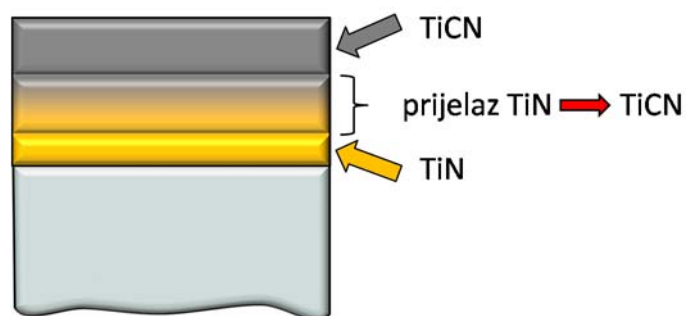
Slika 4.8 Raspored uzoraka od čelika X38CrMoV5-3 prije prevlačenja gradijentnom TiCN prevlakom



Slika 4.9 Tijek postupka prevlačenja čelika X38CrMoV5-3 gradijentnom TiCN prevlakom

Novorazvijena gradijentna TiCN prevlaka započinje tankim slojem TiN. Postupnim smanjenjem udjela  $N_2$  i postupnim uvođenjem  $CH_4$  u trajanju od 0,5 sati postignut je gradijentni prijelaz iz TiN u TiCN sloj, nakon čega slijedi nanošenje čistog TiCN sloja (slika 4.10). Gradijentni prijelaz od TiN u TiCN ublažava skokovitu promjenu između mehaničkih svojstava slojeva različitih karakteristika u prevlaci smanjujući time i zaostala naprezanja u prevlaci i povećavajući prionjivost između slojeva.





Slika 4.10 Shematski prikaz strukture gradijentne TiCN prevlake

Tablica 4.8 Parametri postupka prevlačenja čelika X38CrMoV5-3 gradijentnom TiCN prevlakom PACVD postupkom

Br. koraka	1	2	3	4	5	6	
Opis koraka	Grijanje	Čišćenje	TiN	TiCN prijelaz	TiCN	Hlađenje/ Ispiranje	
Trajanje [h]	1,5	2	1,5	0,5	6	1	
Tlak [mbar]	2	2	2	2	2	2	
Temperatura [°C]	420	420→500	500	500	500	500→20	
Protok	H <sub>2</sub> [l/h]	140	140	140	140	140	100
	Ar [l/h]	0	7	7	7	7	-
	CH <sub>4</sub> [l/h]	-	-	-	5,4	5,4	-
	TiCl <sub>4</sub> [l/h]	-	-	3,6	3,6	3,6	-
	N <sub>2</sub> [l/h]	-	23	15	13	13	-
	BCl <sub>3</sub> [l/h]	-	-	-	-	-	-
Pulsiranje N <sub>2</sub>	-	-	12s/12s	12s/12s	12s/12s	-	
Napon [V]	-	540	490	490	490	-	
Snaga plazme [W]	-	1800	2200	1950	1950	-	

#### 4.6.2 Nanošenje TiBN prevlake

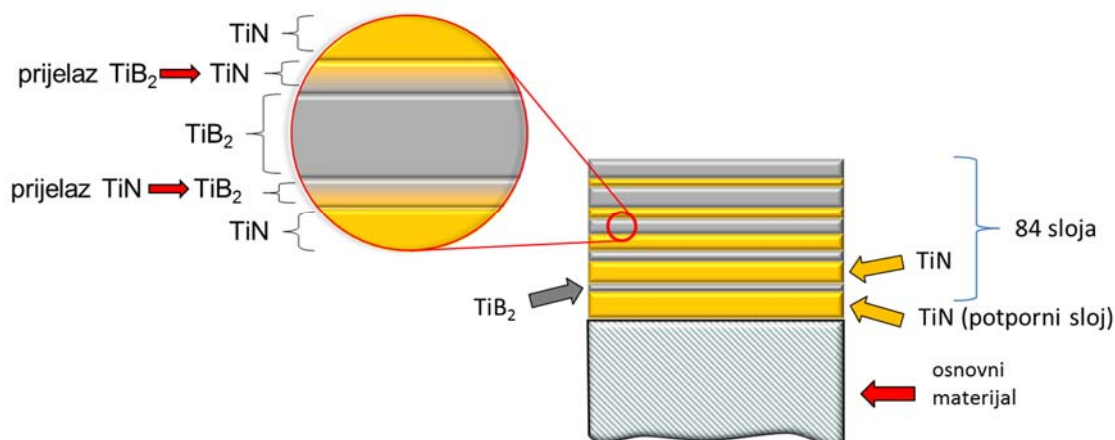
Ponekad se potrebna kombinacija svojstava na površini alata ne može postići uobičajenim jednoslojnim prevlakama. Posebno je to izraženo kod alata koji su izloženi specifičnim i kompleksnim uvjetima rada. Rješenje se može pronaći u primjeni višeslojnih prevlaka, gdje se višeslojni sustav posebno projektira na način da svaki sloj u strukturi ima određenu svrhu. Novorazvijena TiBN prevlaka pripada skupini gradijentnih višeslojnih prevlaka te je

karakterizira visoka tvrdoća ( $\approx 4000$  HV 0,05), dobra otpornost na koroziju i trošenje (abraziju i erozija), otpornost na oksidaciju i kemijska inertnost što joj omogućuje različitu i široku primjenu. Također, velika prednost TiBN prevlake jest visoka maksimalna radna temperatura od  $750^{\circ}\text{C}$  što je čini pogodnom za primjenu kod alatnih čelika za topli rad. Jedan od problema višeslojnih prevlaka jest prionjivost između slojeva i naprezanja koja nastaju na njihovim sučeljima. Za očekivati je da će gradijentni prijelaz između slojeva dati bolja svojstva prevlake uslijed postepene promjene mehaničkih svojstava i smanjenja naprezanja između slojeva. S druge strane, nedostatak gradijentnih i višeslojnih prevlaka jest smanjenje toplinske vodljivosti [148, 149].

Specifičnost primijenjene višeslojne gradijentne TiBN prevlaka očituje se u strukturi same prevlake. Struktura TiBN prevlake započinje potpornim slojem TiN nakon kojeg slijedi 84 naizmjenična  $\text{TiB}_2$  i TiN sloja različitih debljina, završno sa  $\text{TiB}_2$  slojem. Kao i kod TiCN prevlake, zadaća potpornog TiN sloja je smanjenjem zaostalih naprezanja u prevlaci poboljšati prionjivost prevlake. Rastom broja nanesenih slojeva debljina TiN sloja postupno se smanjuje, prvi sloj TiN ima najveću debljinu, dok zadnji sloj TiN ima najmanju debljinu. S druge strane, svakim sljedećim nanesenim slojem debljina  $\text{TiB}_2$  slojeva se povećava, prvi sloj  $\text{TiB}_2$  ima najmanju debljinu, dok je završni sloj  $\text{TiB}_2$  najveće debljine. Zbog ovakve arhitekture primijenjena TiBN pripada skupini višeslojnih gradijentnih prevlaka.

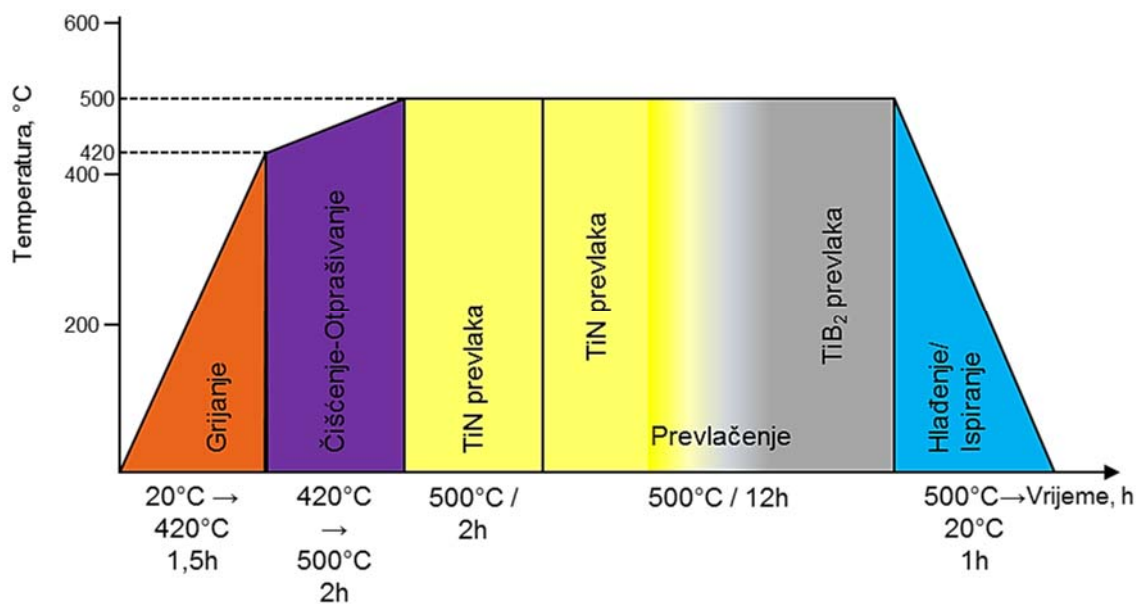
Priprema uzoraka grupe A3 predviđenih za nanošenje TiBN prevlake provedena je identično kao i kod uzoraka A2 obrađenih TiCN prevlakom. Postupak je proveden u istome uređaju Rübig PC 70/90 u kojem je provedeno plazmatsko nitriranje i prevlačenje TiCN prevlakom. Postupku prevlačenja prethodilo je ionsko čišćenje otprašivanjem u trajanju od 1,5 sati na temperaturi  $420 - 500^{\circ}\text{C}$  uz iste parametre koji su primijenjeni kod TiCN prevlake (13%  $\text{N}_2$ , 4% Ar, 83%  $\text{H}_2$ , napon 540V, snaga plazme 1800W). Nakon ionskog čišćenja uslijedilo je prevlačenje potpornim slojem TiN u trajanju od 2 sata na temperaturi od  $500^{\circ}\text{C}$ . Nanošenje TiBN prevlake započinje nanošenjem TiN sloja u trajanju od 480 sekunda nakon čega slijedi  $\text{TiB}_2$  sloj u trajanju od 120 sekunda. Ovaj korak ponavlja se 41 puta, gdje se vrijeme nanošenja TiN sloja svakim korakom smanjuje, dok se vrijeme nanošenja  $\text{TiB}_2$  sloja svakim korakom povećava. Gradijentni prijelaz između TiN i  $\text{TiB}_2$  slojeva postignut je međukorakom u kojem se postepeno smanjuje udio  $\text{N}_2$  prema nuli, dok se istovremeno udio  $\text{BCl}_3$  prekursora, zaduženog za komponentu B u prevlaci, povećava od početne nulte vrijednosti prema vrijednosti podešenoj za  $\text{TiB}_2$  sloj. Trajanje ovog koraka iznosi 120 sekundi

i proveden je između svakog prijelaza  $\text{TiN} \rightarrow \text{TiB}_2 \rightarrow \text{TiN}$  slojeva. Slika 4.11 prikazuje shematski prikaz strukture višeslojne gradijentne TiBN prevlake.



Slika 4.11 Shematski prikaz strukture višeslojne gradijentne TiBN prevlake

Postupak nanošenja TiBN prevlake završava završnim slojevima TiN u trajanju od 240s i  $\text{TiB}_2$  u trajanju od 300s. Vrijeme nanošenja TiBN prevlake iznosilo je 12 sati, dok je ukupno trajanje procesa bilo 18,5 sati (slika 4.12). Parametri provedenog postupka dani su u tablici 4.9.



Slika 4.12 Dijagram postupka prevlačenja čelika X38CrMoV5-3 višeslojnom gradijentnom TiBN prevlakom

**Tablica 4.9 Parametri postupka prevlačenja čelika X38CrMoV5-3 TiBN višeslojnom gradijentnom prevlakom PACVD postupkom**

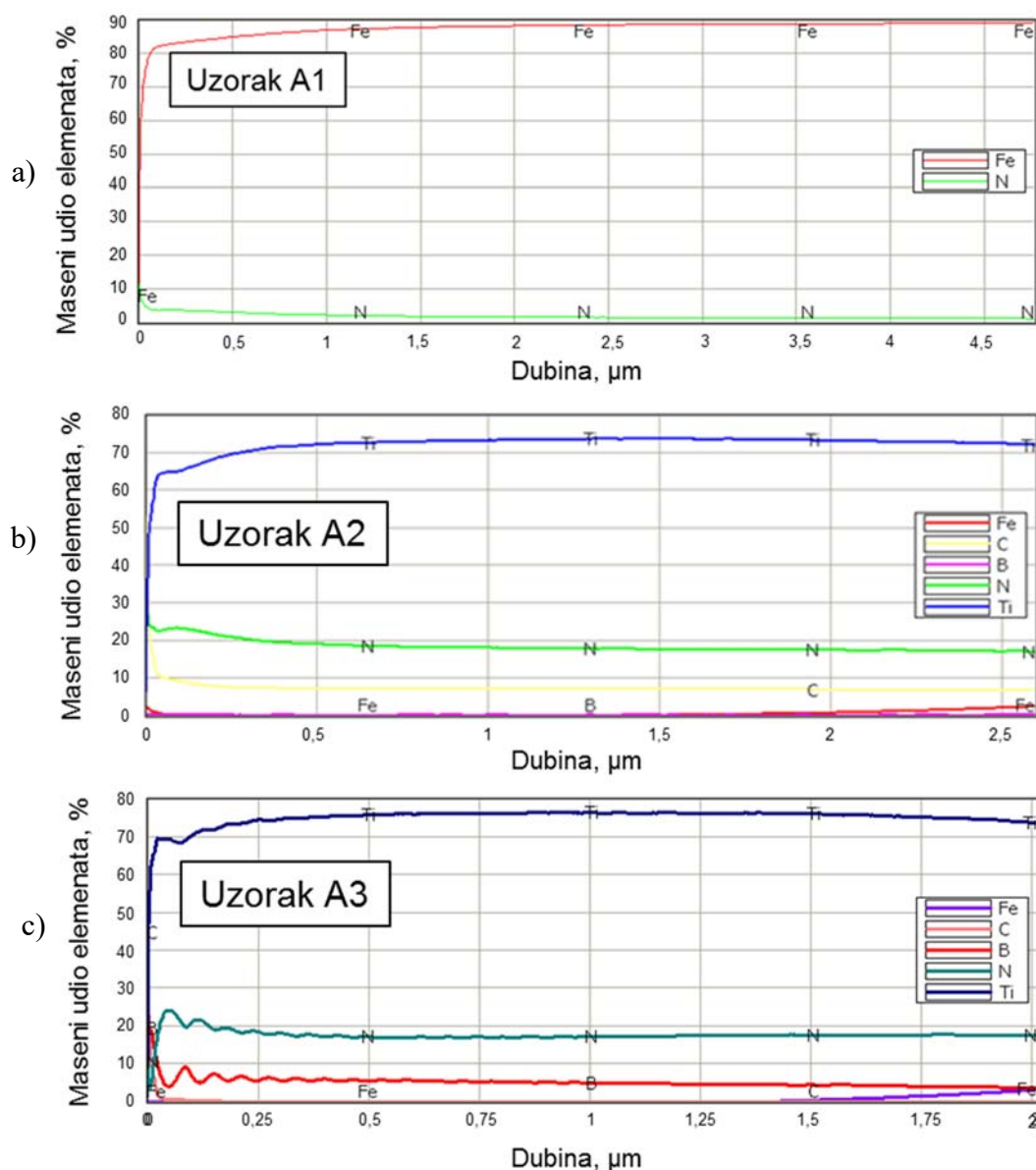
Br. koraka	1	2	3	4	5	6	7	8	9	
Opis koraka	Grijanje	Čišćenje	TiN	TiN	prijelaz TiN → TiB <sub>2</sub>	TiB <sub>2</sub>	TiN	TiB <sub>2</sub>	Hlađenje/ Ispiranje	
Trajanje	1,5 h	2 h	1,5 h	480 s	120 s	120 s	240 s	300 s	1 h	
	ponavljanje x 41									
Tlak [mbar]	2	2	2	2	2	2	2	2	2	
Temperatura [°C]	420	420 →500	500	500	500	500	500	500	500 → 20	
Protok	H <sub>2</sub> [l/h]	140	140	140	140	140	140	140	140	100
	Ar [l/h]	-	7	7	7	7	7	7	7	-
	CH <sub>4</sub> [l/h]	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	TiCl <sub>4</sub> [l/h]	-	0	3	3	3	3	3	3	-
	N <sub>2</sub> [l/h]	-	23	15	15	15→0	-	15	-	-
	BCl <sub>3</sub> [l/h]	-	-	-	-	0→9	9	-	9	-
Pulsiranje N <sub>2</sub>	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
Napon [V]	-	540	500	500	560	560	500	560	-	
Snaga plazme [W]	-	1800	1650	1650	1650	1650	1650	1650	-	

## 4.7 Ispitivanje kemijskog sastava i strukture površinskih slojeva

### 4.7.1 GDOES ispitivanje

Analiza kemijskog sastava nitriranog sloja i prevlaka provedena je GDOES metodom (eng. *GDOES – glow discharge optical emission spectroscopy*) u Laboratoriju za kemijsku analizu UNIZG FSB na uređaju LECO SPECTRUMAT 750 GDS. Ova metoda daje kvantitativni prikaz raspodjele kemijskih elemenata tankog površinskog sloja po dubini te se uobičajeno primjenjuje za analizu sastava slojeva i prevlaka na metalnim materijalima pružajući mogućnost i određivanja debljine sloja [150]. Prednosti GDOES metode su

jednostavna priprema uzorka, brzo vrijeme obrade podataka i relativno visoka osjetljivost. GDOES funkcioniše tako da se atomi na površini uzorka rasprše, ioniziraju, pobude te imitiraju karakteristično svjetlo u plazmi, dok optički spektrometar detektira svjetlost koju emitira pobuđeni atom [150, 151]. Slika 4.13 prikazuje rezultate kemijske analize plazmatski nitiranog sloja, TiCN i TiBN prevlaka.



Slika 4.13 Raspored elemenata po dubini metodom GDOES: a) plazmatski nitiranog sloja (A1), b) TiCN prevlake (A2) i c) TiBN prevlake (A3) na čeliku X38CrMoV5-3

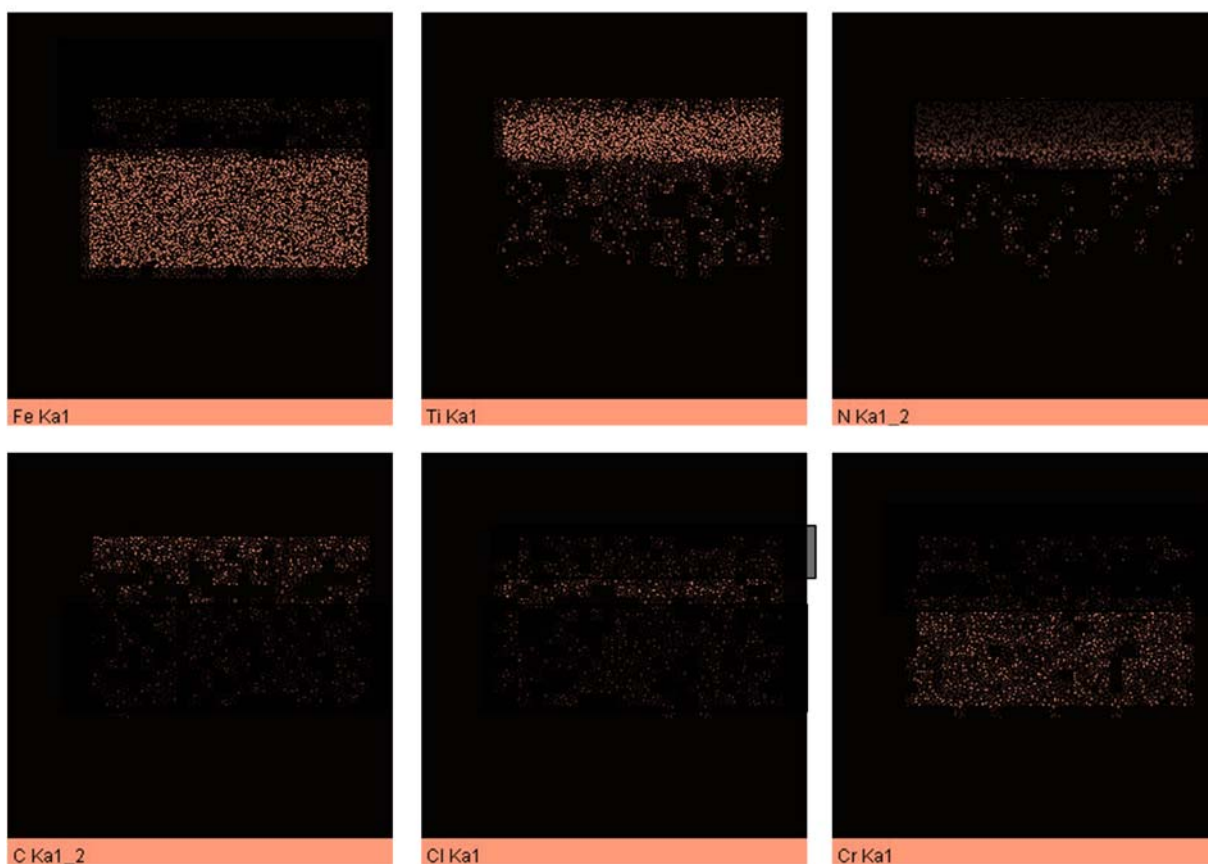
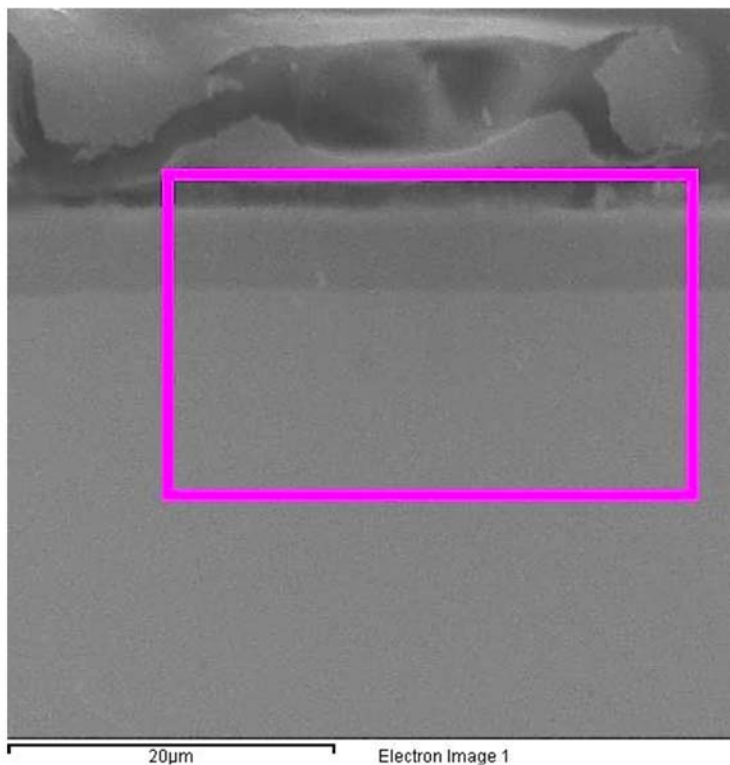
GDOES kemijska analiza kod uzorka A1 potvrdila je prisutnost N u površinskoj sloju što potvrđuje prisutnost nitiranog sloja. Analiza kemijskog sastava prevlaka GDOES metodom

kod uzorka A2 sa TiCN prevlakom ukazala je na prisutnosti Ti, N i C elemenata, odnosno Ti, B, N kod uzorka A3 sa TiBN prevlakom.

#### 4.7.2 EDS ispitivanje

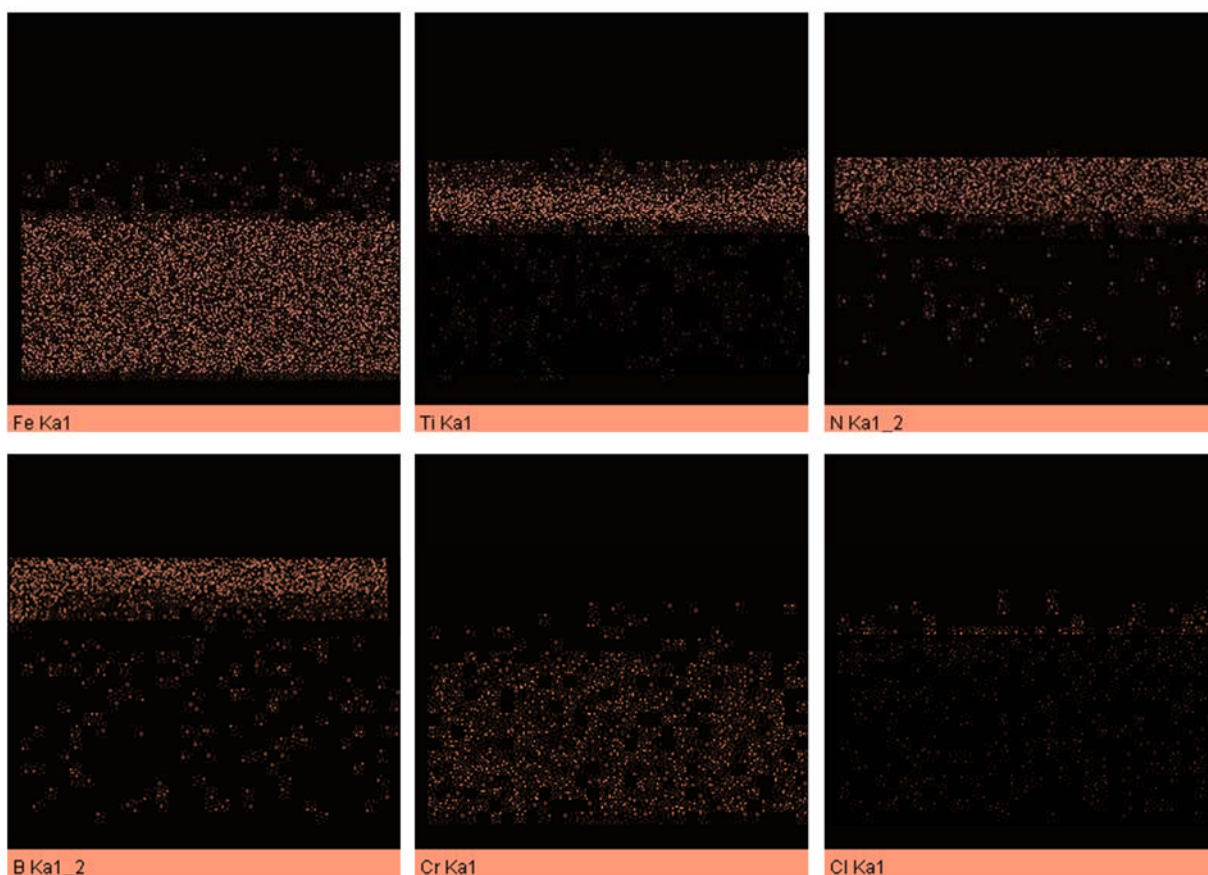
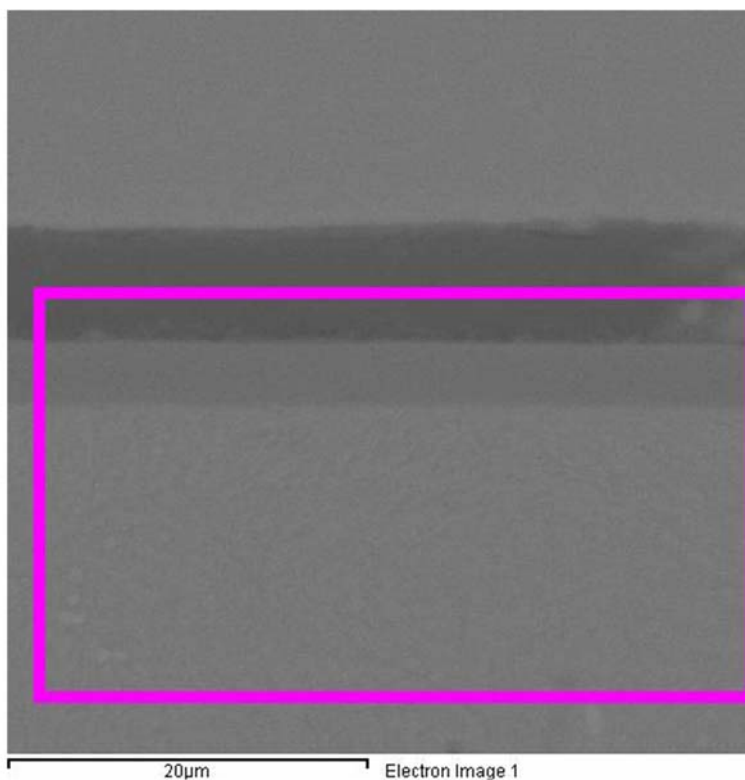
Analiza kemijskog sastava površinskih slojeva pomoću pretražnog elektronskog mikroskopa (eng. *EDS - energy dispersion spectroscopy*) provedena je u Laboratoriju za materijalografiju UNIZG FSB. EDS analiza poprečnog presjeka provedena je s ciljem utvrđivanja sastava i distribucije kemijskih elemenata TiCN i TiBN prevlaka te provjere parametara prevlačenja i kvalitete prevlake. Tako, primjerice, neravnomjerna raspodjela elemenata ili veliki udio Cl u prevlaci ukazuje na loše parametre nanošenja prevlake. EDS mapiranje i linijska analiza provedene su na 5 nasumično odabranih mjesta poprečnog presjeka svakog uzorka Ø22 x 4 mm koji je prethodno metalografski pripremljen na uobičajen način. Odabranim poljem EDS mapiranja dimenzija 30 x 20 µm uz prevlaku obuhvaćen je i osnovni materijal kako bi se utvrdio sastav prevlake, odnosno prisutnost i raspodjela elemenata i po poprečnom presjeku i duž prevlake, prijelaz između prevlake i osnovnog materijala te eventualna prisutnost ostalih elemenata ili nečistoća koji nisu registrirani GDOES analizom. Slike 4.14 i 4.15 prikazuju odabrano područje na kojem je provedeno EDS mapiranje te prisutnost i raspodjelu kemijskih elemenata TiCN i TiBN prevlake.

Uzorak A2



Slika 4.14 EDS mapiranje poprečnog presjeka uzorka A2 s TiCN prevlakom na čeliku X38CrMoV5-3

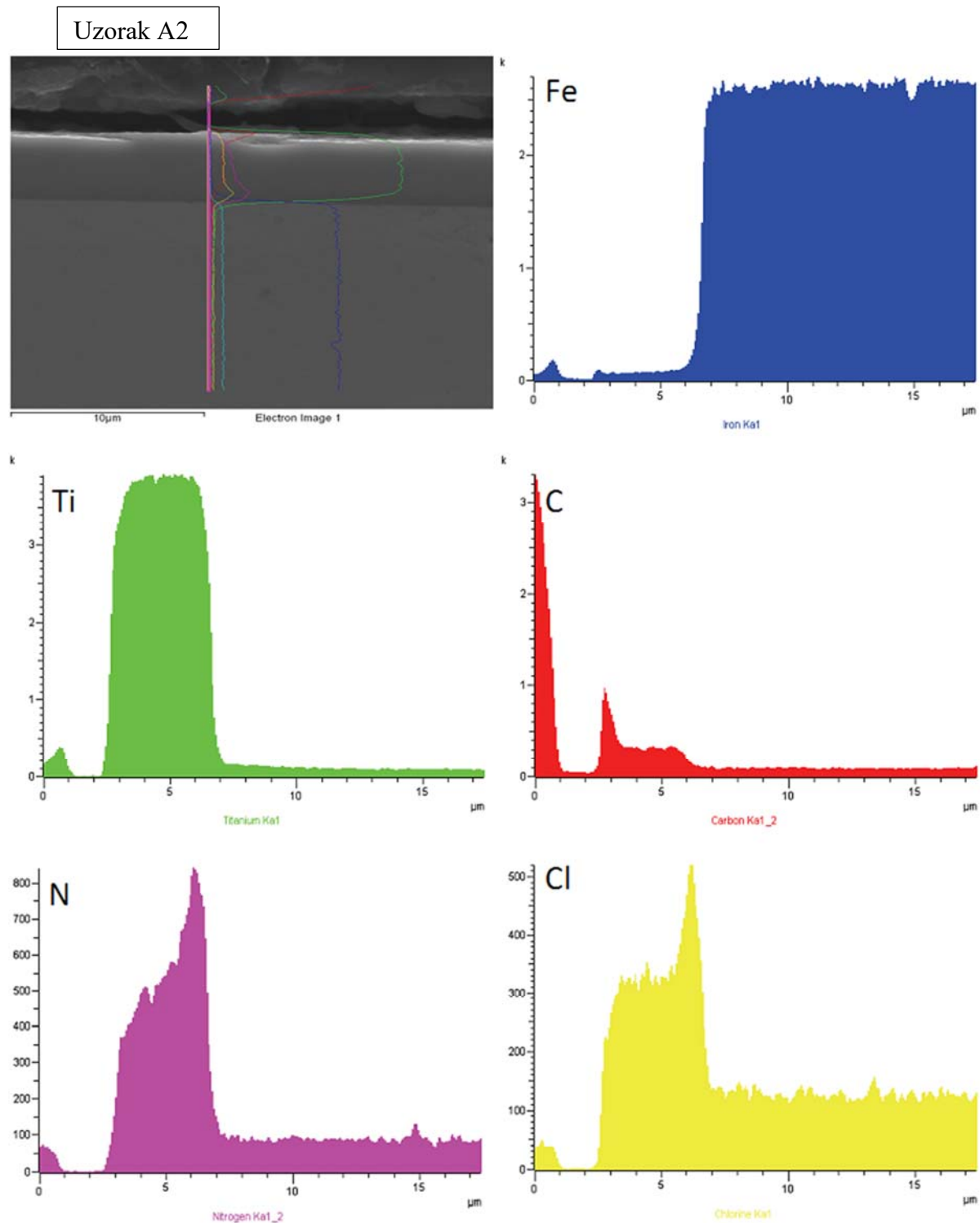
Uzorak A3



Slika 4.15 EDS mapiranje poprečnog presjeka uzorka A3 s TiBN prevlakom na čeliku X38CrMoV5-3

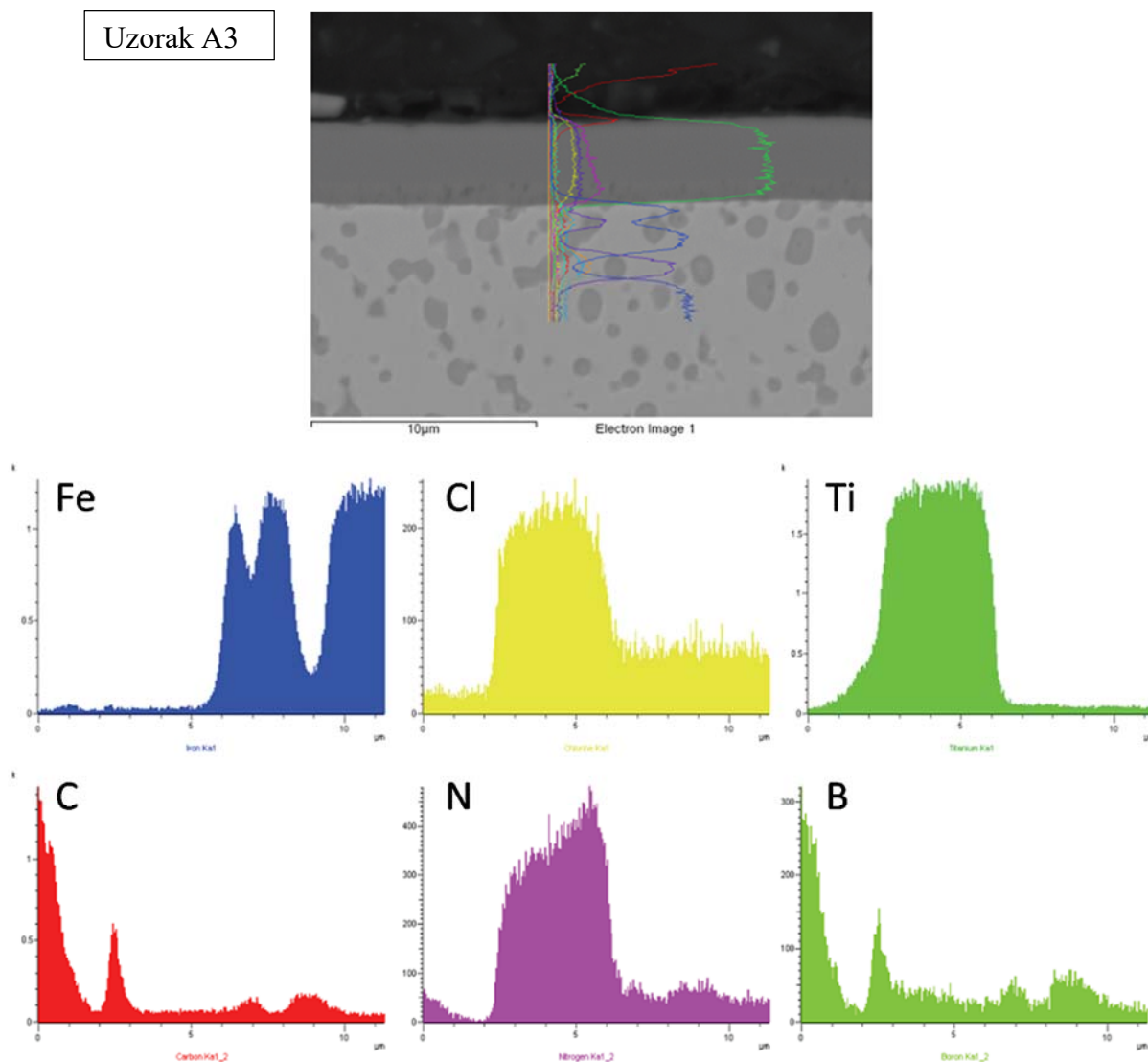


Područje poprečnog presjeka uzorka na kojem je provedena EDS linijska analiza sa promjenom koncentracije pojedinih kemijskih elemenata duž referentne linije prikazano je na slikama 4.16 i 4.17.



Slika 4.16 EDS linijska analiza poprečnog presjeka uzorka A2 s TiCN prevlakom na čeliku X38CrMoV5-3

Uzorak A3



Slika 4.17 EDS linijska analiza poprečnog presjeka uzorka A3 s TiBN prevlakom na čeliku X38CrMoV5-3

#### 4.7.3 Ispitivanje rendgenskom difrakcijom

Rendgenska difrakcija (eng. *XRD-X-ray diffraction*) provedena je radi utvrđivanja mikrostrukturnih faza i kristalografskih struktura nitriranog sloja, TiCN i TiBN prevlaka. Rendgenska difrakcija je nedestruktivna analitička tehnika koja otkriva informacije o kristalnoj strukturi, kemijskom sastavu i fizičkim svojstvima materijala. Difrakcijska slika (difraktogram) dobiva se raspršivanjem rendgenskog zračenja na ispitivanom kristalu pri čemu svaki kristaliničan kemijski spoj ima svoj karakterističan difraktogram koji se sastoji od difrakcijskih maksimuma, difrakcijskih kutova i njihovih visina. Na temelju podataka iz difraktograma može se identificirati elementi/spojevi, udio elemenata/spojeva u smjesi (kvantitativna fazna analiza), razmak susjednih atoma (duljina i narav kemijske veze), kristalna struktura i defekti (nepravilnosti) u kristalnoj strukturi te veličina, oblik i orijentacija

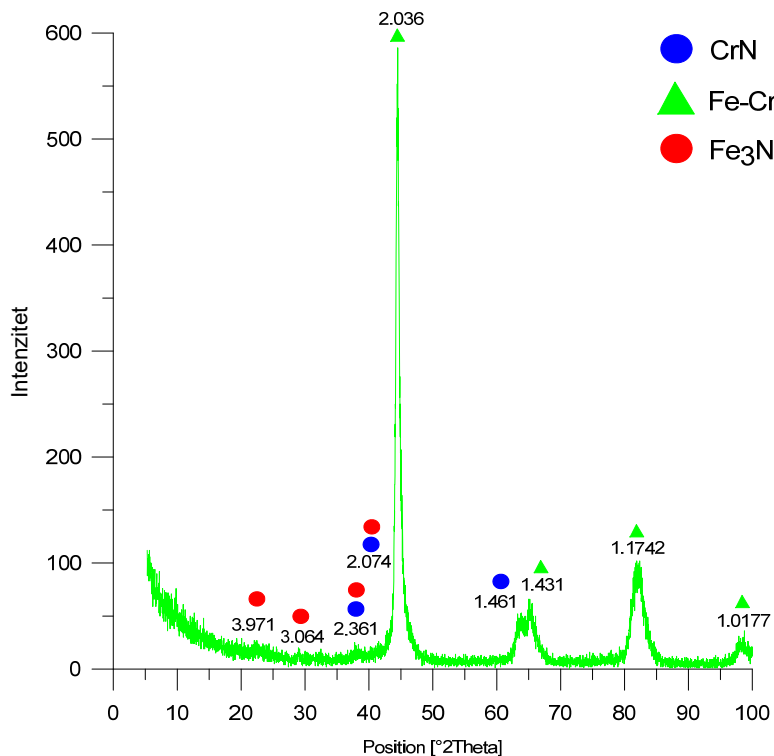
kristalita u uzorku. Na oblik difraktograma utječu zaostala naprezanja, defekti u mikrostrukturi, nehomogena razdioba dislokacija u mikrostrukturi, orijentacija kristalnih zrna te je moguće odrediti iznos distorzije kristalne rešetke, orijentaciju kristalnih zrna, veličinu kristalnih zrna, veličinu mikrodeformacija i teksturu prevlake [10].

Rendgenska difrakcija provedena je na Institutu Ruđer Bošković u Zagrebu, u Laboratoriju za tanke filmove, s ciljem utvrđivanja strukturnih faza nitriranog sloja te TiCN i TiBN prevlaka. Za snimanje difrakcijskih slika uzoraka A1, A2 i A3 korišten je automatski difraktometar za polikristalne uzorke Philips MPD 1880 s grafitnim monokromatskim  $\text{CuK}\alpha$  zračenjem uz radni napon od 40 kV i struje jakosti 30 mA. Difrakcijske slike snimljene su u kutnom području od  $5^\circ \leq 2\theta \leq 100^\circ$ , dok je kvalitativna identifikacija provedena korištenjem ICDD (eng. *International Centar for Diffraction Data*) baze podataka.

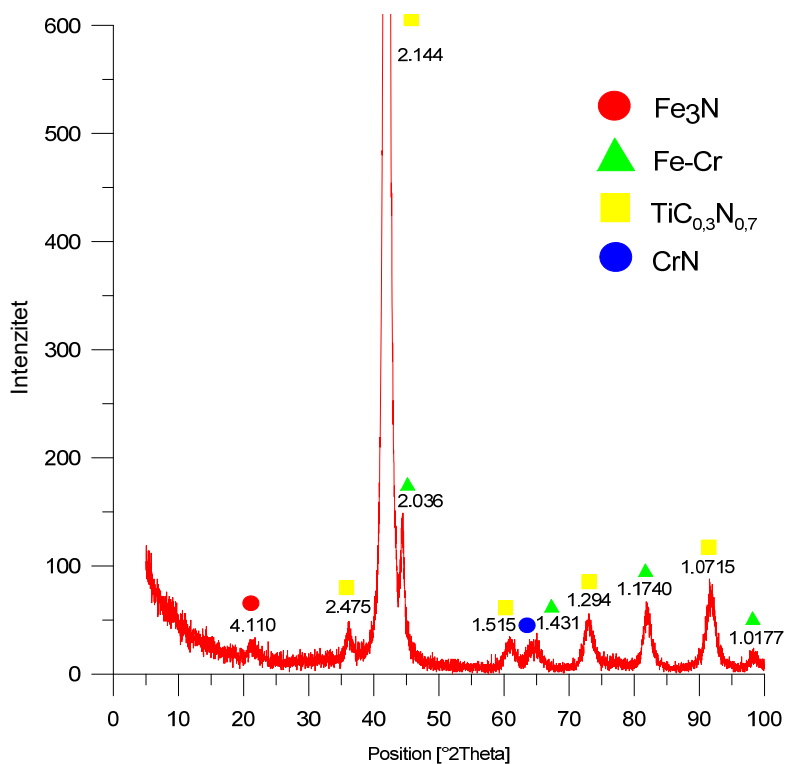
Nakon pripreme i mjerenja uzoraka, uslijedilo je određivanja „peak“-ova (određivanje točnog  $2\theta$  kuta i relativnog intenziteta svakog difrakcijskog maksimuma). Izmjerene vrijednosti i položaji maksimuma uspoređeni su s difrakcijskim podacima za pojedine kristalne faze koje su sadržane u Powder Diffraction File (PDF) koji su pohranjeni u ICDD bazi. Ako uzorak sadrži više različitih faza, problem je puno kompleksniji zbog prekrivanja difrakcijskih maksimuma jedne faze s onima iz drugih faza.

Nakon određivanja položaja difrakcijskih maksimuma u izmjenom difraktogramu i usporedbe s položajima sadržanim u PDF bazi podataka izdvojene su sljedeće faze:

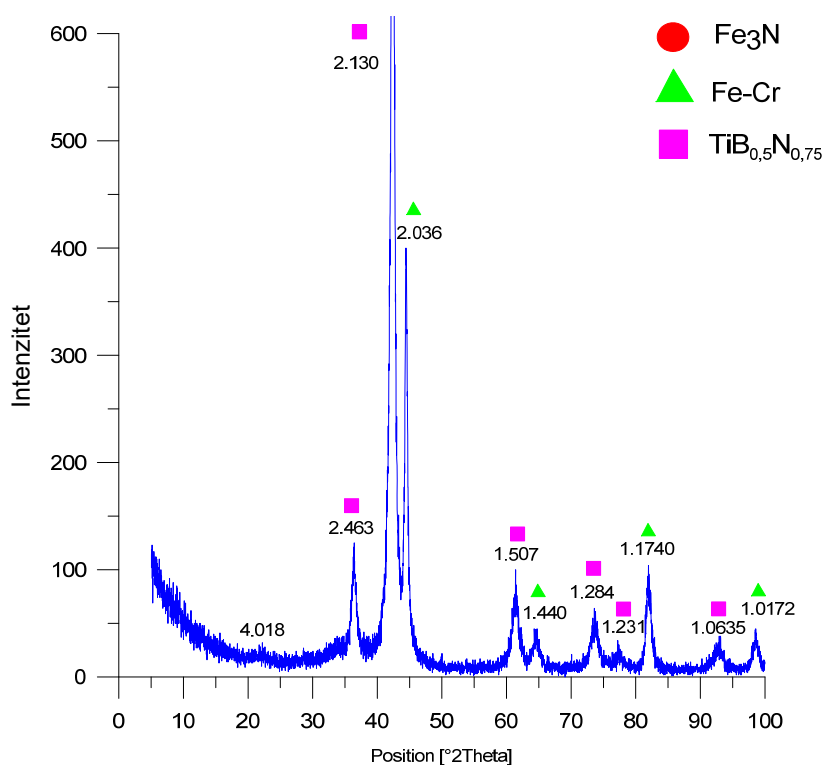
- Difraktogram plazmatski nitriranog uzorka ukazao je na prisutnost  $\text{Fe}_3\text{N}$  i CrN nitrida i Fe-Cr u nitriranom sloju (slika 4.18).
- Na difraktogramu TiCN prevlake prisutni su difrakcijski maksimumi koji odgovaraju CrN,  $\text{Fe}_3\text{N}$  i Fe-Cr. Prisutnost CrN u nitriranom sloju može imati pozitivan utjecaj na prionjivost prevlake, odnosno potpornog TiN sloja zbog iste kristalne strukture [119]. Zabilježeni su i difrakcijski maksimumi koji odgovaraju  $\text{TiC}_{0,3}\text{N}_{0,7}$  kristalu (slika 4.19).
- Na uzorku A3 s TiBN prevlakom zabilježeni su difrakcijski maksimumi za  $\text{Fe}_3\text{N}$  i Fe-Cr, kao i kod uzorka A1 i A2 te se odnose na nitrirani sloj. Nije zabilježena prisutnost CrN faze kao u slučaju uzorka A2. To se može objasniti činjenicom da difrakcijski maksimumi za CrN zabilježeni kod uzoraka A1 i A2 se kod uzorka A3 nalaze na mjestima difrakcijskih maksimuma koji odgovaraju za TiBN. Ostali difrakcijskih maksimumi odgovaraju difrakcijskoj slici za  $\text{TiB}_{0,5}\text{N}_{0,75}$  (slika 4.20).



Slika 4.18 Difraktogram uzorka A1 čelika X38CrMoV5-3 s plazmatski nitriranim slojem



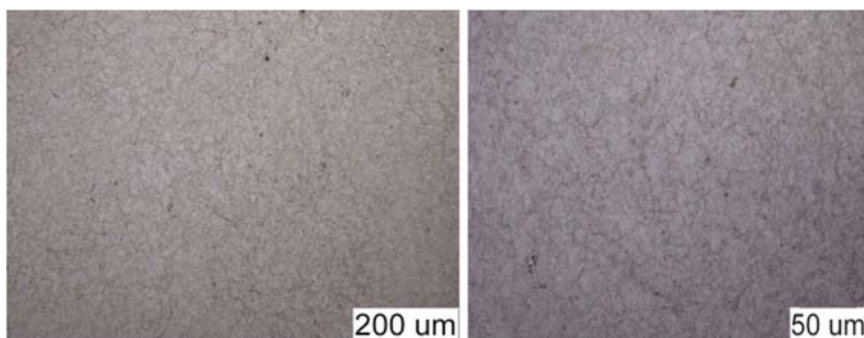
Slika 4.19 Difraktogram uzorka A2 čelika X38CrMoV5-3 s TiCN prevlakom



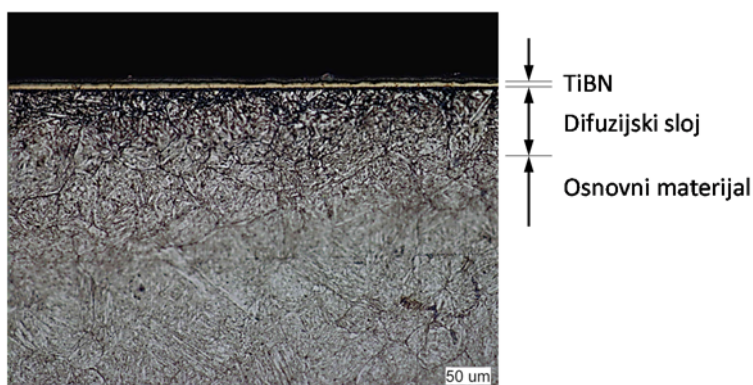
Slika 4.20 Difraktogram uzorka A3 čelika X38CrMoV5-3 s TiBN prevlakom

#### 4.8 Ispitivanje mikrostrukture

Kvalitetna analiza mikrostrukture izuzetno je važna jer je homogena mikrostruktura jedan od preduvjeta za visoku žilavost alatnog čelika za topli rad. Također, mikrostruktura ukazuje na adekvatno ili neadekvatno izabrane parametre toplinske obrade. Analiza mikrostrukture poprečnog presjeka uzoraka A1, A2 i A3 provedena je na svjetlosnom mikroskopu Olympus GX51F u Laboratoriju za materijalografiju UNIZG FSB. Uzorci su metalografski pripremljeni prema uobičajenoj proceduri: izrezivanje uzorka, ulijevanje u polimernu masu, brušenje, poliranje i nagrivanje u NITAL-u (3 mL HNO<sub>3</sub> u 100 mL etilnog alkohola). Osim analize mikrostrukture jezgre provedena je i analiza mikrostrukture nitriranog sloja. Na svim uzorcima (A1, A2, A3) snimljene su mikrostrukture jezgre i nitriranog sloja na poprečnom presjeku uzorka dimenzija Ø22 x 4 mm. Na slikama 4.21 i 4.22 prikazana je mikrostruktura jezgre osnovnog materijala X38CrMoV5-3 i nitriranog sloja s TiBN prevlakom, dok su ostale slike mikrostrukture prikazane u prilogu P.3.

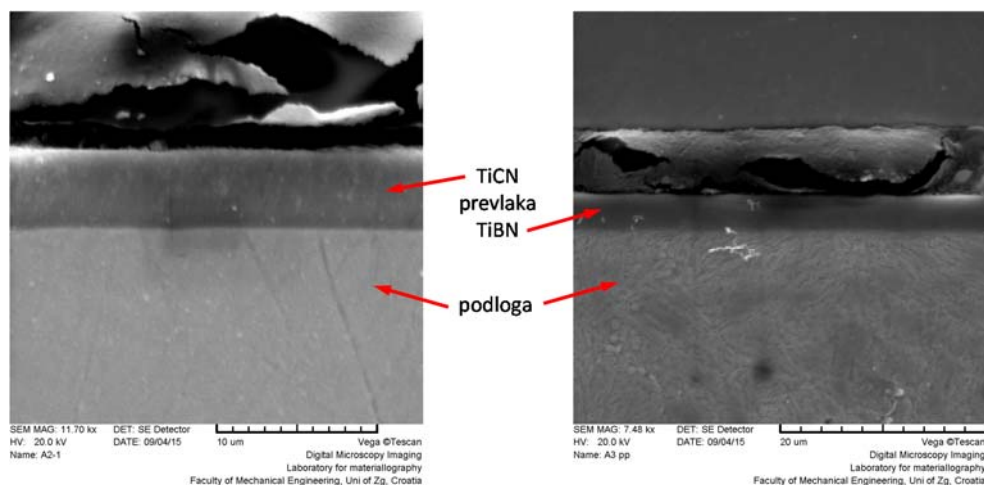


Slika 4.21 Mikrostruktura jezgre osnovnog materijala X38CrMoV5-3 nakon osnovne toplinske obrade kaljenja i popuštanja (nagriženo 3% NITAL)



Slika 4.22 Mikrostruktura uzorka A3 čelika X38CrMoV5-3 s nitriranim (difuzijskim) slojem i TiBN prevlakom (nagriženo 3% NITAL)

Analiza mikrostrukture prevlaka provedena je na svim uzorcima s prevlakama na SEM mikroskopu Vega Tescan u Laboratoriju za materijalografiju UNIZG FSB s ciljem određivanja prisutnosti eventualnih oštećenja, odvajanja ili poroznosti prevlaka. U tu svrhu, prema ranije opisanoj proceduri, uzorci su metalografski pripremljeni te je analiziran poprečni presjek prevlaka duž cijelog uzorka. Slika 4.23 prikazuje poprečni presjek TiCN i TiBN prevlaka na čeliku X38CrMoV5-3 snimljen na SEM-u.



Slika 4.23 SEM prikaz poprečnog presjeka TiCN i TiBN prevlaka na čeliku X38CrMoV5-3

#### 4.9 Ispitivanje debljine prevlaka

Debljina prevlake ima značajan utjecaj na svojstva prevlake [86]. U ovome radu debljina TiCN i TiBN prevlaka određena je metodom utiskivanja kuglice (eng. *ball crater*) ili kalotestom prema normi ISO EN 1071. Kuglica od kaljenog čelika, propisanih dimenzija, utiskuje se određenom silom u površinu ispitnog uzorka sa prevlakom. U ovom slučaju sila je određena masom (promjerom) kuglice. Položaj kuglice u odnosu na uzorak i kontaktno opterećenje su konstantni. Kuglica rotira zadanom brzinom i uz prisustvo abraziva (dijamantna pasta) prodire u prevlaku i osnovni materijal. Cilj metode je stvaranje kratera u obliku kalote na uzorku te se postupak provodi dok kuglica ne probije prevlaku. Optičkom mjernom opremom vrši se mjerenje otiska (slika 4.24 a). Preciznost postupka ovisi o hrapavosti površine, kontrastu slojeva i optičkoj opremi za mjerenje otiska (kalote) na površini uzorka. Debljina prevlake računa se prema izrazu:

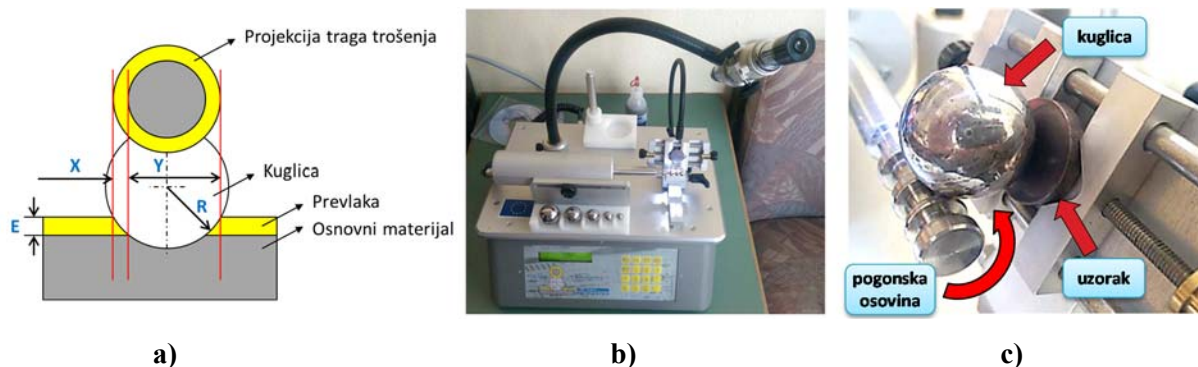
$$E_d = \frac{X \times Y}{D} \quad [\mu\text{m}] \quad (1)$$

Pri čemu je:

- $E_d$  – debljina prevlake
- $X$  – debljina vanjskog prstena
- $Y$  – udaljenost između vanjskog i unutarnjeg prstena
- $D$  – promjer kuglice.

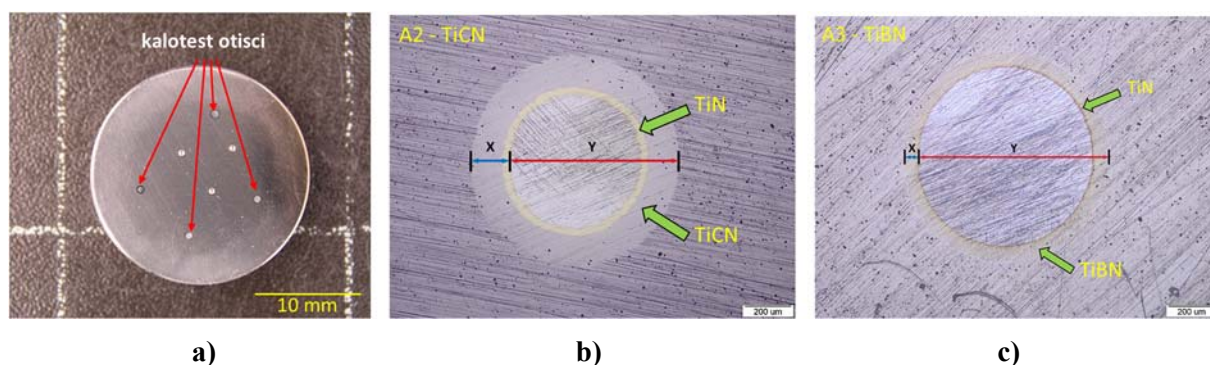
Mjerenje je provedeno u Laboratoriju za toplinsku obradu UNIZG FSB na uređaju TRIBOtechnic Calotester (slika 4.24 b). Debljina je mjerena na po dva uzorka dimenzija  $\text{Ø}22 \times 4 \text{ mm}$  od svake prevlake te je na svakome uzorku provedeno po pet mjerenja (slika 4.24 c). Ispitivanje je provedeno uz sljedeće parametre:

- Brzina vrtnje – 500 okr/min
- Vrijeme – 45 s
- Promjer kuglice – 25 mm.



Slika 4.24 Mjerenje debljine prevlake: a) shematski prikaz ispitivanja, b) kalotester - uređaj za mjerenje debljine prevlake, c) smještaj uzorka u uređaj

Slika 4.25 prikazuje tragove trošenja nastale utiskivanjem kuglice na uzorcima s prevlakama, dok su ostali tragovi trošenja dani u prilogu P.4.



Slika 4.25 Trag trošenja na čeliku X38CrMoV5-3 nakon ispitivanja debljine prevlake metodom utiskivanja kuglice: a) na površini uzorka, b) na uzorku A2 s TiCN prevlakom, c) na uzorku A3 s TiBN prevlakom

Kod obje prevlake na unutarnjem dijelu istrošene kalote jasno je uočljiv TiN sloj karakteristične zlatno žute boje koji je prisutan kod obje prevlake kao potporni (ili prijelazni sloj) za prionjivost prevlake. Prema izrazu (1) određene su debljine TiN potpornog sloja i ukupne debljine prevlaka (tablica 4.10).



Tablica 4.10 Debljina TiN potpornog sloja, TiCN i TiBN prevlaka na čeliku X38CrMoV5-3

Br. mjerenja		A2		A3	
		TiCN (+TiN)	TiN podsloj	TiBN (+TiN)	TiN podsloj
uzorak 1	1.	4,0	0,59	3,9	0,78
	2.	4,6	0,52	4,5	0,89
	3.	4,3	0,79	4,2	0,71
	4.	4,0	0,73	4,1	0,90
	5.	4,3	0,72	3,7	0,79
uzorak 2	1.	4,2	0,58	3,9	0,80
	2.	3,9	0,63	3,9	0,89
	3.	4,5	0,79	4,0	0,74
	4.	3,9	0,84	4,2	0,70
	5.	4,3	0,80	4,5	0,90
uzorak 3	1.	4,1	0,81	4,3	0,74
	2.	4,1	0,62	4,2	0,78
	3.	3,8	0,54	3,9	0,89
	4.	4,2	0,83	4,6	0,64
	5.	4,9	0,72	3,7	0,72
<b>Srednja debljina sloja [μm]</b>		<b>4,2</b>	<b>0,70</b>	<b>4,1</b>	<b>0,79</b>

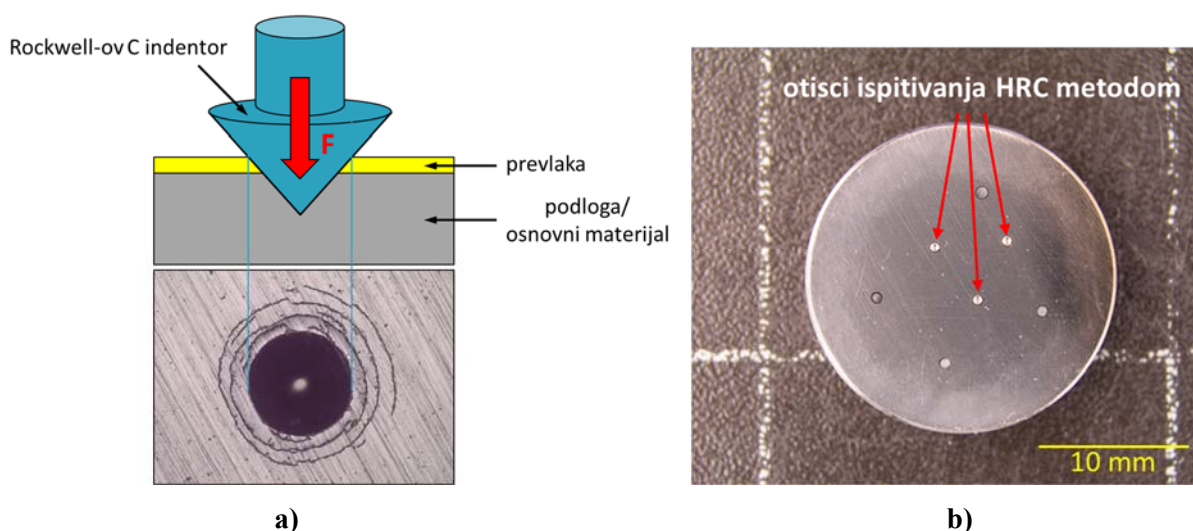
Ovom metodom može se izvršiti i kvalitativna ocjena prionjivosti između prevlake i osnovnog materijala, ali i adhezivnost između slojeva ukoliko se radi o višeslojnim prevlakama sa debljim slojevima. Ukoliko prionjivost prevlake nije dobra dolazi do ljuštenja prevlake između prevlake i osnovnog materijala ili između slojeva prevlake.

#### 4.10 Ispitivanje prionjivosti prevlaka

Prionjivost prevlaka ispitivana je dvjema različitim metodama: Rockwell-ovom metodom utiskivanja indentora prema ViDI 3198 i metodom brazdanja (eng. *scratch test*) prema ENV 1071-3. Ispitivanja su prevedena radi procjene prionjivosti novo razvijenih prevlaka. Upravo je dobra prionjivost preduvjet dobrih svojstava prevlake, tj. ako je prionjivost slaba onda će i svojstva prevlake biti loša te će doći do njezinog ljuštenja i prekomjernog trošenja što je jedan od najčešćih nedostataka i uzroka loših svojstava prevlaka [118].

#### 4.10.1 Rockwell-ova metoda utiskivanja indentora

Uobičajena metoda mjerenja tvrdoće prema Rockwell-u (HRC) koristi se za jednostavnu procjenu prionjivosti prevlaka zbog svoje brzine i jednostavnosti mjerenja. Metoda HRC temelji se na utiskivanju indentora dijamantnog stožac sa vršnim kutem  $120^\circ$  i radijusa zaobljenja 0,2 mm opterećenjem od 1471 N u površinu uzorka. Prodiranje indentora uzrokuje velike plastične deformacije podloge (osnovnog materijala) te lomi i prevlaku (slika 4.26). Zbog velikih vlačnih naprezanja na rubu otiska dolazi do pucanja i/ili ljuštenja prevlake u slučaju slabe prionjivosti. Prionjivost prevlake određuje se prema teksturi i količini oštećenja prevlake koja su se pojavila oko otiska.



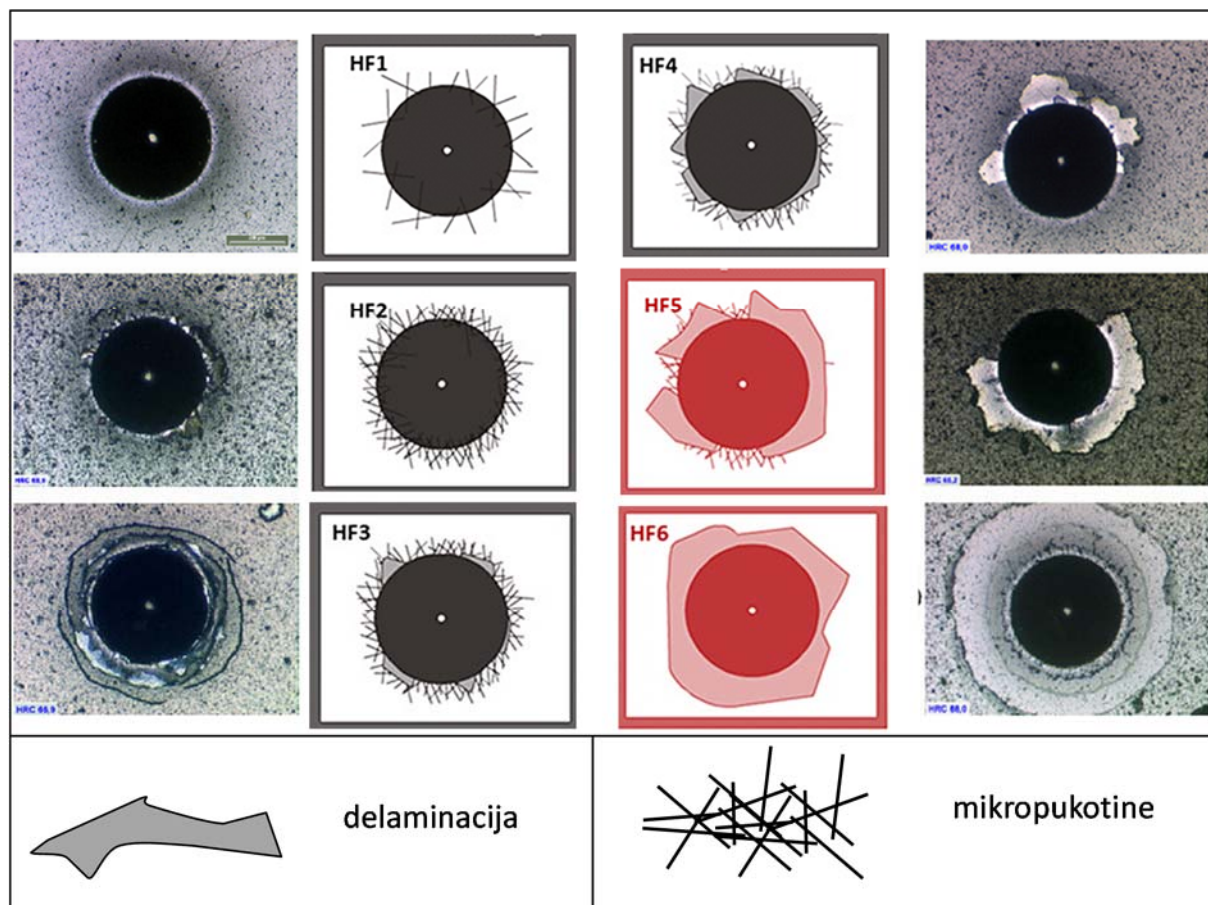
**Slika 4.26 a) shematski prikaz mjerenja prionjivosti prevlake HRC metodom  
b) tragovi otisaka HRC ispitivanja na čeliku X38CrMoV5-3**

Prionjivost prevlake podijeljena je u šest razreda prema teksturi oštećenja oko ruba otiska (slika 4.27) [114]:

- HF1 – mali broj pukotina
- HF2 – veći broj pukotina, bez delaminacije (ljuštenja)
- HF3 – pukotine uz slabu delaminaciju
- HF4 – pukotine uz djelomičnu delaminaciju
- HF5 – pukotine uz prevladavajuću delaminaciju
- HF6 – potpuna delaminacija prevlake.

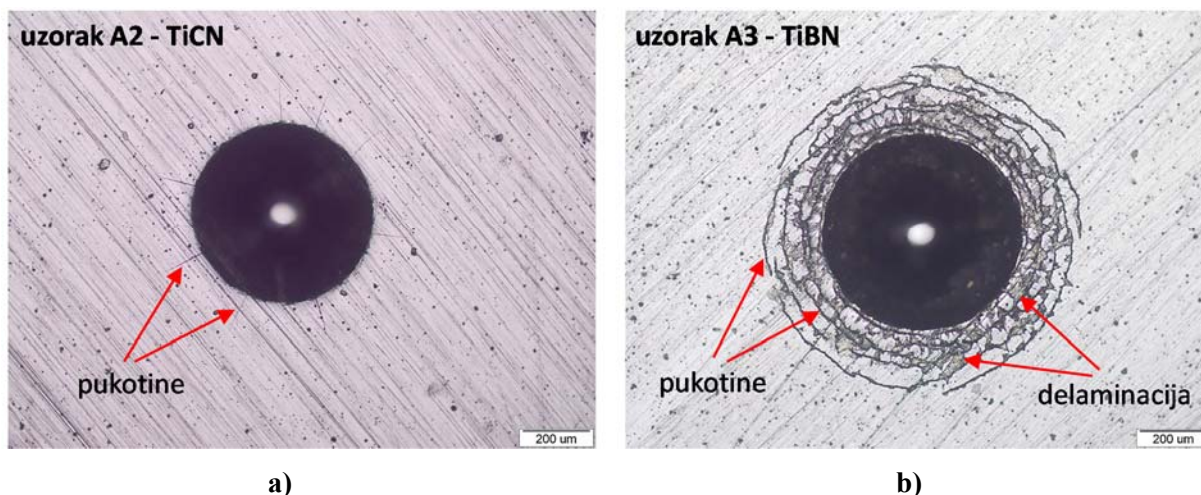
Razredi HF1 i HF2 ukazuju na dobru prionjivost prevlake, dok razredi HF3 i HF4 ukazuju na zadovoljavajuću prionjivost prevlake (prihvatljiva je samo mala količina

delaminacije). U slučaju razreda HF5 i HF6, gdje prevladava delaminacija prevlake oko otiska, prionjivost prevlake nije prihvatljiva.



Slika 4.27 Šest razreda klasifikacije mjerenja prionjivosti prevlake metodom HRC [114]

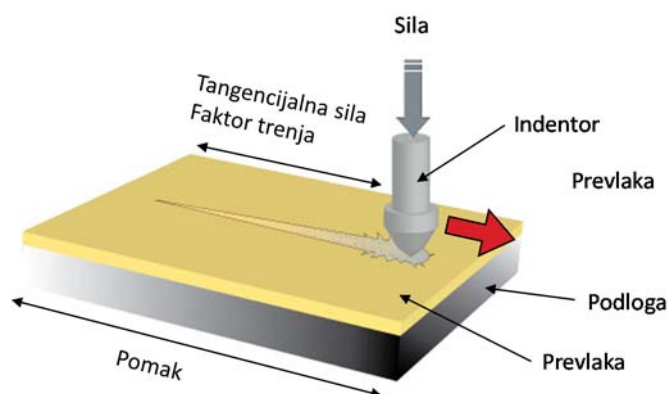
Prionjivost prevlake ispitana je na 5 uzoraka od svakog stanja i to po tri otiska na svakom uzorku. Ispitivanje je provedeno na Insize ISH-MR150-P uređaju za mjerenje tvrdoće HRC metodom u Laboratoriju za toplinsku obradu UNIZG FSB, dok su otisci analizirani na svjetlosnom mikroskopu Olympus GX51F u Laboratoriju za materijalografiju UNIZG FSB. Dio rezultata ispitivanja prikazuje slika 4.28, ostali rezultati dani su u prilogu P.5.



Slika 4.28 Rezultati ispitivanja prionjivosti prevlaka na čeliku X38CrMoV5-3 metodom HRC: a) uzorak A2 s TiCN prevlakom b) uzorak A3 s TiBN prevlakom

#### 4.10.2 Ispitivanje brazdanjem

Metoda brazdanja najčešće se koristi za procjenu prionjivosti prevlaka i pruža kvalitativne informacije o čvrstoći veze između prevlake i podloge, faktoru trenja prevlake te pruža djelomičan uvid u otpornost prevlake na abraziju. Dijamantni indentor definirane geometrije<sup>1</sup> povlači se po površini uzorka konstantnom brzinom uz djelovanje normalne sile na smjer povlačenja (slika 4.29). Normalna sila može biti kontinuirana, kontinuirano se povećavati ili povećavati se u koracima. Kretanje dijamantnog indentora po površini uzrok je naprezanjima koja uzrokuju pukotine i istiskivanje materijala, te ljuštenje ili kidanje prevlake. Nakon ispitivanja tragovi trošenja analiziraju se optičkim uređajem kako bi se utvrdio trenutak nastajanja i vrste pukotina. Također, tijekom ispitivanja mjeri se tangencijalna sila (sila trenja), normalna sila, dubina prodiranja i akustična emisija. Ispitivanja su provedena kako bi se utvrdila prionjivost TiCN i TiBN prevlaka te odredio njihov faktor trenja.



Slika 4.29 Shematski prikaz ispitivanja prionjivosti prevlake metodom brazdanja

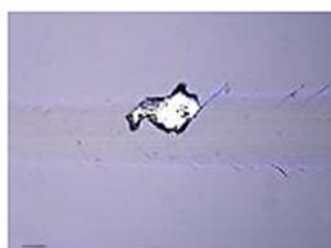
<sup>1</sup> vrh radijusa 20 do 200 µm za makro/mikro brazdanje, 1 do 20 µm za nano metode brazdanja

Normalna sila kod koje se pojavi određeno karakteristično oštećenje prevlake naziva se kritična sila i označava se  $L_{ci}$ , N. Iznos kritične sile ovisi o kohezijskoj i adhezijskoj vezi između prevlake i podloge. Osim toga, na kritičnu silu utječe radijus indentora, primijenjena sila, mehanička svojstva prevlake i podloge, debljina prevlake, zaostala naprezanja i nedostaci prevlake, itd [114]. Iznos kritične sile najčešće se određuje pomoću analize traga brazdanja mikroskopom. Ukoliko je poznata početna i krajnja sila, prirast sile N/s i duljina traga brazdanja, jednostavnim mjerenjima moguće je odrediti udaljenost na kojem je nastalo prvo oštećenje, a time i iznos pripadajuće kritične sile. Karakteristični događaji oštećenja prevlake i kritičnih sila jesu (slika 4.30) [152]:

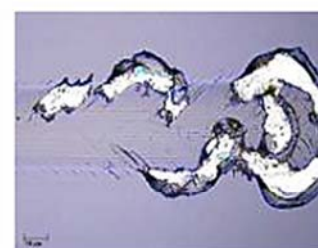
- Pojava prvih pukotina u prevlaci – kohezijska oštećenja (opterećenje  $L_{c1}$ ).
- Pojava delaminacije (odvajanja) prevlake – adhezijska oštećenja (opterećenje  $L_{c2}$ ).
- Pojava potpunog odvajanja prevlake i probijanje prevlake, tj. pojava osnovnog materijala u tragu trošenja (opterećenje  $L_{c3}$ ).



Pojava prvih pukotina  
 $L_{c1}$



Početak delaminacije  
 $L_{c2}$

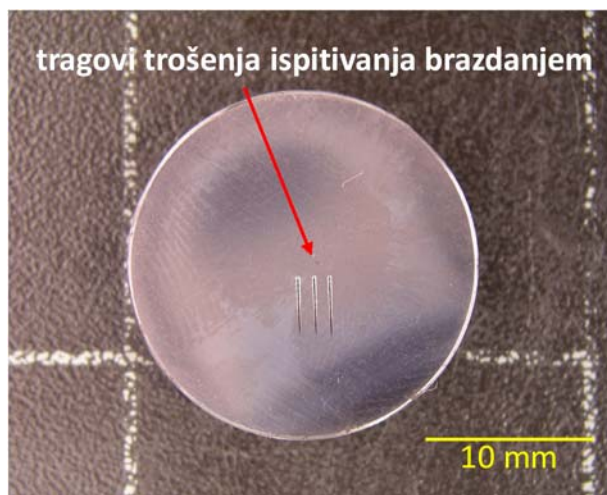


Potpuno probijanje  
prevlake  
 $L_{c3}$

**Slika 4.30 Karakteristični događaji i kritične sile kod ispitivanja prionjivosti brazdanjem [152]**

Ispitivanje je provedeno na Institutu Jožef Stefan u Ljubljani na uređaju CSM Revetest Scratch Tester. Slika 4.31 prikazuje uzorak sa tragovima trošenja kod metode brazdanja. Ispitivanja su provedena sa sljedećim parametrima:

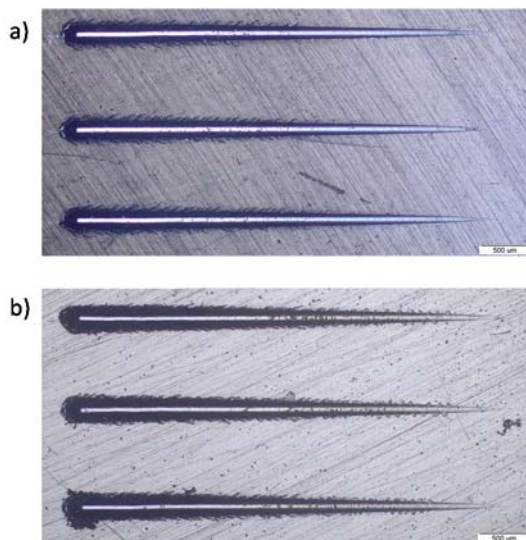
- Početna sila: 1 N
- Krajnja sila: 150 N
- Prirast opterećenja: 199,99 N/min
- Brzina brazdanja: 6,04 mm/min
- Duljina traga: 4,5 mm
- Indentor: Rockwell C.



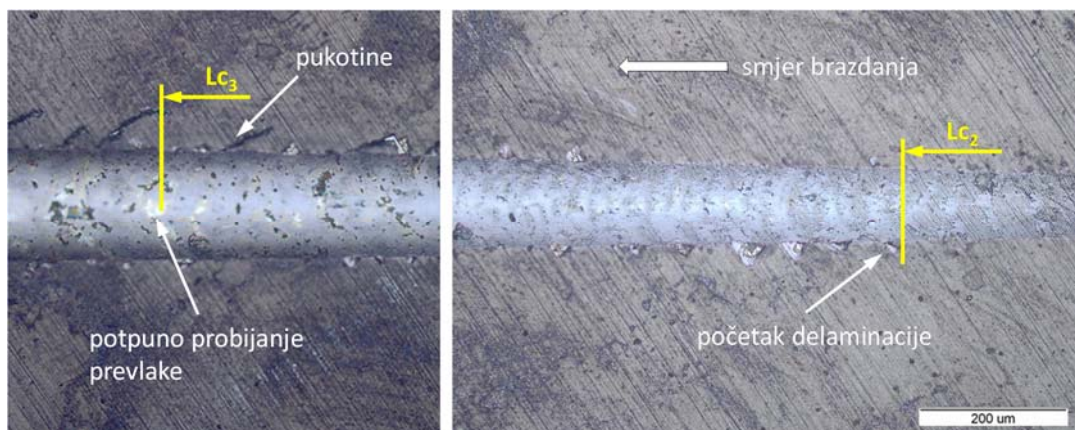
**Slika 4.31** Tragovi trošenja na ispitnom uzorku od čelika X38CrMoV5-3 nakon ispitivanja prionjivosti prevlake metodom brazdanja

Za svaku prevlaku provedeno je ispitivanje na po dva uzorka sa po tri mjerenja tj. napravljena su tri traga po svakom uzroku (slika 4.32) te su određene kritične sile:  $L_{c1}$ ,  $L_{c2}$  i  $L_{c3}$ . Njihove vrijednosti određene su analizom tragova trošenja na svjetlosnom mikroskopu Olympus GX51F u Laboratoriju za materijalografiju UNIZG FSB te analizom dijagrama normalne sile i akustične emisije.

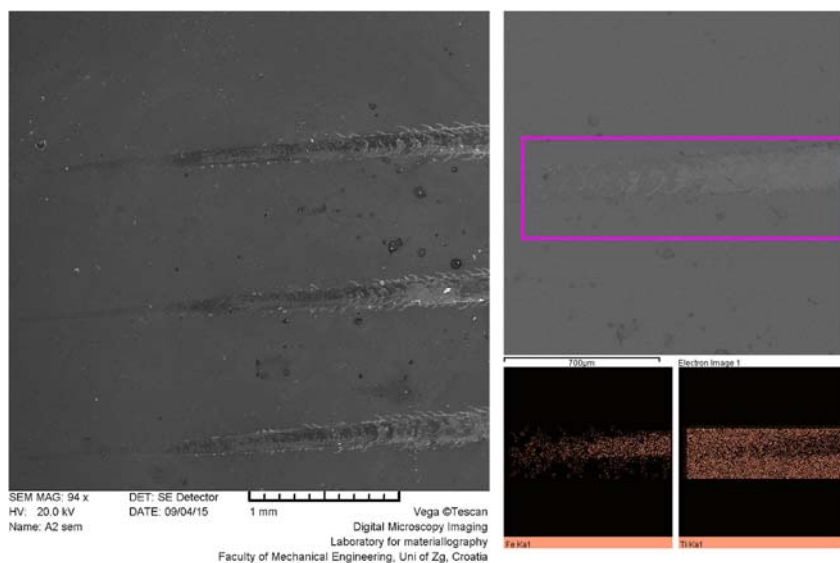
Slika 4.33 prikazuje glavni dio traga trošenja TiCN prevlake. Prve mikropukotine koje nastaju zbog vlačnih naprezanja iza indentora i odnose se na kohezijska oštećenja, pojavile su se kod sile od 42 N ( $L_{c1}$ ). Povećanjem opterećenja, pri sili od 65 N ( $L_{c2}$ ) vidljiva je mala delaminacije prevlake na vanjskim rubovima brazde, bez vidljivog osnovnog materijala. To upućuje da je inicijalna mikropukotina propagirala kroz prevlaku, ali duž spoja između prevlake i podloge. Pojava klinastih bočnih pukotina duž obje strane brazde, ali bez delaminacije ili lomljenja (lateralno odlamanje prevlake zaobljenog karaktera duž vanjskih rubova brazde) i pojave osnovnog materijala u tragu trošenja sa povećanjem opterećenja, upućuju na vrlo dobru adheziju prevlake. Mjesto potpunog probijanja prevlake ( $L_{c3}$ ) nije se moglo sa sigurnošću utvrditi na svim načinjenim tragovima pomoću svjetlosnog mikroskopa, stoga je ono određeno pomoću skenirajućeg elektronskog mikroskopa i EDS analize (slike 4.34 i 4.35). Također, pomoću skenirajućeg elektronskog mikroskopa potvrđena je i sila pojave prvih pukotina  $L_{c1}$  (slika 4.35). Potpuno probijanje TiCN prevlake pojavilo se kod sile od 119 N ( $L_{c3}$ ).



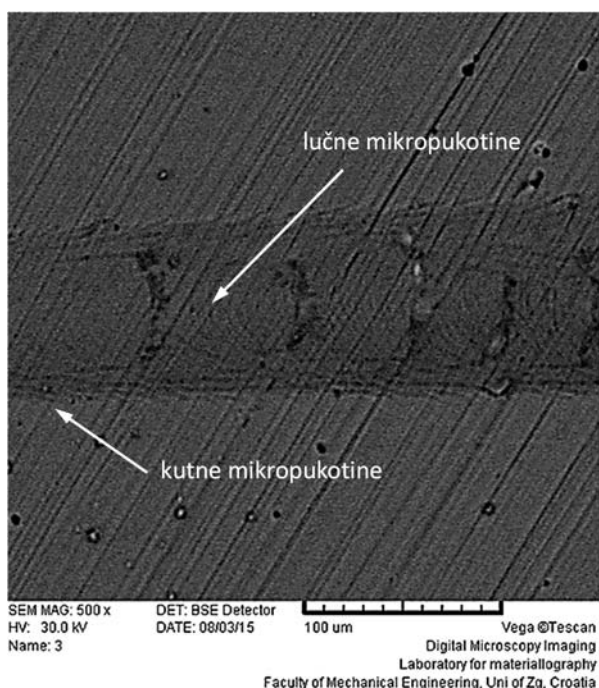
Slika 4.32 Tragovi trošenja nakon ispitivanja brazdanjem na čeliku X38CrMoV5-3 za: a) uzorak A2 s TiCN prevlakom, b) uzorak A3 s TiBN prevlakom



Slika 4.33 Trag trošenja na uzorku A2 pri ispitivanju brazdanjem TiCN prevlake na čeliku X38CrMoV5-3

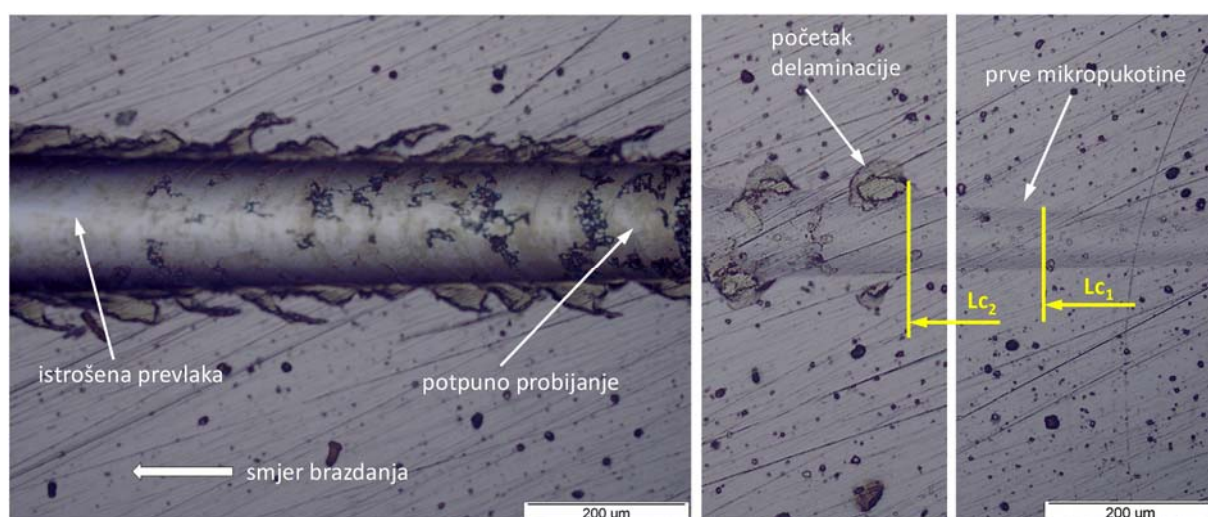


Slika 4.34 EDS analiza traga trošenja na uzorku A2 pri ispitivanju brazdanjem TiCN prevlake na čeliku X38CrMoV5-3



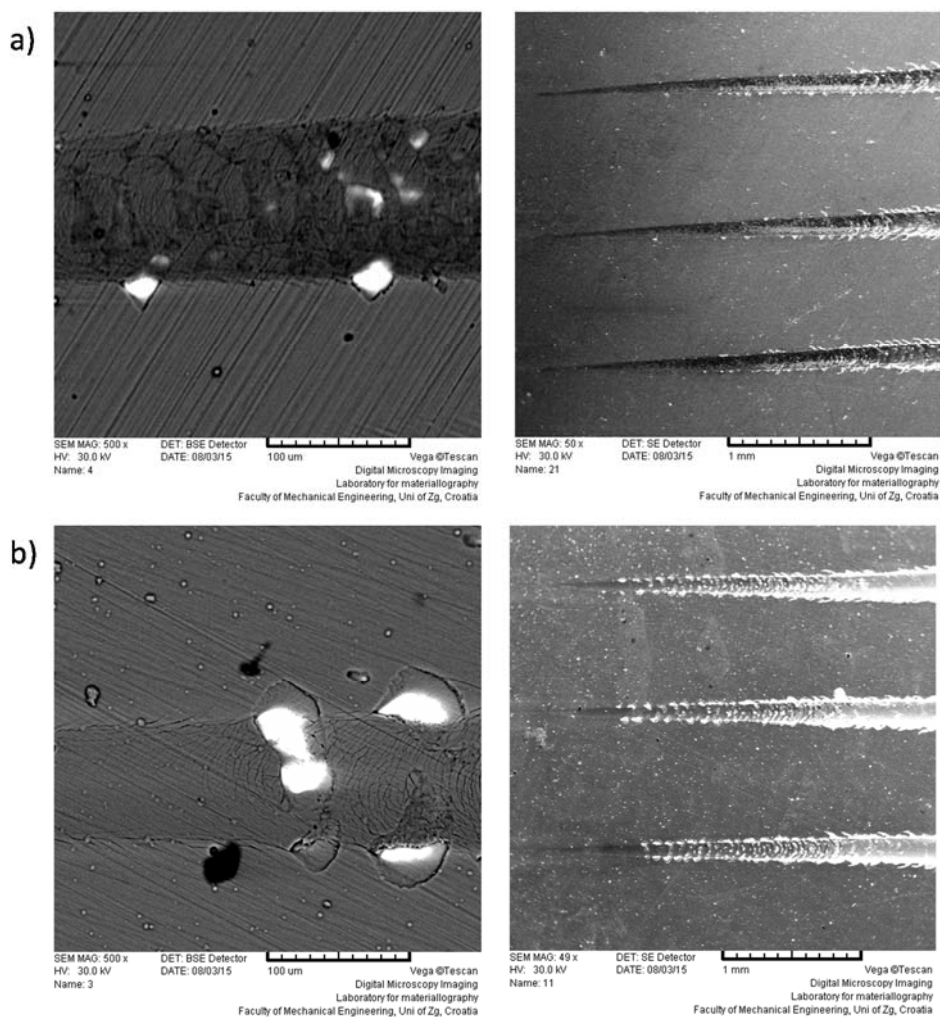
**Slika 4.35 SEM analiza traga trošenja na uzorku A2 pri ispitivanju brazdanjem TiCN prevlake na čeliku X38CrMoV5-3**

Slika 4.36 prikazuje trag trošenja TiBN prevlake. Prve mikropukotine pojavile su se pri približno istoj sili kao i u slučaju TiCN prevlake (TiBN  $L_{c1}$ =40 N). Međutim, delaminacija TiBN prevlake pojavila se znatno ranije, pri sili od 55 N ( $L_{c2}$ ) te je i sama delaminacija izraženija. Nadalje, potpuno probijanje prevlake i pojava osnovnog materijala u tragu trošenja zabilježeno je pri sili od 81 N ( $L_{c3}$ ) što je značajno niže od TiCN prevlake i upućuje na lošiju prionjivost TiBN prevlake. To potvrđuje i analiza tragova trošenja na SEM-u (slika 4.37).



**Slika 4.36 Trag trošenja na uzorku A3 pri ispitivanju brazdanjem TiBN prevlake na čeliku X38CrMoV5-3**

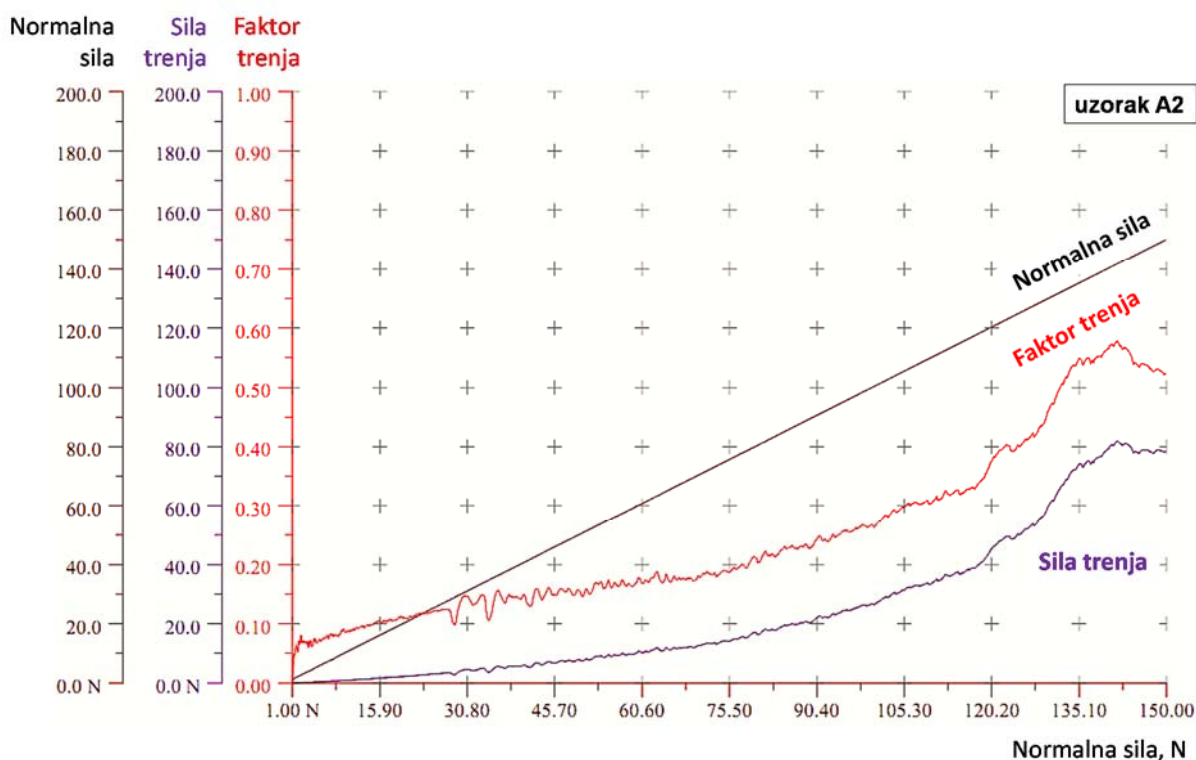




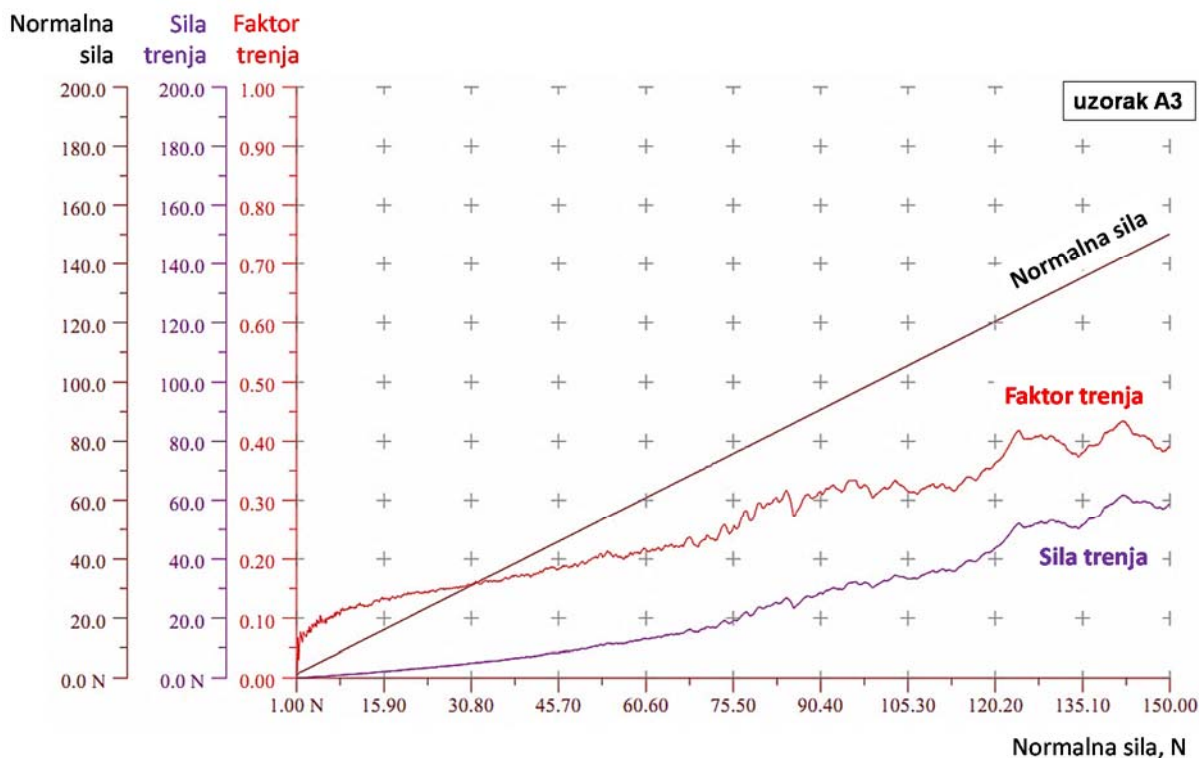
**Slika 4.37 SEM fotografije tragova trošenja na čeliku X38CrMoV5-3 pri ispitivanju brazdanjem: a) uzorka A2 sa TiCN prevlakom, b) uzorka A3 sa TiBN prevlakom**

Uređaj CSM Revetest Scratch Tester tijekom mjerenja bilježi akustičnu emisiju, silu trenja, faktor trenja i normalnu (tangencijalu) silu. Na temelju dijagrama normalne tangencijalne sile i akustične emisije moguće je očitati i utvrditi iznose kritičnih sila. Stoga, u daljnjoj analizi prionjivosti prevlaka uspoređeni su tragovi trošenja i pripadajućih iznosa kritičnih sila sa dijagramima normalne tangencijalne sile i akustične emisije. Na temelju fluktuacija normalne (tangencijalne) sile registriranih tijekom mjerenja određeni su iznosi kritičnih sila pri čemu trošenje (delaminacija) prevlake rezultira promjenom (nagib ili skok) iznosa sile, odnosno faktora trenja. Akustičnom emisijom  $L(AE)$  koja se temelji na detekciji i mjerenju elastičnih valova koji su nastali kao rezultat iznenadnih unutarnjih naprezanja u prevlaci uslijed promjene u njezinoj unutarnjoj strukturi, kao što su nastajanje i širenje pukotina te delaminacije prevlake, određeni su iznosi kritičnih sila.

Usljed povlačenja indentora opterećenog sa normalnom silom po površini ispitnog uzorka, sila i faktor trenja kontinuirano rastu sa povećanjem normalne sile (od 1 do 150 N). S početkom odvajanja prevlake od podloge dolazi do nagle promjene (porasta) sile, odnosno faktora trenja. Analizom krivulja u dijagramu ovisnosti faktora i sile trenja o normalnoj sili pri ispitivanju prionjivosti brazdanjem TiCN prevlake vidljivo je naglo povećanje sile i faktora trenja pri normalnoj sili od približno 120 N (slika 4.38). Ovakva nagla promjena, odnosno povećanje sile i faktora trenja karakteristična je kada dolazi do potpunog probijanja prevlake i prodiranja indentora u podlogu, odnosno osnovni materijal. Vrijednost normalne sile pri kojoj je došlo do potpunog probijanja prevlake odgovara vrijednosti sile  $L_{c3}$  određenoj analizom tragova trošenja na SEM-u. U slučaju TiBN prevlake (slika 4.39) jasno je vidljiv početak poremećaja sile i faktora trenja pri normalnoj sili od 65 N. Može se zaključiti da to odgovara pojavi značajnije delaminacije prevlake, dok je značajniji poremećaj sile i faktora trenja zabilježen pri iznosu normalne sile od 83 N što odgovara sili potpunog probijanja prevlake  $L_{c3}$  koja je određena analizom tragova trošenja na svjetlosnom mikroskopu.

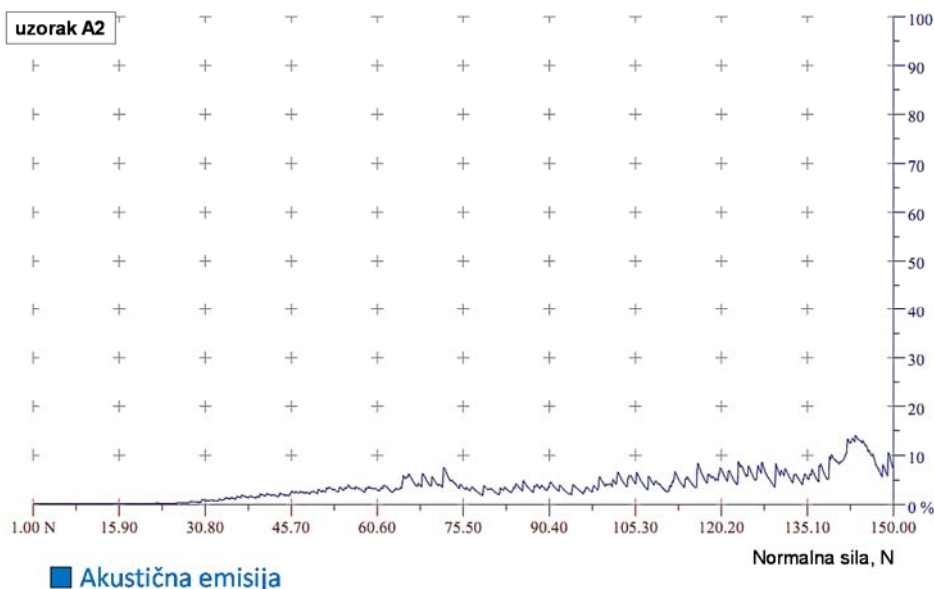


Slika 4.38 Ovisnost faktora i sile trenja o normalnoj sili pri ispitivanju prionjivosti brazdanjem uzorka A2 s TiCN prevlakom na čeliku X38CrMoV5-3

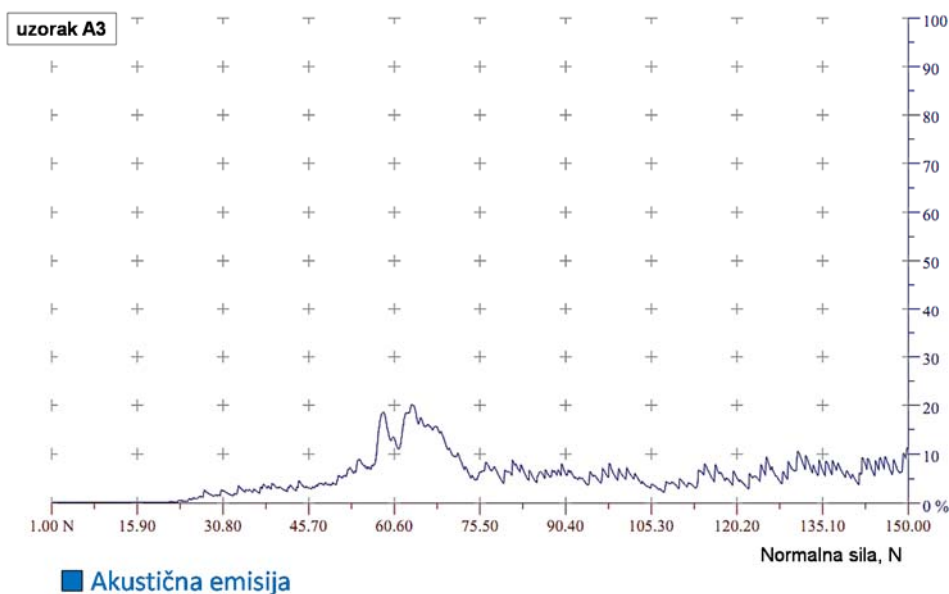


Slika 4.39 Ovisnost faktora i sile trenja o normalnoj sili pri ispitivanju prionjivosti brazdanjem uzorka A3 s TiBN prevlakom na čeliku X38CrMoV5-3

Na dijagramu akustične emisije  $L(AE)$  snimljenom pri ispitivanju prionjivosti brazdanjem TiCN prevlake vidljiva je pojava šuma pri sili od 68N što odgovara sili  $L_{c2}$  kod koje je zabilježen početak delaminacije (slika 4.40). Analizom krivulje akustične emisije  $L(AE)$  pri ispitivanju prionjivosti brazdanjem TiBN prevlake vidljiva je pojava šuma pri sili od 54 N (slika 4.41).



Slika 4.40 Akustična emisija pri ispitivanju prionjivosti brazdanjem uzorka A2 s TiCN prevlakom na čeliku X38CrMoV5-3



**Slika 4.41 Akustična emisija pri ispitivanju prionjivosti brazdanjem uzorka A3 s TiBN prevlakom na čeliku X38CrMoV5-3**

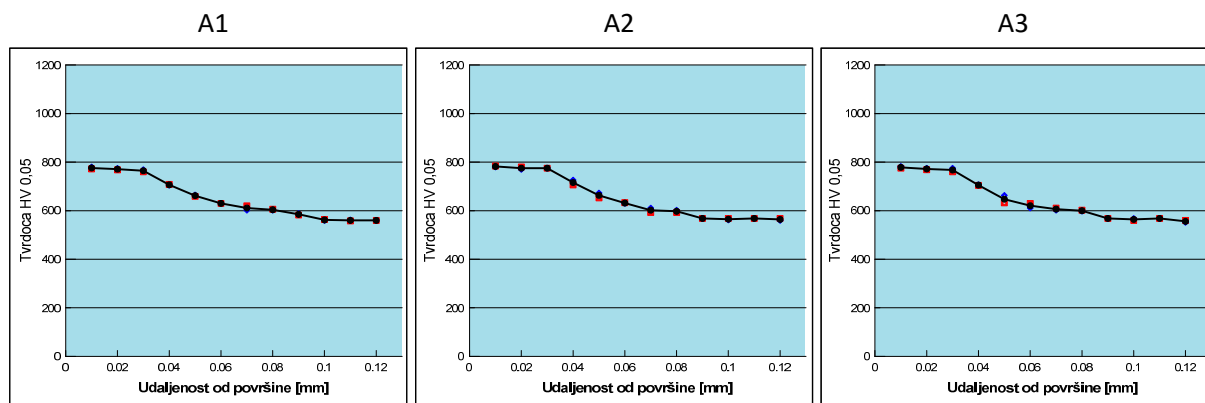
Ostali rezultati ispitivanja prionjivosti prevlaka brazdanjem dani su u prilogu P.6 i P.7.

#### 4.11 Ispitivanje mikrotvrdoće površinskih slojeva

Tvrdoća je, osim HRC metodom na osnovnom materijalu ispitana i Vickers-ovom metodom i to na nitriranim uzorcima i uzorcima s prevlakama. Ispitivanje mikrotvrdoće površinskih slojeva uključivalo je određivanje profila tvrdoće nitriranog sloja po poprečnom presjeku i površinske tvrdoće prevlaka.

##### 4.11.1 Ispitivanje mikrotvrdoće nitriranog sloja

U Laboratoriju za toplinsku obradu UNIZG FSB provedeno je ispitivanje mikrotvrdoće kako bi se odredio profil mikrotvrdoće i dubina nitriranog sloja. Ispitivanje je provedeno na uzorcima A1, A2 i A3, koji su korišteni za analizu mikrostrukture Vickers-ovom metodom na uređaju Instron Wilson-Wolpert Tukon 2100B s opterećenjem od 0,4903 N (HV0,05). Na svakom uzorku napravljena su po tri niza tvrdoće. Slika 4.42 prikazuje srednje vrijednosti rasporeda mikrotvrdoće po poprečnom presjeku ispitnih uzoraka stanja A1, A2 i A3, a ostali rezultati dani su u prilogu P.8.

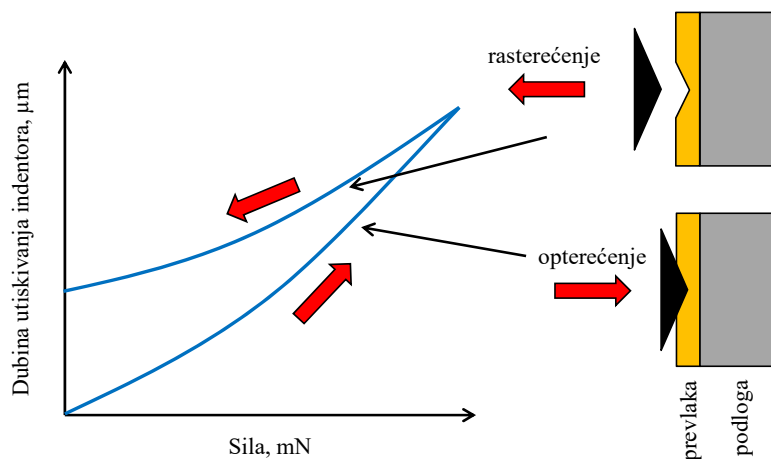


Slika 4.42 Raspored mikrotvrdoće po poprečnom presjeku ispitnih uzoraka čelika X38CrMoV5-3 stanja: a) A1, b) A2, c) A3

#### 4.11.2 Ispitivanje mikrotvrdoće prevlaka

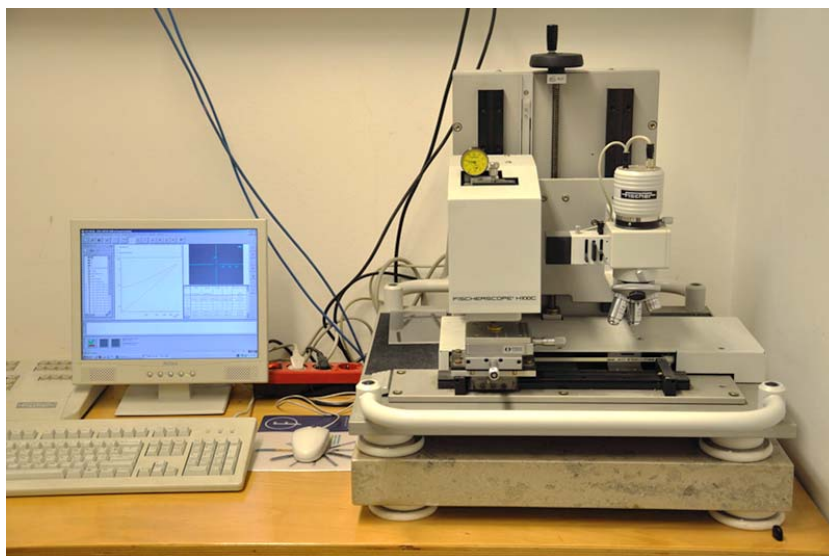
Kod ispitivanja tvrdoće tankih slojeva i prevlaka njihova debljina mora biti dovoljno velika kako bi se izbjegao utjecaj podloge na rezultat mjerenja. Preporučljivo je da dubina utiskivanja bude približno jednaka jednoj desetini debljine prevlake/sloja [75, 76]. U protivnom, kod prevelikog opterećenja elastična i plastična deformacija otiska prodrijeti će u podlogu te će ispitana tvrdoća biti manja. Na ispitivanje tvrdoće i izbor opterećenja značajno utječe i površinska hrapavost prevlaka. Kod manjih opterećenja u slučaju grubljih površina, kada indenter dođe u kontakt sa brijegom, nejednolik kontakt između površine i indentora povećava lokalna naprezanja na mjestima kontakta što rezultira većom deformacijom materijala i posljedično prikazom manje tvrdoće. Tijekom kontakta indentora s udubinom, javlja se suprotni fenomen i postignuti iznos tvrdoće je precijenjen [155, 156].

Primijenjeno opterećenje ovisi o materijalu koji se ispituje te je ispitivanje tvrdoće podijeljeno u tri kategorije prema dubini prodiranja indentora: nanotvrdoća – 0,001–1  $\mu\text{m}$ ; mikrotvrdoća - 1–50  $\mu\text{m}$ ; makrotvrdoća - 50–1000  $\mu\text{m}$  [156]. Kod ispitivanja mikrotvrdoće i nanotvrdoće tvrdih prevlaka prema ISO 14577 iznos tvrdoće određuje se iz krivulje ovisnosti dubine utiskivanja  $h$  i sile utiskivanja  $F$  koja se dobiva snimanjem vrijednosti sile  $F$  i dubine prodiranja  $h$  kao funkcije vremena tijekom utiskivanja (slika 4.43). Tijekom opterećenja dio krivulje koji nastaje predstavlja elastična i plastična svojstva materijala/prevlake. Ukoliko se pojavi plastična deformacija, tijekom rasterećenja dolazi do drugačije krivulje, što predstavlja elastični povrat materijala/prevlake i krajnja dubina nakon rasterećenje različita je od nule.



**Slika 4.43 Način mjerenja tvrdoće tankih tvrdih prevlaka**

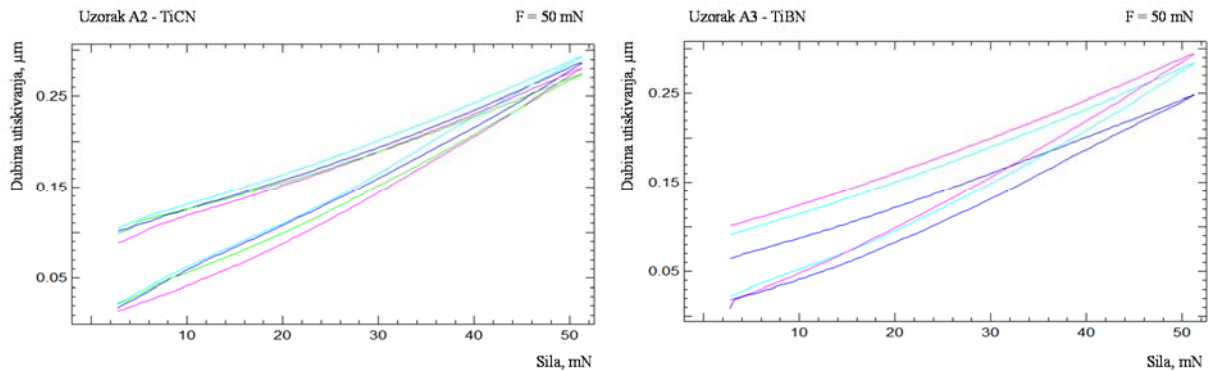
Mikrotvrdoća prevlaka ispitana je na uređaju Helmut Fischer Fischerscope H100C sa rasponom opterećenja 0,4 mN–1 N (40 mg–100 g) na Institutu Jožef Stefan u Ljubljani (slika 4.44). Ispitivanje je provedeno na po dva uzorka od svakog stanja A2 i A3 sa po šest različitih opterećenja: 10 mN, 25 mN, 50 mN, 100 mN, 200 mN i 500 mN. Za svako opterećenje provedeno je minimalno deset mjerenja dok nije dobiveno barem pet pravilnih mjerenja.



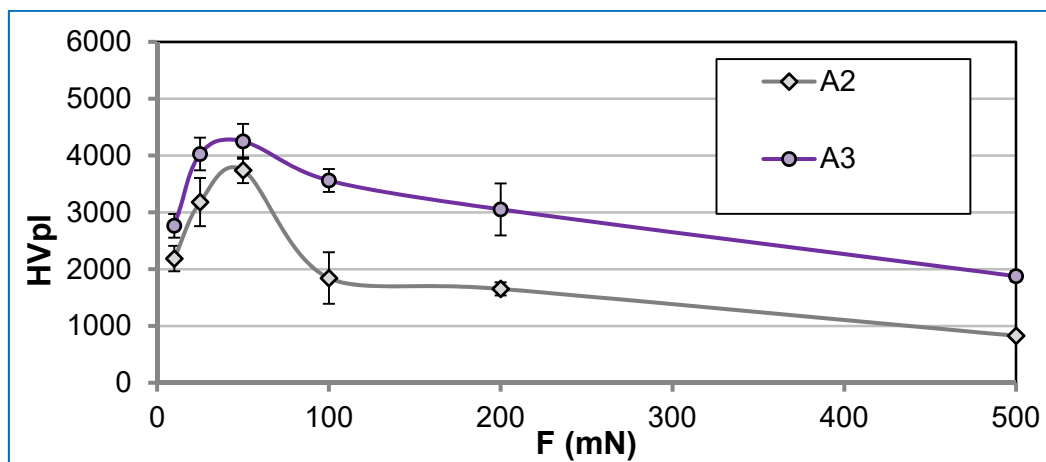
**Slika 4.44 Tvrdomjer Vickers Helmut Fisher Fischerscope H100C za mjerenje tvrdoće prevlaka**

Slika 4.45 prikazuje krivulje ovisnosti sile  $F$  i dubine utiskivanja  $h$  za opterećenje 50 mN za obje prevlake dok su krivulje za opterećenje 25 mN dane u prilogu P.9. Slika 4.46 prikazuje rezultate ispitivanja tvrdoće i dubine utiskivanja uz primjenu različitih opterećenja za TiCN i TiBN prevlaku. U tablici 4.11 prikazane su srednje vrijednosti tvrdoće  $HV_{pl}$  i maksimalne dubine prodiranja  $h_{max}$  za TiCN i TiBN prevlake pri različitim opterećenjima, a ostali rezultati dani su u prilogu P.9. Uz tvrdoću  $HV_{pl}$  i maksimalnu dubinu prodiranja  $h_{max}$

mjerene su i sljedeće veličine čiji su rezultati dani u prilogu P.9:  $HM$ ,  $N/mm^2$  – Martensova tvrdoća;  $HU_{pl}$ ,  $N/mm^2$  – utisna tvrdoća;  $EIT/(1-\nu_s^2)$  Gpa - utisni modul elastičnosti,  $n_{IT}$ , % - omjer energije elastične deformacije i cjelokupne deformacije.



Slika 4.45 Ovisnost sile i dubine utiskivanja za TiCN i TiBN prevlake na čeliku X38CrMoV5-3 pri opterećenju 50 mN



Slika 4.46 Vrijednosti tvrdoće i dubine utiskivanja za TiCN i TiBN prevlake na čeliku X38CrMoV5-3 pri različitim opterećenjima

**Tablica 4.11 Srednje vrijednosti tvrdoće i maksimalne dubine utiskivanja pri različitim opterećenjima za TiCN i TiBN prevlake na čeliku X38CrMoV5-3**

Prevlaka	TiCN		TiBN	
Opterećenje $F$ , mN	$HV_{pl}$ , N/mm <sup>2</sup>	$h_{max}$ , $\mu$ m	$HV_{pl}$ , N/mm <sup>2</sup>	$h_{max}$ , $\mu$ m
10	2187	0,11	2763	0,14
25	3181	0,20	4027	0,21
50	3741	0,28	4250	0,28
100	1844	0,53	3561	0,43
200	1653	0,77	3052	0,66
500	828	1,58	1877	1,23

#### 4.12 Ispitivanje hrapavosti površine

Tijekom plazmatskog nitriranja, ali i ionskog čišćenja površine tzv. otprašivanjem („sputtering“) prije nitriranja i/ili prevlačenja može doći do pogrubljivanja površine obradka [16, 19]. Parametri plazmatskog nitriranja, sastav plinova, vrijeme procesa, temperatura i napon plazme utječu na stupanj povećanja hrapavosti površine [157-159]. Kako bi se utvrdio utjecaj provedenog plazmatskog nitriranja i prevlačenja za hrapavost površine, na Institutu Jožef Stefan u Ljubljani provedena su mjerenja profila hrapavosti na uređaju Taylor-Hobson Form Talysurf Series 2 (slika 4.47). Hrapavost površine posebno je bitna kod alata kod kojih se zahtjeva visoka kvaliteta površine, kao što su alati za preradu polimera. Zadržavanje kvalitete (hrapavosti) površine nakon plazmatskog nitriranja i/ili prevlačenja eliminira potrebu za naknadnom površinskom obradom. Poliranje ili druga površinska obrada nakon plazmatskog nitriranja i/ili prevlačenja neefikasna je zbog visoke tvrdoće površinskog sloja što je posebice izraženo kod prevlaka te može dovesti do smanjenja debljine površinskog sloja.

Izmjerena su tri profila hrapavosti za svako stanje površine: nakon toplinske obrade (A0), nakon plazmatskog nitriranja (A1), nakon plazmatskog nitriranja i prevlačenja TiCN prevlakom (A2) i TiBN prevlakom (A3). Svi uzroci jednako su površinski pripremljeni nakon toplinske obrade kako je objašnjeno u poglavlju 4.4.



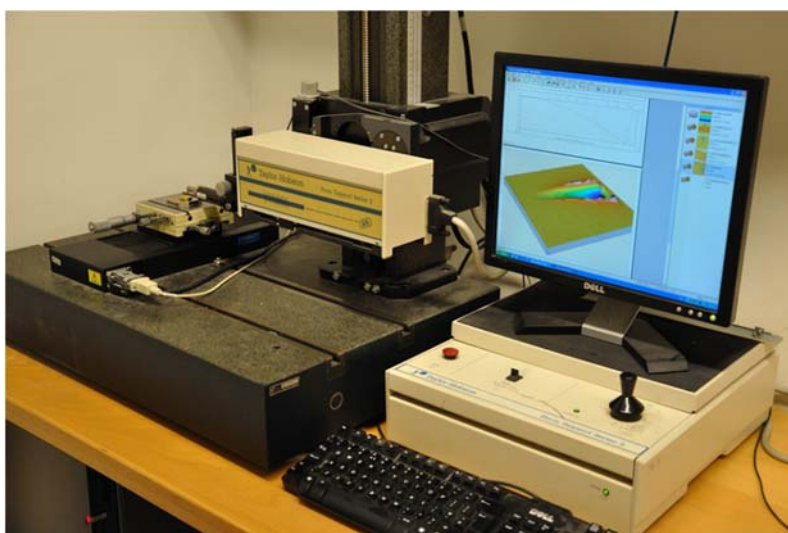
Izmjerene su sljedeće karakteristike:

- $Ra$  - srednje aritmetičko odstupanje profila
- $Rp$  - najveća visina izbočine profila hrapavosti
- $Rv$  - najveća dubina udubine profila hrapavosti
- $Rz$  - najveća visina profila hrapavosti.

Uvjeti mjerenja:

- Gaussov filtar:  $\lambda_c = 0,8$  mm
- Duljina uzorkovanja:  $l_n = 4,0$  mm

Cjelokupni rezultati dani su u prilogu P.10, a u tablici 4.12 prikazane su srednje vrijednosti  $Ra$  za sva ispitana stanja.



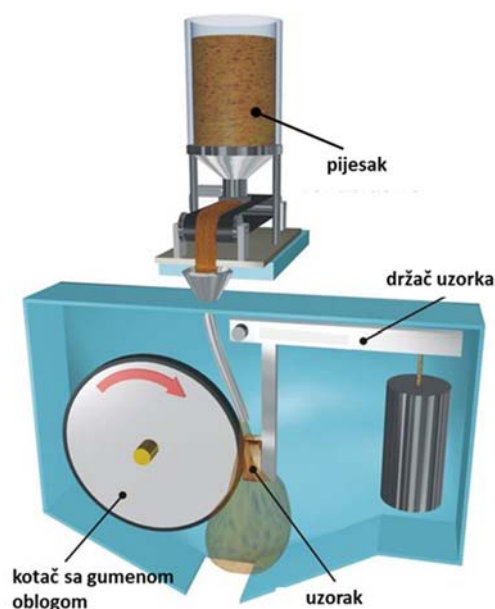
Slika 4.47 Taylor-Hobson Form Talysurf Series 2 uređaj za mjerenje profila površine

Tablica 4.12 Srednje vrijednosti mjerenog parametra hrapavosti  $Ra$

Oznaka uzoraka	$\overline{Ra}, \mu m$
A0	0,046
A1	0,047
A2	0,050
A3	0,054

#### 4.13 Ispitivanje otpornosti na abrazijsko trošenje

Ispitivanje u uvjetima abrazije provedeno je u Laboratoriju za tribologiju UNIZG FSB. metodom “suhi pijesak/ gumeni kotač“ (eng. *dry sand/rubber wheel*) prema normi ASTM G65-81 (slika 4.48). Abrazijsko trošenje je odnošenje materijala izazvano tvrdim česticama ili tvrdim izbočinama [160]. Glavni kriterij za određivanje i usporedbu otpornosti na trošenje jest gubitak mase ispitnih uzoraka. Zato se ispitni uzorak važe na analitičkoj vagi prije i poslije provođenja pokusa te se bilježi gubitak mase uzrokovan abrazijom. Metoda se sastoji od abradiranja površine ispitivanog uzorka pijeskom određene veličine/geometrije zrna i pod određenim pritiskom na samom mjestu dodira ispitnog uzorka i gumenog kotača. Prednost ove metode jest u provođenju u točno određenim uvjetima pa su rezultati dobiveni ovom metodom univerzalni i međusobno usporedivi.



**Slika 4.48** Shematski prikaz uređaja za ispitivanje abrazijskog trošenja metodom “suhi pijesak/ gumeni kotač“ prema normi ASTM G65-81 [161]

Za ovo ispitivanje korišteni su uzorci dimenzija 10 x 20 x 50 mm. Pritom je važno da ispitna površina uzorka uvijek bude veća od širine gumenog kotača. Ispitni uzorak pritisnut je silom utega preko poluge na kotač obložen gumom tvrdoće oko 60 Shore A. Kao abrazivno sredstvo korišten je kvarcni pijesak B35S zrnatosti 0,063 - 0,355 mm proizvođača Kema. Ispitivanje je provedeno na po dva uzorka od svakog stanja i dva traga trošenja po svakom uzorku. Primijenjena je sila od 45N te je ukupno trajanje ispitivanja definirano brojem okretaja kotača  $n = 500$ .

Vaganjem uzoraka prije i poslije ispitivanja određuje se gubitak mase koji iznosi:

$$\Delta m = m_1 - m_2 \quad [\text{g}] \quad (2)$$

pri čemu je:

- $m_1$  – masa uzorka prije ispitivanja, g;
- $m_2$  – masa uzorka nakon ispitivanja, g.

Uzorci su vagani nakon svakih 100 okretaja što je ekvivalentno putu trošenja od 71,6 m, dok je ukupni put trošenja iznosio 358 m. Nakon skidanja, uzroci su prije vaganja na vagi tvrtke Mettler B5C 1000 rezolucije  $10^{-4}$  g temeljito očišćeni u ultrazvučnoj kupelji. Nakon mjerenja izračunata je prosječna vrijednost gubitka mase  $m_{\text{cum}}$ . Rezultati su dani u prilogu P.11, a tablica 4.13 prikazuje srednje vrijednosti gubitka mase  $m_{\text{sr}}$  i kumulativni gubitak mase  $m_{\text{cum}}$  svih uzoraka (A0, A1, A2, A3) nakon svakih 100 okretaja.

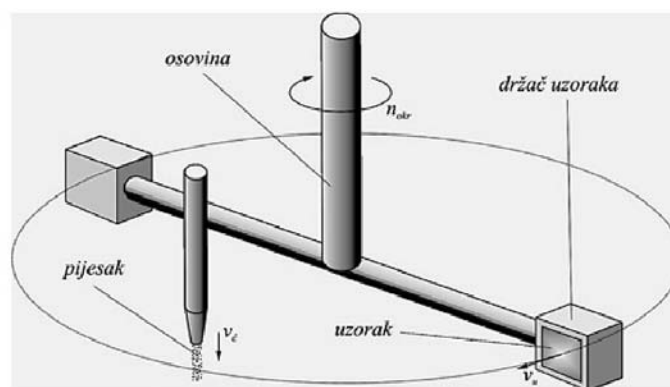
**Tablica 4.13** Prosječan gubitak mase ispitnih uzoraka različitog stanja od čelika X38CrMoV5-3 tijekom ispitivanja abrazijskog trošenja

Oznaka uzorka	Masa i gubitak mase	Broj okretaja kotača					
		0	100	200	300	400	500
A0	$m_{\text{sr}}$ , g	77,36185	77,33255	77,2989	77,2674	77,23565	77,2027
	$\Delta m_{\text{sr}}$ , g	0	0,0293	0,03365	0,0315	0,03175	0,03295
	$\Delta m_{\text{cum}}$ , g	0	0,0293	0,06295	0,09445	0,1262	0,15915
A1	$m_{\text{sr}}$ , g	76,43385	76,3979	76,36085	76,3327	76,30555	76,27725
	$\Delta m_{\text{sr}}$ , g	0	0,03595	0,03705	0,02815	0,02715	0,0283
	$\Delta m_{\text{cum}}$ , g	0	0,03595	0,073	0,10115	0,1283	0,1566
A2	$m_{\text{sr}}$ , g	77,3798	77,37965	77,3791	77,3776	77,3743	77,35855
	$\Delta m_{\text{sr}}$ , g	0	0,00015	0,00055	0,0015	0,0033	0,01575
	$\Delta m_{\text{cum}}$ , g	0	0,00015	0,0007	0,0022	0,0055	0,02125
A3	$m_{\text{sr}}$ , g	76,95015	76,94835	76,93375	76,91205	76,89145	76,95015
	$\Delta m_{\text{sr}}$ , g	0	0,0001	0,0018	0,0146	0,0217	0,0206
	$\Delta m_{\text{cum}}$ , g	0	0,0001	0,0019	0,0165	0,0382	0,0588

#### 4.14 Ispitivanje otpornost na erozijsko trošenje

Erozija česticama predstavlja gubitak materijala s površine krutog tijela zbog relativnog gibanja (strujanja) fluida u kojem se nalaze krute čestice. Abrazivna erozija odnosi se na strujanje pod malim kutom u odnosu na površinu, a kad čestice udaraju o površinu gotovo okomito to je udarna erozija [162].

Ispitivanje otpornosti na trošenje suhim česticama provedeno je u Laboratoriju za tribologiju UNIZG FSB na uređaju shematski prikazanom na slici 4.49. Uzorci dimenzija 16x16x11 mm smještaju se u posebne držače na osovini koja rotira te udaraju u abraziv uslijed čega dolazi do erozijskog trošenja.



Slika 4.49 Shematski prikaz detalja uređaja za ispitivanje erozijskog trošenja [163]

Ispitivanje trošenja erozijom provedeno je s kvarcnim pijeskom KEMA B35S veličine 0,063 - 0,355 mm kao erodentom sa sljedećim parametrima:

- brzina vrtnje: 1440 min<sup>-1</sup>
- brzina uzorka: 24,3 m/s
- trajanje ispitivanja: 60 min (intervali ispitivanja: 30 min)
- protok čestica abraziva: 3,0 g/s
- kut udara uzorka u mlaz abraziva: 90°.

Odabrani kut udara čestica od 90° u odnosu na površinu uzorka dati će prije svega uvid u elastična svojstva prevlaka i nitriranog sloja te otpornost prema umoru površine. Uzorci su, nakon čišćenja, vagani na analitičkoj vagi Mettler B5C 1000 rezolucije 10<sup>-4</sup> g nakon svakog intervala ispitivanja kako bi se utvrdio intenzitet trošenja. Tablica 4.13 prikazuje prosječan gubitak mase ispitnih uzoraka različitih stanja tijekom ispitivanja erozijskog trošenja, a ostali rezultati ovih ispitivanja dani su u prilogu P.12.

**Tablica 4.14** Prosječan gubitak mase ispitnih uzoraka od čelika X38CrMoV5-3 tijekom ispitivanja erozijskog trošenja

Oznaka uzorka	Masa i gubitak mase	Vrijeme trošenja erozijom, min		
		0	30	60
A0	$m_{sr}$ , g	21,8096	21,8005	21,7917
	$\Delta m_{sr}$ , g	0	0,0091	0,0088
	$\Delta m_{cum}$ , g	0	0,0091	0,0179
A1	$m_{sr}$ , g	22,0439	22,0382	22,034
	$\Delta m_{sr}$ , g	0	0,0057	0,0042
	$\Delta m_{cum}$ , g	0	0,0057	0,0099
A2	$m_{sr}$ , g	21,7871	21,7849	21,7829
	$\Delta m_{sr}$ , g	0	0,0022	0,002
	$\Delta m_{cum}$ , g	0	0,0022	0,0042
A3	$m_{sr}$ , g	21,2201	21,2163	21,2107
	$\Delta m_{sr}$ , g	0	0,0038	0,0056
	$\Delta m_{cum}$ , g	0	0,0038	0,0094

#### 4.15 Ispitivanje otpornosti na klizno trošenje

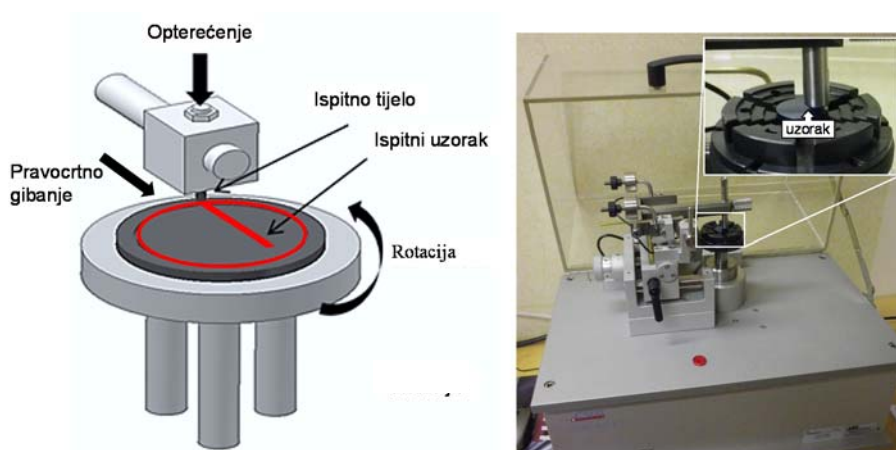
Ispitivanje otpornosti na suho klizno trošenje i određivanje faktora trenje provedeno je metodom „kuglica na ploči“ (eng. *ball-on-flat*) prema normi ASTM G99. Ispitivanje je provedeno na Institutu Jožef Stefan u Ljubljani na uređaju CSM Instruments. Ispitni uzorak opterećuje se kuglicom, iglom (klinom), plosnatom pločicom ili drugim ispitnim tijelom na površinu uzorka sa točnom silom pritiska maksimalno do 10 N. Poluga na koju je ugrađeno ispitno tijelo konstruirana je kao pretvornik sile na kojeg ne utječe sila trenja. Trenje se mjeri tijekom ispitivanja mjerenjem otklona elastične poluge, dok se trošenje određuje analizom traga trošenja. Ispitivanje se može provoditi sa i bez podmazivanja, kružnim ili linijskim klizanjem u rasponu između sobne temperature i 170 °C. Nakon završetka ispitivanja trag trošenja analiza se profilometrom pri čemu se iglom profilometra mjeri površina poprečnog

presjeka traga trošenja na nekoliko mjesta. Na temelju dimenzija nastalog traga trošenja jednostavno se može izračunati potrošeni volumen materijala/površinskog sloja, a time utvrditi i otpornost materijala/površinskog sloja prema trošenju. Trošenje se izražava tzv. faktorom trošenja. Što je manji faktor trošenja, veća je otpornost trošenju. Faktor trošenja  $K_w$ ,  $\text{mm}^3/\text{Nm}$  je standardizirani omjer volumena trošenja prema sili i putu klizanja, a izračunava se prema izrazu:

$$K_w = \frac{V}{F_N \times s} \quad [\text{mm}^3/\text{Nm}] \quad (3)$$

pri čemu je:

- $V$  – volumen trošenja,  $\text{mm}^3$
- $F_n$  – normalna komponenta opterećenja, N
- $s$  – prijeđeni put trošenja, m.



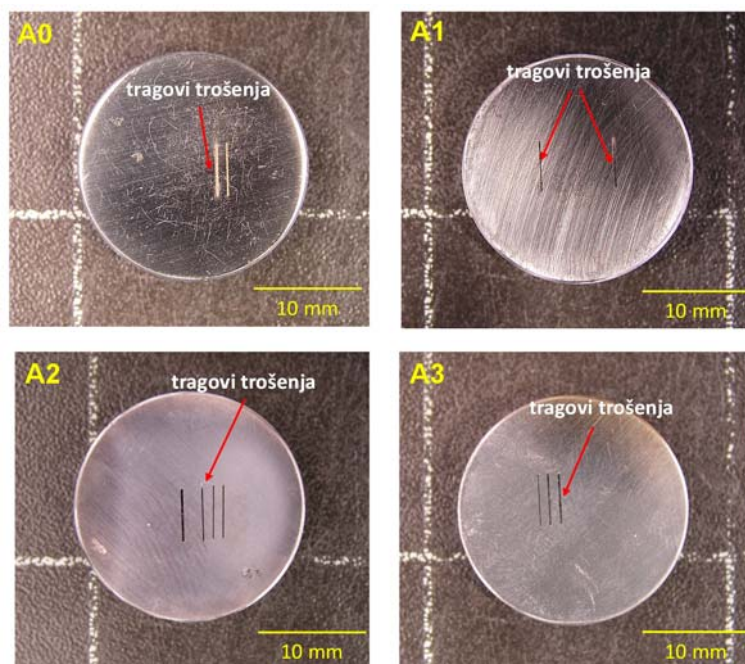
Slika 4.50 Shematski prikaz i uređaj CSM Instruments za ispitivanje kliznog trošenja metodom „kuglica na ploči“

Na uzorku od svakog stanja provedena su tri ispitivanja. Nakon svakog ispitivanja izmjeren je trag trošenja na površini uzorka profilometrom Taylor-Hobson Ltd. Form Talysurf Series 2. Kao protutijelo korištena je kuglica od  $\text{Al}_2\text{O}_3$  promjera 10 mm uz opterećenje normalnom silom od 1N i 5N za sva četiri stanja, dok je za TiCN i TiBN prevlake provedeno dodatno ispitivanje pri opterećenju od 10N. Sila od 10N odabrana je zbog visoke tvrdoće prevlaka i njihove međusobne usporedbe. Ispitivanje je provedeno slijedećim parametrima:

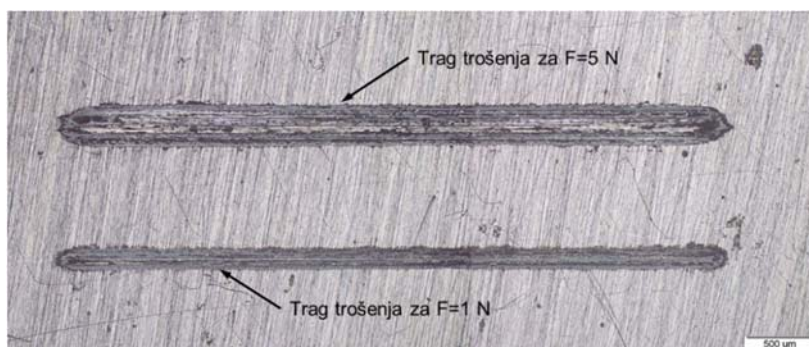
- protutijelo: kuglica  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , 1200 HV,  $\varnothing = 10$  mm
- normalna sila  $F=1\text{N}$ , 5N, 10N (za TiCN i TiBN prevlake)
- frekvencija:  $f=1$  Hz
- brzina klizanja:  $v=10\text{m/s}$

- broj ciklusa  $n$ : 2000 i 4000 ciklusa
- amplituda:  $a = 5$  mm
- put trošenja:  $s = 20, 40$  m.

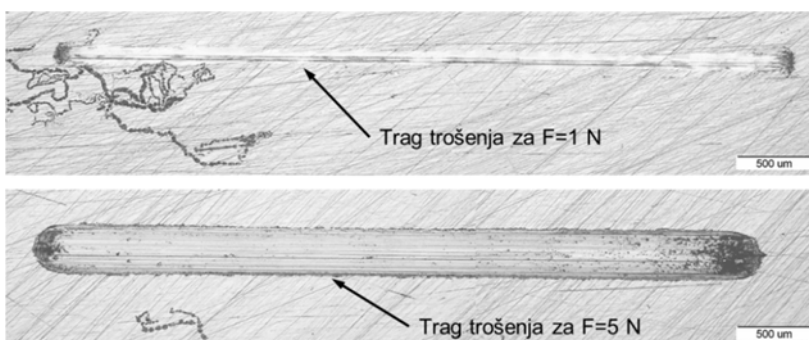
Na slikama 4.51 i 4.52 prikazani su tragovi trošenja ispitnih uzoraka nakon ispitivanja otpornosti na adhezijsko trošenje metodom „kuglica na ploči“ sa silama opterećenja: 1, 5 i 10 N. Srednje vrijednosti faktora trošenja i faktora trenja ispitnih uzoraka sa površinskim slojevima u odnosu na klasično toplinski obrađeno stanje kaljenja i popuštanja prikazane su u tablici 4.15, a ostali rezultati ovih ispitivanja nalaze se u prilogu P.13.



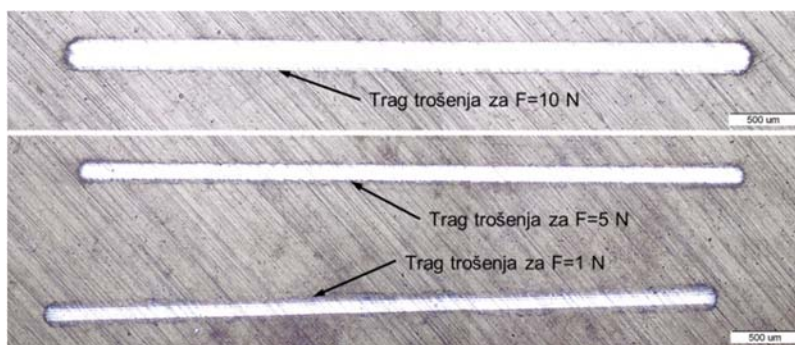
**Slika 4.51 Ispitni uzorcima od čelika X38CrMoV5-3 različitog stanja s tragovima trošenja nakon ispitivanja otpornosti na adhezijsko trošenje metodom „kuglica na ploči“**



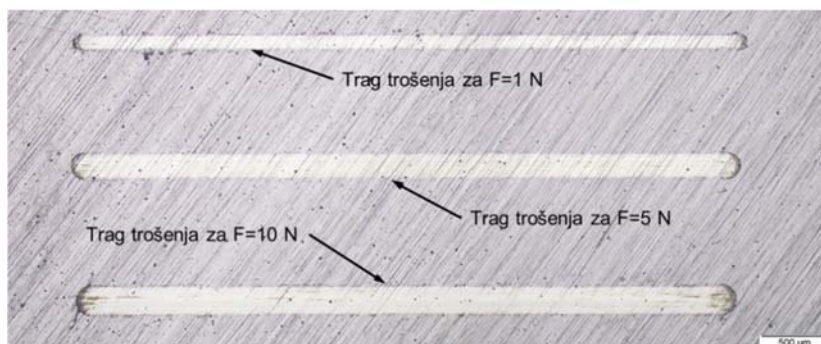
a) Uzorak A0



b) Uzorak A1



c) Uzorak A2



d) Uzorak A3

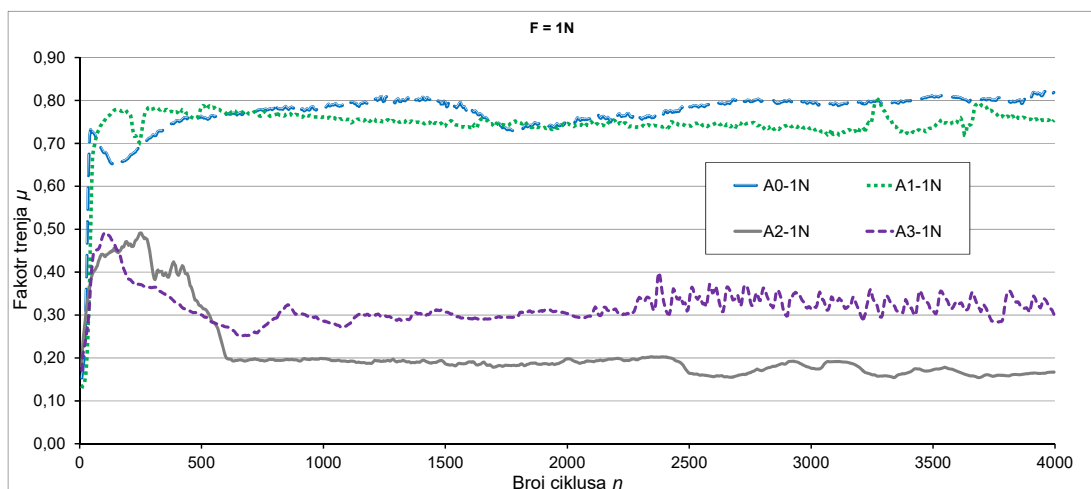
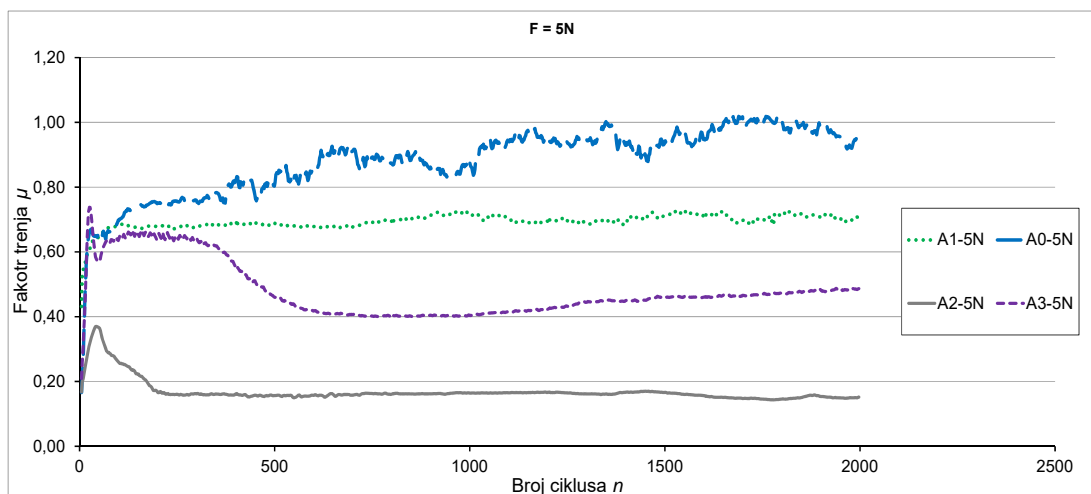
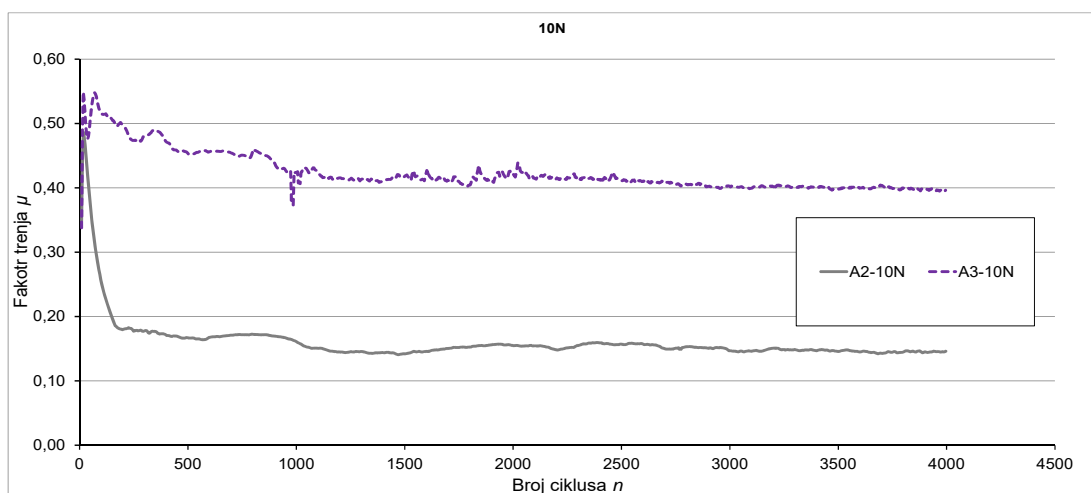
**Slika 4.52** Tragovi trošenja ispitnih uzoraka različitog stanja od čelika X38CrMoV5-3 nakon ispitivanja otpornosti na adhezijsko trošenje metodom „kuglica na ploči“ sa silama opterećenja: 1, 5 i 10 N



**Tablica 4.15 Srednje vrijednosti faktora trošenja i trenja uzoraka različitog stanja od čelika X38CrMoV5-3 metodom „kuglica na ploči“**

Oznaka uzoraka	Sila $F$	Broj ciklusa $n$	Faktor trošenja $K_w$ , mm <sup>3</sup> /Nm	Faktor trenja $\mu$
A0	1 N	4000	$6,75 \times 10^{-4}$	0,77
	5N	2000	$46 \times 10^{-4}$	0,69
A1	1 N	4000	$4,375 \times 10^{-4}$	0,74
	5 N	2000	$28 \times 10^{-4}$	0,88
A2	1 N	4000	$3,375 \times 10^{-4}$	0,21
	5 N	2000	$1,85 \times 10^{-4}$	0,17
	10 N	4000	$0,45 \times 10^{-4}$	0,16
A3	1 N	4000	$1,25 \times 10^{-4}$	0,32
	5 N	2000	$1,4 \times 10^{-4}$	0,48
	10 N	4000	$1,038 \times 10^{-4}$	0,42

Dijagramski prikazi faktora trenja ispitnih uzoraka tijekom ispitivanja suhog kliznog trošenja metodom „kuglica na ploči“ uz različite sile opterećenja 1N, 5N i 10N prikazani su na slici 4.53.

a) Uzorci A0, A1, A2 i A3 za opterećenje  $F = 1N$ b) Uzorci A0, A1, A2 i A3 za opterećenje  $F = 5N$ c) Uzorci A2 i A3 za opterećenje  $F = 10N$ 

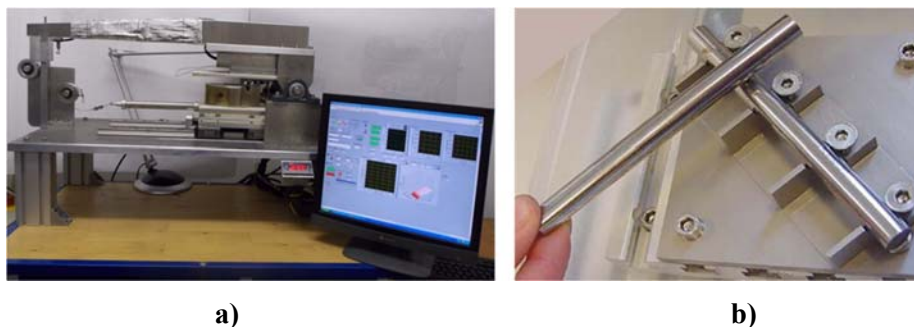
Slika 4.53 Faktor trenja ispitnih uzoraka od čelika X38CrMoV5-3 nakon ispitivanja suhog kliznog trošenja metodom „kuglica na ploči“ uz različite sile opterećenja: a) 1N, b) 5N, c) 10N

#### 4.16 Ispitivanje otpornosti na adhezijsko trošenje

Za ispitivanje trošenja i trenja u uvjetima klizanja koriste se razne vrste tribometra. „Load scanning test“ se primjenjuje za ispitivanje otpornosti na adhezijsko trošenje naljepljivanjem ili tzv. „galling“. Naljepljivanje je vrsta adhezijskog trošenja koje se javlja između dva tijela u kliznom dodiru i rezultira stvaranjem transferirane čestice uslijed spontanog zavarivanja uz pogrubljenje površine te prijenosom materijala. Za razliku od ispitivanja kohezijske i adhezije veze (prionjivosti) između podloge i prevlake metodom brazdanja i Rockwell-ovom metodom utiskivanja indentora, „load scanning test“ omogućuje ispitivanje sustava podloga/prevlaka pod kombiniranim tribološkim i mehaničkim opterećenjima. Ovim načinom ispitivanja ispituje se otpornost na adhezijsko trošenje između dva materijala (tribopara) u kontaktnom dodiru. Također, iznosi opterećenja značajno su većeg karaktera što je u skladu sa visokim opterećenjima koja se javljaju u realnim procesima, npr. kod alata za hladno oblikovanje.

„Load scanning test“-om osim određivanja vrijednosti kritičnih sila,  $L_{c1}$  (sila početka naljepljivanja) i  $L_{c2}$  (sila početka stvaranja debljeg sloja naljepka) važnih za adhezijsko trošenje, određuje se i vrijednost faktora trenja. Pojava naljepljivanja uzrokuje trenutni porast sile trenja između materijala u dodiru. Kritične sile se određuju vizualno, analizom traga trošenja mikroskopom te praćenjem promjene faktora trenja.

Određivanje faktora trenja „load scanning test“-om provedeno je u Laboratoriju za tribologiju i površinsku nanotehnologiju Fakulteta za strojništvo u Ljubljani (slika 4.54 a). Kod ispitivanja otpornosti na adhezijsko trošenje naljepljivanjem „load scanning test“-om dva ukrštena uzorka dimenzija  $\text{Ø}10 \times 100$  mm kližu jedan preko drugog uz kontinuirano povećanje opterećenja (normalne sile) (slika 4.54 b). Tako je pokriven širok raspon opterećenja tijekom jednog ciklusa ispitivanja te je svaka točka dodira oba uzorka opterećena jedinstvenim opterećenjem (silom). Klizanje može biti samo u jednom smjeru, s ciljem ispitivanja faktora trenja i naljepljivanja, ili recipročno za određivanje faktora (volumena) trošenja.

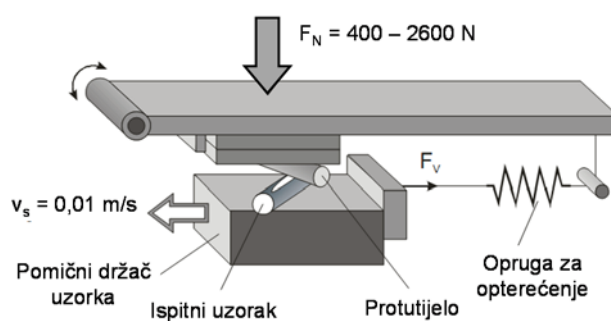


**Slika 4.54 Ispitivanje otpornost na adhezijsko trošenje naljepljivanjem: a) uređaj „load scanning test“, b) oblik i položaj uzoraka**

Određivanje faktora trenja provedeno je pri sobnoj temperaturi ( $20^{\circ}\text{C}$ ) i pri povišenoj temperaturi od  $500^{\circ}\text{C}$ . Budući da su alatni čelici za topli rad u radu izloženi visokim temperaturama, cilj ispitivanja bio je utvrditi utjecaj plazmatskog nitiranja i PACVD prevlaka na otpornost prema adhezijskom trošenju naljepljivanjem i ponašanje faktora trenja pri višim temperaturama. Osim toga, trebalo je ispitati i njihovu promjenu u odnosu na sobnu temperaturu. Shematski prikaz ispitivanja prikazan je na slici 4.55.

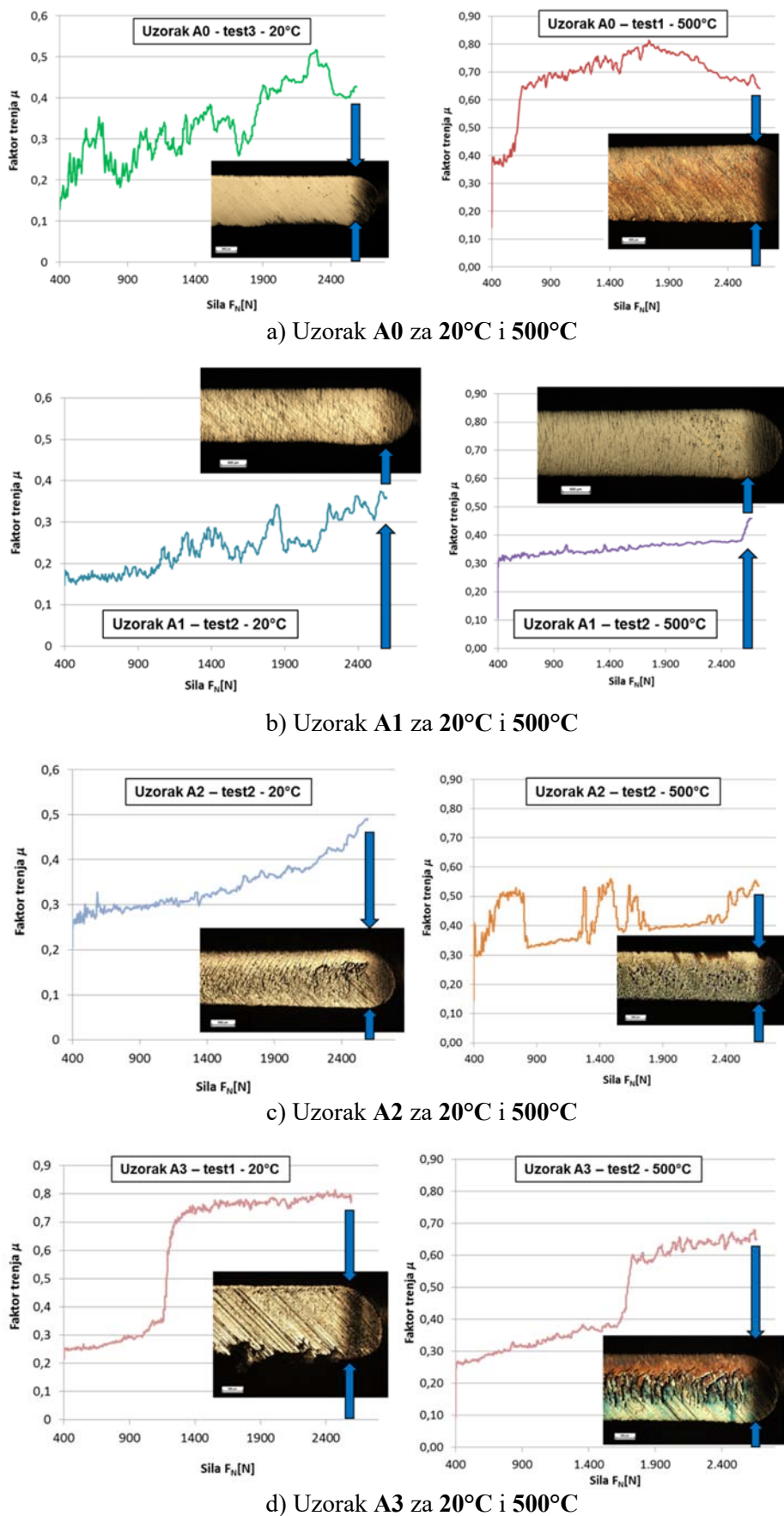
Ispitivanje je provedeno uz sljedeće uvjete:

- metoda: suho klizanje
- protutijelo: WC
- normalna sila:  $F_N = 400 - 2600\text{N}$
- brzina ispitivanja:  $v = 0,01\text{m/s}$ ;
- temperatura ispitivanja:  $\vartheta_1 = 20^{\circ}\text{C}$   $\vartheta_2 = 500^{\circ}\text{C}$ .



**Slika 4.55 Shematski prikaz "load scanning test"-a za ispitivanje otpornosti na adhezijskog trošenje naljepljivanjem i određivanja faktora trenja**

Ispitivanje je provedeno na po jednom uzorku od svakog stanja (A0, A1, A2 i A3) za svaku temperaturu ( $20^{\circ}\text{C}$  i  $500^{\circ}\text{C}$ ). Na svakom ispitnom uzorku provedena su po tri ispitivanja. Rezultati ispitivanja dani su u prilogu P.14, a vrijednosti faktora trenja prikazane su na slici 4.56.



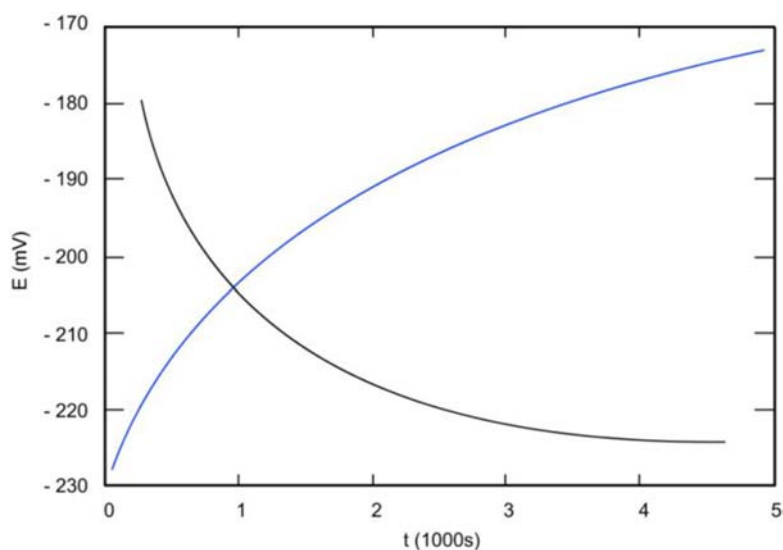
Slika 4.56 Ovisnost faktora trenja o normalnoj sili ispitnih uzoraka A0, A1, A2 i A3 od čelika X38CrMoV5-3 tijekom ispitivanja „load scanning test“-om pri 20°C i 500°C

#### 4.17 Ispitivanje otpornosti na elektrokemijsku koroziju

Ispitivanje otpornosti na koroziju provedeno je tehnikom istosmjerne struje (DC – tehnike, eng. *direct current technics*). Kod DC tehnike primjenjuju se polarizacijske metode mjerenja s ciljem snimanja polarizacijske krivulje, odnosno krivulje ovisnosti struje i napona na temelju koje se određuju korozijski parametri što daje uvid u korozijsko ponašanje ispitivanog materijala u određenom mediju pri određenim uvjetima [164].

##### 4.17.1 Određivanje korozijskog potencijala ( $E_{kor}$ )

Prije polarizacijskog ispitivanja potrebno je sustav ispitni uzorak-elektrolit stabilizirati tj. da se uspostavi ravnoteža. Nakon uranjanja ispitnog uzorka u elektrolit, električni krug između radne i protuelektrode drži se otvorenim te se razlika potencijala između referentne i radne elektrode prati kao funkcija vremena [165]. Primjer krivulje  $E-t$  prikazan je na slici 4.57, a ovisi o vrsti materijala koji se ispituje. Nakon određenog vremena, na nekoj vrijednosti potencijala uspostavlja se približno stacionarno stanje. Ta vrijednost potencijala jednaka je potencijalu otvorenog strujnog kruga  $E_{ok}$  ili korozijskom potencijalu  $E_{kor}$ .



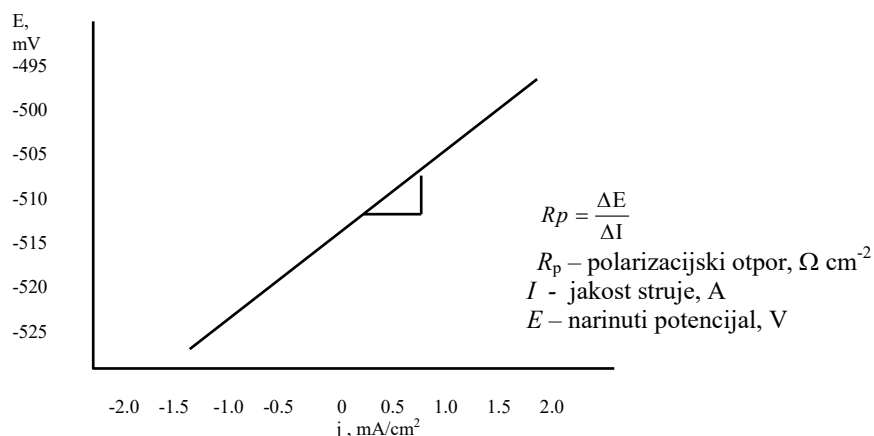
Slika 4.57 Primjer krivulje za određivanje potencijala otvorenog strujnog kruga  $E_{ok}$

Na temelju vremenskih promjena stacionarnog potencijala otvorenog strujnog kruga  $E_{ok}$ , moguće je dobiti podatke o korozijskom ponašanju ispitivanog uzorka [165]:

- pozitivne vrijednosti  $E_{ok}$  - stabilnost elektrode (imunost uzorka u ispitnoj vodenoj otopini)
- negativne vrijednosti  $E_{ok}$  - nestabilnost odnosno otapanje (koroziju)
- promjena vrijednosti od negativnih prema pozitivnim - pojava spontane pasivacije.

#### 4.17.2 Određivanje polarizacijskog otpora ( $R_p$ )

Polarizacijski otpor  $R_p$  predstavlja mjeru otpora ispitnog uzorka prema koroziji, a definiran je nagibom krivulje struja – potencijal u neposrednoj blizini korozijskog potencijala ( $E=E_{kor} \pm 20\text{mV}$ ) [164]. Iz polarizacijske krivulje u blizini korozijskog potencijala, gdje je odnos struje i potencijala linearan, određuje se nagib pravca koji predstavlja polarizacijski otpor (slika 4.58).



Slika 4.58 Način određivanja polarizacijskog otpora  $R_p$

Ispitivanja su provedena prema normama ASTM G102 i ASTM G63-89 na uređaju Potenciostat/Galvanostat Model 273 A uz primjenu programskog paketa SoftCORR III (slika 4.59). Korištena je mjerna ćelija s tri elektrode: radna elektroda, referentna elektroda i pomoćna elektroda (dvije simetrično raspoređene grafitne elektrode među kojima se nalazi ispitni uzorak). Kao radna elektroda korišten je ispitni uzorak dimenzija  $\text{Ø}16 \times 30 \text{ mm}$  na kojem je površina od  $1 \text{ cm}^2$  izložena korozivnom mediju. Referentna elektroda je poznatog potencijala i ne sudjeluje u strujnom krugu već služi za mjerenje potencijala radne elektrode. Korištena je zasićena kalomel elektroda ZKE standardnog elektrodnog potencijala  $+0,242 \text{ V}$  prema vodikovoj elektrodi. Određeni su parametri opće korozije: korozijski potencijal ( $E_{kor}$ ), gustoće korozijske struje ( $j_{kor}$ ), i polarizacijski otpor ( $R_p$ ). U drugom dijelu ispitivanja uzorci su izlagani 3,5 % otopini NaCl u trajanju od 24 sata na sobnoj temperaturi nakon čega je provedena analiza površine.



**Slika 4.59 Oprema za ispitivanje otpornosti na koroziju DC metodom**

Korozijski potencijal  $E_{kor}$  određen je mjerenjem promjene potencijala u vremenu pri čemu je konačna izmjerena vrijednost uzeta kao korozijski potencijal. Vanjskim izvorom, radna elektroda polarizirana je u rasponu  $\pm 250$  mV u odnosu na korozijski potencijal te je mjerena struja odziva. Pomoću snimljenog dijagrama ovisnosti struje o primijenjenom potencijalu provedena je metoda Tafelove ekstrapolacije.

Rezultati potencioštatičke polarizacije grafički su prikazani na slici 4.60 na temelju kojih su ekstrapolacijom Tafelovih pravaca određene vrijednosti gustoće korozijske struje ( $j_{kor}$ ). Polarizacijski otpor materijala  $R_p$  određen je iz Tafelovog dijagrama za područje polarizacije  $\pm 20$  mV u odnosu na korozijski potencijal, dok je na temelju gustoće korozijske struje određen stupanj korozije  $v_{kor}$  prema izrazu:

$$v_{kor} = \frac{3,3 \times 10^3 \times j_{kor} \times E_w}{\rho} \text{ mm/god} \quad (4)$$

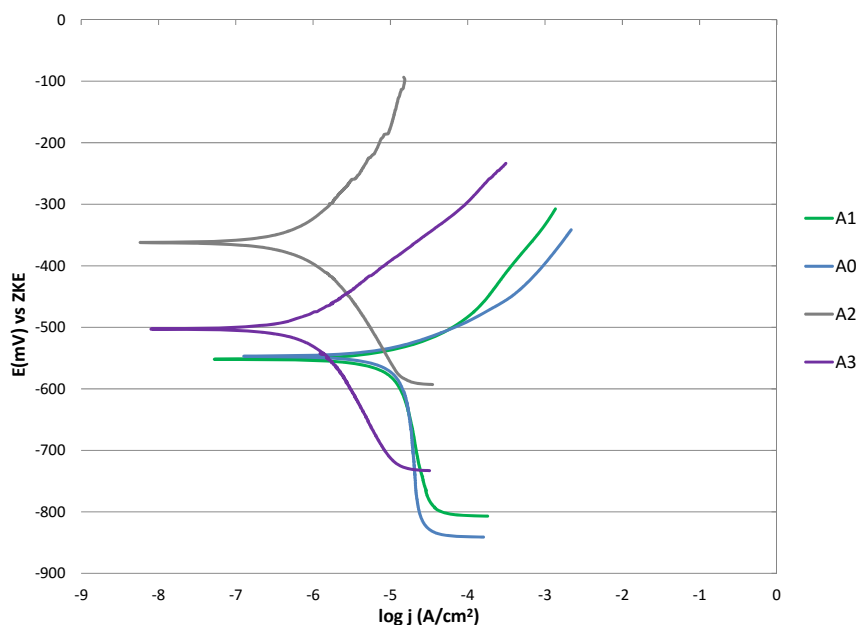
gdje je:

$\rho$  – gustoća uzorka, g/cm<sup>3</sup>

$E_w$  – ekvivalentna masa uzorka, g.

Tablica 4.16 prikazuje vrijednosti korozijskih pokazatelja dobivene ekstrapolacijom Tafelovih pravaca. Izgled površina ispitnih uzoraka DC ispitivanja nakon izlaganja 3,5% otopini NaCl u trajanju od 24 sata prikazan je na slici 4.61.

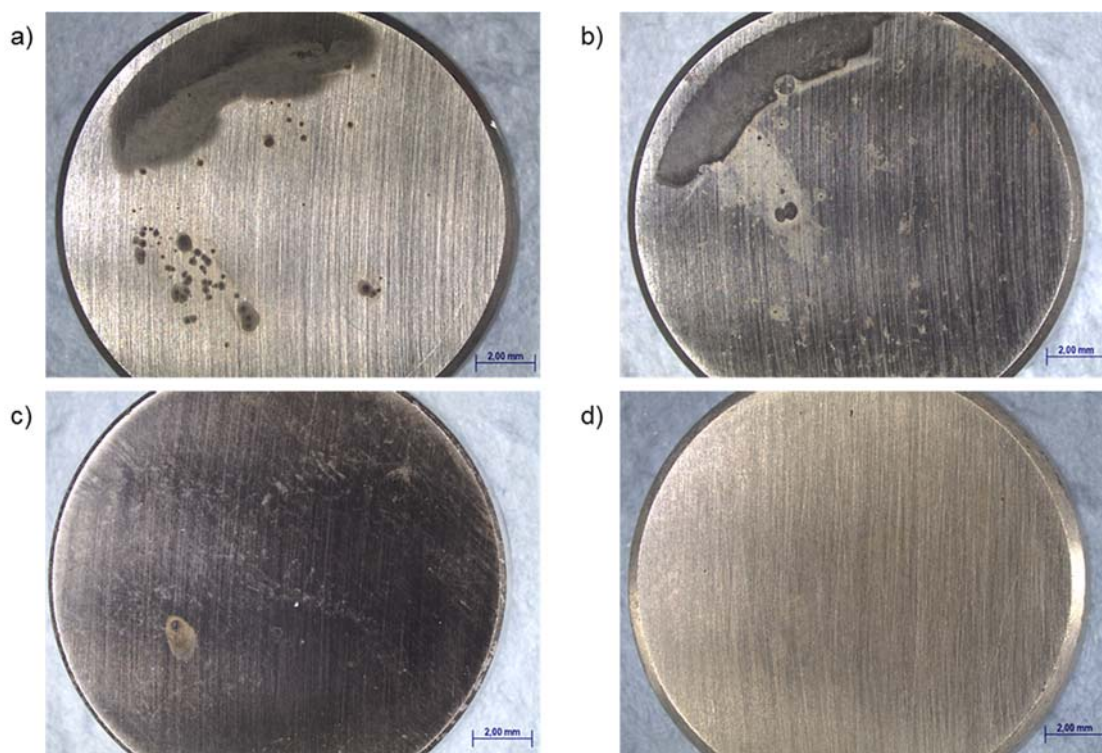




Slika 4.60 Dijagrami polarizacijskih krivulja ispitnih uzoraka različitog stanja od čelika X38CrMoV5-3 u 3,5 % otopini NaCl

Tablica 4.16 Rezultati ispitivanja korozijske otpornosti ispitnih uzoraka DC tehnikom

Uzorak	Korozijski potencijal $E_{kor}$ vs ZKE [mV]	Polarizacijski otpor $R_p$ [ $k\Omega cm^2$ ]	$j_{kor}$ [ $\mu A/cm^2$ ]	$v_{kor}$ [mm/god]
A0	-554	1,665	16,87	0,191
A1	-503	1,958	16,45	0,188
A2	-336	24	1,205	0,013
A3	-470	21	1,033	0,011



Slika 4.61 Izgled površine ispitnih uzoraka od čelika X38CrMoV5-3 nakon izlaganja 3,5% otopini NaCl u trajanju od 24 sata DC tehnikom: a) A0; b) A1; c) A2; d) A3

#### 4.18 Ispitivanje otpornosti na toplinski umor

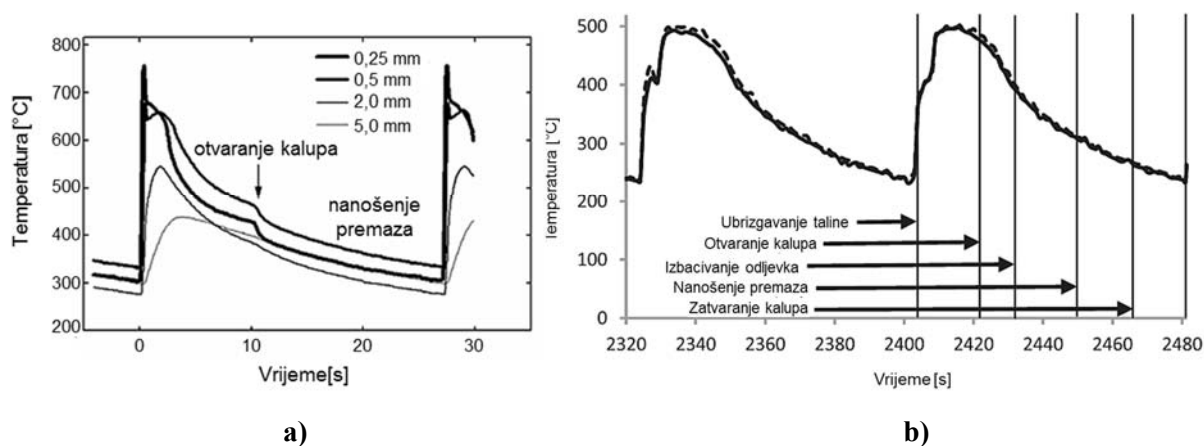
Kalupi za tlačni lijev u svome su radu izloženi kompleksnim toplinskim, mehaničkim i kemijskim mehanizmima trošenja koji izazivaju ubrzano dotrajavanje radne površine kalupa i skraćenje eksploatacijskog vijeka alata. Vijek trajanja kalupa za tlačni lijev smanjuje se radi: toplinskog umora, korozije i reakcijskog nataljivanja zbog reakcije između taline i površine kalupa, erozije uslijed gibanja taline, pucanja zbog toplinskih šokova i promjene mehaničkih svojstva kalupa uslijed dugotrajne izloženosti visokim temperaturama. Tijekom rada, površina kalupa kontinuirano se zagrijava i hladi te je uslijed prijelaza topline sa taline na kalup temperatura površine viša od temperature jezgre. To generira temperaturne gradijente i time toplinska naprezanja, koja ciklički mijenjaju smjer i veličinu, što rezultira toplinskim umorom materijala. Toplinski umor materijala manifestira se nastajanjem površinskih pukotina čiji se broj, dubina i širina s vremenom povećavaju.

##### 4.18.1 Pregled i analiza dosadašnjih metoda simulacije toplinskog umora

Ne postoji normirana metoda za ispitivanje toplinskog umora, stoga se u literaturi može naći nekoliko različitih eksperimentalnih metoda simulacije i ispitivanja otpornosti na toplinski umor. Za simuliranje kontinuiranog cikličkog grijanja i hlađenja često se primjenjuju

metode uranjanja u rastaljeni metal uz hlađenje vodom ili zrakom pod tlakom [69, 73], zagrijavanjem laserom [7], indukcijskim zagrijavanjem i hlađenjem vodom ili uljem [5, 26, 29, 34, 35, 68, 75, 134] te plamenim grijanjem i hlađenjem vodom ili zrakom [31, 33, 133].

Autori radova [67, 70, 71] snimali su temperaturne profile na površini i različitim dubinama kalupa za tlačni lijev. Svi autori ističu vrlo brzo grijanje površine kalupa tijekom popunjavanja kalupa talinom. Prema [70], uslijed kontakta rastaljene mjedi temperature  $980^{\circ}\text{C}$  s površinom kalupa, potrebno je 0,35 sekunda da se kalup ugrije od oko  $300^{\circ}\text{C}$ , do maksimalne temperature od oko  $750^{\circ}\text{C}$ , na dubini od 0,25 mm (slika 4.62 a). Na većoj dubini maksimalna temperatura je niža i brzina zagrijavanja se smanjuje. Do otvaranja kalupa, hlađenje se vrši kondukcijom topline kroz kalup te najniža zabilježena temperatura iznosi  $300^{\circ}\text{C}$  uz ukupno vrijeme ciklusa od 20 sekunda. Iako je u svom radu Persson [70] koristio mjed, jasno je da postoje sličnosti između temperaturnih profila kod lijevanja mjedi i aluminijske legure, s jedinom razlikom više temperature kod lijevanja mjedi (temperatura taline: mjed  $\approx 980^{\circ}\text{C}$ , aluminij  $\approx 700^{\circ}\text{C}$ ). Autori rada [67] snimanjem temperature površine kalupa za tlačni lijev tijekom jednog ciklusa lijevanja aluminijske legure ustanovili su maksimalnu temperaturu na površini kalupa od  $457^{\circ}\text{C}$ , dok je najniža iznosila  $107^{\circ}\text{C}$  uz ukupno vrijeme ciklusa od 20 sekunda. Slični rezultati mogu se naći i u radu Longa i suradnika [71] (slika 4.62 b).

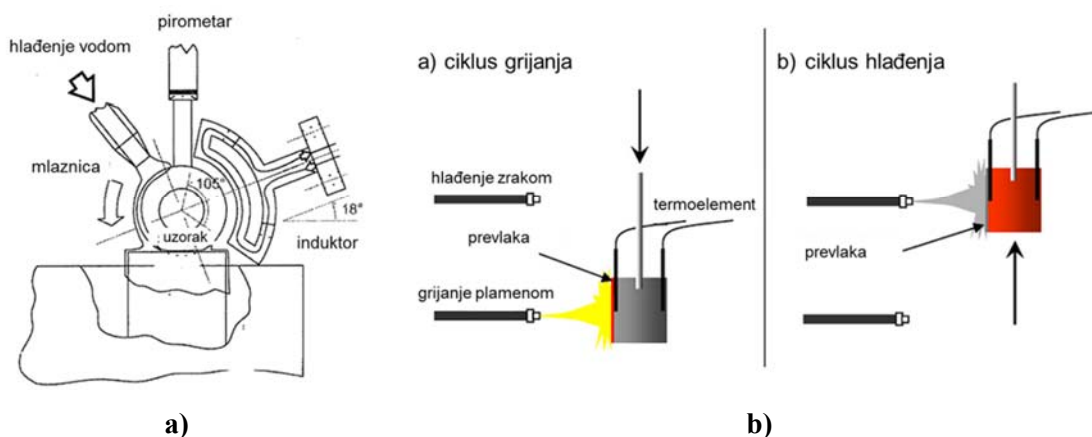


Slika 4.62 Temperaturni profili kod tlačnog lijevanja: a) mjedi, b) aluminijske legure [70], [71]

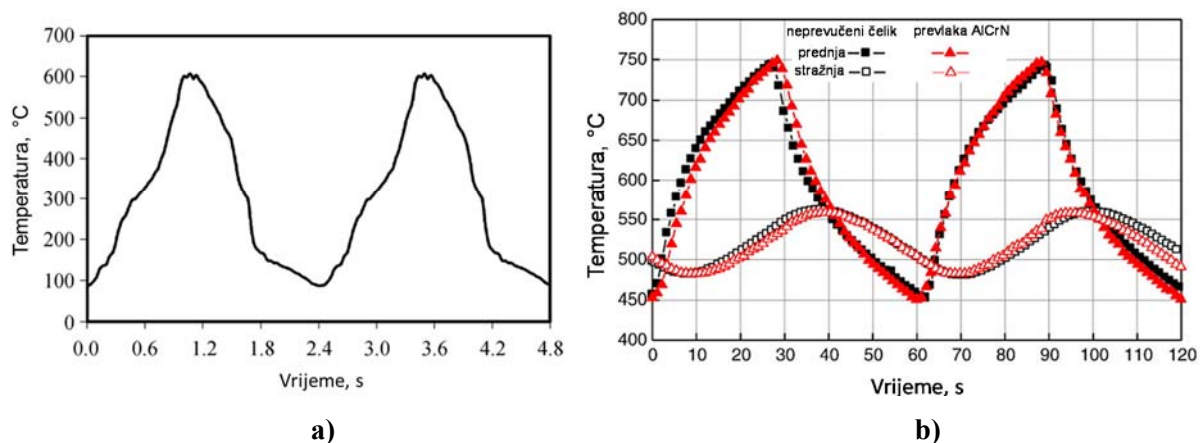
Autori radova [5, 26, 29, 34, 35, 68, 75, 134] uspoređivali su otpornost na toplinski umor simuliranjem ciklusa grijanja-hlađenja indukcijskim grijanjem i hlađenjem vodom ili uljem. Kako bi simulirali uvjete kod lijevanja bakra i aluminijske legure autori radova [26, 29, 34, 68] za provedbu simulacije toplinskog umora odabrali su dvije gornje temperature od  $700^{\circ}\text{C}$  i  $850^{\circ}\text{C}$ , uz vrijeme grijanja od 0,4 sekunde odnosno 2,5 sekundi s ukupnim trajanjima ciklusa

od 14,4 sekundi odnosno 26,5 sekundi i istu minimalnu temperaturu od 170°C u oba slučaja. Grijanje je provedeno indukcijskim putem, dok je hlađenje provedeno uljem kroz ispitni uzorak. Na taj način postigli su slične uvjete i izazvali naprezanja u površini koji vladaju na površini kalupa tijekom ciklusa tlačnog lijevanja. Rezultati su pokazali da viša temperatura od 850°C ubrzava pojavu i rast pukotina uslijed toplinskog umora u odnosu da nižu temperaturu od 700°C. Sličnu provedbu simulacije toplinskog umora proveli su Velay i autori [5]. Ispitivanje je provedeno indukcijskim grijanjem i hlađenjem uljem kroz ispitni uzorak uz maksimalne temperature od 495°C, 537°C i 602° i redom vremenima grijanja od 1,1, 0,2 i 0,3 sekunde. Minimalne temperature iznosile su 180°C, 170°C i 183°C uz ukupno vrijeme ciklusa od 12,1, 9,7 i 11,8 sekunda. Zaključili su da se najveća naprezanja na površini uzorka postižu za uvjete 602°C/0,3s ↔ 183°C/11,8s, uz povećanje iznosa naprezanja s brojem ciklusa.

Dobrzański i autori [75] proveli su usporedno ispitivanje otpornosti na toplinski umor dva čelika za topli rad simulacijom toplinskog umora indukcijskim grijanjem i hlađenjem uranjanjem u vodu. Maksimalna temperatura na površini uzorka iznosila je 600°C sa vremenom grijanja od 1 sekunde, dok je uz hlađenje od 1,4 sekunde donja temperatura iznosila 100°C (slika 4.64 a). Pellizzari i autori [134] ispitivali su otpornost toplinskog umora indukcijskim grijanjem pri 900°C i 700°C uz hlađenje vodom na 70°C, odnosno 40°C (slika 4.63 a). Odabrana viša temperatura ukazala je na raniju pojavu pukotina te njihovu veću gustoću i prosječnu dubinu. Starling i autori [35] proveli su ispitivanje između 750°C i 50°C uz vrijeme grijanja od 3,5 sekunda induciranom strujom i vrijeme hlađenja od 6,7 sekunda prskanjem vodom. Autori rada [7] iznose rezultate ispitivanja otpornosti na toplinski umor čelika za topli rad grijanjem pomoću lasera i hlađenja u vodi. Ispitivanje je provedeno sljedećim parametrima: vrijeme grijanja: 3,6 s; vrijeme hlađenja 8 s; raspon temperature: 20°C ↔ 700°C. Autori radova [69, 73] proveli su ispitivanje pojave toplinskog umora uranjanjem u rastaljenu aluminijsku leguru na temperaturi od 690°C u trajanju od 6,4 sekunde uz hlađenje na zraku i potom uranjanjem u emulziju na bazi vode. Grijanje plamenom na 750°C u trajanju od 30 sekundi i hlađenjem zrakom na 450 °C u trajanju od 30 sekundi, kako bi se utvrdio utjecaj toplinskog umora na nitirani i prevučeni alatni čelik za topli rad, proveo je Birol sa suradnicima [31, 33, 133] (slike 4.63 b i 4.64 b).



Slika 4.63 Primjeri metoda simuliranja otpornosti na toplinski umor: a) grijanje plamenom i hlađenje na zraku, b) indukcijskim grijanjem i hlađenje vodom [33], [134]



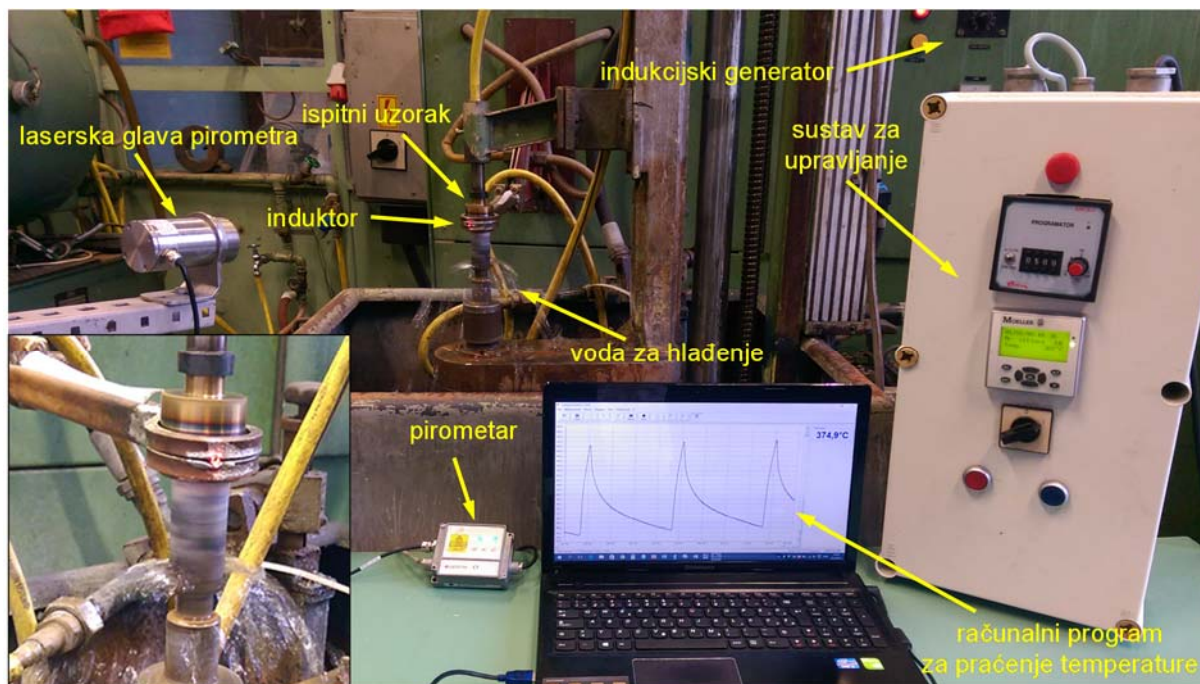
Slika 4.64 Temperaturni profili različitih metoda simuliranja otpornosti na toplinski umor: a) grijanje plamenom i hlađenje zrakom, b) indukcijsko grijanje i hlađenje uranjanjem u vodu [33], [75]

U navedenim radovima iznesene su različite metode grijanja-hlađenja kod ispitivanja otpornosti na toplinski umor. Navedene metode simuliranja toplinskog umora i njihovi temperaturni profili, odnosno iznosi temperatura i vremena grijanja i hlađenja, ne odgovaraju stvarnim temperaturnim uvjetima koji se javljaju kod kalupa za tlačni ljev. Jedino su autori radova [26, 34, 70] proveli ispitivanje otpornosti na toplinski umor načinom i parametrima koji najvjernije simuliraju uvjete na površini kalupa kod tlačnog lijevanja.

#### 4.18.2 Opis vlastitog uređaja za simulaciju toplinskog umora

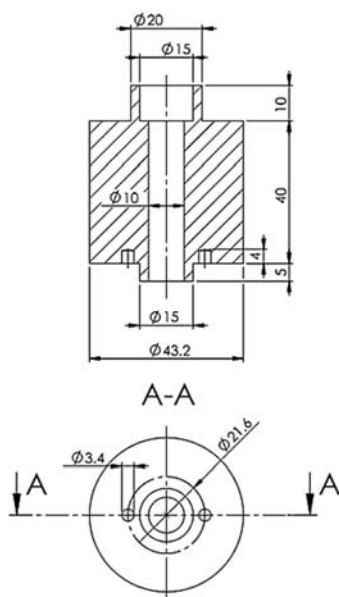
U ovom radu ispitivanje je provedeno na vlastito izrađenom uređaju koji se sastoji od indukcijskog generatora, pirometra i sustava za upravljanje (slika 4.65). Cilj ispitivanja bio je utvrditi utjecaj površinskih slojeva na pojavu toplinskog umora. Kontinuiranim cikličkim grijanjem i hlađenjem na posebno izrađenim laboratorijskim uzorcima simulirani su uvjeti i

toplinska naprezanja koja se javljaju u radu na površini kalupa za tlačni lijev aluminijskih legura tijekom ciklusa lijevanja.



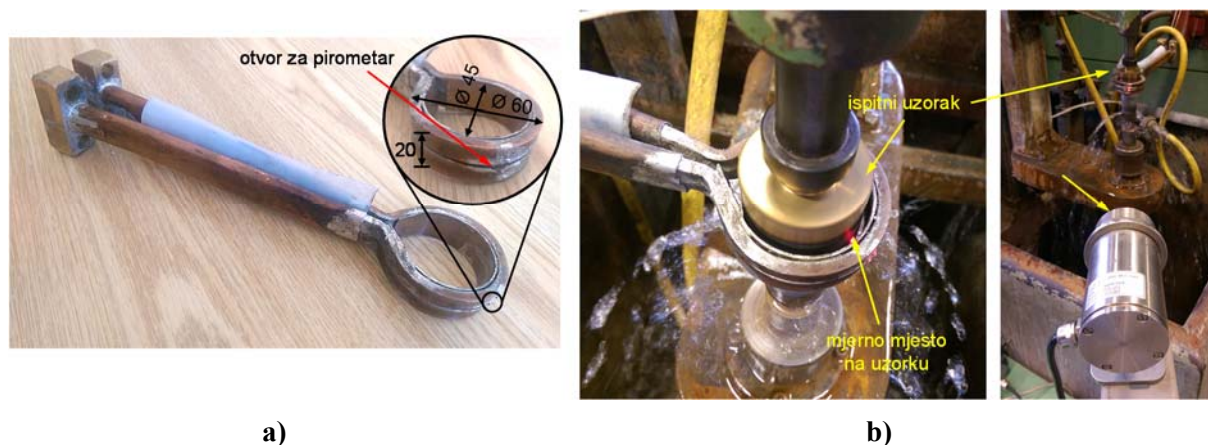
**Slika 4.65** Sustav za provedbu simulacije grijanja i hlađenja za ispitivanje otpornosti na toplinski umor

Da bi se na temelju provedenih pokusa toplinskog umora mogli postići vjerodostojni rezultati i time doći do odgovarajućih zaključaka, nužno je stvoriti uvjete koji su bliski stvarnim uvjetima rada kalupa za tlačni lijev, koji su ponovljivi, ali i mogući za realizaciju. Stoga je simulacija uvjeta rada kalupa za tlačni lijev tražila pravilan izbor načina grijanja i hlađenja, ali i pravilan izbor oblika ispitnog uzorka. U tu svrhu, zajedno sa svim ostalim uzorcima za laboratorijska ispitivanja, izrađeno je i osam uzoraka za ispitivanje otpornosti na toplinski umor. Za svako stanje izrađeno je po dva uzorka cilindričnog oblika i dimenzija  $\varnothing 43,2 \times 40$  mm (slika 4.66). Cilindrični oblik uzorka najprikladniji je za indukcijско grijanje budući da se zbog učinkovitosti djelovanja induktora postiže najpovoljnije iskorištenje snage generatora. Debljina stjenke ispitnih uzoraka iznosi 16,6 mm što je dovoljno da se uspostavi dovoljno oštri temperaturni gradijent između površine i unutrašnjosti ispitnog uzorka prilikom grijanja. Uzorci su toplinski obrađeni, plazmatski nitrirani i prevučeni zajedno sa ispitnim uzorcima kako bi mikrostruktura i površinski slojevi bili jednaki s ostalim laboratorijskim uzorcima.



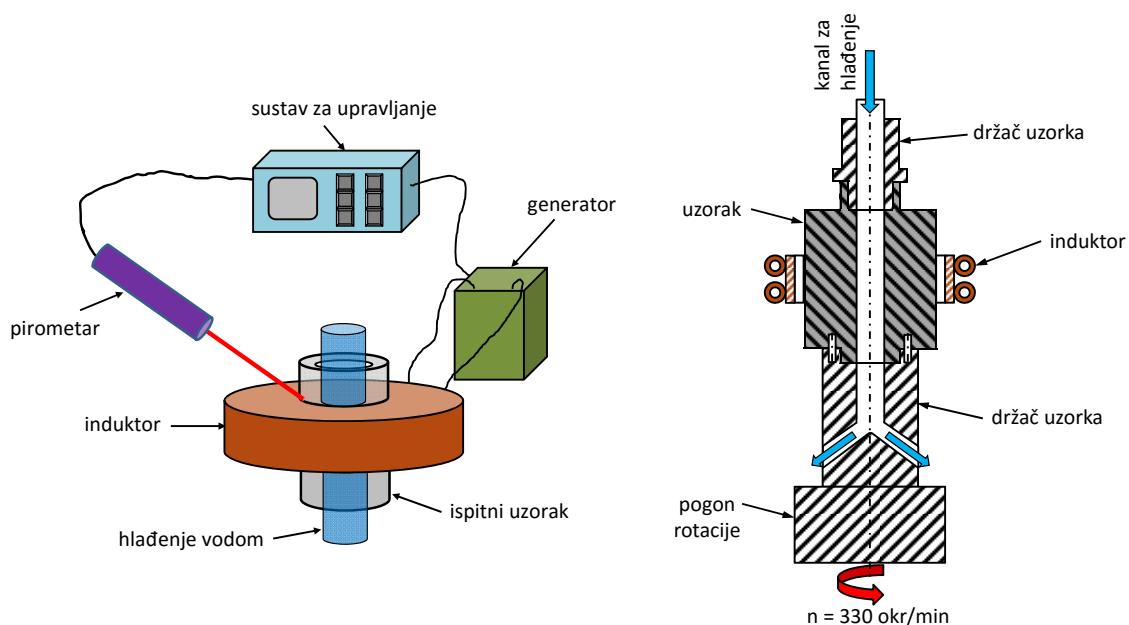
**Slika 4.66 Ispitni uzorci za ispitivanje otpornosti na toplinski umor**

Budući da se površina kalupa za tlačni lijev u kontaktu s talinom vrlo brzo ugrije, grijanje uzoraka izvedeno je indukcijskim putem pomoću visokofrekvencijskog generatora VG I50 tvrtke Institut za elektroniku i vakuumsko tehniko u Laboratoriju za toplinsku obradu UNIZG FSB s frekvencijom izmjenične struje od 410 kHz. Ovaj način grijanja je prikladan jer omogućuje vrlo visoke brzine grijanja. Grijanjem površine postižu se velike temperaturne razlike između površine i unutrašnjosti uzorka što je karakteristično kod grijanja kalupa za tlačni lijev tijekom ulijevanja taline. Posebno za ovo ispitivanje izrađen je induktor od šupljeg bakrenog profila sa nalemljenim bakrenim prstenom (slika 4.67 a). Grijani pojas površine uzorka visine je 20 mm koliko iznosi visina induktora. Kako bi svi ispitni uzorci bili podvrgnuti jednakim temperaturno-vremenskim ciklusima i s obzirom da je trebalo provesti relativno veliki broj ciklusa (4500), simulacija toplinskog umora je automatizirana. Da bi se ostvarili jednaki uvjeti ispitivanja za sve uzorke potrebno je precizno mjerenje i kontrola temperature za vrijeme ciklusa. Za vrijeme ispitivanja toplinskog umora mjerenje i kontrola temperature provedeno je putem pirometra Optris CT. Istim pirometrom snimane su krivulje grijanja i hlađenja tijekom svakog ciklusa. Pirometar je uređaj za mjerenje visokih temperatura bez kontakta s vrlo brzim odzivom te omogućuje mjerenje temperature tijela u uvjetima kada je potrebno npr. mjeriti temperaturu gibajućeg tijela ili tijela koje ima visoku temperaturu. Pozicioniranjem pirometra, odnosno infracrvene zrake, kroz otvor  $\varnothing 2$  mm na induktoru, temperatura površine ispitnog uzorka tijekom toplinskog umaranja mjerena je na samoj površini ispitnog uzorka u sredini grijanog pojasa (slika 4.67 b).



Slika 4.67 a) induktor za grijanje, b) mjesto mjerenja temperature na ispitnom uzorku tijekom ciklusa toplinskog umaranja

Visokofrekvencijski induksijski generator povezan je pirometrom putem sustava za upravljanje. Sustav za upravljanje sastavljen je od programibilnih logičkih kontrolera (PLC-a), zadanim parametrima grijanja (izlazna snaga, vrijeme grijanja) i hlađenja (vrijeme hlađenja), koji upravljaju visokofrekvencijskim induksijskim generatorom (slika 4.68). Na taj način osigurani su jednaki temperaturno-vremenski ciklusi za sve ispitne uzorke. U slučaju pojave temperaturnog odstupanja od zadanih vrijednosti, regulacijski sustav na temelju dobivenih podataka iz pirometra upravlja izlaznom snagom induksijskog generatora, odnosno regulira temperaturu, brzinu grijanja i hlađenja ispitnog uzorka. Rotacijom uzorka osigurano je postizanje homogenog magnetskog polja, odnosno jednolične temperature duž cijelog područja grijanog pojasa ispitnog uzorka.



Slika 4.68 Shematski prikaz uređaja i uzorka za simulaciju toplinskog umaranja

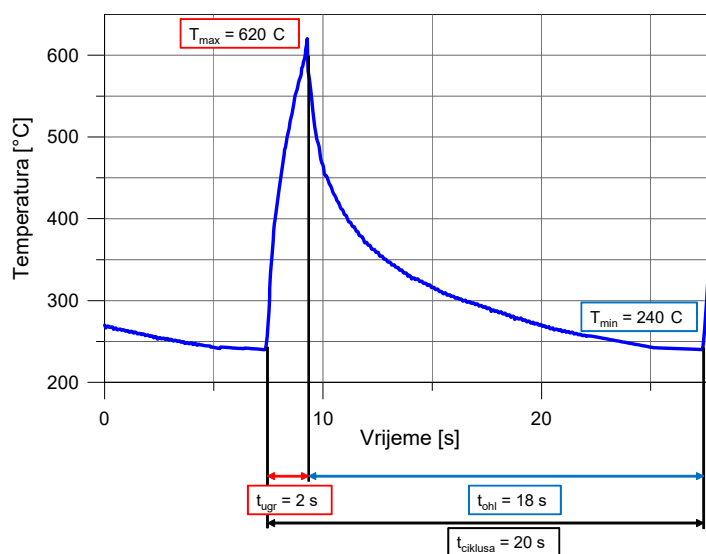


Ohlađivanje površine kalupa za tlačni lijev znatno je sporije od grijanja jer unutrašnjost kalupa prima toplinu od površinskog sloja. Kako bi se izbjegao nedostatak većine metoda simuliranja toplinskog umora u pogledu prebrzog hlađenja, što ne odgovara stvarnim uvjetima kod tlačnog lijevanja, hlađenje je provedeno kroz ispitni uzorak. Uz direktno hlađenje površine uzorka na zraku, hlađenje je izvedeno indirektno strujanjem vode sobne temperature kroz središte uzorka kontinuiranim protokom.

Na ovaj način ostvarena je vjerna simulacija toplinskog umora u odnosu na stvarne temperaturno-vremenske režime koji se javljaju kod kalupa za tlačni lijev. Konstrukcijom ovakvog sustava grijanja-hlađenja omogućena je regulacija i kontrola provedenih ciklusa grijanja i hlađenja te je osigurana ponovljivost ispitivanja.

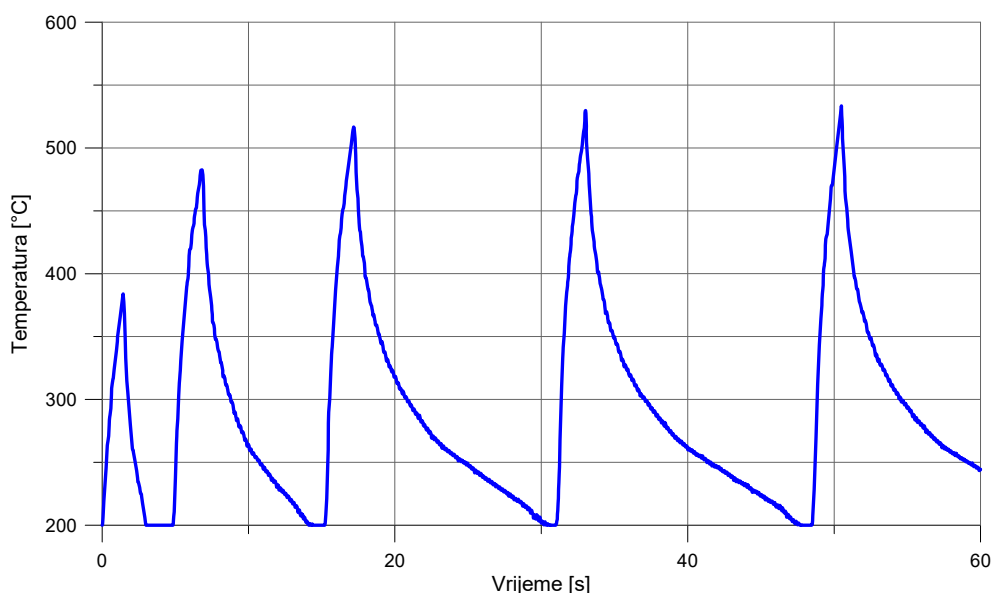
#### 4.18.3 Realizirani ciklusi simuliranja toplinskog umaranja

Slika 4.69 prikazuje temperaturni profil toplinskog umaranja snimljen tijekom jednog ciklusa sastavljenog od grijanja na temperaturu  $620^{\circ}\text{C}$  i hlađenja na  $240^{\circ}\text{C}$ . Maksimalna temperatura izabrana je na temelju literaturnih podataka [67, 70, 71] i podataka korisnika kalupa za tlačno lijevanje radiatora od legure  $\text{AlSi11Cu2(Fe)}$  tvrtke Lipovica: temperatura taline:  $670\text{--}700^{\circ}\text{C}$ ; maksimalna temperatura površine kalupa:  $620^{\circ}\text{C}$ ; minimalna temperatura površine kalupa:  $180\text{--}200^{\circ}\text{C}$ ; trajanje kristalizacije taline: 16-18 sekunda. Minimalna temperatura ciklusa od  $240^{\circ}\text{C}$  odabrana je kompromisno: na temelju okvirnih podataka za tlačno lijevanje aluminijskih legura, da ciklus ne traje predugo te da se postigne dovoljno velika razlika između maksimalne i minimalne temperature ciklusa.



**Slika 4.69** Temperaturni profil snimljen na površini uzorka tijekom jednog ciklusa grijanja-hlađenja pri simuliranju toplinskog umaranja režimom  $620\text{--}240^{\circ}\text{C}$

Prema [58, 71] na početku ciklusa lijevanja kalupu za tlačni lijev potrebno je 10 do 20 ciklusa kako bi se temperatura površine stabilizirala. Budući da su naprezanja površine kalupa proporcionalna temperaturi radne površine kalupa, na početku rada kalupi se uobičajeno pregrijavaju (kod aluminijskih legura 240 do 300°C) [166]. Prema tome, na početku ispitivanja prvih nekoliko desetaka ciklusa uzorci nisu odmah grijani na maksimalnu temperaturu kako bi se izbjegla početna visoka toplinska naprezanja i velika razlika između minimalne i maksimalne temperature. Temperaturni profil prvih 60 sekunda toplinskog umaranja koji simulira proces predgrijavanja kalupa za tlačni lijev prikazan je na slici 4.70. Najniža temperatura tijekom prvih ciklusa toplinskog umaranja nije zabilježena zbog nemogućnosti mjerenja pirometrom nižih temperatura od 200°C.



**Slika 4.70 Temperaturni profil površine ispitnog uzorka tijekom prvih 60 sekundi toplinskog umaranja režimom 620°C-240°C**

Površina uzorka zagrijava se visokofrekvencijskim generatorom zadanom snagom u trajanju od 2 sekunde, dok pirometar stalno bilježi temperaturu. Ukoliko je pirometar zabilježio da je zadana temperatura od 620°C postignuta po isteku 2 sekunde, sustav za upravljanje isključuje visokofrekvencijski generator, te započinje ohlađivanje u trajanju od 18 sekunda. Po isteku 18 sekunda ohlađivanja, pirometar mjeri temperaturu površine uzorka. Ako se površina uzorka ohladila na zadanu minimalnu temperaturu od 240°C, sustav za upravljanje ponovno uključuje visokofrekvencijski generator i započinje novi ciklus grijanja. Time je ciklus grijanje-hlađenje završen i brojač u sustavu za upravljanje registrira broj provedenih ciklusa. Opisanim ciklusom umaranja uzorci su podvrgnuti vrlo sličnim uvjetima

u kojima rade kalupi za tlačni lijev u eksploataciji (slika 4.62). Tablica 4.17 prikazuje parametre ciklusa simuliranja toplinskog umaranja.

**Tablica 4.17 Parametri ciklusa simuliranja toplinskog umaranja**

Maksimalna temperatura [°C]	Minimalna temperatura [°C]	Vrijeme grijanja [s]	Vrijeme hlađenja [s]	Ukupno vrijeme ciklusa [s]	Parametri indukcijskog generatora	
					Struja anode [A]	Napon anode [kV]
620	240	2	18	20	4	6

#### 4.18.4 Provedba ispitivanja otpornosti na toplinski umor

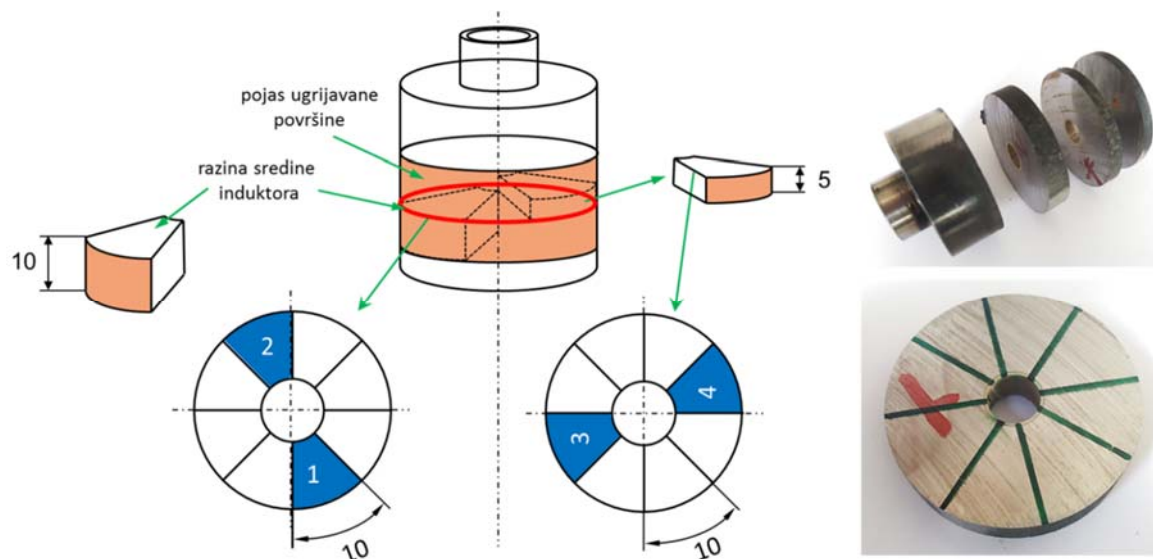
Procjena otpornosti na toplinski umor ispitnih uzoraka provedena je prema sljedećim kriterijima:

- trenutak nastanka prvih pukotina na površini ispitnog uzorka
- analiza oštećenja površine uslijed toplinskog umaranja
- promjena tvrdoće poprečnog presjeka, odnosno omekšavanju uslijed izloženosti visokim temperaturama (eng. *thermal softening*).

Za vrijeme toplinskog umaranja svakog uzorka registriran je onaj broj ciklusa koji je potreban za nastanak prvih pukotina. Svakih 500 ciklusa toplinski umarana površina se vizualno analizira, dok se prvi puta ne primijete pukotine te se taj broj ciklusa registrira kao broj ciklusa do nastanka prvih pukotina. Svi uzorci podvrgnuti su toplinskom umaranju režimom od 240°C do 620°C do ukupno 4500 ciklusa.

Nakon 4500 ciklusa toplinskog umaranja svaki ispitni uzorak poprečno je razrezan u dvije razine (slika 4.71). Prva razina nalazi se u sredini zone grijanja (nivo sredine induktora). Druga analizirana razina nalazi se na udaljenosti od 5 mm od sredini zone grijanja, odnosno na sredini između sredine zone grijanja i gornjeg ruba pojasa grijane površine. Svaka razina podijeljena je na osam dijelova te su odabrana po dva uzorka iz svake razine za analizu poprečnog presjeka. Na ovaj način izbjeci će se utjecaj mjernog mjesta ispitne površine na izmjerene vrijednosti. Analiza poprečnog presjeka sastoji se od određivanja karakterističnih veličina pukotina i ispitivanja tvrdoće poprečnog presjeka. Uzorci su izrezani tako da duljina

kružnog luka površine koja je umarana iznosi približno 10 mm (slika 4.71). Svaki uzorak metalografski je pripremljen na uobičajen način za analizu na svjetlosnom mikroskopu.



**Slika 4.71 Shematski prikaz i priprema uzoraka za ispitivanje oštećenja površine nakon 4500 ciklusa toplinskog umaranja režimom 620°C-240°C**

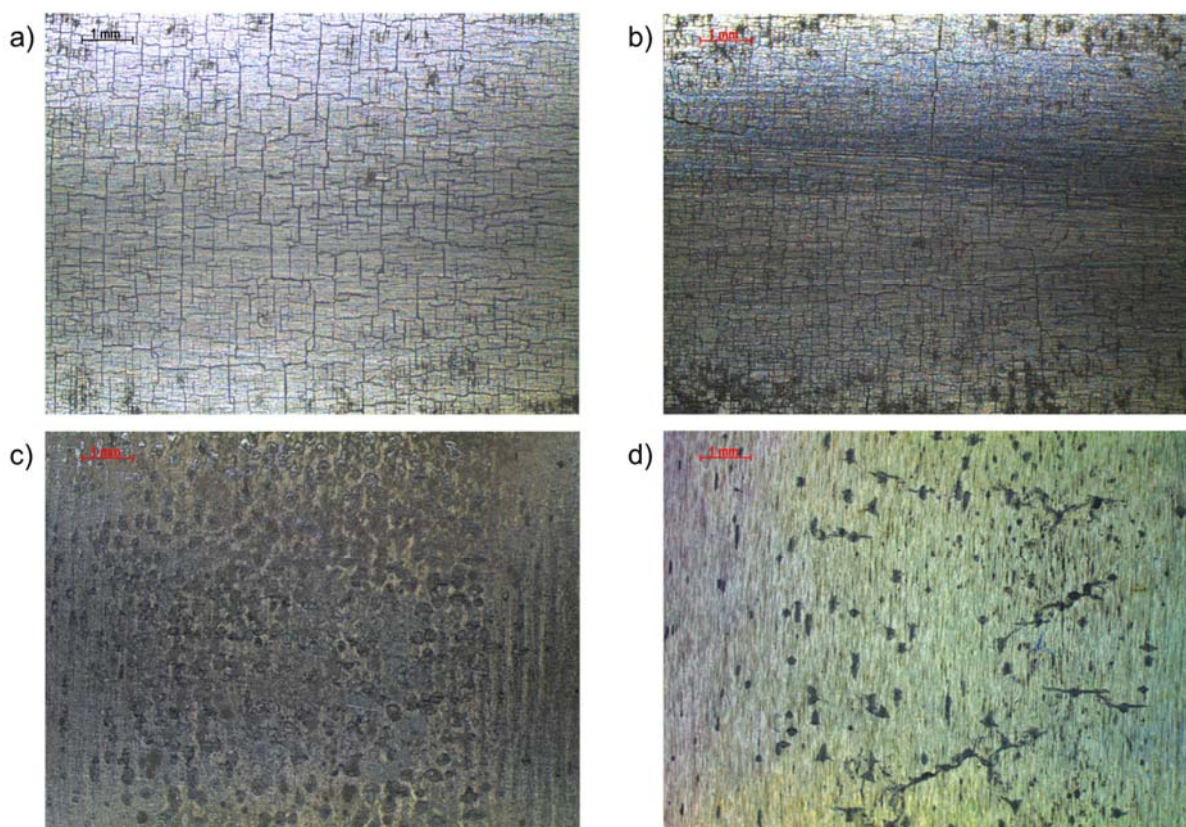
Otpornost na toplinski umor ispitivanjem oštećenja površine kvantificirana je sljedećim vrijednostima:

- broj pukotina,  $n$
- dubina najdublje pukotine,  $P_{max}$
- dubina najpliće pukotine,  $P_{min}$
- zbroj dubina svih pukotina,  $\sum P$
- prosječna dubina pukotina,  $P_{sred}$
- gustoća pukotina (broj pukotina po jedinici duljine),  $P$
- kumulativna dubina pukotina ( $\mu\text{m}/\text{mm}$ ),  $P_{kum}$ .

Navedene veličine, kao i broj ciklusa do nastanka prvih pukotina bili su kriterij na temelju kojih je analizirano ponašanje i usporedba ispitivanih uzoraka. U svrhu dodatne analize ponašanja ispitivanih uzoraka provedeno je i ispitivanje tvrdoće na poprečnom presjeku svih uzoraka.

#### 4.18.5 Ispitivanje nastalog oštećenja ispitnih uzoraka nakon toplinskog umaranja

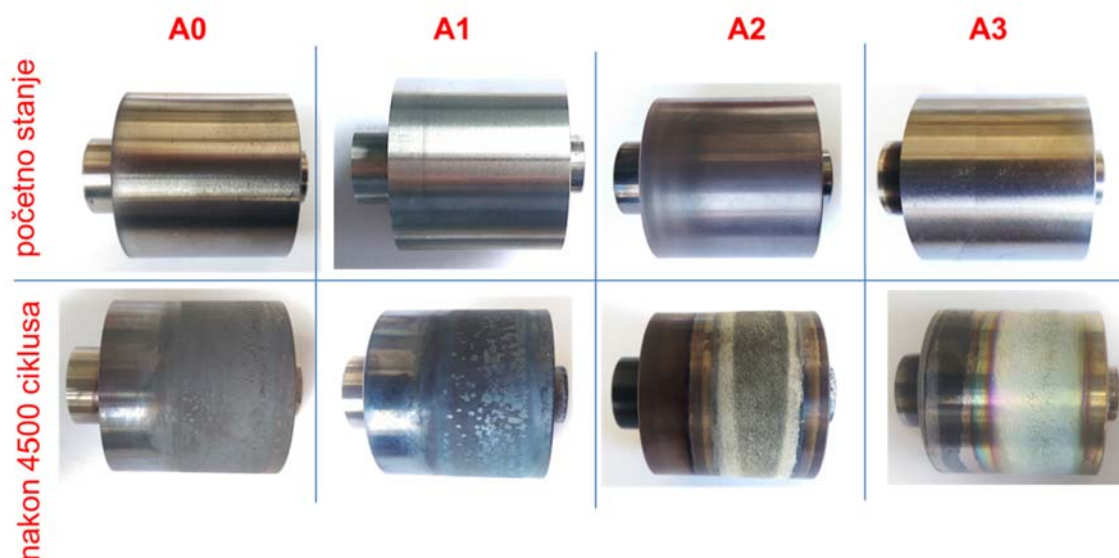
Prvi kriterij karakterizacije otpornosti na toplinski umor jest broj ciklusa do pojave prvih pukotina na površini uzoraka. Na svim uzorcima, osim na uzorcima s TiCN prevlakom, primijećena je pojava pukotina na površini uzorka. Na uzorku koji je bio samo kaljen i popušten u polaznom stanju prve pukotine pojavile su se nakon 3000 ciklusa, dok je nastanak pukotina plazmatski nitriranog uzorka zamijećen nakon 3500 ciklusa. U slučaju TiBN prevlake pojava prvih pukotina na površini uzorka zamijećena je tek nakon završnih 4500 ciklusa. Kod uzorka s TiCN prevlakom do završnih 4500 ciklusa nisu primijećene pukotine. Slika 4.72 prikazuje izgled površine ispitnih uzoraka za svako stanje nakon 4500 ciklusa toplinskog umaranja uz povećanje 12,5:1 na stereo mikroskopu.



Slika 4.72 Površine ispitnih uzoraka od čelika X38CrMoV5-3 snimljene stereo mikroskopom uz povećanje 12,5:1 nakon 4500 ciklusa toplinskog umaranja režimom 620°C-240°C: a) uzorak A0, b) uzorak A1, c) uzorak A2, d) uzorak A3

Kod samo uobičajeno toplinski obrađenih i plazmatski nitriranih uzoraka prisutan je oksidni sloj na površini koji je maskirao pukotine. Nakon pažljivog brušenja jasno je vidljiva mreža pukotina uslijed toplinskog umora (slika 4.72 a i b). Može se pretpostaviti je uzrok vrlo ranom stvaranju pukotina stvoreni oksidni sloj jer otpornost čelika prema oksidaciji ima

značajnu ulogu na nastanak pukotina (slika 4.73). Kod uzoraka s prevlakama također je zabilježen nastanak oksidnog sloja (slika 4.73). Može se pretpostaviti da se radi o  $\text{TiO}_2$  oksidnom sloju, dok je razlika u boji nastalog oksidnog sloja između TiCN (bijelo-siva) i TiBN prevlake (žuto-zelena) posljedica različitih kristala  $\text{TiO}_2$  [167]. Oblik mreže pukotina kod uzoraka A0 i A1 je sličan, s razlikom gušće mreže pukotina kod A1, ali većih pukotina kod uzorka A0. Na uzorku s TiBN prevlakom pukotine nisu u obliku mreže karakteristične za toplinski umor, već su pukotine pojedinačne, vrlo dugačke i neravnomjerno raspoređene (slika 4.72 d). Pregledom na stereo mikroskopu nije bilo moguće utvrditi radi li se o pukotinama nastalog oksidnog sloja na površini uzorka ili o pukotinama u osnovnom materijalu. Kod uzorka sa TiCN prevlakom zamijećeno je povećanje hrapavosti površine (slika 4.72 c).



**Slika 4.73** Uzorci od čelika X38CrMoV5-3 različitog stanja u početnom stanju i nakon 4500 toplinskog umaranja ciklusa režimom 620°C-240°C

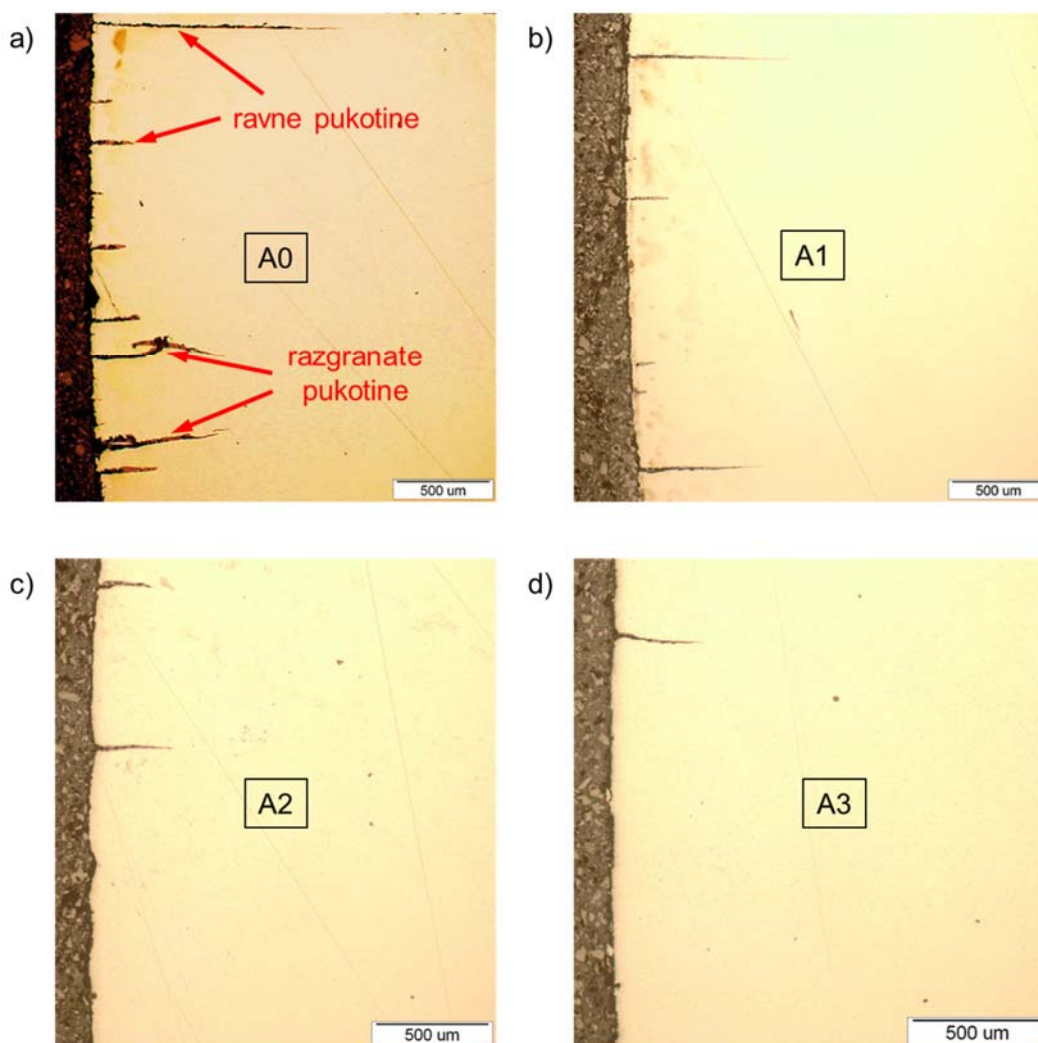
Budući da su od svakog toplinski umaranog uzorka izrezana 4 manja uzorka za ispitivanje nastalog oštećenja, u tablici 4.18 prikazani su dobiveni rezultati (srednje vrijednosti) karakterističnih veličina pukotina za svako ispitno stanje. Svi pojedinačni rezultati prikazani su u prilogu P.15. Analizom varijance ustanovljeno je da mjesto mjerenja nije imalo utjecaja na izmjerene karakteristične veličine pukotina. Na temelju dobivenih rezultata dubine i broja pukotina, izračunate su sljedeće vrijednosti:

- gustoća pukotina ( $\text{mm}^{-1}$ ),  $P$
- kumulativna dubina pukotina ( $\mu\text{m}/\text{mm}$ ),  $P_{kum}$ .

**Tablica 4.18 Rezultati ispitivanja (srednje vrijednosti) karakterističnih veličina pukotina ispitnih uzoraka različitih polaznih stanja čelika X38CrMoV5-3 nakon 4500 ciklusa toplinskog umaranja režimom 620°C-240°C**

Oznaka uzorka	Broj pukotina, $n$	Dubina najdublje pukotine, $P_{max}$ [ $\mu\text{m}$ ]	Dubina najpliće pukotine, $P_{min}$ [ $\mu\text{m}$ ]	Zbroj dubina svih pukotina, $\Sigma P$ [ $\mu\text{m}$ ]	Kumulativna dubina pukotina, $P_{kum}$ [ $\mu\text{m}/\text{mm}$ ]	Prosječna dubina pukotina, $P_{sred}$ [ $\mu\text{m}$ ]	Duljina kružnog luka [mm]	Gustoća pukotina, $P$ [ $\text{mm}^{-1}$ ]
A0	79 $\pm 3$	1357 $\pm 9$	15 $\pm 4$	14439 $\pm 340$	1362 $\pm 160$	182 $\pm 4$	10,6	7,5 $\pm 0,4$
A1	48 $\pm 2$	1182 $\pm 7$	16 $\pm 5$	9896 $\pm 273$	907 $\pm 143$	205 $\pm 4$	10,9	4,4 $\pm 0,2$
A2	13 $\pm 2$	231 $\pm 6$	59 $\pm 12$	1628 $\pm 202$	152 $\pm 39$	121 $\pm 14$	10,7	1,2 $\pm 0,02$
A3	6 $\pm 1$	222 $\pm 3$	84 $\pm 4$	1021 $\pm 128$	98 $\pm 12$	164 $\pm 11$	10,4	0,6 $\pm 0,003$

Kod uzorka A0 zamijećene su dvije vrste pukotina, ravne pukotine i razgranate pukotine. Ravne pukotine dominantne su i kod plazmatski nitiranog uzorka, dok su kod obje prevlake prisutne samo ravne pukotine (slika 4.74). Iako kod TiCN prevlake nakon 4500 ciklusa na površini uzorka pukotine nisu bile vidljive, pregled poprečnog presjeka potvrdio je prisutnost pukotina u osnovnom materijalu. Nešto manji broj pukotina na poprečnom presjeku pokazuje uzorak sa TiBN prevlakom, iako su one bile vidljive na površini uzorka.

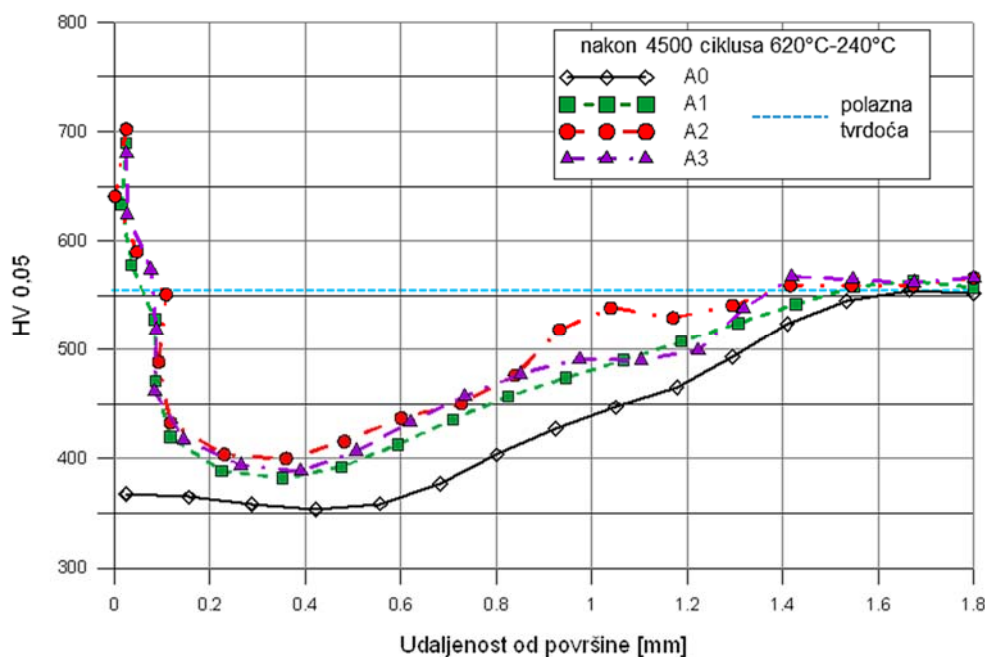


Slika 4.74 Pukotine uslijed toplinskog umora na poprečnom presjeku uzoraka: a) A0, b) A1, c) A2, d) A3

#### 4.18.6 Ispitivanje mikrotvrdoće toplinsko umaranih uzoraka

Ispitivanje tvrdoće provedeno je na ispitnih uzorcima u polaznom stanju (stanje A0) i na poprečnom presjeku metalografski pripremljenih uzoraka na kojima su kvantificirane pukotine nakon 4500 ciklusa toplinskog umaranja režimom 620°C-240°C. Ispitana su dva niza tvrdoća Vickers-ovom metodom s opterećenjem od 0,4903N (HV 0,05) na po dva uzorka od svakoga stanja i to od ruba prema središtu uzorka. Na temelju dobivenih rezultata konstruirane su krivulje rasporeda tvrdoće od površine prema jezgri za svaki uzorak pojedinog stanja (slika 4.75).





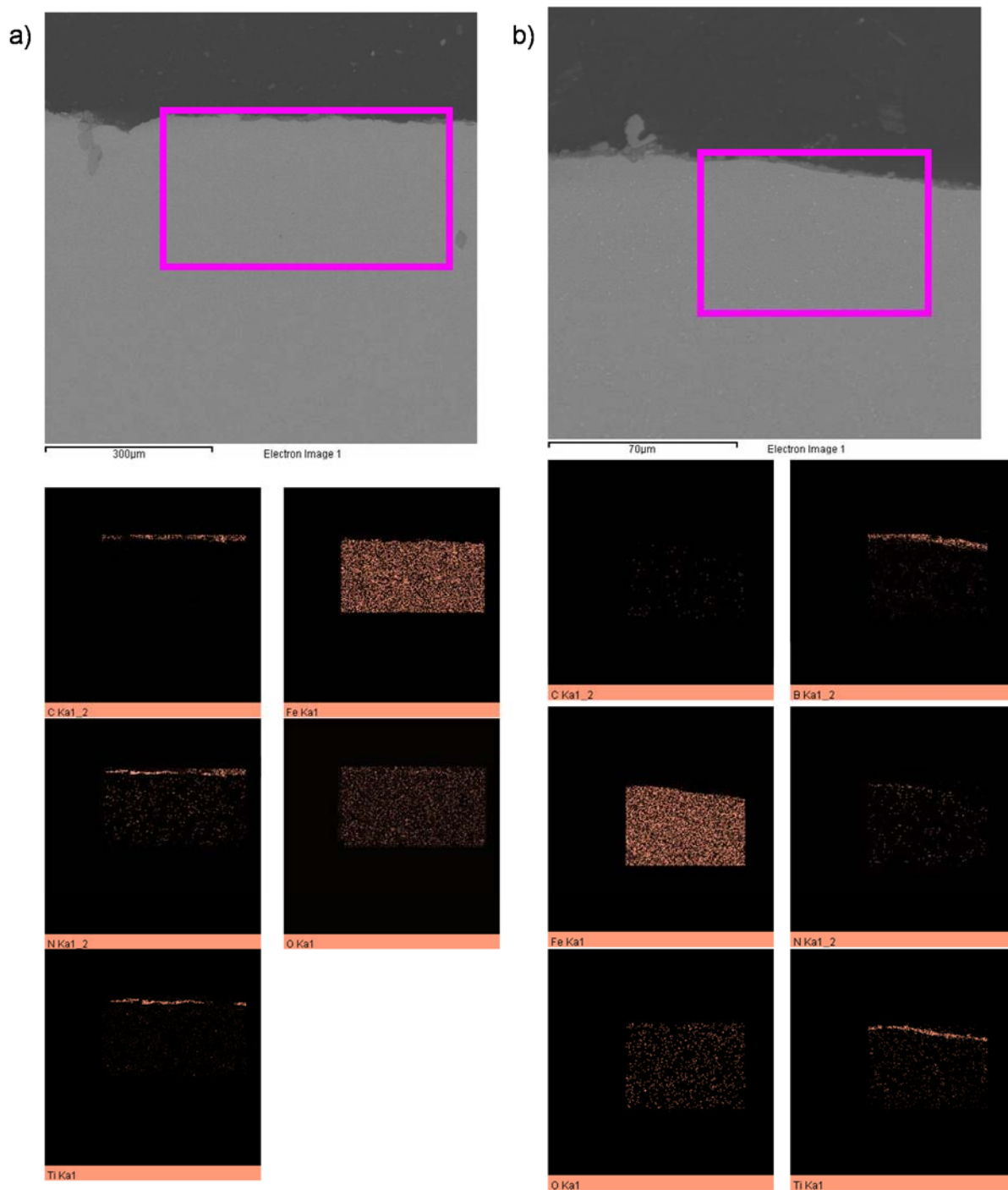
**Slika 4.75 Raspored tvrdoće po poprečnom presjeku ispitnih uzoraka od čelika X38CrMoV5-3 različitog polaznog stanja nakon 4500 ciklusa toplinskog umaranja režimom od 620°C-240°C**

Polazne tvrdoće za stanja A1, A2 i A3 prikazane su na slici 4.42, dok je polazna tvrdoća uzorka A0 mjerena na površini i u jezgri te nije uočena razlika u tvrdoći, već je tvrdoća konstantna i iznosi 556 HV 0,05. Tvrdoća na udaljenosti 2 mm od ruba predstavlja, približno, polaznu tvrdoću. Na temelju dobivenih rezultata proizlazi da je došlo do omekšavanja na svim uzorcima jer je tvrdoća grijanog ruba niža u odnosu na polaznu tvrdoću odnosno tvrdoću jezgre. Nakon toplinskog umaranja tvrdoća uzorka koji su plazmatski nitrirani, sa i bez prevlake, niža je za 100-150 HV0,05 u odnosu na početno stanje. Ispod nitriranog sloja, na 0,1 mm od ruba, nalazi se omekšani sloj osnovnog materijala nakon kojeg slijedi kontinuirani porast tvrdoće. Raspored tvrdoće po dubini približno je jednak za plazmatski nitrirane uzorke i uzorke s prevlakama. Najniža izmjerena tvrdoća za uzorke s površinskim slojevima, na udaljenosti 0,1 mm od ruba, ipak je viša u odnosu na uzorak A0. Značajnu razliku u pogledu tijeka krivulje tvrdoće pokazuje uzorak A0 kod kojeg je zabilježen najveći pad tvrdoće u samom rubnom sloju (razlika 184 HV 0,05). Tvrdoća uzorka A0 polako pada od površine do udaljenosti 0,4 mm na minimalnih 350 HV0,05, nakon čega slijedi porast prema tvrdoći jezgre. Kod uzorka s površinskim slojevima na manjoj udaljenosti od ruba (1,4 mm naprema 1,6 mm) dostignuta je tvrdoća jezgre.

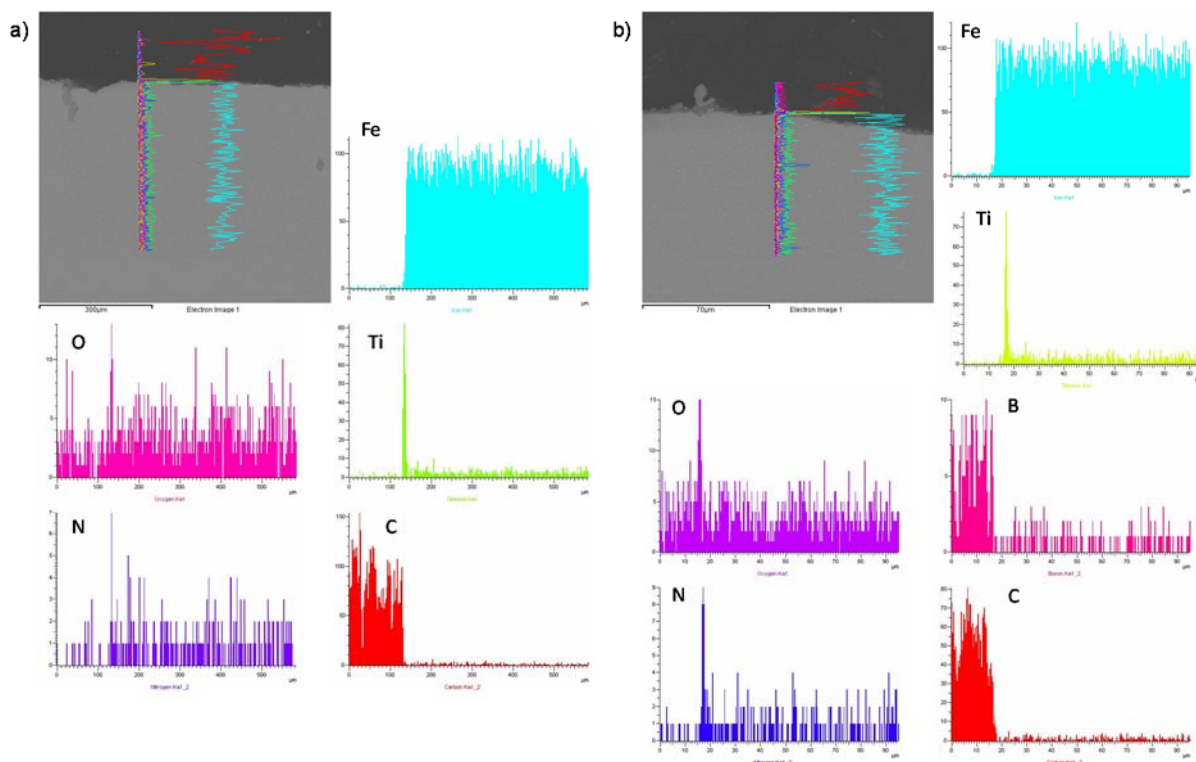
#### 4.18.7 Ispitivanje toplinsko umaranih uzoraka EDS-om

EDS analiza izvršena je i na toplinskim umaranim uzorcima sa prevlakama s ciljem utvrđivanja sastava prevlaka nakon provedenih 4500 ciklusa toplinskog umaranja. EDS linijska analiza i EDS mapiranje provedeno je na poprečnom presjeku četiri uzorka od svake prevlake na kojima je provedena karakterizacija pukotina. Rezultati EDS analize pokazuju:

- rezultati EDS mapiranja uzorka sa TiCN prevlakom pokazuju da površinski sloj sadrži sljedeće elementa: Ti, C i N što upućuje da je TiCN prevlaka nakon 4500 ciklusa toplinskog umaranja ostala prisutna na površini (slika 4.76 a)
- na mjestima gdje nema pukotina EDS linijska analiza pokazala je prisutnost elemenata Ti, C, N i O na površini uzorka što, s jedne strane, upućuje na TiCN prevlaku, ali i vjerojatno stvaranje  $TiO_2$  uslijed oksidacije prevlake tijekom toplinskog umaranja (slika 4.77 a)
- iz rezultata EDS mapiranja na površini uzorka sa TiBN prevlakom vidljivo je da prevladava udio Ti uz značajan udio B te nešto manji udio N. Rezultati upućuje da je prevlaka ostala zadržana na površini, ali vjerojatno  $TiB_2$  sastava (slika 4.76 b)
- EDS linijska analiza površine gdje je TiBN prevlaka zadržana ukazuje i na prisutnost kisika što ukazuje na oksidaciju prevlake (slika 4.77 b).



Slika 4.76 EDS mapiranje poprečnog presjeka nakon 4500 ciklusa toplinskog umaranja ispitnih uzoraka od čelika X38CrMoV5-3 režimom 620°C-240°C s: a) TiCN, b) TiBN prevlakom



**Slika 4.77 EDS linijska analiza poprečnog presjeka nakon 4500 ciklusa toplinskog umaranja ispitnih uzoraka od čelika X38CrMoV5-3 režimom 620°C-240°C s: a) TiCN, b) TiBN prevlakom**

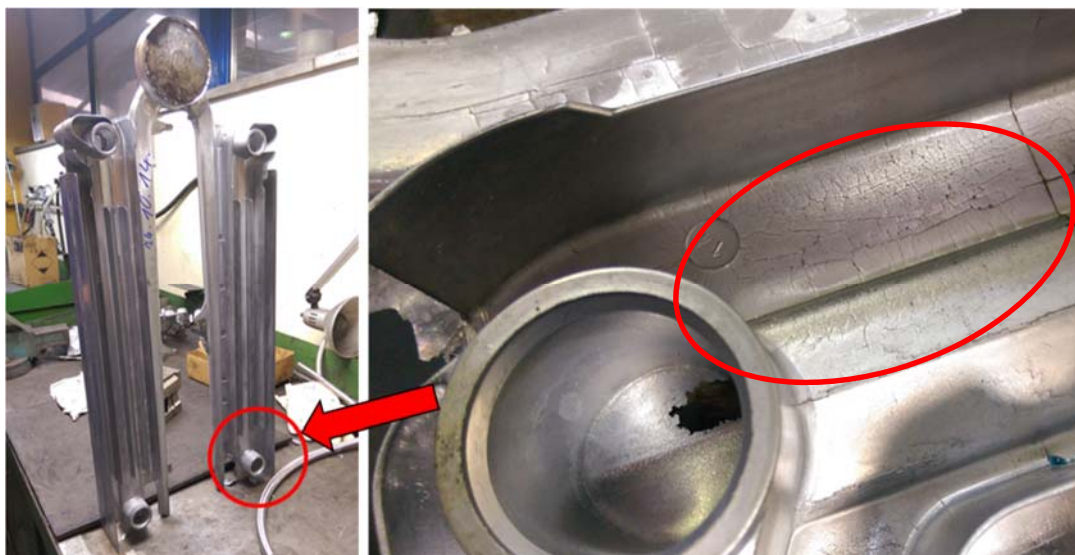
#### 4.19 Ispitivanje površinskih slojeva u radnim uvjetima

Kako bi se vidjelo na koji način se plazmatski nitrirani sloj i PACVD prevlake ponašaju u eksploatacijskim uvjetima, u kojima se istovremeno pojavljuje više različitih mehanizama dotrajavanja te kakav je njihov utjecaj na vijek trajanja kalupa za tlačni lijev provedeno je ispitivanje dijelova kalupa za tlačni lijev. Ispitivanje je provedeno u tvrtki Lipovica d.o.o. koja izrađuje dijelove radijatora metodom tlačnog lijeva (slika 4.78). Lijevanje radijatora vrši se na visokotlačnim strojevima sile zatvaranja od 7000 kN do 13500 kN. Strojevi su opremljeni elektrootpornim pećima za automatsko održavanje temperature taline. Svaki stroj opremljen je automatskim doziranjem taline, automatskim podmazivanjem ljevačkog alata, sustavom odsisavanja i filtriranja čestica i para iz procesa lijevanja te automatskim održavanjem tehnoloških temperatura alata i hidrauličkih medija u željenim granicama.



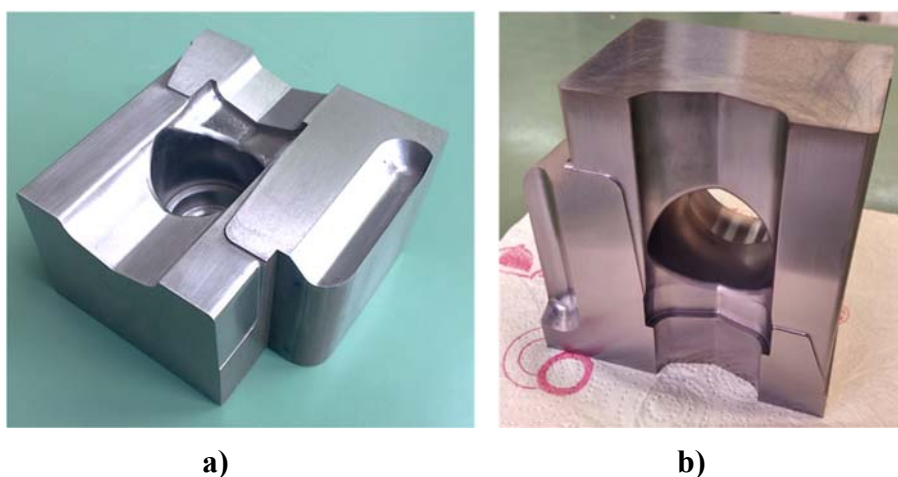
**Slika 4.78** Radijator Orion od aluminijske legure tvrtke Lipovica izrađen tlačnim lijevanjem

U suradnji s tvrtkom Lipovica d.o.o. utvrđen je kritični dio kalupa za tlačno lijevanje aluminijskih radijatora koji je u radu izložen najvećim opterećenjima i najvećem trošenju te direktno utječe na kvalitetu odljevka. Radi se o segmentima gornjih glavčina za tlačno lijevanje radijatora Orion 600 od aluminijske legure. Gornje glavčine izrađene su od istog alatnog čelika za topli rad X38CrMoV5-3 proizvođača KIND & CO. EDELSTAHLWERK ESR kao i laboratorijski ispitni uzorci u prethodno opisanim istraživanjima. Tvrtka Lipovica d.o.o. koristi gornje glavčine koje su samo obrađene uobičajenom toplinskom obradom kaljenja i popuštanja (opisano u poglavlju 4.4). Nakon 250 000 ciklusa na površini gornjih glavčina, uslijed toplinskog umora, nastaje mreža pukotina koja se preslikava na površinu odljevka (slika 4.79). To dovodi do problema izbacivanja odljevaka te proizvodnje odljevaka koji ne zadovoljavaju traženu kvalitetu površine čime kalup postaje neupotrebljiv za daljnju proizvodnju.



**Slika 4.79 Odljevak s mrežom pukotina kao rezultat toplinskog umora pri tlačnom lijevanju radijatora od aluminijske legure**

Da bi se u radnim uvjetima ispitalo ponašanje novo razvijenih površinskih slojeva zajedno sa uzorcima za laboratorijska ispitivanja, izrađeno je i toplinski obrađeno 8 gornjih glavčina kalupa za tlačni lijev po dvije za svako stanje (opisano u poglavlju 4.3). Gornje glavčine izrađene su prema uobičajenom tehnološkom postupku proizvođača ovih kalupa (slika 4.80).

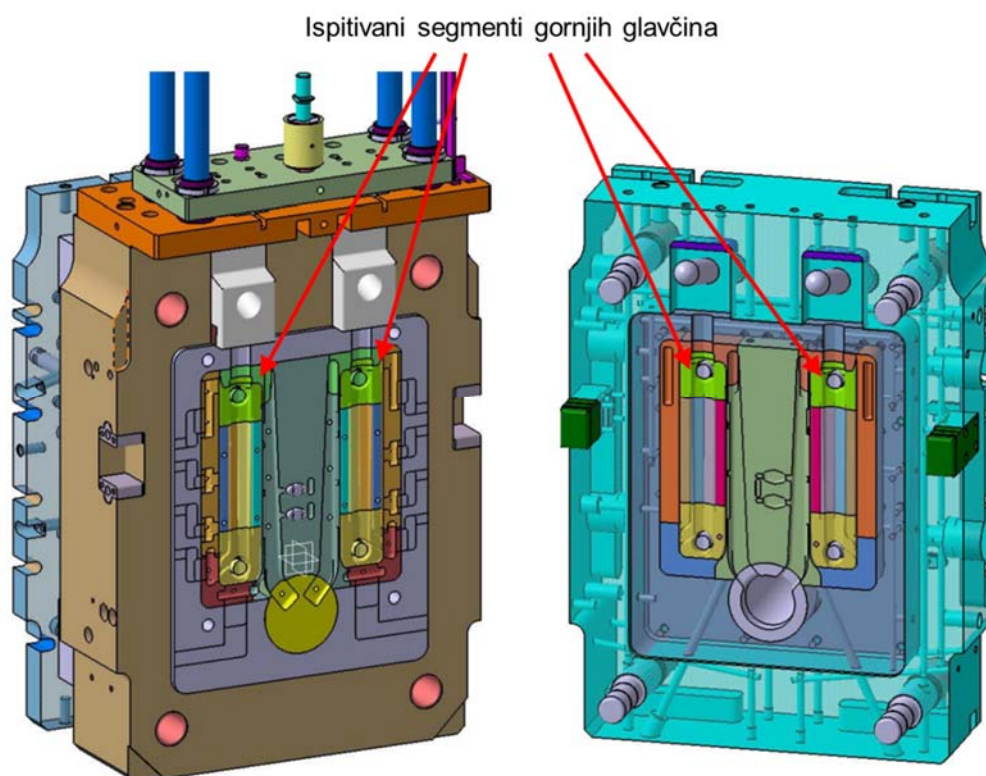


**Slika 4.80 Segment kalupa za tlačni lijev radijatora od aluminijske legure "glavčina gornja": a) prije, b) poslije prevlačenja TiCN prevlakom**

U svakom kalupu nalaze se po četiri gornje glavčine (slika 4.81). Ispitivanje je provedeno na dva kalupa pri čemu je u svaki ugrađena po jedna gornja glavčina od svakog stanja: samo klasično toplinski obrađeno, plazmatski nitrirano, prevučeno TiCN prevlakom i TiBN prevlakom. Na taj način istovremeno je praćeno i uspoređivano ponašanje četiri različite

glavčine u istim uvjetima rada. Parametri postupka tlačnog lijevanja radijatora od aluminijske legure u kojem su provedena ispitivanja u radnim uvjetima jesu sljedeći:

- ulazna temperatura taline: : 670-700 °C
- maksimalna temperatura površine kalupa: 620°C
- minimalna temperatura površine kalupa: 180-200°C
- obrađena legura: AlSi11Cu2(Fe)
- vrijeme kristalizacije taline: 16-18 sekunda.



**Slika 4.81 Ispitivani segmenti različito toplinski obrađenih gornjih glavčina u kalupu za tlačni lijev radijatora od aluminijske legure**

Slika 4.82 prikazuje navedeni kalup u rastavljenom stanju i ugradnju pokusnih segmenata gornje glavčine.



a) b)  
**Slika 4.82 a) rastavljeni kalup za tlačni lijev radijatora od aluminijske legure ORION 600 b) ugradnja različito toplinski obrađenih gornjih glavčina**

Osim toplinskog umora, koji je kao što je već spomenuto dominantan mehanizam dotrajavanja gornjih glavčina, praćeno je i uspoređivano ponašanje prema ostalim mehanizmima dotrajavanja kao što su erozija, korozija i reakcijsko nataljivanje. Analiza segmenata gornjih glavčina temeljila se na vizualnoj provjeri površine prema predviđenom planu održavanja. Tijekom planskog održavanja kalup se rastavlja, čisti i vizualno se analiziraju sve vitalne komponente. Vizualna provjera sastoji se od analize površine od pukotina, brazdi, kratera, naljepaka ili drugih oštećenja koje mogu imati utjecaj na kvalitetu odljevka. Osim toga, sama kvaliteta postupka prati se tijekom rada kalupa, kada svaki odljevak odmah nakon završetka ciklusa prolazi grubu inspekciju površine kako bi se na vrijeme zaustavila proizvodnja. Detaljnija provjera i analiza površine odljevaka provodi se prije lakiranja. Kriteriji za vrednovanje utjecaja plazmatskog nitriranja i prevlačenja bili su broj ciklusa do pojave značajnijih oštećenja na površini segmenata te ukupan broj ciklusa koji su segmenti izdržali do trenutka proizvodnje odljevaka koji ne zadovoljavaju propisanu kvalitetu površine.



## 5 ANALIZA REZULTATA

U svrhu vrednovanja utjecaja novih površinskih slojeva dobivenih plazmatskim nitriranjem te TiCN i TiBN prevlakama na svojstva alatnog čelika za topli rad provedena su laboratorijska ispitivanja i ispitivanja u radnim uvjetima kalupa za tlačni lijev. U ovom poglavlju provedena je analiza svih dobivenih rezultata ispitivanja novo razvijenih površinskih slojeva i provedena njihova usporedba sa površinski neobrađenim uzrocima kako bi se utvrdio njihov utjecaj na toplinski umor i trajnost alatnog čelika za topli rad te verificirala hipoteza rada.

### 5.1 Kemijski sastav površinskih slojeva

#### 5.1.1 GDOES analiza

GDOES analiza provedena je u svrhu određivanja kemijskog sastava površinskih slojeva i raspodjela elemenata po dubini (slika 4.13). Prisutnost N u površinskom sloju uzorka A1 ukazuje na postojanje nitriranog sloja. Iako je vrlo nizak, uz površinu udio N malo raste te koincidira sa parametrima plazmatskog nitriranja (sastav plinova: 5% N<sub>2</sub>, 95% H<sub>2</sub>).

GDOES analiza uzorka A2 pokazala je da površinski sloj sadrži oko 65% Ti, 18% N i 8% C što upućuje na TiCN prevlaku. Prema očekivanju prevladava udio Ti sa 65% uz površinu koji raste prema maksimalnih 73% na dubini od 0,6 μm nakon čega je udio Ti konstantan. Udio C najveći je uz površinu, nakon čega slijedi nagli pad na 8% koji je dalje kontinuiran kroz prevlaku. Udio N je također najveći uz površinu od 25% nakon čega slijedi kontinuirani pad prema 18% na dubini od 0,6 μm nakon čega TiCN prevlaka zadržava konstantan sastav.

GDOES analiza uzorka A3 pokazala je da površinski sloj sadrži oko 75% Ti, 18% N i 6% B upućujući na TiBN prevlaku. Kemijski sastav TiBN prevlake varira do dubine od 0,5 μm. Udio N kroz dubinu prevlake od 0–0,5 μm u rasponima od 0,05 μm kontinuirano varira te se postupno smanjuje od maksimalnih 25%, na dubini od 0,05 μm, do konstantnih 18% na dubini od 0,6 μm nadalje. Usporedno s promjenama udjela dušika, udio B također varira na istim rasponima dubine od maksimalnih 23% na samoj površini, do konstantnih 7% na dubini od 0,6 μm nadalje. Važno je naglasiti da su udjeli N i B do dubine od 0,5 μm obrnuto proporcionalni te da je udio B najviši uz površinu, dok je udio N najmanji uz površinu. U

skladu s tim promjena sastava, može se zaključiti da se TiBN prevlaka sastoji od naizmjeničnih slojeva TiN i TiB<sub>2</sub>, završno sa slojem TiB<sub>2</sub>, kako je i očekivano. Međutim, zbog nedovoljne rezolucije uređaja na kojem je provedena GDOES analiza, odnosno pretankih slojeva prevlake, uređaj nije mogao duž cijele dubine prevlake zabilježiti skokovite promjene kemijskog sastava uslijed nizanja TiN i TiB<sub>2</sub> slojeva.

GDOES analiza potvrdila je sastav TiCN i TiBN prevlaka te postojanje nitriranog sloja kod plazmatski nitriranih uzoraka. Konačan zaključak o sastavu nitriranog sloja i prevlaka dat će rendgenska difrakcija.

### 5.1.2 EDS analiza

Kako bi se utvrdila raspodjela prisutnih faza u prevlakama, a time i njezina struktura provedena je EDS analiza kemijskog sastava na uzorcima s prevlakama (slike 4.14 do 4.17).

Kod TiCN prevlake C je uglavnom koncentriran u gornjem sloju prevlake, dok je N najizraženiji na sučelju između prevlake i potpornog sloja te se prema površini prevlake smanjuje (slika 4.14). To potvrđuje postojanje potpornog TiN sloj i postupnog prijelaza iz TiN u TiCN sloj. Stoga se TiCN prevlaka može karakterizirati kao gradijentna prevlaka TiN-TiCN.

Kod TiBN prevlake raspodjela B se povećava prema površini prevlake, dok raspodjela N se smanjuje. Duž cijele duljine prevlake raspodjela B i N je jednolika (slika 4.15). Kako je vidljivo iz slika obje prevlake su uniformne duž cijele duljine bez pojave pukotina, oštećenja ili pora te konstantne debljine.

Analizom kemijskog sastava po liniji vidljiva je raspodjela konstitutivnih elemenata duž poprečnog presjeka prevlaka (slike 4.16 i 4.17). Prolaskom žute linije kroz poprečni presjek TiCN i TiBN prevlake dobiveni se odzivi prisutnih elemenata koji su prikazani linijama pripadajućih boja.

Zelena boja pokazuje raspodjelu Ti kao elementa sa najvećom koncentracijom. Pritom su dobiveni odzivi C i N za TiCN, odnosno C, N i B za TiBN prevlaku. Na temelju raspodjele elemenata duž poprečnog presjeka TiCN prevlake prikazanim na slici 4.16 može se zaključiti da TiCN na površini osnovnog materijala ima sastav čiste TiN prevlake što potvrđuje postojanje potpornog TiN sloja. Udaljavanjem od osnovnog materijala prema površini prevlake vidljivo je povećanje udjela C i smanjenje udjela N što ukazuje na postupnu

promjenu sastava TiCN prevlake, od početnog TiN sloja do završnog TiCN sloja na površini što potvrđuje gradijentni karakter prevlake.

Kao i u slučaju TiCN prevlake, iz linijske analize TiBN prevlake uočljiv je potporni TiN sloj na površini osnovnog materijala (slika 4.17). Prema površini prevlake povećava se udio B, dok se udio N smanjuje, čime se sastav TiBN prevlake prema površini mijenja iz TiN u TiB<sub>2</sub>. To se može objasniti činjenicom da se TiBN prevlaka sastoji od naizmjeničnih slojeva TiN u TiB<sub>2</sub> pri čemu se debljina TiN od osnovnog materijala prema površini prevlake svakim nanesenim slojem smanjuje, dok je kod TiB<sub>2</sub> slojeva obrnuto, odnosno sa svakim nanesenim slojem debljina TiB<sub>2</sub> sloja se povećava. S obzirom da se može reći da je prosječna debljina TiN i TiB<sub>2</sub> slojeva  $\approx 0,05\mu\text{m}$  ovom metodom, kao i u slučaju GDOES analize, nemoguće je razaznati granice između slojeva. Nadalje, parametri nanošenja TiBN prevlake bili su postavljeni prema kontinuiranom prijelazu iz TiN sloj u TiB<sub>2</sub>, i obrnuto, čime se postiže smanjenje zaostalih tlačnih naprezanja u prevlaci što pospješuje njezinu prionjivost [130].

Kod obje prevlake registriran je i udio Cl, uglavnom na sučelju između prevlake i podloge. Prisutnost Cl kod PACVD prevlaka je uobičajena s obzirom da se za proces koriste TiCl<sub>4</sub> i BCl<sub>3</sub> kao prekursori.

EDS analiza potvrdila je sastave TiCN i TiBN prevlaka te njihovu uniformnost i duž poprečnog presjeka i duž same prevlake bez vidljivih oštećenja, pukotina ili pora te konstantnu debljine prevlake. Iz provedene EDS linijske analize i mapiranja može se zaključiti da su sastavi prevlaka prema očekivanjima i u skladu da odabranim parametrima nanošenja.

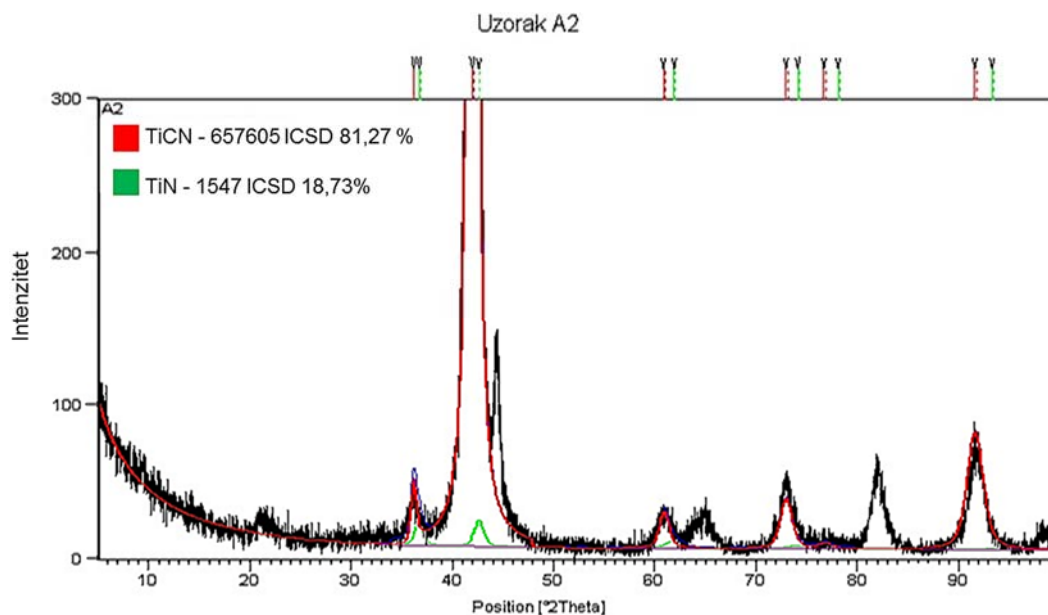
### 5.1.3 XRD analiza

XRD analiza je pokazala da nema značajne razlike u podlozi između uzoraka. Difrakcijski maksimumi koji odgovaraju Fe-Cr registrirani su kod sva tri stanja A1, A2 i A3 (slike 4.18, 4.19 i 4.20). Također, kod svih uzoraka registrirani su difrakcijski maksimumi za  $\epsilon$ -nitrid Fe<sub>3</sub>N. Kod uzoraka A1 i A2 difrakcijski maksimum na 64° pripada CrN, koji nije zamijećen kod TiBN prevlake.

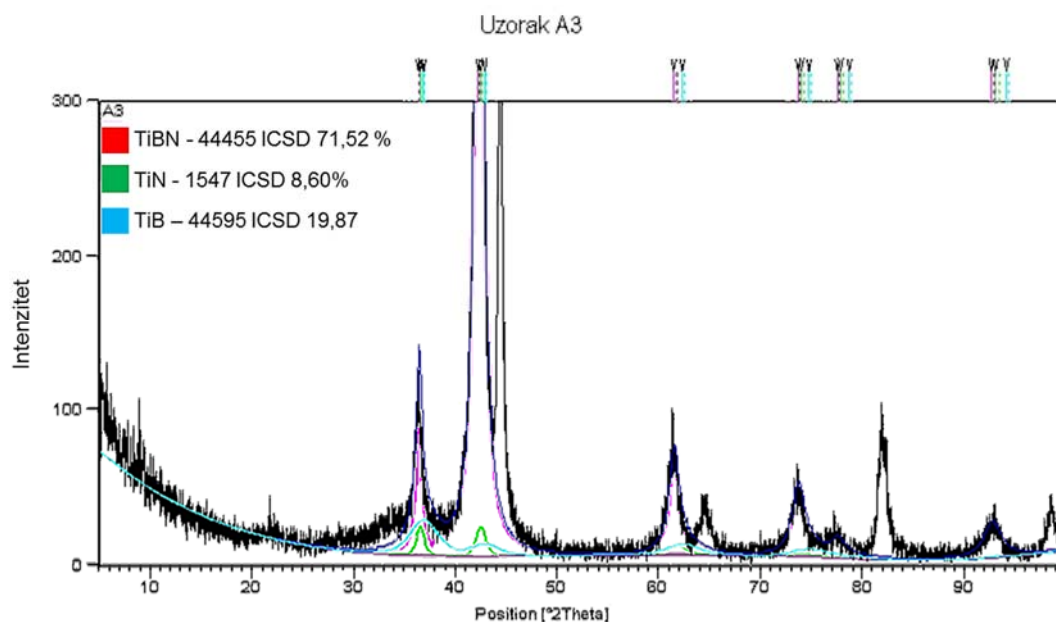
Difrakcijski maksimumi kod uzorka A2 odgovaraju TiCN i TiN fazama (slika 4.19). Kod TiBN prevlake zabilježeni su difrakcijski maksimumi koji odgovaraju TiBN, TiN i TiB fazama (slika 4.20). Ako se usporede difrakcijski maksimumi za TiCN i TiBN uočljiv je pomak difrakcijskog maksimuma TiBN prema većim vrijednostima  $2\theta$  u odnosu na

difrakcijski maksimum za TiCN strukturu. Navedeno se može objasniti smanjenjem kristalne rešetke uslijed manje deformacije FCC jedinične ćelije TiBN kristalne strukture u usporedbi sa TiCN kristalnom strukturom. Uži difrakcijski maksimum ukazuje na veća kristalna zrna TiCN kristalne strukture u usporedbi sa TiBN kristalnom strukturom.

U svrhu potpunog razumijevanja mikrostrukture prevlaka provedena je detaljnija analiza difraktograma TiCN i TiBN prevlaka. Analiza je provedena samo za difrakcijske maksimume  $\text{TiC}_{0,3}\text{N}_{0,7}$  i  $\text{TiB}_{0,5}\text{N}_{0,75}$  faza. Unutar difrakcijskih maksimuma  $\text{TiC}_{0,3}\text{N}_{0,7}$  pronađeni su difrakcijski maksimumi koji odgovaraju TiN fazi (slika 5.1). U TiCN prevlaci udio TiCN faze iznosi 81,27%, dok je udio TiN faze 18,73%. U slučaju TiBN prevlake, unutar difrakcijskih maksimuma  $\text{TiB}_{0,5}\text{N}_{0,75}$  faze vidljivi su maksimumi koji odgovaraju TiN i TiB fazama (slika 5.2). TiBN prevlaka sadrži 71,52% TiBN, 8,60 TiN i 19,87% TiB faze.



Slika 5.1 Difraktogram TiCN prevlake na čeliku X38CrMoV5-3 s difrakcijskim maksimumima TiCN i TiN faze



Slika 5.2 Difraktogram TiBN prevlake na čeliku X38CrMoV5-3 s difrakcijskim maksimumima TiBN, TiB i TiN faza

Rendgenska difrakcija potvrdila je očekivanu strukturu prevlaka. Na temelju provedene analize može se zaključiti da se TiCN prevlaka sastoji od TiCN i TiN faza, dok se TiBN prevlaka sastoji od TiBN, TiB i TiN faza.

## 5.2 Mikrostruktura površinskih slojeva

U svrhu određivanja nepravilnosti mikrostrukture koje se mogu javiti kao posljedica neadekvatnih parametara toplinske obrade provedena je analiza mikrostrukture čelika X38CrMoV5-3 (slika 4.21 i tablica P-1.3). Na temelju provedene analize može se zaključiti da se radi uobičajenoj mikrostrukturi popuštenog martenzita sa eutektoidnim i sekundarnim karbidima bez vidljivih nepravilnosti, tj. da mikrostruktura u potpunosti odgovara ovom čeliku [126]. Analizom rubnog sloja plazmatski nitriranih uzoraka (A1, A2 i A3) vidljiv je nitrirani sloj, karakteristične tamne boje nakon nagrizanja. Nitrirani sloj sastoji se od difuzijske zone koja je homogena, bez vidljivih pukotina ili razugljičenja, ili bilo koje druge nepravilnosti, dok zona spojeva, poznata i kao „bijeli sloj“, nije zamijećena niti kod jednog uzorka.

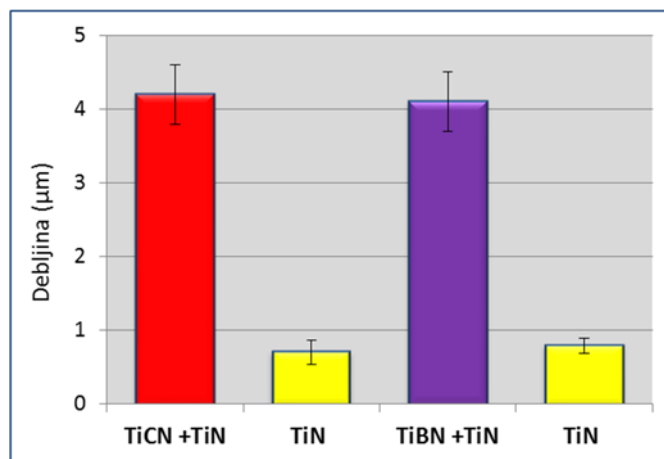
Analizom poprečnog presjeka prevlaka skenirajućim elektronskim mikroskopom (slika 4.23) nisu uočene nikakve nepravilnosti. Prevlake su glatke, jednolične debljine duž cijele površine uzorka bez pukotina, poroznosti ili odvajanja prevlake od podloge.

### 5.3 Debljina prevlake

Na osnovi dobivenih rezultata ispitivanja debljine prevlake prikazanim u tablici 4.10 konstruirani su histogrami debljina slojeva prikazanih na slici 5.3. Iz rezultata je vidljivo da nema razlike u debljini između TiCN i TiBN prevlake. Ukupna debljina TiCN prevlake, uključujući i TiN potporni sloj, iznosi 4,2  $\mu\text{m}$ , dok ukupna debljina TiBN sa potpornim TiN slojem iznosi 4,1  $\mu\text{m}$ .

Vrijeme nanošenja TiCN prevlake iznosilo je 8 sati, dok je vrijeme nanošenja TiBN prevlake iznosilo 12 sati. Navedeno ukazuje na veću brzinu depozicije TiCN prevlake. Debljina TiN potpornog sloja kod obje prevlake je jednaka što je očekivano s obzirom na iste parametre depozicije potpornog TiN sloja. Debljina prevlake ima značajan utjecaj na svojstva prevlake, poglavito tribološka [86]. Prevelika debljina prevlake može imati negativan utjecaj na prionjivost (velika zaostala naprezanja) i svojstva (faktor trenja, otpornost na trošenje) prevlake, dok s druge strane, u slučaju premale debljine može doći do prebrzog trošenja iste [168, 169].

Može se zaključiti da je debljina prevlaka i njihovih potpornih slojeva vrlo dobra s aspekta tehničke primjene.



Slika 5.3 Debljina TiN potpornog sloja i ukupna debljine TiCN i TiBN prevlaka na uzorcima A2 i A3 od čelika X38CrMoV5-3

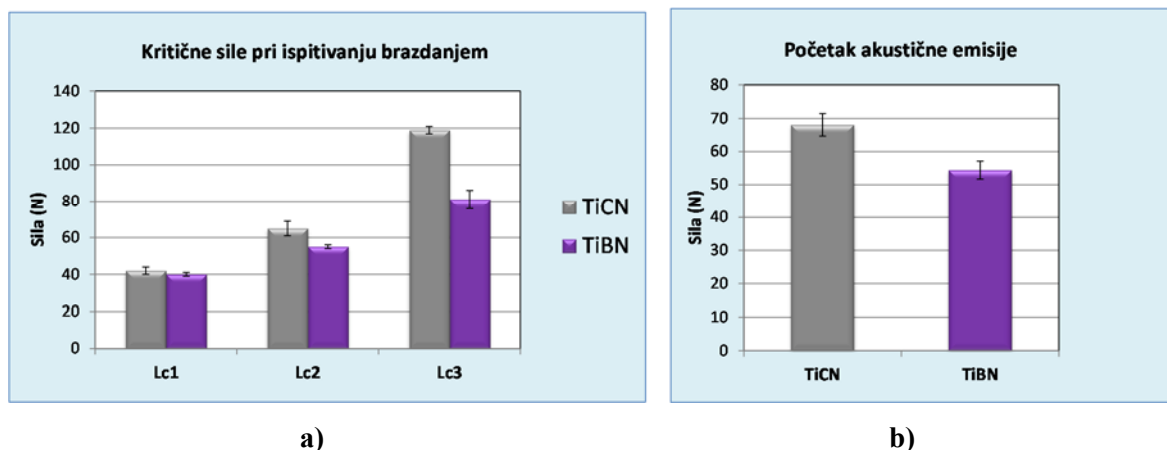
### 5.4 Prionjivost prevlake

U svrhu određivanja prionjivosti prevlaka, kao vrlo važne karakteristike prevlake koja ima značajan utjecaj na njezina svojstva i ponašanje, provedena su kvalitativna i kvantitativna ispitivanja.

Kvalitativna HRC metoda utiskivanja temelji se na analizi količine i teksture oštećenja prevlake oko otiska. Zaključci o prionjivosti prevlaka doneseni su na temelju snimaka otisaka na svjetlosnom mikroskopu (slika 4.28 i tablica P-1.5). Rezultati ispitivanja HRC metodom pokazali su da je prionjivost obje prevlake zadovoljavajuća uz bolju prionjivost TiCN u odnosu na TiBN prevlaku. Rezultati su bili jednaki na svim uzorcima pojedine prevlake. Kod TiCN prevlake uočljive su samo radijalne pukotine oko otiska te se prionjivost TiCN prevlake može smatrati vrlo dobrom (HF1 razred). U slučaju TiBN prevlake prevladavaju cirkularne pukotine uz vrlo malo radijalnih pukotina te je prisutna i djelomična delaminacija prevlake. To upućuje na nešto lošiju prionjivost TiBN prevlake, ali je ona još uvijek zadovoljavajuća (HF4 razred).

Na temelju provedene analize iznosa kritičnih sila (tablica P-1.6) dobivenih ispitivanjem brazdanjem i njihove usporedbe (slika 5.4) može se zaključiti da TiCN prevlaka posjeduje bolju prionjivost od TiBN prevlake. Kod obje prevlake sila  $L_{c1}$  pri kojoj je došlo do pojave prvih pukotina je jednaka. Međutim, kod TiCN prevlake veće su sile i početka delaminacije prevlake  $L_{c2}$  i potpunog probijanja prevlake  $L_{c3}$ . Sila početka delaminacije TiCN prevlake je 18% veća od TiBN prevlake, dok je sila potpunog probijanja TiCN prevlake za 47 % veća u odnosu na TiBN prevlaku.

Određene kritične sile analizom tragova trošenja svjetlosnim mikroskopom potkrepljenje su rezultatima analize dijagrama ovisnosti faktora i sile trenja o normalnoj sili te akustične emisije (slike 4.38 do 4.41). S aspekta tehničke primjene smatra se da obje prevlake imaju prihvatljivu prionjivost s osnovnim materijalom. Ispitivanje brazdanjem („scratch test“) potvrdilo je rezultate ispitivanja prionjivosti prevlaka metodom utiskivanja Rockwell-ovog indentora.



Slika 5.4 Srednje vrijednosti a) kritičnih sila, b) početka akustične emisije dobivenih ispitivanjem brazdanjem za TiCN i TiBN prevlake na čeliku X38CrMoV5-3

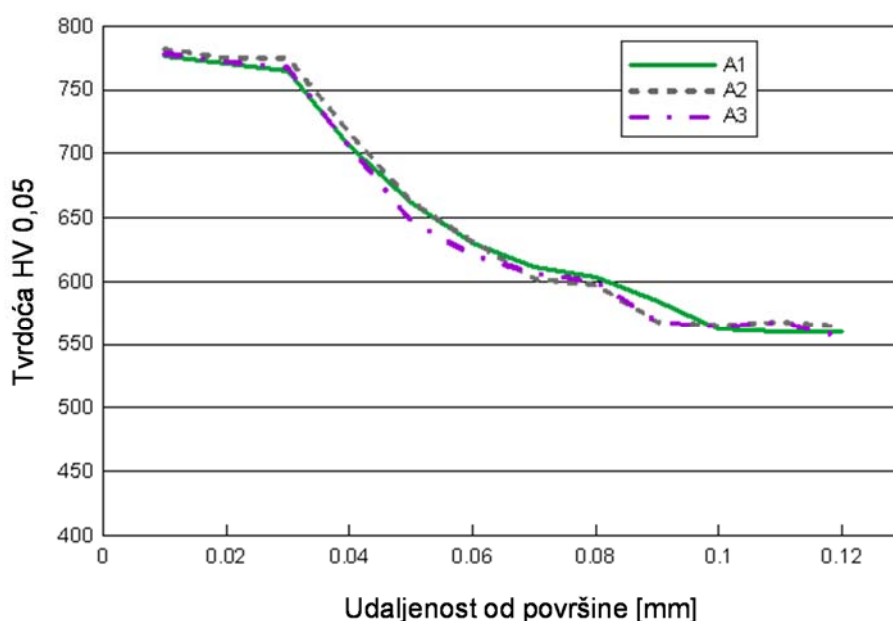
Zaostala tlačna naprezanja prevlake imaju pozitivan utjecaj na kasniji nastanak pukotina uslijed testa brazdanja jer one nastaju pod djelovanjem vlačnih naprezanja te je propagacija pukotina puno sporija u polju zaostalih tlačnih naprezanja. S obzirom da su obje prevlake prethodno plazmatski nitrirane na jednak način te da je struktura i dubina nitriranog sloja identična za obje prevlake, može se isključiti utjecaj podloge na prionjivost. Može se pretpostaviti da razlog loše prionjivosti TiBN prevlake leži u njezinoj strukturi, odnosno načinu nanošenja. Višeslojne prevlake posjeduju veća zaostala naprezanja u odnosu na jednoslojne prevlake. Razlog povećanju zaostalih naprezanja kod višeslojnih prevlaka može se pripisati zaostalim naprezanjima koja se javljaju na sučeljima između slojeva, periodičkoj deformaciji rešetke pri prijelazu od jednog sloja na drugi i razlici u koeficijentima toplinskog rastezanja između slojeva te između slojeva i osnovnog materijala. Nadalje, sa svakim sljedećim nanesenim slojem induciraju se nova zaostala vlačna naprezanja kao posljedica međusobnog povezivanja slojeva. Stoga su visoka zaostala tlačna naprezanja, koja nastaju zbog razlike u koeficijentu toplinskog rastezanja između prevlake i osnovnog materijala, grešaka u mikrostrukturi pojedinih slojeva i prethodne obrade i za koja je dokazano da pozitivno djeluju na prionjivost prevlake [170, 171], anulirana uslijed vlačnih naprezanja nastalih tijekom renukleacije svakog pojedinog sloja. Povećanjem broj slojeva višeslojnih prevlaka smanjuju se zaostala tlačna naprezanja. Također, smanjenjem zaostalih tlačnih naprezanja dolazi i do smanjenja tvrdoće prevlake [130]. Iako je prionjivost TiBN zadovoljavajuća, njena slabija prionjivost može imati negativan utjecaj na svojstva prevlake. Kako bi se poboljšala prionjivost TiBN predlaže se smanjenje debljine prevlake smanjenjem broja slojeva ili debljine samih slojeva.



## 5.5 Mikrotvrdoća površinskih slojeva

### 5.5.1 Mikrotvrdoća i dubina nitriranog sloja

U svrhu određivanja dubine i mikrotvrdoće nitriranog sloja provedeno je ispitivanje mikrotvrdoće nitriranog sloja po poprečnom presjeku (slika 4.42 i tablica P-1.8). Zbog istovrsnosti parametara plazmatskog nitriranja navedenih stanja raspored tvrdoće je isti za sva stanja, uz postignutu ukupnu dubinu nitriranog sloja od  $80 \pm 10 \mu\text{m}$ . (slika 5.5). Površinska tvrdoća na uzorcima svih ispitanih stanja iznosi oko 780 HV 0,05, a tvrdoća jezgre od 560 HV 0,05.

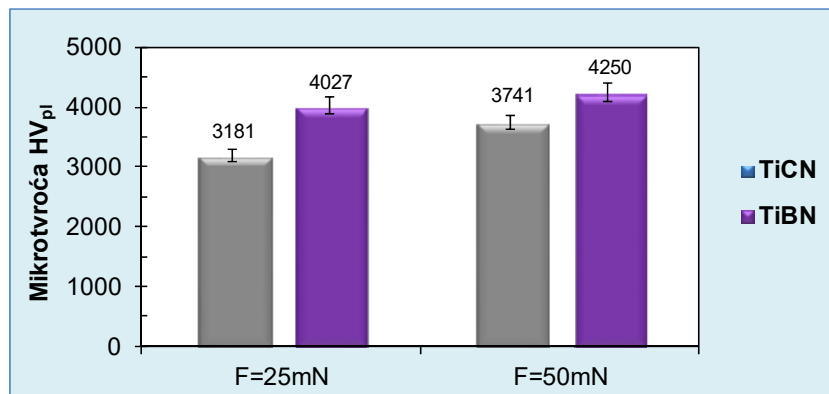


Slika 5.5 Raspored tvrdoće po poprečnom presjeku nitriranog sloja ispitanih uzoraka od čelika X38CrMoV5-3 za različita stanja

### 5.5.2 Mikrotvrdoća prevlaka

Slika 5.6 prikazuje rezultate tvrdoće TiCN i TiBN prevlaka izračunatih na temelju ovisnosti dubine utiskivanja  $h$  o sili utiskivanja  $F$  (tablica P-1.9). Rezultati ispitivanja s opterećenjima 25 i 50 mN odgovaraju stvarnoj tvrdoći prevlake jer su maksimalne dubine utiskivanja manje od jedne desetine debljine prevlake. S druge strane, dubina prodiranja pri opterećenjima od 25 i 50 mN je dovoljno velika da se eliminira utjecaj hrapavosti površine na rezultat tvrdoće (tablica 4.11). Prema literaturnim izvorima [172-174] okvirne vrijednost tvrdoća prevlake iznose: TiCN  $\approx 3000-3200 \text{ HV}_{0,01}$ , TiBN  $\approx 3500-4000 \text{ HV}_{0,01}$ . Dobivene vrijednosti tvrdoća odgovaraju literaturnim vrijednostima. Srednja vrijednost tvrdoće TiCN prevlake iznosi  $3181 \text{ HV}_{pl}$ , dok je tvrdoća TiBN prevlake  $4027 \text{ HV}_{pl}$  za opterećenje od 25mN

(tablica 4.11). Pri većem opterećenju od 50 mN izračunate su više vrijednosti tvrdoća, za TiCN prevlaku iznosi 3741 HV<sub>pl</sub>, dok za TiBN prevlaku 4250 HV<sub>pl</sub> (tablica 4.11). Usporedbom izmjerenih vrijednosti tvrdoća može se zaključiti da TiBN prevlaka ima višu tvrdoću, što je u skladu s literaturnim podacima.



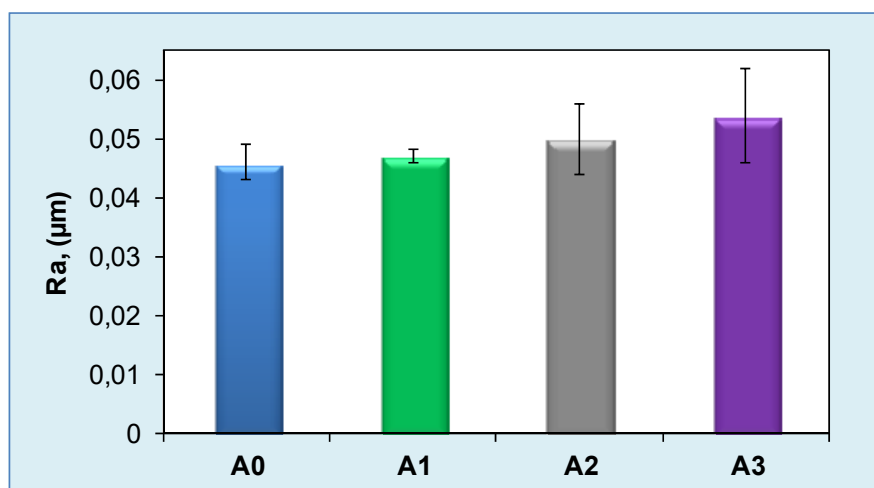
Slika 5.6 Srednje vrijednosti tvrdoća TiCN i TiBN prevlaka na čeliku X38CrMoV5-3 za opterećenja 25 i 50 mN

## 5.6 Hrapavost površine

Mjerenja profila hrapavosti provedena su radi određivanja utjecaja plazmatskog nitriranja i prevlačenja na hrapavost površine. Veličina na temelju koje je analiziran utjecaj plazmatskog nitriranja i prevlačenja jest vrijednost  $R_a$  koja predstavlja srednje aritmetičko odstupanje mjernog profila i aritmetički je prosjek apsolutne ordinatne vrijednosti na dužini uzorka (tablica 4.12). Kod uzoraka oznaka A0, A1 i A2 prisutna je ujednačena geometrija profila hrapavosti bez značajnih brjegovia i dolova (tablica P-1.10). Vrijednosti izmjerenih parametara hrapavosti  $R_a$  različitih stanja prikazane su na slici 5.7. Parametar hrapavosti  $R_a$  ne pokazuje značajnu promjenu u stanju hrapavosti površina na uzorcima oznaka A0 i A1, što znači da nije došlo do značajne promjene hrapavosti površine nakon plazmatskog nitriranja. Iako nema signifikantnih razlika, vrijednosti izmjerenih parametara hrapavosti na prevučanim uzorcima (A2 i A3) nešto su viših iznosa u odnosu na izmjerene vrijednosti na površinama s osnovnom toplinskom obradom (A0) i nakon plazmatskog nitriranja (A1). U slučaju TiBN prevlake došlo je do neznatnog povećanja hrapavosti površine u odnosu na TiCN prevlaku.

Analizom izmjerenih vrijednosti može se zaključiti da, iako je došlo do određenog povećanja hrapavosti razlike nakon plazmatskog nitriranja i prevlačenje u odnosu na početno stanje su neznatne, postupci plazmatskog nitriranja i/ili PACVD prevlačenja nemaju značajan utjecaj na hrapavost površine. To doduše nije u skladu s općepoznatim tvrdnjama da se postupcima modificiranja i prevlačenja u određenoj mjeri narušava kvaliteta površine, tj.

povisuju parametri hrapavosti [16, 122, 156]. Čini se da je u provedenim istraživanjima izrazito niska početna hrapavost i vrlo fina površina, na što ukazuje i niski iznos  $Ra = 0,046 \mu\text{m}$  (N2 stupanj hrapavosti površine), mogla imati utjecaja na kasniji neznatni porast pri modificiranju nitriranjem i/ili prevlačenjem prevlaka TiCN i TiBN. S druge strane, sam proces modificiranja nitriranjem i prevlačenjem PACVD postupkom ne utječe u smislu porasta hrapavosti.



Slika 5.7 Srednje vrijednosti parametra hrapavosti  $Ra$  ispitnih uzoraka za različita stanja

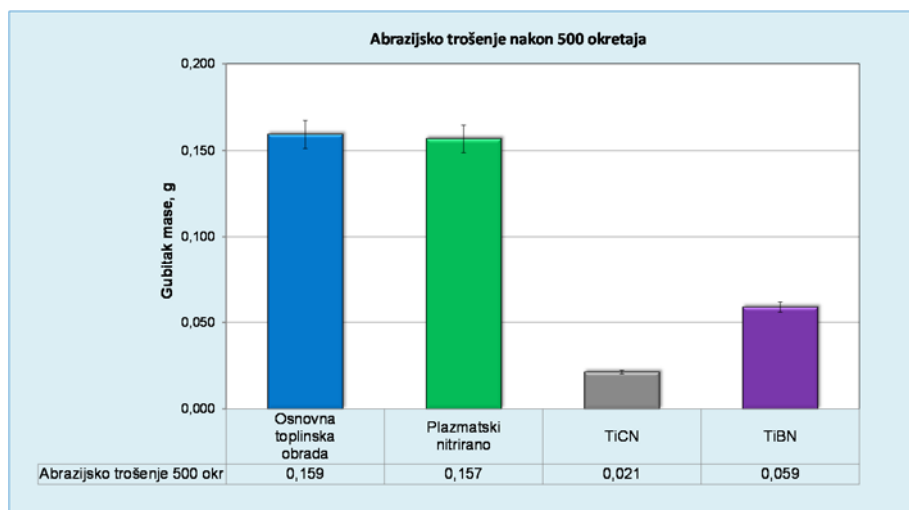
### 5.7 Otpornost na abrazijsko trošenje

Postupak ispitivanja otpornosti na abrazijsko trošenje detaljno je opisan u poglavlju 4.13. Otpornost na abrazijsko trošenje površinskih slojeva provodi se na temelju analize gubitaka mase svih ispitnih uzoraka tijekom trošenja abrazijom (tablica 4.13). Na temelju rezultata ispitivanja (tablica P-1.11) slikom 5.8 prikazani su iznosi gubitka mase ispitnih uzoraka nakon 500 okretaja abrazijskog trošenja metodom suhi pijesak/ gumeni kotač.

Najveći ukupni gubitak mase zabilježen je kod samo toplinski obrađenih uzoraka. Iako bi bilo za očekivati povećanje otpornosti na trošenje plazmatski nitriranih uzoraka, ukupan gubitak mase plazmatski nitriranih uzoraka praktički je jednak u odnosu na samo toplinski obrađene. Tijek trošenja u odnosu na prijedeni put samo toplinski obrađenih uzoraka jest neznatno veći u odnosu na plazmatski nitrirano stanje. Iako su plazmatski nitrirani uzorci imali veći gubitak nakon 400 okretaja kotača, na kraju ispitivanja toplinski obrađeni uzorci imali su veći ukupni gubitak mase.

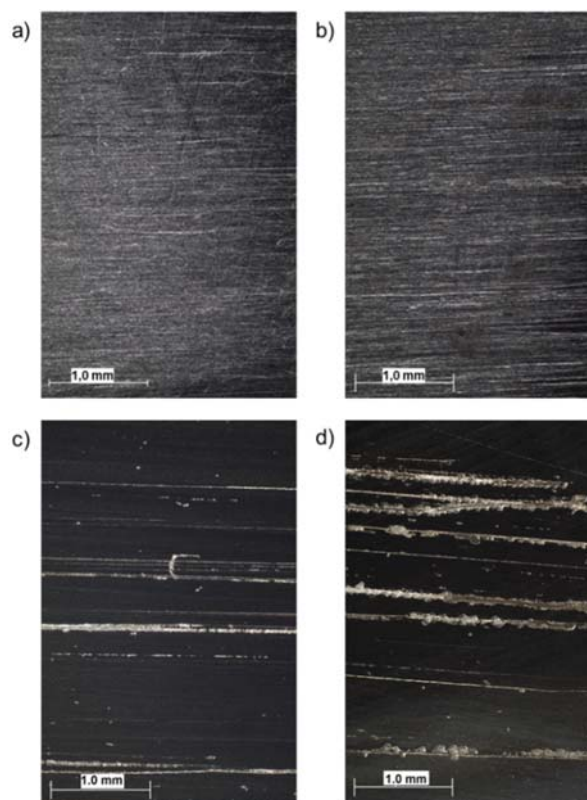
Značajno manji gubitak mase zabilježen je kod uzoraka sa TiBN prevlakom, dok su uzorci sa TiCN prevlakom imali najmanji ukupni gubitak mase. Gubitak mase TiBN prevlake

manji je za oko 60% od klasično toplinski obrađenog stanja, dok je gubitak mase TiCN prevlake manji za 87%. Uspoređujući otpornost na trošenje TiCN i TiBN prevlaka, znatno manji gubitak mase (64%) ima TiCN.



**Slika 5.8 Srednje vrijednosti gubitaka mase ispitnih uzoraka različitih stanja nakon 500 okretaja abrazijskog trošenja metodom suhi pijesak/gumeni kotač**

Nakon provedenog ispitivanja abradirane površine svih uzoraka analizirane su mikroskopom Leica MZ6 (slika 5.9). Kod uzoraka stanja A0 i A1 vidljiv je uobičajen izgled abradirane površine sa uniformnim tragovima trošenja duž cijele trošene površine. Kod uzoraka A2 sa TiCN prevlakom vidljivo je nekoliko dubokih i odvojenih brazdi na abradiranoj površini. U slučaju TiBN prevlake brazde su veće i dublje te je jasno vidljiva delaminacija prevlake oko tragova trošenja što je rezultiralo nešto većim gubitkom mase.



Slika 5.9 Izgled površine ispitnih uzoraka stanja A0, A1, A2 i A3 nakon trošenja abrazijom metodom suhi pijesak/gumeni kotač

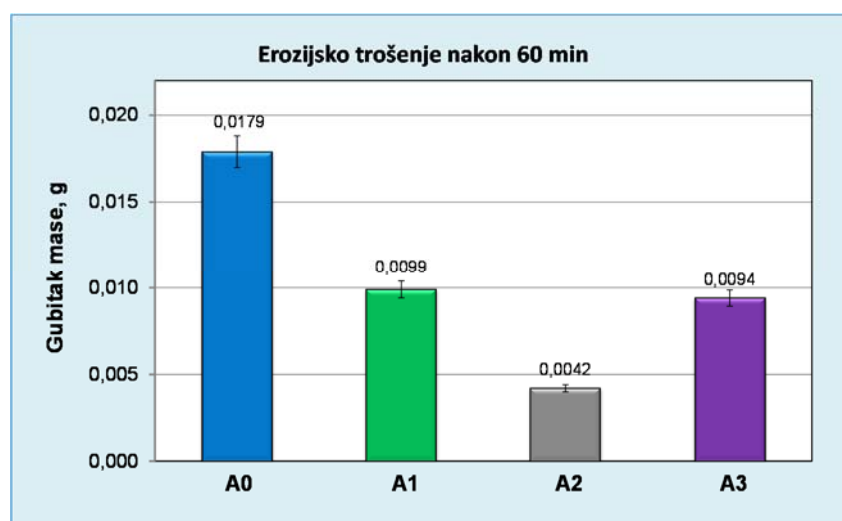
Dobiveni rezultati ukazuju da se otpornost na trošenje abrazijom ispitnog čelika X38CrMoV5-3 primjenom plazmatskog nitriranja nije povisila, ali se značajno povisila nitriranjem i prevlačenjem dvjema prevlakama TiCN i TiBN postupkom PACVD. Razlog tomu jest značajno viša tvrdoća prevlaka (TiCN=3741 HV, TiBN=4250 HV) u odnosu na tvrdoću osnovnog materijala (556 HV 0,05) i tvrdoću nitriranog sloja (784 HV 0,05). Može se pretpostaviti da je razlog iste otpornosti nitriranog sloja u odnosu na zakaljani i popušteni čelik mala dubina i niža žilavost nitriranog sloja te u primijeni relativno grubog abrazivnog sredstva. Uspoređujući otpornost na abrazijsko trošenje između prevlaka proizlazi da TiCN prevlaka, unatoč nešto nižoj tvrdoći, pokazuje zamjetno veću otpornost na trošenje u odnosu na TiBN prevlaku. Iako TiBN ima višu tvrdoću, razlog niže otpornost na abrazijsko trošenje leži u lošijoj prionjivosti (slike 4.28 i 5.4), ali i nižoj žilavosti u odnosu na TiCN prevlaku. To potvrđuju snimke trošene površine TiCN i TiBN prevlaka (slika 5.9 c i d) gdje je vidljiva delaminacija prevlake oko traga trošenja.

## 5.8 Otpornost na erozijsko trošenje

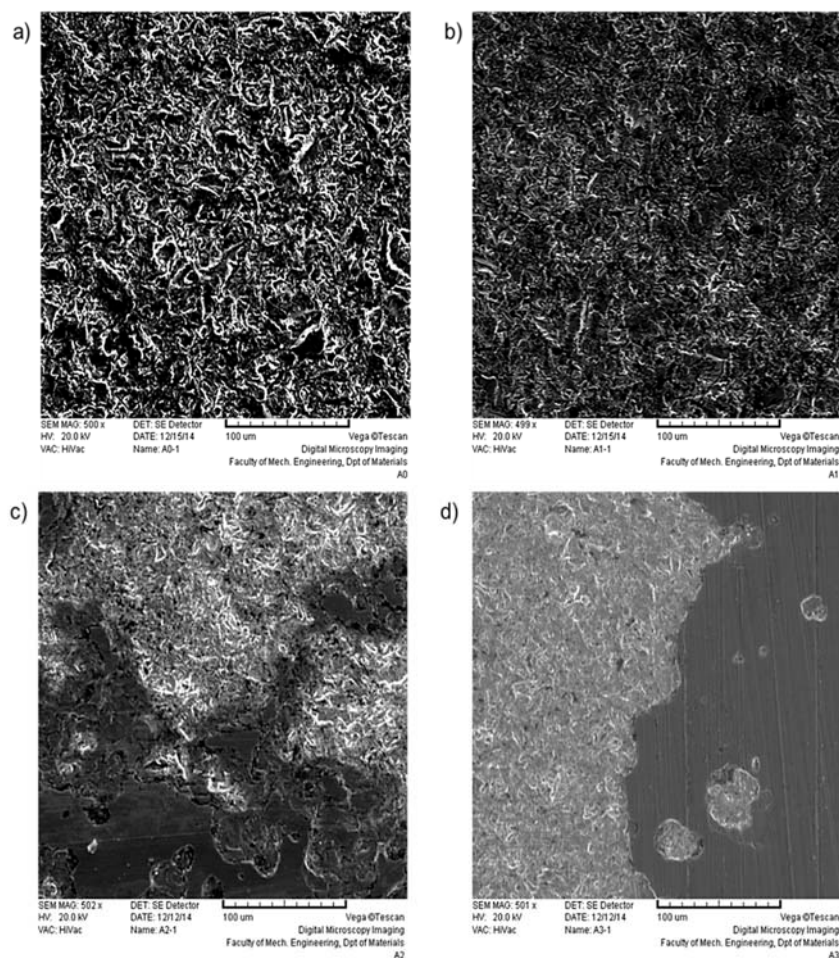
Usporedba rezultata ispitivanja (slika 5.10) pokazuje značajno povećanje otpornosti na erozijsko trošenje alatnog čelika za topli rad X38CrMOV5-3 primjenom plazmatskog

nitriranja i TiCN i TiBN PACVD prevlaka od toplinski nemodificiranih površina, odnosno u odnosu na samo toplinsku obradu kaljenja i popuštanja (tablica 4.14 i P-1.12). Plazmatski nitrirani uzorci imali su 45%, uzorci sa TiBN prevlakom 47%, dok je kod uzoraka sa TiCN prevlakom zabilježen 77% manji gubitak mase u odnosu na klasično toplinski obrađene uzorke. Razlika gubitka mase između plazmatski nitriranog stanja i TiBN prevlake svega je 5%. Može se zaključiti da nema značajnije razlike u otpornosti na trošenje između plazmatskog nitriranja i TiBN prevlake za ove uvjete erozijskog trošenja. Trošenje TiCN prevlake je 55% manje u odnosu na TiBN prevlaku.

Slika 5.11 prikazuje SEM fotografije erodiranih površina svih ispitanih uzoraka (A0, A1, A2, A3). Kod toplinski obrađenog stanja A0 (slika 5.11 a) na erodiranoj površini vidljivi su duboki krateri, brazde i nakupine materijala u obliku usana. Slaba otpornost toplinski obrađenih uzoraka može se protumačiti relativno niskom razinom tvrdoće osnovnog materijala nakon toplinske obrade kaljenja i popuštanja. Kod plazmatski nitriranog stanja A1 (slika 5.11 b) također su vidljivi krateri, brazde i nakupine materijala u obliku usana, ali u znatno manjoj mjeri u odnosu na toplinski obrađeno stanje te uz manju hrapavost erodirane površine. TiCN prevlaka pokazala je najmanje trošenje erozijom, uz djelomično nepotrošenu prevlaku na erodiranoj površini (slika 5.11 c). Kod TiBN prevlake došlo je do potpunog trošenja prevlake na erodiranoj površini i delaminacije prevlake uz rub traga trošenja (slika 5.11 d).



Slika 5.10 Srednje vrijednosti gubitaka mase ispitanih uzoraka različitih stanja nakon 60 min erozijskog trošenja



**Slika 5.11 SEM fotografije erodiranih površina nakon 60 minuta: a) samo kaljenog i popuštenog uzorka, b) dodatno plazmatski nitriranog uzorka, c) prevučenog s TiCN prevlakom, d) prevučenog s TiBN prevlakom**

Na temelju provedenih ispitivanja erozijskog trošenja i analize trošenih površina može se zaključiti da površinski slojevi značajno povećavaju otpornost čelika X38CrMoV5-3 na trošenje za ove uvjete erozije. Najveća otpornost prema trošenju zabilježena je kod TiCN prevlake. Iako je erozija složen proces u kojem više mehaničkih svojstva ima utjecaj na eroziju, navedeno se može objasniti činjenicom da TiCN prevlaka ima bolju prionjivost u odnosu na TiBN prevlaku, iako ima nižu tvrdoću, te vjerojatno i veću žilavost. Na to upućuju SEM fotografije abradirane površine TiBN prevlake. Zbog površinske plastične deformacije uslijed udara čestica došlo je do potpunog uklanjanja TiBN prevlake sa površine, dok je TiCN prevlaka ostala djelomično nepotrošena. Upravo je nešto slabija prionjivost i delaminacija prevlake razlog relativno velikog gubitka mase TiBN prevlake i vrlo male razlike u odnosu na plazmatski nitrirano stanje.

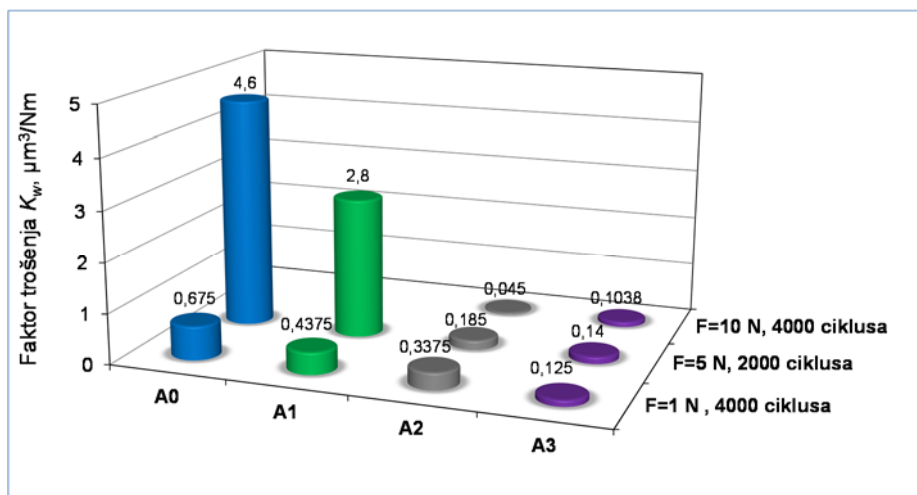
## 5.9 Otpornost na klizno trošenje

Dobiveni rezultati ispitivanja (tablica 4.15 i prilog P.13, slike 4.52 i 4.53) sumarno su prikazani na slikama 5.12 i 5.13. Ispitivanje otpornosti na suho klizno trošenje pri opterećenju od 1N pokazalo je najveće trošenje kod samo toplinski obrađenog stanja. Plazmatskim nitriranjem faktor trošenja, odnosno gubitak volumena, smanjen je za 35%, dok je primjenom prevlaka ostvareno daljnje smanjenje trošenja. Kod TiCN prevlake ostvareno je smanjenje istrošenog volumena za 50%, dok je TiBN prevlaka pokazala najbolju otpornost na trošenje s čak 81% manjim istrošenim volumenom u odnosu na samo toplinski obrađeno stanje. Faktor trošenja najmanji je za TiBN prevlaku, pa TiCN prevlaku te plazmatsko nitriranje.

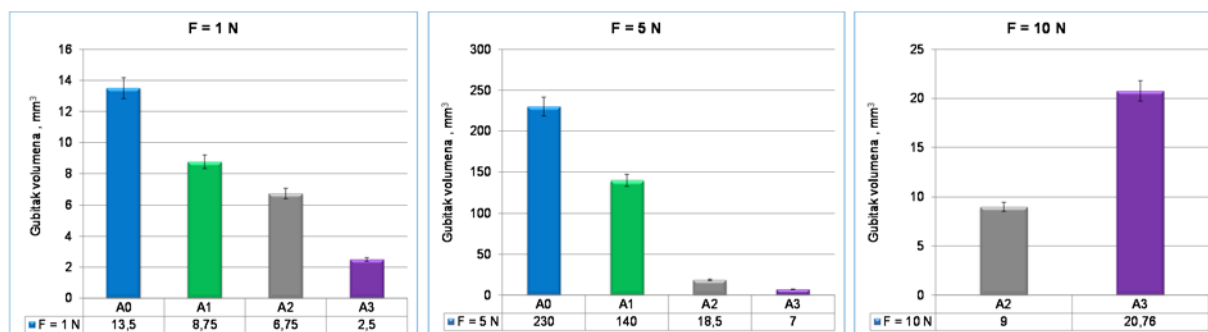
Veće opterećenje od 5N pokazalo je još veću razliku otpornosti na trošenje. Maksimalna izmjerena srednja vrijednost faktora trošenja zabilježena je kod samo toplinski obrađenog stanja i iznosi  $4,6 \mu\text{m}^3/\text{Nm}$ . Promatrani faktor trošenja kod plazmatskog nitriranja je za 39% manji, odnosno za 96% manji za TiCN prevlaku u odnosu na samo toplinski obrađeno stanje. Najmanja srednja vrijednost faktora trošenja izmjerena je na uzorku sa TiBN prevlakom i iznosi  $0,14 \mu\text{m}^3/\text{Nm}$  što je smanjenje od čak 97%.

Kod opterećenja od 10N dolazi do većeg trošenja TiBN prevlake u usporedbi sa TiCN prevlakom, što je suprotno rezultatima kod nižih opterećenja. Može se pretpostaviti da je posljedica ovakvog ponašanja pri većem opterećenju TiBN prevlake unatoč jednakoj debljini i višoj tvrdoći, njezina lošija prionjivost. To je vidljivo i iz dijagrama usporedbe faktora trenja gdje je kod TiBN prevlake jasno vidljiva nestabilnosti faktora trenja što upućuje na mjestimično ljuštenje prevlake zbog lošije prionjivosti (slika 4.53). Važno je pritom napomenuti da se površinski sloj ne može promatrati zasebno, već zajedno kao sustav podloga/površinski sloj te tako i analizirati. Ispitivanje uzoraka A0 i A1 za opterećenje 10N nije provedeno zbog velikog trošenja već kod nižih opterećenja.





Slika 5.12 Srednje vrijednosti faktora trošenja ispitnih uzoraka različitih stanja toplinske obrade pri ispitivanju otpornosti na suho klizno trošenje metodom „kuglica na ploči“ za različite sile opterećenja



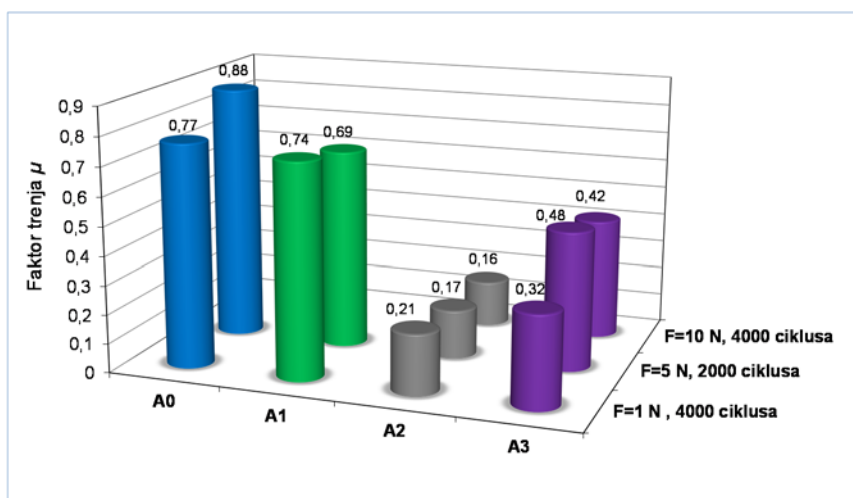
Slika 5.13 Gubitak volumena ispitnih uzoraka različitih stanja toplinske obrade pri ispitivanju otpornosti na suho klizno trošenje metodom „kuglica na ploči“ za različite sile opterećenja

Srednje vrijednosti izmjenjenih faktora trenja kod ovog ispitivanja za opterećenja 1N, 5N i 10N prikazani su na slici 5.14. Najveća srednja vrijednost faktora trenja pri opterećenju od 1N kod samo toplinski obrađenog stanja iznosi 0,77, dok je kod plazmatski nitriranog uzorka faktor trenja nešto manji i iznosi 0,74. Prevlake bilježe niže srednje vrijednosti faktora trenja u usporedbi s plazmatski nitriranim i samo toplinski obrađenim stanjima. Tako je vrijednost faktora trenja najniža za TiCN prevlaku i iznosi 0,21, dok je TiBN prevlaka pokazala viši faktor trenja od 0,32. Iako je trošenje sa TiBN prevlakom bilo manje u odnosu na TiCN, prosječan faktor trenja nešto je veći.

Srednje vrijednosti faktora trenja pri opterećenju od 5N pokazuju isti trend kao i u slučaju nižeg opterećenja (slika 5.14). Najveća srednja vrijednost faktora trenja zabilježena je kod samo toplinski obrađenog stanja. Pri opterećenju od 5N razlika u faktoru trenja između plazmatski nitriranog stanja i klasično toplinski obrađenog stanja je veća nego kod

opterećenja od 1N. Niži faktor trenja pokazala je TiBN prevlaka, dok najniži faktora trenja za opterećenje od 5N daje TiCN prevlaka. Pri većem opterećenju zabilježena je veća razlika u faktoru trenja između TiCN i TiBN prevlake u odnosu na opterećenje od 1N.

Usporedba srednjih vrijednosti faktora trenja za opterećenje od 10N pokazala je niži faktor trenja TiCN prevlake u odnosu na TiBN prevlaku (slika 5.14).



**Slika 5.14 Srednje vrijednosti faktora trenja različitih stanja čelika X38CrMoV5-3 pri ispitivanju otpornosti na suho klizno trošenje metodom „kuglica na ploči“**

Rezultati ispitivanja pokazuju da plazmatsko nitriranje i prevlačenje čelika TiCN i TiBN prevlakama značajno doprinosi povećanju otpornosti na klizno trošenje čelika X38CrMoV5-3. U uvjetima suhog kliznog trošenja, za opterećenja od 1N i 5N, najznačajnije povećanje otpornosti na trošenje ostvareno je TiBN prevlakom, drugim riječima faktor trošenja za TiBN prevlaku je najniži. Ovakvi rezultati mogu se objasniti činjenicom da gubitak volumena ovisi o tvrdoći površine, a to znači: što je površina tvrđa, gubitak volumena, a s njime i faktor trošenja je manji.

Iz dobivenih rezultata faktora trenja pri ispitivanju kliznog trošenja vidljivo je da pri dodiru Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> kuglice sa površinom uzoraka prevučenom sa TiCN i TiBN prevlakama faktor trenja ima značajno nižu srednju vrijednost nego pri dodiru s osnovnim materijalom (uzorak A0). Evidentno je i da se plazmatskim nitriranjem površine čelika X38CrMoV5-3 postižu niže vrijednosti faktora trenja u odnosu na samo toplinski obrađeno stanje, ali su vrijednosti nešto više u odnosu na ispitane PACVD prevlake.

Sumarno se može zaključiti da je u uvjetima suhog kliznog trošenja TiBN prevlakom ostvareno najznačajnije povećanje otpornosti na trošenje, dok je TiCN prevlakom ostvareno najznačajnije smanjenje faktora trenja čelika X38CrMoV5-3.

### 5.10 Otpornost na adhezijsko trošenje

Faktor trenja i otpornost prema adhezijskom trošenju su u korelaciji jer uslijed pojave naljepljivanja dolazi do trenutnog porast sile trenja. Kako bi se utvrdio utjecaj površinskih slojeva i temperature na faktor trenja proveden je „load scanning test“ pri sobnoj i povišenoj temperaturi od 500°C. Na osnovi dobivenih rezultata „load scanning test“-a prikazanim na slici 4.56 i u tablici P-1.14 zaključuje se:

1. Uzorak A0 polaznog stanja (kaljenja i popuštanja) pri 20°C pokazuje vrlo nestabilan faktora trenja i povećanje iznad 0,3 već pri sili 600 N (maksimalno 0,5) te značajnu plastičnu deformaciju površine. Pri temperaturi od 500°C uzorak A0 također je pokazao vrlo nestabilan faktor trenja, posebno izražen skok sa 0,45 na 0,65 pri sili od 650 N uz značajno veće vrijednosti faktora trenja (maksimalno 0,8) što ukazuje na pojavu adhezijskog trošenja. Površina je značajno plastično deformirana uz visoke vrijednosti trošenja. Razlog vrlo nestabilnog faktora trenja može se objasniti pojavom lokalnog naljepljivanja odnosno adhezije između uzorka i protutijela.
2. Kod uzorka A1 pri 20°C faktor trenja je relativno stabilan do sile 1100 N kada dolazi do nestabilnosti i skokovitih promjena faktora trenja te pojave adhezije i značajne plastične deformacije, ali manje u odnosu na uzorak A0. Maksimalan faktor trenja iznosio je 0,35. Pri višoj temperaturi (500°C) faktor trenja  $\mu$  je vrlo stabilan do maksimalne vrijednosti od 0,38 pri sili 2500 N. Pri višim silama (iznad 2500 N) dolazi do naglog porasta faktora trenja i pojave naljepljivanja (adhezije). Plastična deformacija i trošenje značajno su manji u odnosu na uzorak A0.
3. TiCN prevlaka pri 20°C pokazuje stabilan faktor trenja pri svim silama, uz povećanje vrijednosti faktor trenja s povećanjem sile. Do sile 900 N faktor trenja iznosi oko 0,3 kada dolazi do njegovog povećanja do maksimalnih 0,5 pri maksimalnoj sili od 2600 N. Vidljive su lokalne pukotine na prevlaci, ali bez delaminacije i plastične deformacije te značajno manje trošenje u odnosu na uzroke A0 i A1. Pri temperaturi od 500°C TiCN prevlaka pokazuje povećanje i nestabilnost faktora trenja. Skokovite promjene faktora trenja do maksimalne vrijednosti od oko 0,5 postignute su pri silama 600-800 N, 1300-1700 N i 2400-2600 N, dok je inače ispod 0,4. Općenito, vrlo malo trošenje TiCN prevlake, ali sa pukotinama pri višim opterećenjima. Uzrok nestabilnom faktoru trenja vjerojatno

je pojava naljepljivanja i transfera prevlake na protutijelo na mjestima skokova vrijednosti faktora trenja.

4. Iz slike 4.56 proizlazi vrlo stabilan faktor trenja TiBN prevlake pri 20°C do granične sile od 1100 N kada dolazi do probijanja prevlake i značajnog trošenja. Na površini prevlake vidljive su pukotine i delaminacija prevlake te pri sili od 1100 N potpuno odstranjivanje prevlake i adhezija prema ispitnom tijelu. Ispod 1100 N potpuno odstranjivanje prevlake i adhezija prema ispitnom tijelu. Ispod 1100 N prisutno je vrlo malo trošenje prevlake bez plastične deformacije. Pri višim opterećenjima javlja se pucanje, odvajanje i adhezija prevlake. Pri temperaturi od 500°C TiBN prevlaka pokazuje vrlo stabilan i nizak faktor trenja od oko 0,27 do sile od 1600 N kada dolazi do naglog povećanja faktora trenja na 0,38 zbog pucanja prevlake. Potpuno odvajanje prevlake sa površine dolazi iznad kritičnog opterećenja od 1600 N, do kojeg prevlaka pokazuje vrlo dobra svojstva.
5. Vrijednosti faktora trenja pri nižoj temperaturi najniže su kod uzorka A1, ali poprilično nestabilnog karaktera. Vrijednosti faktora trenja kod obje prevlake su podjednake do sile 1100 N kada dolazi do probijanja TiBN prevlake. Kod TiCN prevlake do naglog povećanja faktora trenja dolazi kod sila iznad 2000 N. Uzorak A0 pokazuje vrlo nestabilan i najveći faktor trenja  $\mu$  uz značajnu plastičnu deformaciju i vrlo veliko trošenje. Kod ostalih uzoraka trošenje je značajno manje, dok kod uzoraka sa prevlakama nije zamijećena nikakva plastična deformacija.
6. Vrijednosti faktora trenja pri višoj temperaturi najveće su kod uzorka A0. Vrijednosti faktora trenja kod ostalih uzoraka niže su i nema velikih odstupanja između njih. Nitrirani uzorak A1 pokazuje izrazito stabilan faktor trenja, dok su kod TiCN prevlake vidljivi skokovi vrijednosti faktora trenja. Kod TiBN pri sili od 1600N dolazi do naglog povećanja faktora trenja uslijed probijanja prevlake. Kod uzorka A0 prisutna je značajna plastična deformacija i veliko trošenje, dok je kod ostalih uzoraka trošenje znatno manje bez vidljive plastične deformacije.

Sumarno se zaključuje:

- Samo toplinski obrađeno stanje pokazuje najveći i najnestabilniji faktor trenja pri sobnoj temperaturi. Velika nestabilnost faktora trenja posljedica je naljepljivanja i lokalne adhezije između površine ispitnog uzorka i protutijela.
- Iako poprilično nestabilan, najniži faktor trenja zabilježen je kod plazmatski nitriranog stanja. Nestabilnost faktora trenja ukazuje na pojavu lokalnog

naljepljivanja između nitriranog sloja i ispitnog uzorka i pojavu adhezijskog trošenja.

- Površinski slojevi TiCN i TiBN imaju niži faktora trenja u odnosu na samo toplinski obrađeno stanje.
- Do kritične sile od 1100 N TiBN prevlaka pokazuje vrlo dobra svojstva te vrlo stabilan i nizak faktor trenja (ispod 0,3) i niži je od faktora trenja TiCN prevlake.

Budući da faktor trenja upućuje na ponašanje materijala u uvjetima adhezijskog trošenja zaključuje se slijedeće:

- Površinski slojevi pokazuju povećanje otpornosti na adhezijsko trošenje u odnosu na samo toplinski obrađeno stanje.
- Otpornost na adhezijskog trošenje plazmatski nitriranih uzoraka više je u odnosu na uzorke s prevlakama.
- Najveću otpornost na adhezijsko trošenje pokazuje TiBN prevlaka, ali samo do granične sile opterećenja od 1100N.

Iz rezultata „load scanning test“-a pri 500°C proizlazi (slika 4.56):

- Vrijednosti faktora trenja najveće su kod samo toplinski obrađenih uzoraka uz veliku plastičnu deformaciju i trošenje uslijed adhezije.
- Plazmatski nitrirano stanje pokazuje izrazito stabilan i vrlo nizak faktor trenja (niži od TiCN prevlake) što ukazuje na visoku otpornost prema adheziji do sile od 2500 N kada dolazi do naglog porast faktora trenja i pojave adhezijskog trošenja.
- TiCN prevlaka pokazuje nizak, ali vrlo nestabilan faktor trenja uz lokalno adhezijsko trošenje. Navedeno je posljedica niže toplinske stabilnosti i radne temperature TiCN prevlake od 450°C koja je niža od temperature na kojoj je provedeno ispitivanje.
- TiBN pokazuje najniži i najstabilniji faktor trenja, ali do kritične sile od 1600 N kada dolazi do naglog povećanja faktora trenja i adhezije uslijed probijanja prevlake. Razlog tomu je njena viša toplinska stabilnosti (do temperature od 750°C) [175].

Na temelju „load scanning test“-a pri povišenoj temperaturi jasno je uočljivo da površinski slojevi pokazuju niži i stabilniji faktor trenja te bolju otpornost na adhezijsko trošenje od klasične toplinske obrade kaljenja i popuštanja. Plazmatsko nitriranje i TiCN

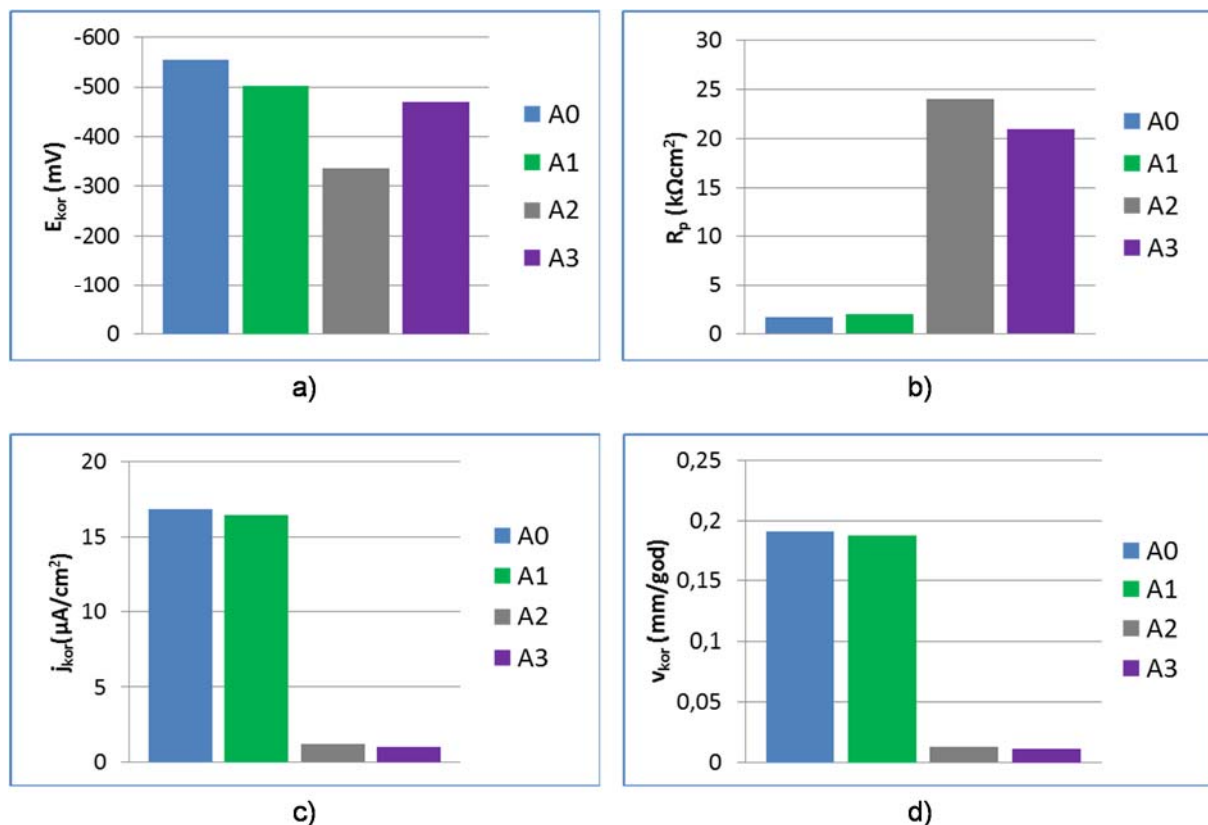
prevlaka značajno doprinose povećanju otpornosti na pojavu naljepljivanja i smanjenju faktora trenja, ali u slučaju TiCN prevlake postoji mogućnost pojave naljepljivanja pri višim temperaturama. Najstabilniji i najniži faktor trenja te najmanje adhezijsko trošenje, a time i najbolja svojstva i ponašanje pri povišenoj temperaturi pokazuje TiBN prevlaka, ali samo pri nižim i srednjim opterećenjima.

Iz usporedbe ponašanja faktora trenja pri 20°C i 500°C proizlazi sljedeće (slika 4.56):

- Viša temperatura utječe na povećanje faktora trenja kod uzoraka A0, A1 i A2.
- Pri višoj temperaturi kod stanja A0 i A1 faktor trenja postaje stabilniji, dok u slučaju uzorka A2 postaje nestabilniji uslijed izraženije adhezije.
- Kod uzorka A3 sa TiBN prevlakom nije zabilježen utjecaj više temperature na vrijednosti i stabilnost faktor trenja. Viša temperatura utjecala je na sniženje sile probijanja prevlake i pojave adhezije.

### 5.11 Otpornost na koroziju

Usporedba različitih korozijskih pokazatelja dobivenih ekstrapolacijom Tafelovih krivulja (slika 4.60 i tablica 4.16) prikazana je na slici 5.15. Usporedbom Tafelovih krivulja vidljiva je vrlo mala razlika u korozijskom potencijalu, brzini korozije i gustoći korozijske struje plazmatski nitriranog i samo toplinski obrađenog stanja (slika 4.60). Kod prevlaka korozijski potencijal kreće se prema pozitivnijem području vrijednosti što ukazuje na manju sklonost koroziji u odnosu na plazmatski nitrirano i klasično toplinski obrađeno stanje. Vrijednosti brzine korozije i gustoće struje kod uzoraka sa prevlakama 40 % su manje u odnosu na samo toplinski obrađeno stanje, odnosno 30 % manje u usporedbi sa plazmatski nitriranim stanjem (slika 5.15). Iz rezultata dobivenih ekstrapolacijom Tafelovih krivulja vidljivo je da je za TiCN prevlaku detektirana slična brzina korozije od 0,013 mm/god, gustoća korozijske struje 1,205  $\mu\text{A}/\text{cm}^2$  u odnosu na TiBN prevlaku 0,011 mm/god i 1,033  $\mu\text{A}/\text{cm}^2$  (tablica 4.16).



Slika 5.15 Vrijednosti DC ispitivanja otpornosti na koroziju ispitnih uzoraka različitih stanja toplinske obrade: a) korozijski potencijal, b) polarizacijski otpor, c) gustoća korozijske struje, d) brzina korozije

Uspoređujući rezultate brzine korozije  $v_{kor}$  zaključuje se da se primjenom PACVD prevlakama TiCN i TiBN zaštitna svojstva alatnog čelika za topli rad X38CrMoV5-3 znatno poboljšavaju, dok plazmatsko nitriranje nema značajnijeg utjecaja na otpornost prema koroziji ispitivanog čelika u odnosu na osnovno stanje. Usporedbom brzine korozije može se zaključiti da ne postoji značajna razlika u pogledu otpornosti na koroziju između TiCN i TiBN prevlaka.

Opisano ponašanje potvrđuju i rezultati izgleda površine promatranih uzoraka tijekom korozijskih ispitivanja (slika 4.61). I ovdje je evidentno da se korozija pojavila na površinama uzoraka A0 i A1, tj. na samo toplinski obrađenom čeliku i onom dodatno nitriranom, dok kod uzoraka čelika s prevlakama (A2 i A3) nema vidljivih tragova korozije u odnosu na polazno stanje.

## 5.12 Otpornost na toplinski umor

U svrhu određivanja utjecaja plazmatskog nitriranja i PACVD prevlačenja na otpornost prema toplinskom umoru izmjerene su karakteristične veličine nastalih pukotina nakon 4500

ciklusa toplinskog umaranja režimom 620°C-240°C. Postupak ispitivanja toplinskih pukotina detaljno je opisan u poglavlju 4.18.5. Pojedinačne vrijednosti karakterističnih veličina nastalih pukotina dane su u prilogu P.15. Pregledom površine ispitnih uzoraka tijekom simulacije toplinskog umora zabilježen je trenutak, tj. broj ciklusa do nastanka prvih pukotina, pojave mreže pukotina (tablica 5.1).

**Tablica 5.1 Broj temperaturnih ciklusa toplinskog umaranja režimom 620°C-240°C do pojave prvih pukotina na površini uzorka**

Stanje	A0	A1	A2	A3
Broj ciklusa do pojave prvih pukotina	3000	3500	-	4500

Prema navedenom sa sigurnošću može se utvrditi da plazmatsko nitriranje, a posebice PACVD prevlačenje slojevima TiCN i TiBN, značajno utječu na početak stvaranja pukotina pa prema tome doprinose i na otpornost prema toplinskom umoru čelika X38CrMoV5-3.

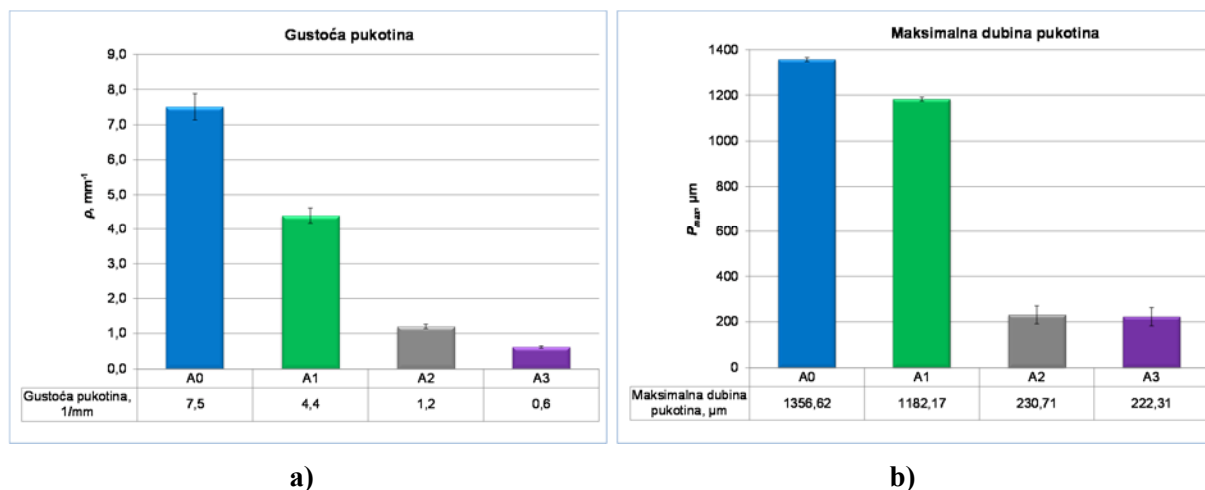
Na osnovi podataka iz tablice 4.18 konstruirana je slika 5.16 koja prikazuje srednje vrijednosti gustoće i maksimalne dubine pukotina ispitnih uzoraka za svako stanje (tablica 4.18). Kod klasično toplinski obrađenog uzorka dobiven je najveći iznos gustoće pukotina ( $7,5 \text{ mm}^{-1}$ ). Značajno niže vrijednosti gustoće pukotina dobivene su na plazmatski nitriranim uzorcima ( $4,4 \text{ mm}^{-1}$ ) i uzorcima s prevlakama TiCN ( $1,2 \text{ mm}^{-1}$ ) i TiBN ( $0,6 \text{ mm}^{-1}$ ) u odnosu na samo toplinski obrađeno stanje. Drugim riječima, plazmatskim nitriranjem, posebice prevlačenjem TiCN i TiBN prevlakama, smanjuje se gustoća pukotina na površini čelika X38CrMoV5-3 uslijed toplinskog umora pa se prema tome postiže veća otpornost prema toplinskom umoru. Gustoća pukotina plazmatski nitriranog uzorka veća je od gustoće pukotina za prevlake. Navedeno ukazuje da prevlake TiCN i TiBN znatno više utječu na gustoću pukotina nego nitriranje tj. na povećanje otpornosti prema toplinskom umoru čelika X38CrMoV5-3.

Analiza rezultata najdubljih pukotina provedena je u cilju utvrđivanja utjecaja površinskih slojeva na otpornost prema napredovanju (brzini prodiranja) pukotina (slika 5.16 b). Znatno dublje pukotine dobivene su u slučaju toplinski obrađenog stanja ( $1357 \mu\text{m}$ ), u odnosu na  $1182 \mu\text{m}$  za plazmatski nitrirano stanje te  $231 \mu\text{m}$  za TiCN, odnosno  $222 \mu\text{m}$  za TiBN prevlake. Iz dobivenih rezultata usporedbe TiCN i TiBN prevlake proizlazi da nema značajne razlike između dubine najdubljih pukotina. Usporedbom izmjerenih vrijednosti može se



zaključiti da su vrijednosti dubine najdubljih pukotina kod površinskih slojeva manje u odnosu na klasičnu toplinsku obradu.

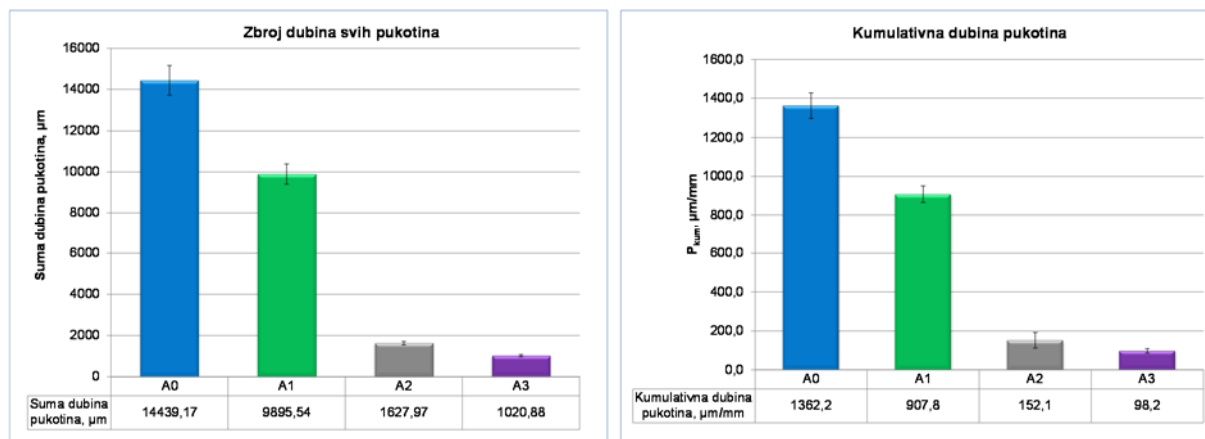
Ovi rezultati potvrđuju pretpostavku da površinski slojevi, a posebice prevlake TiCN i TiBN, imaju značajan utjecaj kako na nastanak pukotina, tako i na prodiranje pukotina.



**Slika 5.16 Srednje vrijednosti a) gustoće, b) maksimalne dubine pukotina ispitnih uzoraka od čelika X38CrMoV5-3 za različita stanja toplinske obrade**

Iznesene tvrdnje potvrđuju i rezultati zbroja dubina pukotina te kumulativne dubine pukotina (slika 5.17 i tablica 4.18). Najlošiji rezultati postignuti su za samo toplinski obrađeno stanje (14439 μm). Srednja vrijednost zbroja dubina pukotina za TiCN prevlaku iznosi 1628 μm, odnosno 1021 μm za TiBN prevlaku, dok je u slučaju plazmatskog nitriranja dobiven viši zbroj dubine pukotina (9896 μm) u odnosu na prevlake, ali niži u odnosu na samo toplinski obrađeno stanje. Na temelju rezultata zbroja dubina pukotina zaključuje se da površinski slojevi znatno utječu na pojavu i karakteristike nastalih pukotina.

Najmanja kumulativna dubina pukotina zabilježena je kod TiBN prevlake (98 μm), dok je najveća kumulativna dubina pukotina zabilježena kod samo toplinski obrađenog stanja (1362 μm) (slika 5.17 b). U slučaju TiCN prevlake, dobivene su niže vrijednosti kumulativne dubine pukotina (152 μm), u odnosu na plazmatsko nitriranje, gdje je dobivena kumulativna dubina pukotina od 908 μm, ali viša od TiBN prevlake (slika 5.17 b). Uspoređujući rezultate kumulativnih dubina pukotina sa rezultatima najdubljih pukotina, može se primijetiti da postoji kvalitativna sličnost za sva ispitana stanja. To je donekle i shvatljivo jer kumulativne dubine pukotina predstavljaju zbroj svih pukotina, a time i najdubljih.



a)

b)

Slika 5.17 Srednje vrijednosti a) zbroja dubina svih pukotina, b) kumulativne dubine pukotina ispitnih uzoraka od čelika X38CrMoV5-3 za različita stanja toplinske obrade

Iz svega iznesenog u pogledu ispitivanja otpornosti na toplinski umor čelika X38CrMoV5-3 s različitim stanjima toplinske obrade zaključuje se sljedeće:

- Najdublje pukotine, najveća maksimalna dubina, najveća kumulativna dubina i najveća gustoća pukotina dobivene su kod osnovnog stanja kaljenja i popuštanja čelika X38CrMoV5-3.
- Površinski slojevi na čeliku X38CrMoV5-3 dali su manju gustoću, maksimalnu dubinu, kumulativnu dubinu i najpliće pukotine u odnosu na osnovno stanje kaljenja i popuštanja.
- Najpliće pukotine, najmanja maksimalna dubina, najmanja kumulativna dubina i najmanja gustoća pukotina postignute su s TiBN prevlakom.
- U odnosu na TiBN prevlaku TiCN prevlaka pokazuje veću dubinu najdublje pukotine, maksimalnu dubinu, kumulativnu dubinu i gustoću pukotina.
- Plazmatsko nitriranje pokazuje veću dubinu najdublje pukotine, maksimalnu dubinu, kumulativnu dubinu i gustoću pukotina u odnosu na uzorke s prevlakama TiCN i TiBN.

Pukotine uzrokovane toplinskim umorom isprva nastaju na površini i tek daljnjem izlaganju toplinskim naprezanjima propagiraju u unutrašnjost materijala. Iz dobivenih rezultata može se zaključiti da kasnijim nastankom pukotina i njihovo širenje se odvija kasnije, što utječe na manju brzinu njihove propagacije, što rezultira i manjom gustoćom i dubinom pukotina na čeliku X38CrMoV5-3 u slučaju TiCN i TiBN prevlaka te koje na taj način povećavaju otpornost na toplinski umor.

### 5.12.1 Mikrotvrdoća toplinsko umaranih uzoraka

Na temelju rezultata prikazanih na slici 4.75 proizlazi da je na svim uzorcima tvrdoća uz grijani rub niža u odnosu na polaznu. Može se pretpostaviti da su za vrijeme toplinskog umaranja u površinskom sloju nastali uvjeti koji su omogućili strukturne promjene karakteristične za popuštanje čelika. Pad tvrdoće plazmatski nitriranih uzoraka, sa i bez prevlaka, manji je zbog nitriranog sloja. Tu otpornost na pad tvrdoće i procese popuštanja može se pripisati nitriranom sloju koji usporava procese popuštanja. Iz navedenog može se zaključiti da samo plazmatsko nitriranje ima utjecaj na otpornost prema omekšavanju, ali samo onoliko koliko je dubok nitrirani sloj, dok prevlake nemaju utjecaj na otpornost prema omekšavanju.

Na temelju dobivenih rezultata rasporeda tvrdoće kroz grijanu zonu može se zaključiti da plazmatsko nitriranje utječe na otpornost omekšavanju čelika X38CrMoV5-3 u uvjetima toplinskog umaranja u odnosu na samo toplinski obrađeno stanje bez nitriranja, tj. kada je čelik bio samo kaljen i popušten.

### 5.12.2 EDS analiza toplinsko umaranih uzoraka

Kako bi se postigao uvid u stanje prevlaka nakon toplinskog umaranja provedena je EDS linijska analiza i mapiranje poprečnog presjeka. Rezultati EDS mapiranja TiCN prevlake, detektiranjem elemenata Ti, C i N na površini uzorka, pokazuju da je nakon 4500 ciklusa umaranja režimom 620°C-240°C tanki sloj prevlake zadržan na površini (slika 4.76), dok je EDS linijska analiza odabranog područja utvrdila prisutnost kisika što ukazuje na oksidaciju prevlake (slika 4.77). Iz rezultata EDS mapiranja poprečnog presjeka uzorka sa TiBN prevlakom može se zaključiti da je nakon toplinskog umaranja prevlaka ostala na površini uzorka, dok je detekcija kisika u EDS linijskoj analizi rubnog sloja ukazala na oksidaciju prevlake. Iz EDS analize vidljivo je da su nakon provedenog toplinskog umaranja, uz stvaranje oksidnog sloja, obje prevlake ostale zadržane na površini uzorka što je potvrda o prisutnosti slojeva i njihovom povoljnom djelovanju na otpornost oksidaciji i kasniji nastanak pukotina.

Konačno se može zaključiti da površinski slojevi znatno utječu na otpornost prema toplinskom umoru. Navedeno se može objasniti činjenicom da su tijekom plazmatskog nitriranja inducirana zaostala tlačna naprezanja u nitriranom sloju koja djeluju pozitivno na

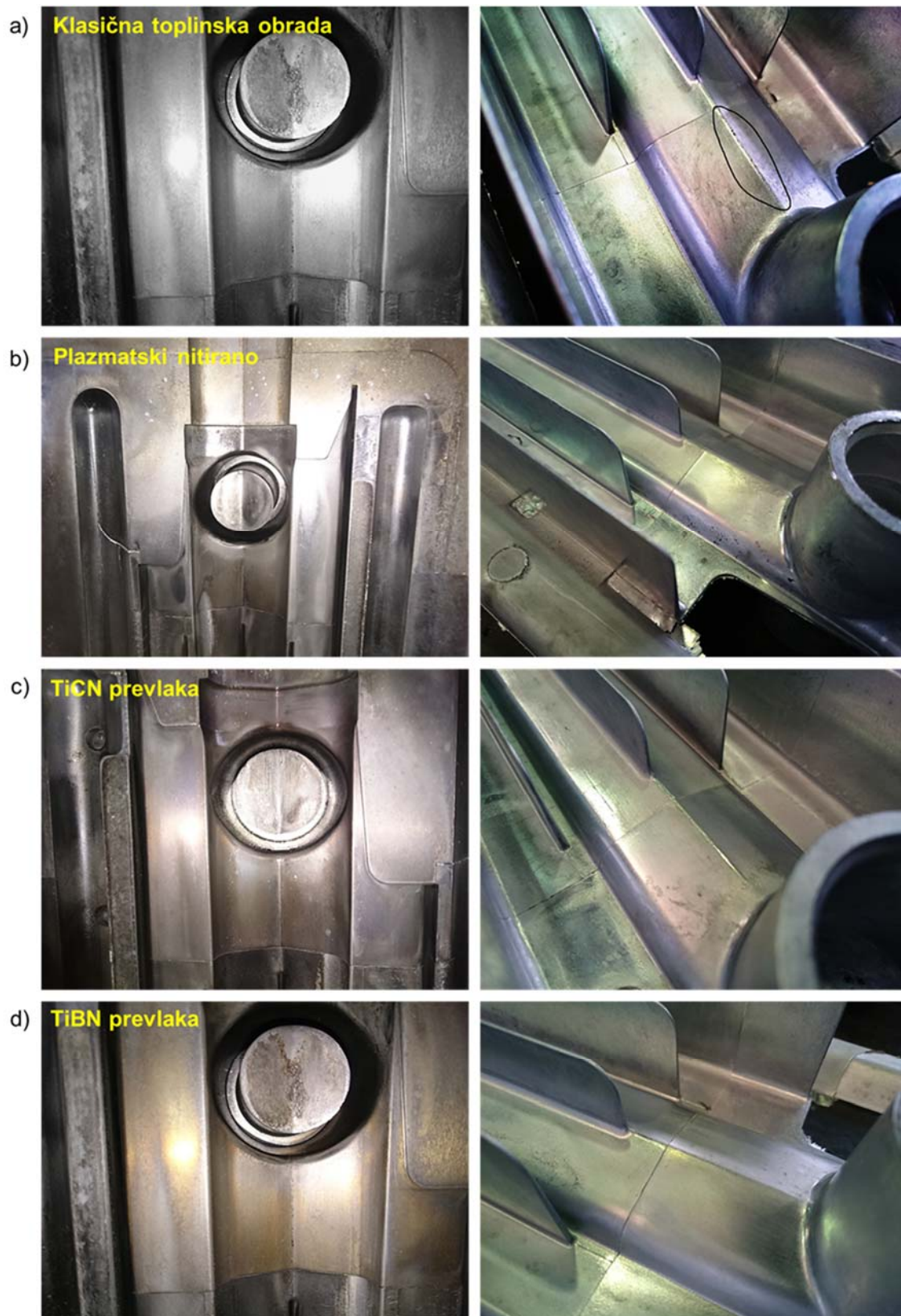
naprezanja uslijed temperaturnih ciklusa. Navedeni efekt time izravno utječe na povećanje otpornosti prema toplinskom umoru.

Razlike između karakterističnih veličina nastalih pukotina za plazmatski nitrirane i uzorke čelika X38CrMoV5-3 s prevlakama, koji su također plazmatski nitrirani, ukazuju na daljnje povećanje otpornosti prema toplinskom umoru primjenom prevlaka TiCN i TiBN dobivenih postupkom PACVD.

### 5.13 Analiza ispitivanja površinskih slojeva u radnim uvjetima

Da bi se dobili podaci o ponašanju površinskih slojeva u stvarnim uvjetima rada i rezultati dobiveni laboratorijskim ispitivanjima mogli usporediti sa stvarnim ponašanjem dijelova kalupa za tlačni lijev provedena su ispitivanja u radnim uvjetima. Usporedba segmenata gornjih glavčina provedena je vizualnom analizom površine prema predviđenom planu održavanja. Nakon rastavljanja i čišćenja, vrši se vizualna provjera eventualnih oštećenja površine kalupa. Usporedba nakon 115 148 ciklusa tlačnog lijevanja pokazuje da su radne površine plazmatski nitriranih i prevučeni segmenta gornjih glavčina u boljem stanju u odnosu na segmente koji su samo uobičajeno kaljeni i popušteni. Vizualna analiza pokazala je da plazmatski nitrirani i prevučeni segmenti nemaju nikakva vidljiva oštećenja na površini u usporedbi sa klasično toplinski obrađenim segmentima koji pokazuju manja oštećenja i ispucalosti površine (slika 5.18). Također, niti na pripadajućim odljevcima nema tragova oštećenja. Prema boji površine kod prevučeni segmenta gornjih glavčina prevlake su još uvijek prisutne na površini alata (slike 5.18 c i d).

Budući da je očekivani vijek trajanja segmenata oko 250 000 ciklusa, a za to je potreban još relativno dug period eksploatacije kalupa, nije moguće u ovom trenutku odrediti u kojem omjeru odnosno postotku površinski slojevi poboljšavaju svojstva, a time i produžuju vijek trajanja kalupa za tlačni lijev. Međutim, na temelju do sada prikupljenih podataka može se zaključiti da segmenti gornjih glavčina od čelika X38CrMoV5-3 s plazmatski nitriranim i prevučeni slojevima pokazuju bolja svojstva i bolje stanje za isti broj ciklusa u usporedbi sa samo toplinski obrađenim segmentima. Praćenje se nastavlja do krajnjeg iskorištenja segmenata gornjih glavčina te će nakon toga biti utvrđen konačni rezultat ovog ispitivanja.



Slika 5.18 Površine segmenata gornjih glavčina i pripadajućih odljevaka nakon 115 148 ciklusa obrađene: a) samo toplinskom obradom b) plazmatskim nitiranjem, c) prevlakom TiCN, d) prevlakom TiBN

## 6 ZAKLJUČAK

U svrhu razvoja novih površinskih slojeva primjenom novih tehnologija plazmatskog nitriranja i plazma potpomognutog kemijskog prevlačenja iz parne faze (PACVD) te njihovoj primjeni na alatnom čeliku za topli rad u cilju poboljšanja svojstava i produljenja vijeka trajanja provedena su detaljna istraživanja svojstva novorazvijenih površinskih slojeva. Istraživanje je uključivalo: odabir parametara toplinske obrade, plazmatskog nitriranja i PACVD prevlačenja slojevima TiCN i TiBN, laboratorijsko ispitivanje karakteristika i svojstava površinskih slojeva te ispitivanje u radnim uvjetima. Na temelju provedenih istraživanja zaključuje se:

- PACVD postupkom razvijene su i nanese na čelik X38CrMoV5-3 jednolične debljine gradijentna TiCN prevlaka sastavljena od TiN i TiCN faza i višeslojna gradijentna TiBN prevlake sastavljena od TiN, TiB i TiBN faza. Veću tvrdoću ima TiBN prevlaka u odnosu na TiCN prevlaku. Obje novorazvijene prevlake imaju zadovoljavajuću prionjivost.
- Plazmatsko nitriranje i PACVD prevlačenje ne utječe značajno na hrapavost površine čelika X38CrMoV5-3.
- Utvrđeno je značajno povećanje otpornosti na abrazijsko trošenje čelika X38CrMoV5-3 primjenom PACVD prevlaka. Utvrđena je dva puta veća otpornost na trošenje za TiBN, odnosno šest puta veća za TiCN prevlaku u odnosu na samo toplinski obrađeno stanje. Plazmatsko nitriranje nije imalo značajan utjecaj na povećanje otpornosti na abrazijsko trošenje.
- Površinski slojevi na čeliku X38CrMoV5-3 pokazali su bitno povećanje otpornosti na trošenje erozijom čestica pri kutu udara 90° u odnosu na samo toplinski obrađeno stanje. Kod plazmatskog nitriranja zabilježen je 45% , kod uzoraka sa TiBN prevlakom 47%, dok je kod uzoraka sa TiCN prevlakom 77% manji gubitak mase. To je osobito važno kod kalupa za tlačni lijev gdje je prisutno intenzivno erozijsko trošenje.
- U slučaju suhog kliznog trošenja utvrđeno je značajno smanjenje trošenja i sniženje faktora trenja čelika X38CrMoV5-3 primjenom plazmatskog nitriranja i PACVD prevlaka TiCN i TiBN u usporedbi sa samo toplinski obrađenim stanjem kaljenja i popuštanja. To potvrđuju i niži iznosi faktora trenja pri „load scanning“

ispitivanju dobiveni za nitrirane i prevučene slojeve TiCN i TiBN pri 20 i 500°C. Pri povišenoj temperaturi došlo je do porasta faktora trenja samo kod toplinski obrađenih, plazmatski nitriranih i uzoraka prevučenih TiCN prevlakom, dok kod TiBN prevlake nije zabilježen utjecaj temperature na faktor trenja. Ovo je posebno važno kod alatnih čelika za topli rad, tj. kalupa za tlačni lijev koji su u radu izloženi visokim radnim temperaturama.

- U uvjetima korozije TiCN i TiBN prevlake na čeliku X38CrMoV5-3 pokazale su značajno niže vrijednosti korozijskog potencijala, gustoće korozijske struje i brzine korozije u odnosu na samo toplinski obrađeno stanje. Plazmatsko nitriranje ne doprinosi značajno otpornosti na koroziju. Otpornost na koroziju alatnih čelika za topli rad znatno se poboljšava primjenom PACVD prevlaka.
- Ocjena otpornosti na toplinski umor provedena je na temelju sljedećih kriterija: vrijeme nastanka pukotina, gustoća pukotina, dubina najdubljih pukotina, kumulativna dubina pukotina i zbroj dubina pukotina. Najraniji nastanak pukotina i najmanja otpornost na toplinski umor zabilježena je kod klasično toplinski obrađenog stanja kaljenja i popuštanja. Kod plazmatski nitriranih uzoraka zabilježen je kasniji nastanak pukotine te manja gustoća, dubina najdubljih, kumulativna dubina i zbroj dubina pukotina u odnosu na klasično toplinski obrađeno stanje. Uzorci s prevlakama pokazali su značajno veću otpornost na toplinski umor s aspekta niže gustoće, dubine najdubljih, kumulativne dubine i zbroja dubina pukotina od samo toplinski obrađenih i plazmatski nitriranih uzoraka. Najviša otpornost na toplinski umor postignuta je kod uzoraka s TiBN prevlakom. Na temelju rezultata rasporeda tvrdoće kroz grijanu zonu nakon toplinskog umaranja može se zaključiti da plazmatsko nitriranje utječe na otpornost omekšavanju čelika X38CrMoV5-3 u uvjetima toplinskog umaranja u odnosu na samo toplinski obrađeno stanje bez nitriranja. Simuliranjem 4 500 ciklusa toplinskog umaranja režimom 620 °C-240 °C utvrđeno je da površinski slojevi značajno povećavaju otpornost na toplinski umor čelika X38CrMoV5-3 u odnosu na samo toplinski obrađeno stanje.
- Primjenom tehnologija plazmatskog nitriranja i PACVD prevlačenja slojevima TiCN i TiBN moguće je na čelicima za topli rad proizvesti takve površinske slojeve koji će poboljšati otpornost na trošenje, koroziju i toplinski umor te produžiti vijek trajanja alata. To su potvrdila i ispitivanja u radnim uvjetima na segmentu kalupa za tlačni lijev. ***Time je potvrđena hipoteza doktorskog rada koja***

*glasi da je primjenom plazmatskog nitriranja i plazmom potpomognutog kemijskog prevlačenja iz parne faze moguće proizvesti površinski sloj kojim će se poboljšati svojstva alatnih čelika za topli rad i povećati njihovu otpornost na toplinski umor te produjiti trajnost kalupa za tlačni lijev aluminija.*

- Industrijskom primjenom novo razvijenih površinskih slojeva plazmatskim nitriranjem i PACVD prevlačenjem može se postići povećana trajnost kalupa za tlačni lijev kao i ostalih sličnih alata što utječe na povećanje produktivnosti te sniženje troškova proizvodnje i cijene proizvoda.

Iz navedenog može se zaključiti da je cilj istraživanja ostvaren i hipoteza rada potvrđena provedenim laboratorijskim ispitivanjima i ispitivanjima u radnim uvjetima. Time je dokazano da se primjenom pravilno projektiranih površinskih slojeva mogu poboljšati svojstva i produjiti trajnost alatnog čelika za topli rad. Iz svega navedenog proizlazi znanstveni doprinos doktorske disertacije:

1. Primjenom novih tehnologija plazmatskog nitriranja i plazma potpomognutog kemijskog prevlačenja iz parne faze (PACVD) razvijeni su novi površinski slojevi za primjenu na alatnim čelicima za topli rad.
2. Postignuto je značajno poboljšanje svojstava i povećanje otpornosti prema toplinskom umoru alatnog čelika za topli rad primjenom novih površinskih slojeva.
3. Povećanje trajnosti kalupa za tlačni lijev primjenom novih površinskih slojeva.

U nastavku istraživanja koji bi donio nove znanstvene i stručne spoznaje bit će provedena daljnja istraživanja svojstava razvijenih površinskih slojeva koja su važna kod alatnih čelika za topli rad. Uz navedeno, prijedlog je istražiti mogućnosti potencijalne primjene razvijenih površinskih slojeva na ostale vrste čelika i alata. Pozornost će se usmjeriti na modifikaciju svojstava postojećih, ali i na razvoj novih površinskih slojeva dodatnim varijacijama debljine, sastava i strukture samog sloja te ostalih parametara procesa plazmatskog nitriranja i PACVD prevlačenja s ciljem razvoja učinkovitijih površinskih slojeva. S obzirom na činjenicu da je u usporedbi s PVD postupcima odabir vrste tvrdih prevlaka vrlo ograničen, postoji značajan potencijal za uvođenje novih inovativnih vrsta tvrdih prevlaka koje koriste ekološki prihvatljive kemijske prekursore.



## 7 LITERATURA

- [1] G. Totten: *Steel Heat Treatment: Metallurgy and Technologies*, CRC Taylor Fr., pp. 832, 2006.
- [2] G. Krauss, *Steels: Processing, Structure, and Performance*, ASM International, 2005.
- [3] B. Andresen, *Die casting engineering: A hydraulic, thermal and mechanical process*. New York: Marcel Dekker, 2005.
- [4] E. J. Vinarcik, *High Integrity Die Casting Processes*. Hoboken, New Jersey: John Wiley & Sons, Inc., 2003.
- [5] V. Velay, G. Bernhart, L. Penazzi, A. Persson, Thermal Fatigue of a Tool Steel: Experiment and Numerical Simulation, *Proc. 6th Int. Tool. Conf.*, pp. 793–814, 2002.
- [6] D. Klobčar, L. Kosec, B. Kosec, J. Tušek, Thermo fatigue cracking of die casting dies, *Eng. Fail. Anal.*, vol. 20, pp. 43–53, Mar. 2012.
- [7] D. Caliskanoglu, I. Siller, R. Ebner, H. Leitner, F. Jeglitsch, W. Waldhauser, Thermal Fatigue and Softening Behavior of Hot Work Tool Steels, *Proc. 6th Int. Tool. Conf.*, pp. 707–719, 2002.
- [8] D. Mellouli, N. Haddar, A. Köster, H. F. Ayedi: Thermal fatigue failure of brass die-casting dies, *Eng. Fail. Anal.*, vol. 20, pp. 137–146, 2012.
- [9] J. Tušek, B. Taljat, D. Klobčar: How to extend the life of die-casting tools, *Metalurgija*, vol. 46, pp. 67–71, 2007.
- [10] B. K. Kosec, L. Kosec, J. Kopač, Analysis of casting die failures, *Eng. Fail. Anal.*, vol. 8, pp. 355–359, 2001.
- [11] T. Björk, R. Westergård, S. Hogmark, Wear of surface treated dies for aluminium extrusion — a case study, *Wear*, vol. 249, pp. 316–323, 2001.
- [12] M. Muhič, J. Tušek, F. Kosel, D. Klobčar: Analysis of die casting tool material, *Stroj. Vestnik/Journal Mech. Eng.*, vol. 56, pp. 351–356, 2010.
- [13] G. Roberts, G. Krauss, R. Kennedy: *Tool Steels: 5th Edition*, Carbon N. Y., 1998.
- [14] W. E. Bryson, *Heat treatment, selection, and application of tool steels*. 2005.
- [15] <http://www.springerlink.com/index/10.1007/BF01166742>
- [16] B. Podgornik, J. Vižintin, V. Leskovšek: Wear properties of induction hardened, conventional plasma nitrided and pulse plasma nitrided AISI 4140 steel in dry sliding conditions, *Wear*, vol. 232, pp. 231–242, 1999.

- [17] M. Gojić, Površinska obradba materijala. Sisak: Metalurški fakultet Sveučilišta u Zagrebu, 2010.
- [18] P. Martin: Handbook of deposition technologies for films and coatings: science, applications and technology, William Andrew, vol. 3rd., pp. 936, 2009.
- [19] V. Leskovšek, M. Jenko: PACVD Duplex Coating for Hot Forging of High Strength Steels for Automotive Applications, *Strojarstvo*, vol. 53, no. 1, pp. 39–44, 2011.
- [20] C. Mitterer, F. Holler, D. Reitberger, E. Badisch, M. Stoiber, C. Lugmair, R. Nöbauer, T. Müller, R. Kullmer: Industrial applications of PACVD hard coatings, *Surf. Coatings Technol.*, vol. 163–164, pp. 716–722, 2003.
- [21] V. Leskovšek, B. Podgornik, M. Jenko: A PACVD duplex coating for hot-forging applications, *Wear*, vol. 266, pp. 453–460, 2009.
- [22] C. Lugmair, R. Kullmer, C. Mitterer, M. Stoiber, E. Badisch: PACVD hard coatings for industrial applications, 6th Int. Tool. Conf., pp. 1041–1052, 2002.
- [23] A. Srivastava, V. Joshi, R. Shivpuri, R. Bhattacharya, S. Dixit: A multilayer coating architecture to reduce heat checking of die surfaces, *Surf. Coatings Technol.*, vol. 163–164, pp. 631–636, 2003.
- [24] C. Mitterer, F. Holler, F. Üstel, D. Heim: Application of hard coatings in aluminium die casting — soldering, erosion and thermal fatigue behaviour, *Surf. Coatings Technol.*, vol. 125, no. 1–3, pp. 233–239, Mar. 2000.
- [25] A. Faccoli, M. La Vecchia, G.M. Roberti, R. Molinari, M. Pellizzari: Effect of different coatings on thermal fatigue behaviour of AISI H11 hot work tool steel, *Int. J. Mater. Prod. Technol.*, vol. 15, p. 49, 2000.
- [26] A. Persson, C. Burman, S. Hogmark: Experimental Investigation on the Influence of Surface Engineering on Thermal Fatigue of a Hot Work Tool Steel, ICF10, Honolulu, Hawaii - 2001, 2001.
- [27] A. Molinar, F. Raimondi, M. Pellizzari, M. Pirovano: Heat treatment and surface engineering of hot work tool steel, *Proc. 5th Int. Tool. Conf.*, p. 485, 1999.
- [28] P. Panjan, M. Čekada, R. Kirn, M. Soković: Improvement of die-casting tools with duplex treatment, *Surf. Coatings Technol.*, vol. 180–181, pp. 561–565, Mar. 2004.
- [29] A. Persson, J. Bergström, S. Hogmark: Influence of Surface Engineering on the Performance of Tool Steels for Die Casting, *Proc. 6th Int. Tool. Conf. Karlstad, 2002.*, pp. 1003–1019, 2002.
- [30] S. Corujeira Gallo, C. A. Figueroa, I. J. R. Baumvol: Premature thermal fatigue failure of aluminium injection dies with duplex surface treatment, *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 527, no. 29–30, pp. 7764–7769, 2010.
- [31] Y. Birol, D. Isler: Response to thermal cycling of CAPVD (Al,Cr)N-coated hot work tool steel, *Surf. Coatings Technol.*, vol. 205, pp. 275–280, 2010.

- [32] J. S. You, S.-H. Lee, C. P. K.-T. Rie: Thermal characteristics of a Zr(B,C,N) coated layer manufactured by the PACVD process, *Surf. Coatings Technol.*, vol. 112, pp. 230–235, 1999.
- [33] Y. Birol, D. Isler: Thermal cycling of AlTiN and AlTiON coated hot work tool steels at elevated temperatures, *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 528, pp. 4703–4709, 2011.
- [34] A. Persson, S. Hogmark, J. Bergström: Thermal fatigue cracking of surface engineered hot work tool steels, *Surf. Coatings Technol.*, vol. 191, pp. 216–227, 2005.
- [35] C. M. Starling, J. R. Branco: Thermal fatigue of hot work tool steel with hard coatings, *Thin Solid Films*, vol. 308–309, pp. 436–442, 1997.
- [36] M. Novosel, F. Cajner, D. Krumes, *Alatni materijali*. Strojarski fakultet u Slavskom Brodu, Trg I.B. Mažuranić 2, Sveučilište J.J. Strossmayera u Osijeku, 1996.
- [37] S. Z. Qamar, a K. Sheikh, a F. M. Arif, T. Pervez, R. a Siddiqui: Heat treatment of a hot-work die steel, *Arch. Mater. Sci. Eng.*, vol. 28, no. 8, pp. 503–508, 2007.
- [38] F. Cajner, D. Landek: Specificities of the heat treatment of tool steels, *Proceeding Int. Conf. Heat Treat. Surf. Eng. – Eur. Oppor. Croat. Econ.*, pp. 57–66, 2012.
- [39] M. Korecki, J. Olejnik, P. Kula, E. Wołowiec: Best practice in heat treatment of large dies made of hot work tool steels, 2013.
- [40] M. Novosel, F. Cajner, D. Krumes, *Alatni materijali*. Slavonski Brod, 1996.
- [41] B. Zieger: Vacuum-Heat-Treatment of Hot-Work, *Proc. 6th Int. Tool. Conf.*, pp. 643–656, 2002.
- [42] A. Bahrami, S. H. M. Anijdan, M. A. Golozar, M. Shamanian, N. Varahram: Effects of conventional heat treatment on wear resistance of AISI H13 tool steel, *Wear*, vol. 258, pp. 846–851, 2005.
- [43] K. D. Fucks: Influence Of Heat Treatment Paramenters On The Properties Of Common Hot-Work Tool STEels, pp. 1–8.
- [44] V. Leskovšek, B. Šuštaršič, G. Jutriša: The influence of austenitizing and tempering temperature on the hardness and fracture toughness of hot-worked H11 tool steel, *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 178, pp. 328–334, 2006.
- [45] S. Mayer, C. Scheu, H. Leitner, H. Clemens, I. Siller: Influence of the Cooling Rate on the Mechanical Properties of a Hot-work Tool Steel, *BHM Berg- und Hüttenmännische Monatshefte*, vol. 152, pp. 132–136, 2007.
- [46] Uddeholm tool steel for die casting
- [47] [www.kind-co.de/en/produkte/pdf\\_alloyd/rpu.pdf](http://www.kind-co.de/en/produkte/pdf_alloyd/rpu.pdf)
- [48] Uddeholm: Heat Treatment of Tool Steel: Uddeholm tool steel for die casting, vol. 8, 2012.

- [49] B. Bauer, I. Mihalic, Osnova tehnologije lijevanja. Fakultet strojarstva i brodogradnje, Zagreb, 2012.
- [50] J. G. Kaufman, E. L. Rooy, Aluminum Alloy Castings: Properties , Processes and Applications. ASM International, 2004.
- [51] Uddeholm: Die steels and components for extrusion.”
- [52] Uddeholm tool steel for extrusion
- [53] [www.baruffaldi.eu](http://www.baruffaldi.eu).
- [54] T. Altan, G. Ngaile: Cold and Hot Forging: Fundamentals and Applications, ASM International, pp. 341. 2005.
- [55] Uddeholm tool steel for forging application, pp. 24, 2014.
- [56] M. Muhič, J. Tušek, F. Kosel, D. Klobčar, M. Pleterski: Thermal Fatigue Cracking of Die-Casting Dies, Metalurgija, vol. 49, no. 1, pp. 9–12, 2010.
- [57] A. H. Mohammed: Experimental Simulation of Reduction of Erosion Damage in Dies Used in Aluminium Casting, University of Sheffield, 2013.
- [58] A. Persson, S. Hogmark, J. Bergström: Failure modes in field-tested brass die casting dies, J. Mater. Process. Technol., vol. 148, pp. 108–118, 2004.
- [59] A. Persson: On tool failure in die casting, Upsala University, 2003.
- [60] K. Domkin, J. H. Hattel, J. Thorborg: Modeling of high temperature- and diffusion-controlled die soldering in aluminum high pressure die casting, J. Mater. Process. Technol., vol. 209, no. 8, pp. 4051–4061, Apr. 2009.
- [61] F. Czerwinski: Corrosion of Materials in Liquid Magnesium Alloys and Its Prevention, Woodhead Publishing, pp. 582, 2013.
- [62] <http://amftgs.com>
- [63] E. K. Tentardini, A. O. Kunrath, C. Aguzzoli, M. Castro, J. J. Moore, I. J. R. Baumvol: Soldering mechanisms in materials and coatings for aluminum die casting, Surf. Coatings Technol., vol. 202, pp. 3764–3771, 2008.
- [64] Y. Zhu, D. Schwam, J. F. Wallace, S. Birceanu: Evaluation of soldering, washout and thermal fatigue resistance of advanced metal materials for aluminum die-casting dies, Mater. Sci. Eng. A, vol. 379, pp. 420–431, 2004.
- [65] Q. Han, S. Viswanathan: Analysis of the mechanism od die soldering in aluminum die casting, Metall. Mater. Trans. A, 34A, pp. 139-146, 2003. **174**
- [66] A. Srivastava, V. Joshi, R. Shivpuri: Computer modeling and prediction of thermal fatigue cracking in die-casting tooling, Wear, vol. 256, pp. 38–43, 2004.

- [67] J. Norwood, P. M. Dickens, R. C. Soar, R. Harris: Surface temperature of tools during the high-pressure die casting of aluminium, *Proc. Inst. Mech. Eng. Part B J. Eng. Manuf.*, vol. 221, pp. 1659–1664, 2007.
- [68] A. Persson, S. Hogmark, J. Bergström: Simulation and evaluation of thermal fatigue cracking of hot work tool steels, *Int. J. Fatigue*, vol. 26, pp. 1095–1107, 2004.
- [69] D. Klobčar, J. Tušek: Thermal stresses in aluminium alloy die casting dies, *Comput. Mater. Sci.*, vol. 43, pp. 1147–1154, 2008.
- [70] A. Persson, S. Hogmark, J. Bergström: Temperature profiles and conditions for thermal fatigue cracking in brass die casting dies, *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 152, pp. 228–236, 2004.
- [71] A. Long, D. Thornhill, C. Armstrong, D. Watson: Predicting die life from die temperature for high pressure dies casting aluminium alloy, *Appl. Therm. Eng.*, vol. 44, pp. 100–107, 2012.
- [72] J. Sjöström, J. Bergström: Thermal fatigue testing of chromium martensitic hot-work tool steel after different austenitizing treatments, *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 153–154, pp. 1089–1096, 2004.
- [73] D. Klobčar, J. Tušek, B. Taljat: Thermal fatigue of materials for die-casting tooling, *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 472, pp. 198–207, 2008.
- [74] B. Kosec, G. Kosec, M. Soković: Temperature field and failure analysis of die-casting die, vol. 28, no. 3, pp. 182–187, 2007.
- [75] L. Dobrzański, J. Mazurkiewicz, E. Hajduczek, J. Madejski: Comparison of the thermal fatigue resistance and structure of the 47CrMoWVTiCeZr16-26-8 hot-work tool steel with X40CrMoV5-1 type one, *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 113, pp. 527–538, 2001.
- [76] M. Yan, Z. Fan: Durability of materials in molten aluminum alloys, *Journal of Materials Science*, vol. 36, pp. 285–295, 2001.
- [77] Y. Min, L. Xu, X. Wu: Influence of Surface Heat Treatment on Thermal Fatigue Behaviors of Hot Work Steel, *6th Int. Tool. Conf.*, pp. 63–76.
- [78] D. Matisková, Š. Gašpar, L. Mura: Thermal Factors of Die Casting and Their Impact on the Service Life of Moulds and the Quality of Castings, *Acta Polytech. Hungarica*, vol. 10, no. 3, pp. 65–78, 2013.
- [79] E. Mittemeijer, M. Somers: Thermochemical surface engineering of steels, Woodhead Publishing, Sawston, Cambridge, UK., pp. 816, 2014.
- [80] B. Matijević, M. Stupnišek, I. Kranjčević: Modificiranje površina dijelova kalupa za tlačno lijevanje aluminija, *Int. Conf. MATRIB*, pp. 131–142, 2006.
- [81] B. Podgornik, J. Vižintin, O. Wänstrand, M. Larsson, S. Hogmark: Wear and friction behaviour of duplex-treated AISI 4140 steel, *Surf. Coatings Technol.*, vol. 120–121, pp. 502–508, 1999.

- [82] S. Z. Qamar, R. a Siddiqui, T. Pervez: Effect of Heat Treatment on Mechanical Properties of H13 Steel, vol. 13, pp. 97–100, 2009.
- [83] T. Altan, M. Deshpande: Selection of die materials and surface treatments for increasing die life in hot and warm forging, FIA Tech Conf., no. 644, pp. 1–32, 2011.
- [84] J. Yakadoun: Materials and Surface Engineering in Tribology. Wiley-ISTE, pp. 240, 2007.
- [85] M. Roy: Surface Engineering for Enhanced Performance against Wear, Springer Vienna, pp. 319, 2013.
- [86] H. Kenneth, M. Allan, Coatings Tribology: Properties, Mechanisms, Techniques and Applications in Surface Engineering. Elsevier Science, 2009.
- [87] [www.e-ucenje.fsb.hr/pluginfile.php/5839/mod\\_resource/content/1/Predavanja/10\\_predavanje\\_TO\\_mat.pdf](http://www.e-ucenje.fsb.hr/pluginfile.php/5839/mod_resource/content/1/Predavanja/10_predavanje_TO_mat.pdf) .
- [88] D. Pye: Practical nitriding and ferritic nitrocarburizing. ASM international, 2003.
- [89] S. S. Hosmani, P. Kuppusami, R. Kumar Goyal, An Introduction to Surface Alloying of Metals. 2014.
- [90] E. Mittemeijer, M. Somers, Thermochemical surface engineering of steels. Woodhead Publishing, Sawston, Cambridge, UK., 2014.
- [91] S. Li, R. R. Manory: Surface Morphology and Compound Layer Pores of Plasma Nitrocarburized Low Carbon Steel, Metall. Mater. Trans. A, vol. 4, pp. 135–143, 1991.
- [92] M. Hudis: Study of ion nitriding, J. Appl. Phys., vol. 44, no. 4, pp. 1489–1496, 1973.
- [93] ASM Handbook Volume 4: Heat Treating, vol. 4, pp. 387–436, 1991.
- [94] H. Du, J. Agren: Theoretical Treatment of Nitriding and Nitrocarburizing of Iron, Metall. Mater. Trans. A, vol. 27A, no. 4, pp. 1073–1080, 1996.
- [95] H. Paschke, M. Weber, P. Kaestner, G. Braeuer: Influence of different plasma nitriding treatments on the wear and crack behavior of forging tools evaluated by Rockwell indentation and scratch tests, Surf. Coatings Technol., vol. 205, no. 5, pp. 1465–1469, 2010.
- [96] M. Pellizzari, A. Molinari, G. Straffelini: Thermal fatigue resistance of gas and plasma nitrided 41CrAlMo7 steel, Mater. Sci. Eng. A, vol. 352, pp. 186–194, 2003.
- [97] S. Yeh, L. Chiu, W. Lo, C. Huang: Thermal Fatigue Behavior of Nitrocarburized and Low Pressure Nitrided Modified Hot Work Mold Steel, vol. 54, no. 7, pp. 1187–1194, 2013.
- [98] P. De Cruz, M. Ode, T. Ericsson: Influence of plasma nitriding on fatigue strength and fracture of B-Mn steel, Mater. Sci. Eng., vol. 242, pp. 181–194, 1998.
- [99] A. Molinari, G. Straffelini, M. Pellizzari, M. Pirovano: Wear Behaviour of Diffusion

- and Compound Layers in Nitrided Steels, vol. 14. 1998.
- [100] A. Mahmoudi, M. Esmailian: Wear Behavior of White Layer in Plasma Nitrided H13 Steel at Ambient and Elevated Temperatures, *Adv. Mater. Res.*, vol. 12, pp. 41–48, 2009.
- [101] W. Peng, X. Wu, Y. Min, L. Xu: Comparison of Thermal Fatigue Behavior of Plasma Nitriding With Compound Layer and Without It of H13 Steel, *Proc. 6th Int. Tool. Conf. Karlstad, 2002.*, pp. 597–609, 2002.
- [102] W. Y. Peng, X. C. Wu, Y. A. Min, L. P. Xu: Effect of the compound layer of plasma nitriding on thermal fatigue behavior of 4Cr5MoSiV1 die steel, *Journal of Shanghai University*, vol. 7. pp. 87–92, 2003.
- [103] M. Pellizzari, A. Molinari, G. Straffelini: Thermal fatigue resistance of plasma duplex-treated tool steel, *Surf. Coatings Technol.*, vol. 142–144, pp. 1109–1115, 2001.
- [104] H. Paschke, M. Weber, G. Braeuer, T. Yilkiran, B. a. Behrens, H. Brand: Optimized plasma nitriding processes for efficient wear reduction of forging dies, *Archives of Civil and Mechanical Engineering*, vol. 12. pp. 407–412, 2012.
- [105] V. Joshi, A. Srivastava, R. Shivpuri, E. Rolinski: Investigating ion nitriding for the reduction of dissolution and soldering in die-casting shot sleeves, *Surf. Coatings Technol.*, vol. 163–164, pp. 668–673, 2003.
- [106] K. Yatsushiro, M. Sano, M. Hihara: Influence of re-nitriding for thermal fatigue properties on nitrided hot work die steel (H13), vol. 45, no. c, pp. 263–268, 2002.
- [107] Y. Birol: Response to thermal cycling of plasma nitrided hot work tool steel at elevated temperatures, *Surf. Coatings Technol.*, vol. 205, no. 2, pp. 597–602, 2010.
- [108] Rointan F. Bunshah: *Deposition Technologies, Properties and Applications*, William Andrew Publishing, LLC Norwich, New York, U.S.A., 2000.
- [109] Rointan F. Bunshah: *Handbook of Hard Coatings* vol. 34, no. 3. William Andrew Publishing, LLC Norwich, New York, U.S.A., 2001.
- [110] F. Cajner, D. Landek, S. Kovačić: Introduction and application of new technologies of plasma nitriding and PACVD coating, *Proc. 5th Int. Conf. "Mechanical Technol. Struct. Mater.*, 2015.
- [111] B. Podgornik: Coated machine elements - Fiction or reality?, *Surf. Coatings Technol.*, vol. 146–147, pp. 318–323, 2001.
- [112] B. Podgornik, V. Leskovšek: Wear mechanisms and surface engineering of forming tools, *Mater. Tehnol.*, vol. 49, no. 3, pp. 313–324, 2015.
- [113] S. Paskvale: Properties of PVD hard coatings, *Univ. Ljubjana, Faculty Math. Phys.*, p.18, 2007.
- [114] S. Kuiry: *Advanced Scratch Testing for Evaluation of Coatings*, Bruker, 2012.

- [115] P. Davim: *Materials and surface engineering*. Woodhead Publishing, 2012.
- [116] J. Takadoum, H. H. Bennani: Influence of substrate roughness and coating thickness on adhesion, friction and wear of TiN films, *Surf. Coatings Technol.*, vol. 96, pp. 272–282, 1997.
- [117] D. M. Mattox: Surface effects on the growth, adhesion and properties of reactively deposited hard coatings, *Surf. Coatings Technol.*, vol. 81, pp. 8–16, 1996.
- [118] C. W. Moura e Silva, E. Alves, A. R. Ramos, C. S. Sandu, A. Cavaleiro: Adhesion failures on hard coatings induced by interface anomalies, *Vacuum*, vol. 83, no. 10, pp. 1213–1217, 2009.
- [119] M. Stoiber, J. Wagner, C. Mitterer, K. Gammer, H. Hutter, C. Lugmair, R. Kullmer: Plasma-assisted pre-treatment for PACVD TiN coatings on tool steel, *Surf. Coatings Technol.*, vol. 174–175, no. 03, pp. 687–693, 2003.
- [120] Y. He, I. Apachitei, J. Zhou, T. Walstock, J. Duszczyk: The influence of the depth of a plasma nitrided layer in tool-steel substrate on the scratch-resistant properties of PACVD TiBN coating, *Surf. Coatings Technol.*, vol. 201, pp. 7036–7042, 2007.
- [121] M. Raoufi, S. Mirdamadi, F. Mahboubi, S. Ahangarani, M. S. Mahdipoor, H. Elmkhah: Effect of active screen plasma nitriding pretreatment on wear behavior of TiN coating deposited by PACVD technique, *Appl. Surf. Sci.*, vol. 258, no. 20, pp. 7820–7825, 2012.
- [122] O. Durst, J. Ellermeier, C. Berger: Influence of plasma-nitriding and surface roughness on the wear and corrosion resistance of thin films (PVD/PECVD), *Surf. Coatings Technol.*, vol. 203, no. 5–7, pp. 848–854, 2008.
- [123] Y. He, I. Apachitei, J. Zhou, T. Walstock, J. Duszczyk: Effect of prior plasma nitriding applied to a hot-work tool steel on the scratch-resistant properties of PACVD TiBN and TiCN coatings, *Surf. Coatings Technol.*, vol. 201, pp. 2534–2539, 2006.
- [124] T. Sprute, W. Tillmann, D. Grisales, U. Selvadurai, G. Fischer: Influence of substrate pre-treatments on residual stresses and tribo-mechanical properties of TiAlN-based PVD coatings, *Surf. Coat. Technol.*, vol. 260, pp. 369–379, 2014.
- [125] B. Podgornik, V. Leskovšek, B. Arh: The effect of heat treatment on the mechanical, tribological and load-carrying properties of PACVD-coated tool steel, *Surf. Coatings Technol.*, vol. 232, pp. 528–534, 2013.
- [126] B. Podgornik, V. Leskovšek, F. Tehovnik, J. Burja: Vacuum heat treatment optimization for improved load carrying capacity and wear properties of surface engineered hot work tool steel, *Surf. Coatings Technol.*, vol. 261, pp. 253–261, 2015.
- [127] M. Azadi, a. S. Rouhaghdam, S. Ahangarani, H. H. Mofidi: Mechanical behavior of TiN/TiC multilayer coatings fabricated by plasma assisted chemical vapor deposition on AISI H13 hot work tool steel, *Surf. Coatings Technol.*, vol. 245, pp. 156–166, 2014.
- [128] K. Chu, Y. G. Shen: Mechanical and tribological properties of nanostructured TiN/TiBN multilayer films, *Wear*, vol. 265, pp. 516–524, 2008.



- [129] L. Chen, S. Q. Wang, S. Z. Zhou, J. Li, Y. Z. Zhang: Microstructure and mechanical properties of Ti(C, N) and TiN/Ti(C, N) multilayer PVD coatings, *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.*, vol. 26, pp. 456–460, 2008.
- [130] M. Stoiber, S. Perlot, C. Mitterer, M. Beschliesser, C. Lugmair, R. Kullmer: PACVD TiN/Ti-B-N multilayers: from micro- to nano-scale, *Surf. Coatings Technol.*, vol. 177–178, pp. 348–354, 2004.
- [131] K. S. Klimek, A. Gebauer-Teichmann, P. Kaestner, K. T. Rie: Duplex-PACVD coating of surfaces for die casting tools, *Surf. Coatings Technol.*, vol. 201, no. 9–11, pp. 5628–5632, Feb. 2007.
- [132] D. Heim, F. Holler, C. Mitterer: Hard coatings produced by PACVD applied to aluminium die casting, *Surf. Coatings Technol.*, vol. 116–119, pp. 530–536, 1999.
- [133] Y. Birol: Response to thermal cycling of duplex-coated hot work tool steels at elevated temperatures, *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 528, no. 29–30, pp. 8402–8409, 2011.
- [134] M. Pellizzari, A. Molinari, G. Straffelini: Thermal fatigue resistance of plasma duplex-treated tool steel, *Surf. Coatings Technol.*, vol. 142–144, pp. 1109–1115, 2001.
- [135] T. Filetin, F. Kovačiček, J. Indof, *Svojstva i primjena materijala*. Zagreb: Fakultet strojarstva i brodogradnje, Zagreb, 2002.
- [136] P. M. Martin, *Introduction to Surface Engineering and Functionally Engineered Materials*, Wiley-Scrivener, p. 584, 2011.
- [137] F. Mahboubi, K. Abdolvahabi: The effect of temperature on plasma nitriding behaviour of DIN 1.6959 low alloy steel, *Vacuum*, vol. 81, pp. 239–243, 2006.
- [138] E. Roliński, J. Arner, G. Sharp: Negative Effects of Reactive Sputtering in an Industrial Plasma Nitriding, *J. Mater. Eng. Perform.*, vol. 14, no. June, pp. 343–350, 2005.
- [139] R. F. dos Reis, R. Neidert: Influence of pre-cleaning by sputtering in plasma nitriding of stainless steel, *Rev. Mater.*, vol. 16, pp. 683–689, 2011.
- [140] L. Yagita, C. Ohki: Plasma Nitriding Treatment of High Alloy Steel for Bearing Components, *Technical Paper*, No. 78, 2010.
- [141] M. Azadi, A. S. Rouhaghdam, S. Ahangarani, H. H. Mofidi, M. Valiei: Effect of number of layers on the toughness of TiN/TiC multilayer coatings, *Int. J. Microstructure and Materials Properties*, vol. 9, No. 6, pp.500-515, 2014.
- [142] M. AL-Bukhaiti, K. Al-Hatab, W. Tillmann, F. Hoffmann, T. Sprute: Tribological and mechanical properties of Ti/TiAlN/TiAlCN nanoscale multilayer PVD coatings deposited on AISI H11 hot work tool steel, *Appl. Surf. Sci.*, vol. 318, pp. 180–190, 2014.
- [143] C. Pfohl, A. Gebauer-Teichmann, K. T. Rie: Application of wear-resistant PACVD coatings in aluminium diecasting: economical and ecological aspects, *Surf. Coatings Technol.*, vol. 112, no. 1–3, pp. 347–350, Feb. 1999.

- [144] R. Kullmer, C. Lugmair, A. Figueras, J. Bassas, M. Stoiber, C. Mitterer: Microstructure, mechanical and tribological properties of PACVD Ti(B,N) and TiB<sub>2</sub> coatings, *Surf. Coatings Technol.*, vol. 174–175, no. 03, pp. 1229–1233, 2003.
- [145] M. Antonov, I. Hussainova, F. Sergejev, P. Kulu, A. Gregor: Assessment of gradient and nanogradient PVD coatings behaviour under erosive, abrasive and impact wear conditions, *Wear*, vol. 267, no. JUNE, pp. 898–906, 2009.
- [146] S. Anderbouhr, V. Ghetta, E. Blanquet, C. Chabrol, F. Schuster, C. Bernard, R. Madar: LPCVD and PACVD (Ti,Al)N films: morphology and mechanical properties, *Surf. Coatings Technol.*, vol. 115, pp. 103–110, 1999.
- [147] K. Bartsch, A. Leonhardt, U. Langer, K. Künanz: New PACVD-hard material layers for wear protection of high-speed steel, *Surf. Coatings Technol.*, vol. 94–95, pp. 168–173, 1997.
- [148] L. Dobrzański: Properties of the multicomponent and gradient PVD coatings, vol. 28, no. 10, pp. 621–624, 2007.
- [149] L. Dobrzański, K. Gołombek, J. Mikuła, D. Pakuła: Improvement of tool materials by deposition of gradient and multilayers coatings, vol. 19, no. 2, pp. 86–91, 2006.
- [150] S. Suzuki, K. Kakita: A Comparative Study of GDOES, SIMS and XPS Depth Profiling of Thin Layers on Metallic Materials, *J. Surf. Anal.*, vol. 12, no. 2, pp. 2–5, 2005.
- [151] V. Efimova: Study in analytical glow discharge spectrometry and its application in materials science, 1984.
- [152] CSM Instruments: Advanced mechanical surface testing by Scratch Testing.
- [153] CSM Technical: CSM Technical Features - Ultra nanoindentation tester (UNHT).
- [154] R. G. Wellman, H. Tourmente, S. Impey, J. R. Nicholls: Nano and microhardness testing of aged EB PVD TBCs, *Surf. Coatings Technol.*, vol. 188–189, pp. 79–84, 2004.
- [155] A. Race, M. A. Miller, D. C. Ayers, R. J. Cleary, K. A. Mann: The influence of surface roughness on stem-cement gaps., *J. Bone Joint Surg. Br.*, vol. 84, no. 23, pp. 1199–1204, 2002.
- [156] W. G. Jiang, J. J. Su, X. Q. Feng: Effect of surface roughness on nanoindentation test of thin films, *Eng. Fract. Mech.*, vol. 75, no. 17, pp. 4965–4972, 2008.
- [157] S. Y. Sirin, E. Kaluc: Structural surface characterization of ion nitrided AISI 4340 steel, *Mater. Des.*, vol. 36, pp. 741–747, 2012.
- [158] S. Y. Sirin, K. Sirin, E. Kaluc: Effect of the ion nitriding surface hardening process on fatigue behavior of AISI 4340 steel, *Mater. Charact.*, vol. 59, pp. 351–358, 2008.
- [159] Q. Wang, L. Zhang, H. Shen: Microstructure analysis of plasma nitrided cast/forged CoCrMo alloys, *Surf. Coatings Technol.*, vol. 205, no. 7, pp. 2654–2660, 2010.

- [160] J. L. Mo, M. H. Zhu, A. Leyland, A. Matthews: Impact wear and abrasion resistance of CrN, AlCrN and AlTiN PVD coatings, *Surf. Coatings Technol.*, vol. 215, pp. 170–177, 2013.
- [161] <http://www.isaf.tu-clausthal.de/en/departments/wear-testing/friction-wheel-test-astm-g65-04-2010-dry-sandrubber-wheel-test/>
- [162] V. Ivušić, Vinko Ivušić *Tribologija*, 2. izdanje. Zagreb: Hrvatsko društvo za materijale i tribologiju, 2002.
- [163] V. Šimunović, K. Grilec, K. Ivušić: Istraživanje otpornosti plinski naštrecanih niobsi slojeva, vol. 4, pp. 59–64, 2007.
- [164] I. Stojanović: Utjecaj tehnoloških parametara za zaštitna svojstva vodorazrjedivih premaza, *Fakultet strojarstva i brodogradnje*, 2011.
- [165] S. Cramer, B. S. Covino Jr: *ASM Handbook: Corrosion: Fundamentals, Testing, and Protection*, vol. Volume 13A, p. 2597, 2003.
- [166] B. Kosec: Failures of dies for die-casting of aluminium alloys, *Metalurgija*, vol. 47, no. 1, pp. 51–55, 2008.
- [167] Y. He, J. Zhou, T. Walstock, J. Duszczyk: Oxidation behaviour of PACVD TiBN coating at elevated temperatures, *Surf. Coatings Technol.*, vol. 204, no. 5, pp. 601–609, 2009.
- [168] P. Mubarak, Akhter, E. Hamzah, M. R. H. Mohd Toff, I. A. Qazi: Effect of coating thickness on the properties of TiN coatings deposited on tool steels using cathodic arc PVD technique, *Surface Review and Letters*, vol. 15, pp. 401–410, 2008.
- [169] O. Ajayi, S. Torrel, N. Demas, A. Erdemir, R. Wei: Effect of coating thickness on tribological performance of CrN, 2012.
- [170] N. B. Thomsen, A. Horsewell, K. S. Mogensen, S. S. Eskildsen, C. Mathiasen, J. Büttiger: Residual stress determination in PECVD TiN coatings by X-ray diffraction : a parametric study, vol. 333, pp. 50–59, 1998.
- [171] E. Vogli, W. Tillmann, U. Selvadurai-Iassl, G. Fischer, J. Herper: Influence of Ti / TiAlN-multilayer designs on their residual stresses and mechanical properties, *Appl. Surf. Sci.*, vol. 257, no. 20, pp. 8550–8557, 2011.
- [172] J. J. L. Ju-Wan Lima, H. Ahn, K. T. Rie: Mechanical properties of TiNyTiB2 multilayers deposited by plasma enhanced chemical vapor deposition, *Surf. Coatings Technol.*, vol. 174–175, pp. 720–724, 2003.
- [173] M. J. Son, S. S. Kang, E. A. Lee, K. H. Kim: Properties of TiBN coating on the tool steels by PECVD and its applications, *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 130–131, pp. 266–271, 2002.
- [174] C. Pfohl, A. Bulak, K. T. Rie: Development of titanium diboride coatings deposited by PACVD, *Surf. Coatings Technol.*, vol. 131, pp. 141–146, 2000.

- [175] P. H. Mayrhofer, M. Stoiber: Thermal stability of superhard Ti-B-N coatings, Surf. Coatings Technol., vol. 201, pp. 6148–6153, 2007.

## ŽIVOTOPIS/BIOGRAPHY

---

Saša Kovačić rođen je 21. listopada 1982. godine u Zagrebu gdje je završio osnovnu školu Silvije Strahimir Kranjčević i srednju školu XV prirodoslovno-matematičku gimnaziju. Diplomirao je na Fakultetu strojarstva i brodogradnje, Sveučilište u Zagrebu, u listopadu 2009. godine na usmjerenju Računalno inženjerstvo s radom pod naslovom “ Primjena senzora momenta i sile na robotu Fanuc LR Mate 200iC“. Od 1. veljače 2010. godine zaposlen je na Fakultetu strojarstva i brodogradnje kao asistent pri Zavodu za materijale. Na istom Fakultetu 2011. godine upisao je poslijediplomski doktorski studij, smjer Materijali.

Sudjelovao je na domaćim znanstvenim projektima pod vodstvom Prof.dr.sc Franje Cajnera financiranim od strane MZOS RH „Inženjerstvo površina u proizvodnji konstrukcijskih dijelova i alata“ i Poslovno-inovacijske agencije Republike Hrvatske – BICRO pod nazivom „CoatPro - Prevlaka s naprednim svojstvima“. Kao suradnik je sudjelovao na međunarodnim projektima: IPA projekt „ARISE: Advanced Research, Innovation and technology transfer in Surface Engineering“ i „RONNA - Robotska neuronavigacija“.

Aktivno sudjeluje u nastavi na kolegijima preddiplomskih i diplomskih studija (Materijali I, Materijali II, Tehnologija II, Proizvodne tehnologije II, Modeliranje i simulacije, Tribologija i inženjerstvo površina, Toplinska obrada i površinska zaštita). Suautor je niza znanstvenih članaka iz područja materijala, toplinske obrade i inženjerstva površina. Kao član Laboratorija za toplinsku obradu sudjelovao je u mnogim znanstveno-stručnim ekspertizama na području toplinske obrade i inženjerstva površina.

Član je Hrvatskog društva za toplinsku obradu i inženjerstvo površina i Hrvatskog društva za materijale i tribologiju, povjerenstva za odnose s javnošću Fakulteta strojarstva i brodogradnje. U razdoblju od 2013. do 2015. bio je predstavnik asistenata-viših asistenata u Fakultetskom vijeću Fakulteta strojarstva i brodogradnje. Kao član organizacijskog odbora sudjelovao je u organizaciji 2. mediteranske konferencije „IFHTSE - 2nd Mediterranean Conference on Heat Treatment and Surface Engineering Challenges for Heat Treatment and Surface Engineering „, u Cavtatu 2013.

Služi se engleskim jezikom u govoru i pismu. Oženjen, otac jednog djeteta.

Sasa Kovačić was born on 21st of October 1982. in Zagreb where he finished elementary school and high school „XV prirodoslovno-matematička gimnazija“ in Zagreb. He graduated Computer Engineering at the Faculty of Mechanical Engineering and Naval Architecture, University of Zagreb, in October 2009 with thesis „Application of a force and torque sensor placed on the LR Mate 200iC robot“. In the year 2010. he started working as a research assistant at the Department for Material Science, Chair for Heat Treatment and Surface Engineering where in academic year 2011/2012. he enrolled postgraduate study of Material Science.

In his work he actively participates in undergraduate and graduate courses such as: Materials I, Materials II, Technology II, Production technologies II, Modeling and Simulation, Tribology and Surface engineering, Heat Treatment and Heat Treatment and Surface Protection. He published several scientific articles in the field of materials, heat treatment and surface engineering. As a part of the Laboratory for heat treatment he participated in many scientific and professional expertises in the field of heat treatment and surface engineering.

Apart from teaching and scientific work he participated in several projects: Ministry of Science, Education and Sport project „Surface Engineering in the production of tools and components“, Business and Innovation Agency of the Republic of Croatia – BICRO project „CoatPro – COATing with advanced PROperties“, Science and Innovation Investment Fund – SIIF project „ARISE: Advanced Research, Innovation and technology transfer in Surface Engineering“ and Croatian Institute of Technology project „RONNA – Robotic Neurosurgical Navigation“.

He is a member of Croatian materials and tribology society and Croatian Society for Heat Treatment and Surface Engineering and Committee for public relations at Faculty of Mechanical Engineering and Naval Architecture. Also, he was representative of research/senior assistants at Faculty Council of Faculty of Mechanical Engineering and Naval Architecture in period between 2013.-2015. He was a member of organizing committee of the 2nd Mediterranean Conference "IFHTSE - Challenges for Heat Treatment and Surface Engineering" in 2013. in Cavtat, Croatia.

He is fluent in English. He is married and father of one child.

## ***POPIS OBJAVLJENIH RADOVA***

---

1. Kovačić, Saša; Cajner, Franjo; Landek, Darko: Wear resistance of TiN/TiCN and TiN/TiBN multilayer coatings applied on hot work tool steel // Key Engineering Materials: Engineering Materials and Tribology. 674, (2015); 257-262.
2. Cajner, Franjo; Landek, Darko; Kovačić, Saša: Introduction and application of new technologies of plasma nitriding and PACVD coating // Proceedings of the 5<sup>th</sup> International Conference „Mechanical Technologies and Structural Materials“, Split, Croatia, 2015.
3. Landek, Darko; Cajner, Franjo; Kovačić, Saša; Alar, Vesna; Macura, Vladimir: Microstructure and corrosion behavior of duplex coating fabricated by plasma nitriding and TiN/TiCN pulsed DC PACVD method on K390 MC cold work tool steel // Proceedings of the European Conference on Heat Treatment 2015 & 22nd IFHTSE Congress. Venecija Italija, 2015.
4. Cajner, Franjo; Landek, Darko; Cajner, Hrvoje; Rafael, Hrvoje; Kovačić, Saša: Characteristics of Warm Baths for the quenching of Tool Steels // Conference Proceedings of 9<sup>th</sup> International Conference on Industrial Tools and Material Processing Technologies, Ljubljana, Slovenija, 2014.; 207-214.
5. Cajner, Franjo; Landek, Darko; Kumić, Ivan; Kovačić, Saša; Rafael, Hrvoje: Tribological and microstructural investigations of the influence of deep cryogenic treatment on the properties of PM S390 MC high speed steel // Proceedings of European Conference on Heat Treatment and 21st IFHTSE Congress, München, Njemačka, 2014.; 459-466.
6. Cajner, Franjo; Kovačić Saša; Kumić Ivan; Cajner Hrvoje: The influence of deep cooling treatment on the properties of X155CrVMo 12-1 steel // The Proceedings of 2nd Mediterranean Conference „New Challenges On Heat Treatment And Surface Engineering“, Cavtat, Hrvatska, 2013.
7. Landek, Darko; Cajner, Franjo; Rafael, Hrvoje; Kovačić, Saša: Influence of heat treatment parameters on the mechanical properties and wear resistance of HSS10-2-5-8 // The Proceedings of 2nd Mediterranean Conference „New Challenges On Heat Treatment And Surface Engineering“, Cavtat, Hrvatska, 2013.: 293-300.

8. Landek, Darko; Cajner, Franjo; Kovačić, Saša; Peharec, Ivan: Utjecaj naknadne oksidacije na otpornost trošenju i korozivsku postojanost nitrokarburiranog čelika // Abstract book MATRIB 2010, Vela Luka, Croatia, 2010.; 253-260.
9. Cajner, Franjo; Kovačić, Saša; Rafael, Hrvoje; Vugrinčić, Amalija; Šimunović, Vinko; Gržeta, Biserka: Influence of nitriding on corrosion resistance of martensitic X17CrNi16-2 stainless steel, *Materials Science and Engineering Technology*. 46 (2015), 1; 69-77.
10. Cajner, Franjo; Landek, Darko; Rafael, Hrvoje; Šolić, Sanja; Kovačić, Saša: Effect of deep cryogenic treatment on dilatometric curve and tribological properties of high speed steel / *International Heat Treatment and Surface Engineering*. 6 (2012), 2; 67-71.
11. Cajner, Franjo; Landek, Darko; Rafael, Hrvoje; Kovačić, Saša: Effect of the heating rate in the tempering of EN 100 V1 / *HTM Journal of Heat Treatment and Materials*. 67 (2012), 2; 118-124.



## **PRILOG**

- Prilog P.1:** Rezultati mjerenja tvrdoće HRC na ispitivanih uzorcima od čelika X38CrMoV5-3 nakon pojedine faze osnovne toplinske obrade
- Prilog P.2:** Rezultati mjerenja površinske tvrdoće HV 0,05 ispitivanih uzoraka od čelika X38CrMoV5-3 nakon osnovne toplinske obrade i plazmatskog nitriranja
- Prilog P.3:** Mikrostrukture jezgre i površinskog sloja uzoraka A0, A1, A2, A3 od čelika X38CrMoV5-3 različitog stanja toplinske obrade
- Prilog P.4:** Tragovi trošenja ispitivanja debljine prevlake metodom utiskivanja kuglice na površini uzoraka A2 sa TiCN i A3 sa TiBN prevlakom od čelika X38CrMoV5-3
- Prilog P.5:** Tragovi otisaka HRC ispitivanja prionjivosti na površini uzoraka A2 sa TiCN i A3 sa TiBN prevlakom od čelika X38CrMoV5-3
- Prilog P.6:** Kritične sile dobivene ispitivanjem brazdanjem na uzorcima A2 sa TiCN i A3 sa TiBN prevlakom od čelika X38CrMoV5-3
- Prilog P.7:** Dijagrami faktora trenja, sile trenja, normalne sile i akustične emisije dobivenih ispitivanjem brazdanjem na uzorcima A2 sa TiCN i A3 sa TiBN prevlakom od čelika X38CrMoV5-3
- Prilog P.8:** Raspored mikrotvrdoće po poprečnom presjeku ispitnih uzoraka A1, A2, A3 od čelika X38CrMoV5-3
- Prilog P.9:** Tvrdoće i maksimalne dubine utiskivanja za TiCN i TiBN prevlake pri opterećenjima 25mN i 50mN
- Prilog P.10:** Profili hrapavosti ispitnih uzoraka od čelika X38CrMoV5-3 nakon toplinske obrade (A0), nakon plazmatskog nitriranja (A1), nakon prevlačenja TiCN prevlakom (A2) i TiBN prevlakom (A3)
- Prilog P.11:** Gubitak mase ispitnih uzoraka različitog stanja toplinske obrade od čelika X38CrMoV5-3 tijekom ispitivanja abrazijskog trošenja
- Prilog P.12:** Gubitak mase ispitnih uzoraka različitog stanja toplinske obrade od čelika X38CrMoV5-3 tijekom ispitivanja erozijskog trošenja
- Prilog P.13:** Faktori trenja i trošenja uzoraka različitog stanja toplinske obrade od čelika X38CrMoV5-3 pri ispitivanju metodom „kuglica na ploči“
- Prilog P.14:** Dijagrami faktora trenja ispitnih uzoraka A0, A1, A2 i A3 čelika X38CrMoV5-3 dobiveni ispitivanjem „load scanning test“-om pri 20°C i 500°C

**Prilog P.15:** Broj pukotina, dubine najdubljih pukotina, dubine najplićih pukotina, zbrojevi dubina svih pukotina, kumulativne dubine pukotina, prosječne dubine pukotina, gustoće i duljine pukotina na ispitivanim uzorcima A0, A1, A2 i A3 od čelika X38CrMoV5-3 nakon 4500 ciklusa toplinskog umaranja režimom 620°C-240°C

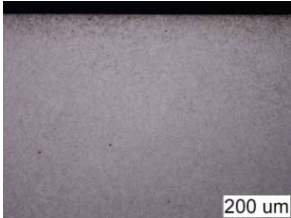
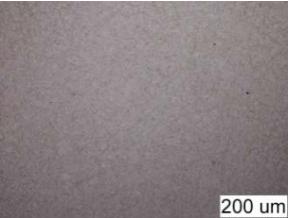
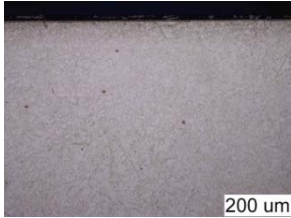
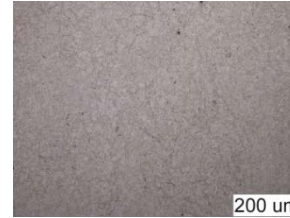
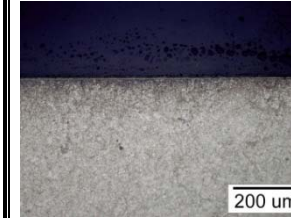

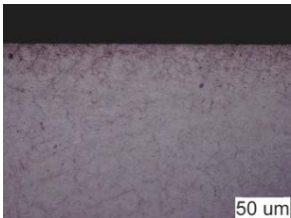
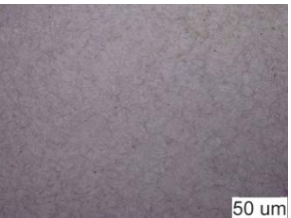
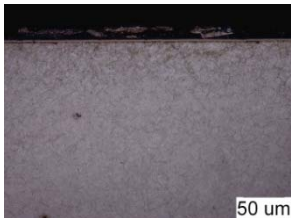



**Prilog P.1- Rezultati mjerenja tvrdoće HRC na ispitivanih uzorcima od čelika X38CrMoV5-3 nakon pojedine faze osnovne toplinske obrade**

Oznaka stanja	Oznaka uzorka	Redni broj mjerenja	Tvrdoća HRC		
			Kaljenje (1060°C / 20 min / N <sub>2</sub> )	1. popuštanje (620°C / 2 h)	2. popuštanje (570°C / 2 h)
A0	A01	1.	57	45	43
		2.	59	45	43
		3.	58	45	45
		4.	56	46	47
		5.	57	45	45
	A02	1.	55	45	45
		2.	57	46	46
		3.	57	45	47
		4.	59	45	45
		5.	57	45	45
A1	A11	1.	57	45	45
		2.	57	45	46
		3.	55	46	46
		4.	57	45	45
		5.	59	44	45
	A12	1.	57	44	45
		2.	55	45	44
		3.	59	45	44
		4.	56	45	45
		5.	58	46	46
A2	A21	1.	55	45	45
		2.	55	45	43
		3.	58	46	47
		4.	58	46	47
		5.	57	44	43
	A22	1.	58	45	45
		2.	58	46	46
		3.	57	45	47
		4.	55	44	44
		5.	55	45	43
A3	A31	1.	57	45	45
		2.	57	45	45
		3.	56	45	44
		4.	58	45	43
		5.	57	46	47
	A32	1.	57	45	46
		2.	57	44	45
		3.	57	45	47
		4.	58	45	45
		5.	56	45	45

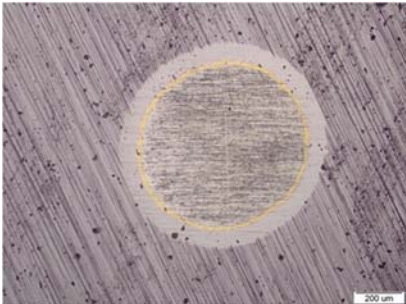
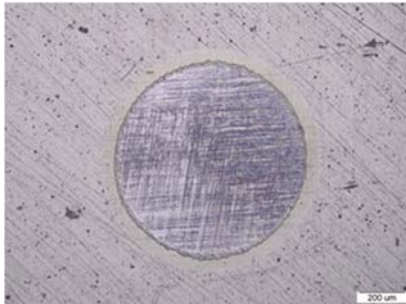
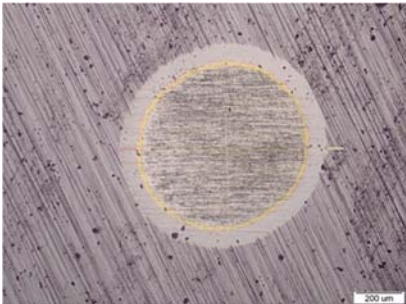
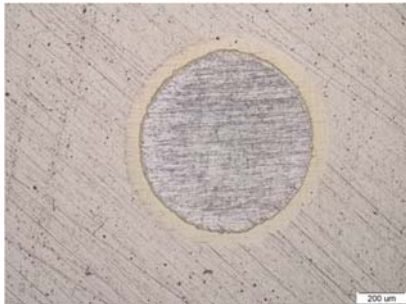
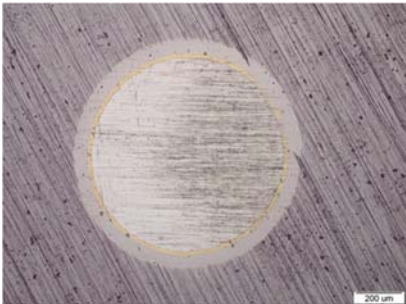
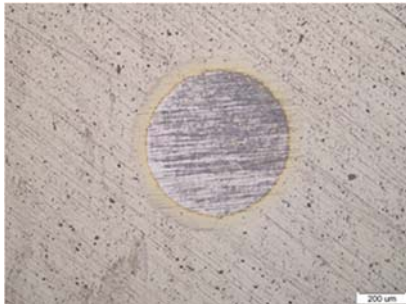
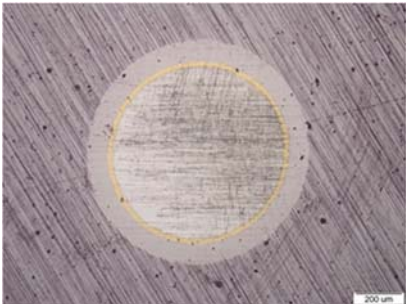
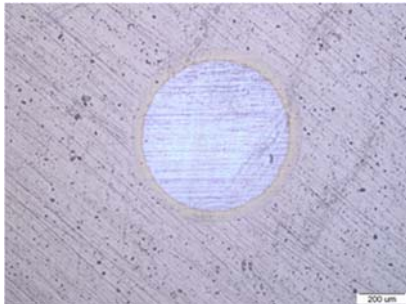
**Prilog P.2 - Rezultati mjerenja površinske tvrdoće HV 0,05 ispitivanih uzoraka od čelika X38CrMoV5-3 nakon osnovne toplinske obrade i plazmatskog nitriranja**

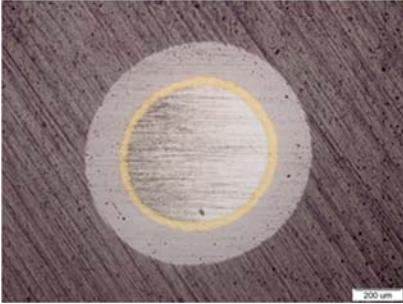
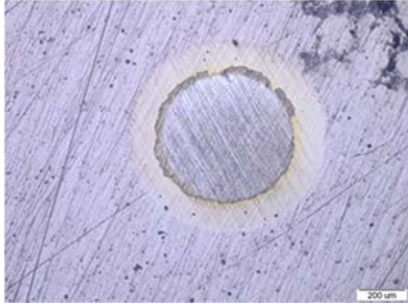
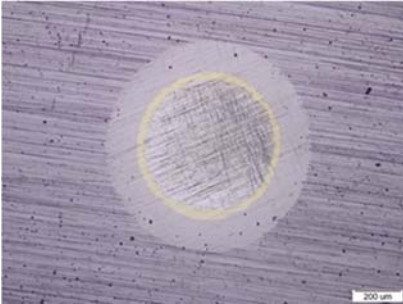

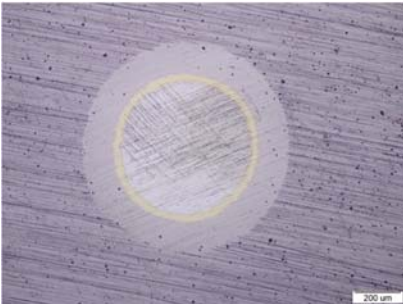
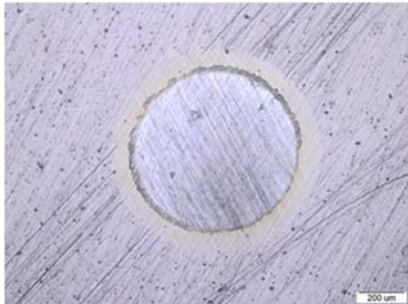
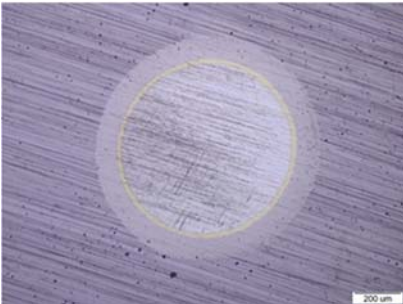

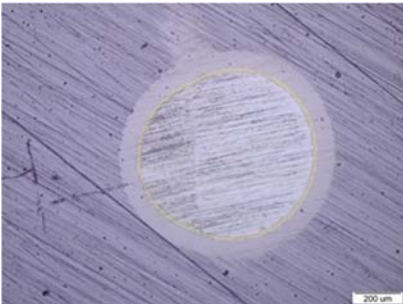
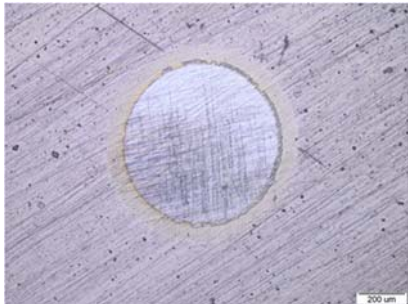
Oznaka stanja	Redni broj mjerenja	Tvrdoća HV 0,05
A0	1.	560
	2.	556
	3.	557
	4.	552
	5.	556
	6.	555
	7.	562
	8.	550
	9.	556
	10.	554
A1	1.	784
	2.	786
	3.	790
	4.	778
	5.	784
	6.	781
	7.	772
	8.	774
	9.	796
	10.	793
A2	1.	775
	2.	791
	3.	795
	4.	783
	5.	788
	6.	787
	7.	772
	8.	796
	9.	777
	10.	780
A3	1.	783
	2.	785
	3.	790
	4.	772
	5.	784
	6.	776
	7.	778
	8.	781
	9.	791
	10.	790

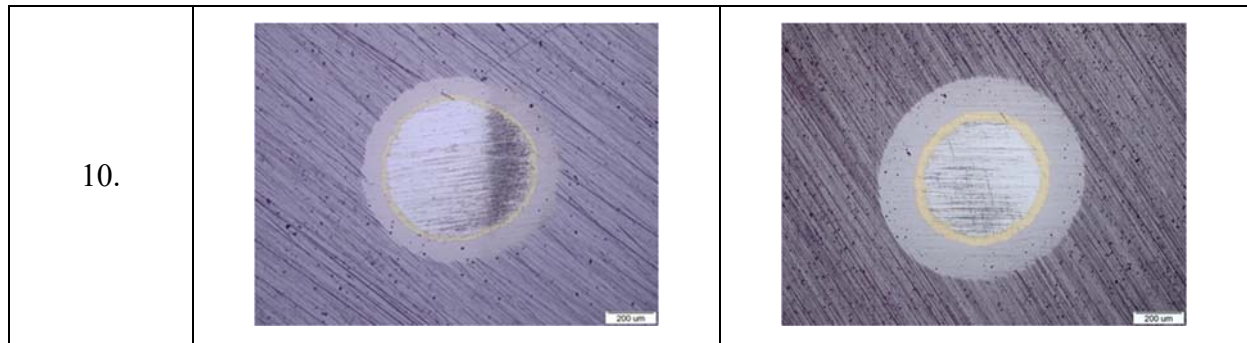
**Prilog P.3 - Mikrostrukture jezgre i površinskog sloja uzoraka A0, A1, A2, A3 od čelika X38CrMoV5-3 različitog stanja toplinske obrade**

		Olympus GX51F		Laboratorij za materijalografiju		UNIZG FSB	
		A1		A2		A3	
		Površina	Jezgra	Površina	Jezgra	Površina	Jezgra
X38CrMoV5-3	200x						
	500x						

**Prilog P.4 - Tragovi trošenja ispitivanja debljine prevlake metodom utiskivanja kuglice na površini uzoraka A2 sa TiCN i A3 sa TiBN prevlakom od čelika X38CrMoV5-3**

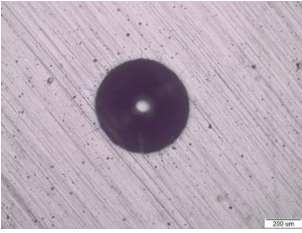
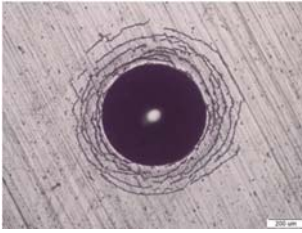
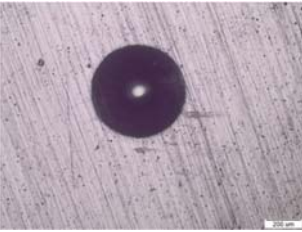
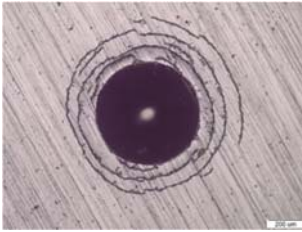
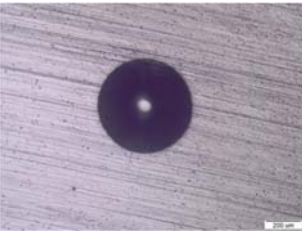
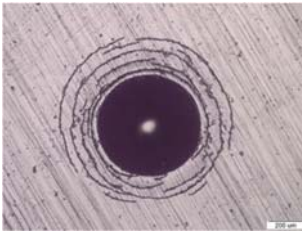
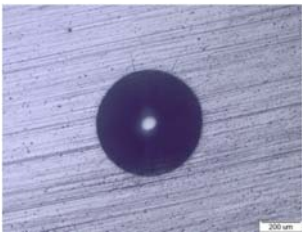
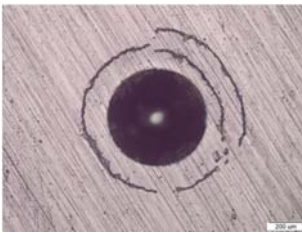
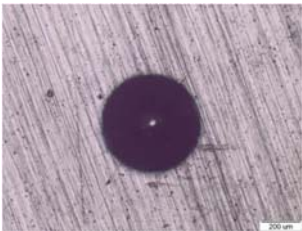
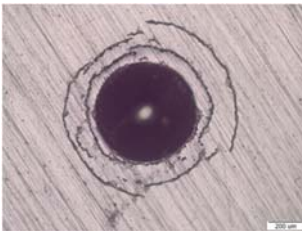
Laboratorij za toplinsku obradu UNIZG FSB		Kalotester Brzina vrtnje – 500 okr/min Vrijeme trajanja postupka - 45 s Promjer kuglice – 25 mm	
Redni broj mjerjenja	A2	A3	
1.			
2.			
3.			
4.			

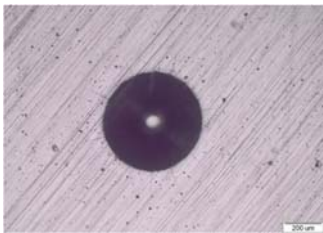
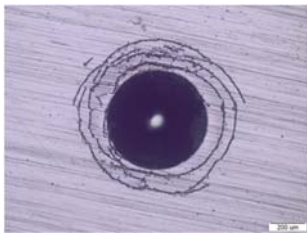
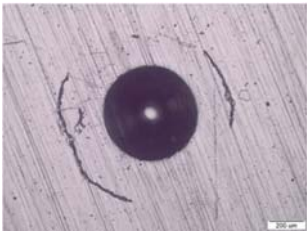
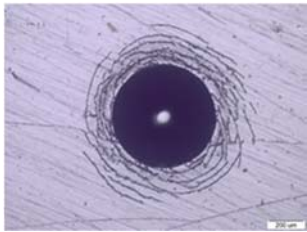
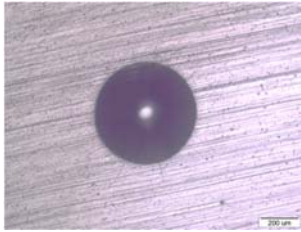
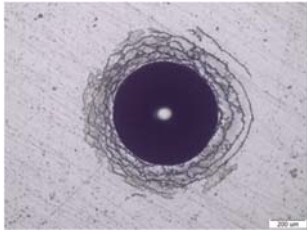
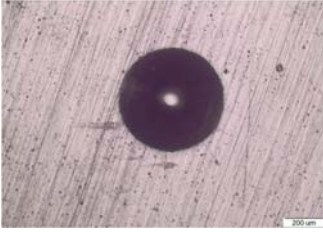


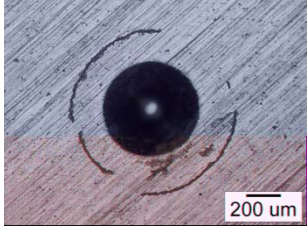
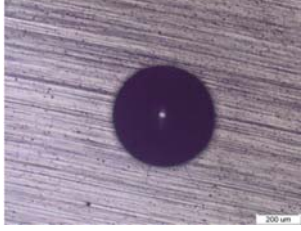
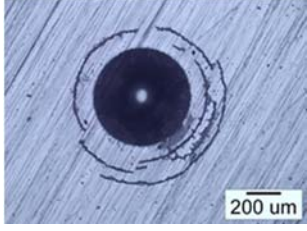

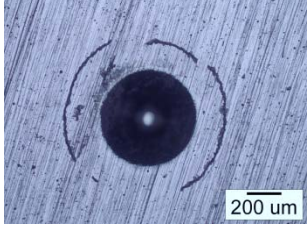
5.		
6.		
7.		
8.		
9.		

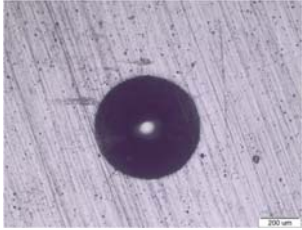
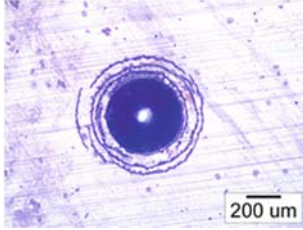
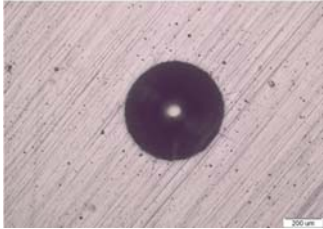
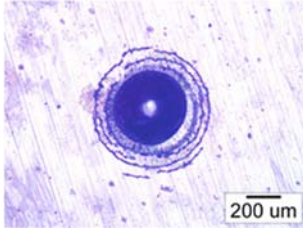
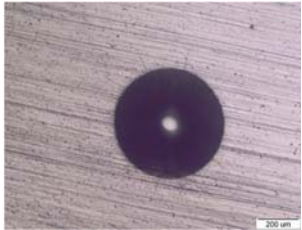
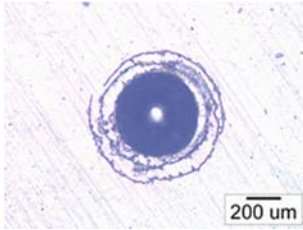




**Prilog P.5 - Tragovi otisaka HRC ispitivanja prionjivosti na površini uzoraka A2 sa TiCN i A3 sa TiBN prevlakom od čelika X38CrMoV5-3**

Insize ISH-MR150-P HRC		Laboratorij za toplinsku obradu UNIZG FSB	
Redni broj mjerjenja	A2	A3	
1.			
2.			
3.			
4.			
5.			

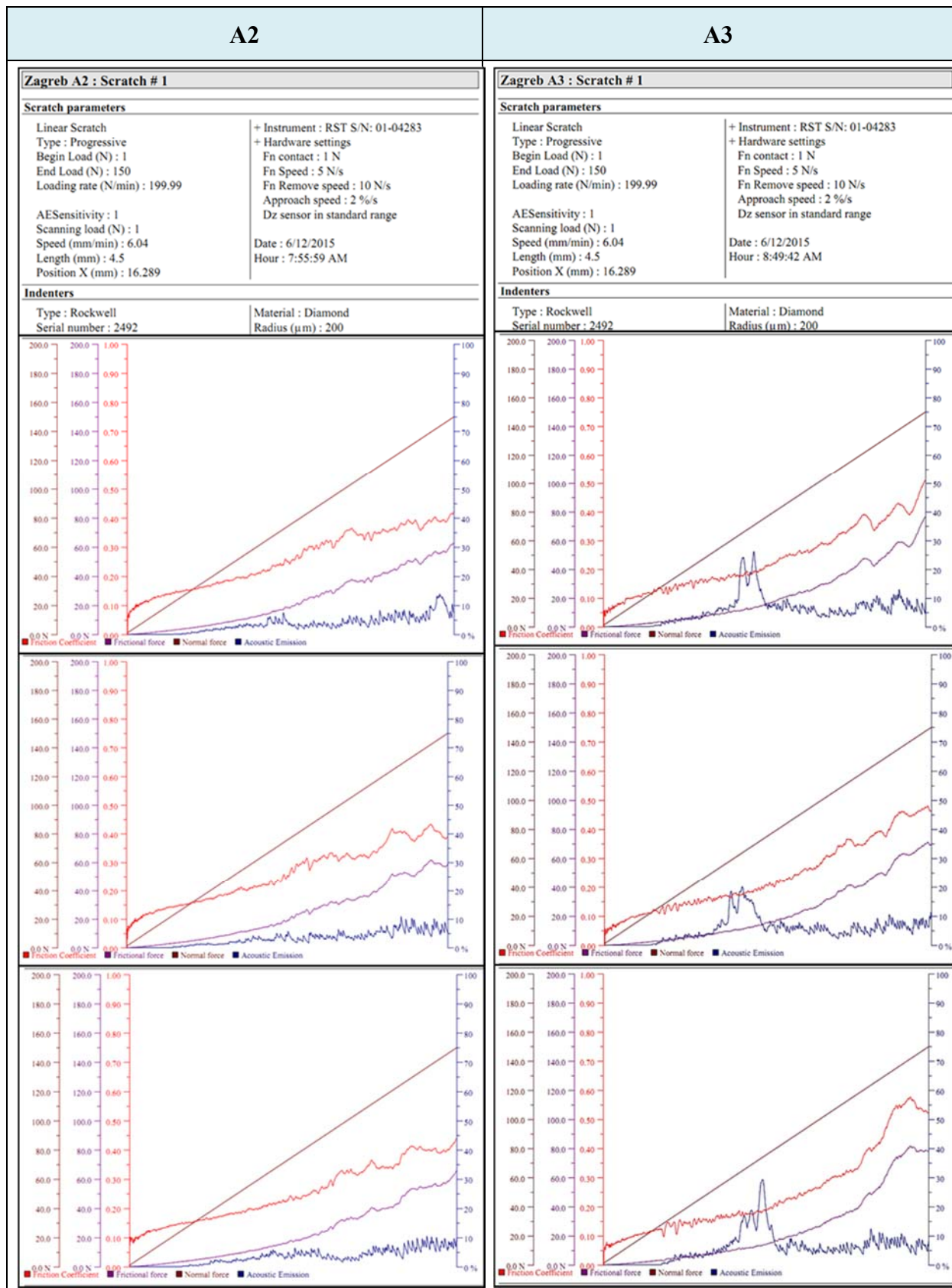
6.		
7.		
8.		
9.		
10.		
11.		
12.		

13.		
14.		
15.		

**Prilog P.6 - Kritične sile dobivene ispitivanjem brazdanjem na uzorcima A2 sa TiCN i A3 sa TiBN prevlakom od čelika X38CrMoV5-3**

CSM Revetest Scratch Tester	Institut Jožef Stefan	Sila: 1-150 N	Prirast opterećenja: 199,99 N/min	Brzina brazdanja: 6,04 mm/min	Duljina traga: 4,5 mm	Indentor: Rockwell C
Oznaka stanja	Oznaka uzorka	Redni broj mjerjenja	$L_{c1}$	$L_{c2}$	$L_{c3}$	$L(AE)$
A2	A21	1.	42	66	117	64
		2.	42	69	119	67
		3.	40	68	119	68
	A22	1.	43	61	120	72
		2.	40	65	121	70
		3.	44	62	119	67
A3	A31	1.	40	54	80	55
		2.	40	54	86	57
		3.	41	55	83	55
	A31	1.	41	55	82	51
		2.	39	55	76	52
		3.	40	56	81	55

**Prilog P.7 - Dijagrami faktora trenja, sile trenja, normalne sile i akustične emisije dobivenih ispitivanjem brazdanjem na uzorcima A2 sa TiCN i A3 sa TiBN prevlakom od čelika X38CrMoV5-3**

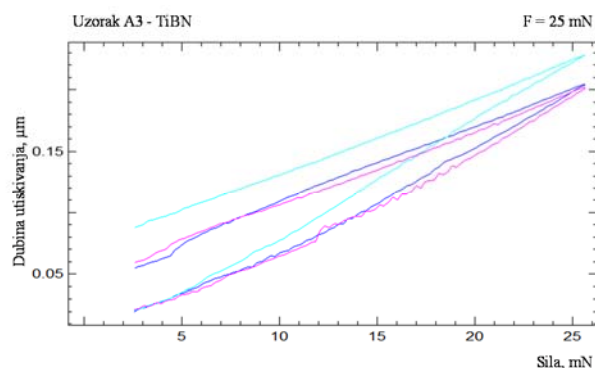
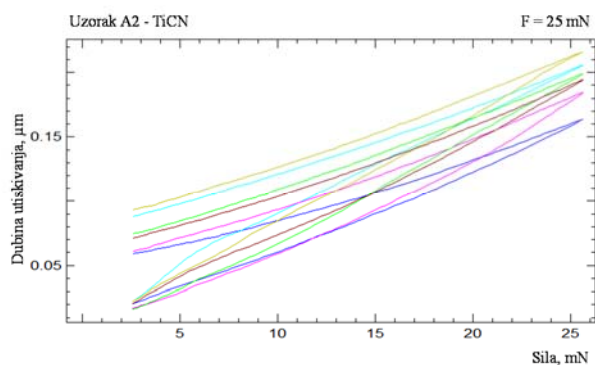


**Prilog P.8- Raspored mikrotvrdoće po poprečnom presjeku ispitnih uzoraka A1, A2, A3 od čelika X38CrMoV5-3**

Laboratorij za toplinsku obradu, UNIZG FSB	Instron Wilson-Wolpert Tukon 2100B	HV0,05
A1		
A2		
A3		

**Prilog P.9 - Tvrdoće i maksimalne dubine utiskivanja za TiCN i TiBN prevlake pri opterećenjima 25mN i 50mN**

Institut Jožef Stefan		Helmut Fischer Fischerscope H100C		Raspon opterećenja: 0.4 mN–1 N	
Oznaka stanja	Oznaka uzorka	Opterećenje $F$ , mN	Redni broj mjerenja	$HV_{pl}$ , N/mm <sup>2</sup>	$h_{max}$ , $\mu$ m
A2	A21	25	1.	3247	0,21
			2.	3115	0,20
			3.	2754	0,19
			4.	3189	0,21
			5.	3601	0,19
		50	1.	3815	0,29
			2.	3667	0,29
			3.	3907	0,27
			4.	3482	0,28
			5.	3833	0,28
	A22	25	1.	3227	0,21
			2.	3135	0,20
			3.	2854	0,20
			4.	3089	0,21
			5.	3601	0,20
50		1.	3805	0,29	
		2.	3677	0,27	
		3.	3900,55	0,27	
		4.	3486,51	0,28	
		5.	3836,86	0,28	
A3	A31	25	1.	4130	0,20
			2.	3924	0,23
			3.	4010	0,20
			4.	3749	0,21
			5.	4322	0,21
		50	1.	4198	0,25
			2.	4302	0,28
			3.	4202	0,29
			4.	3970	0,28
			5.	4579	0,27
	A32	25	1.	4100	0,20
			2.	3944	0,23
			3.	4020	0,23
			4.	3789	0,20
			5.	4282	0,21
		50	1.	4298	0,26
			2.	4352	0,28
			3.	4150	0,29
4.	3972	0,28			
5.	4479	0,27			

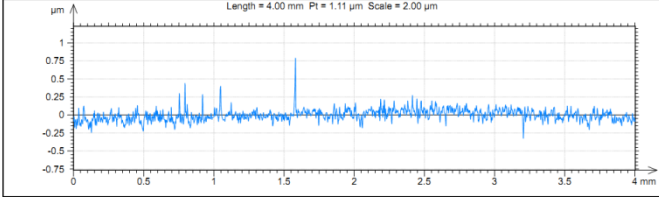
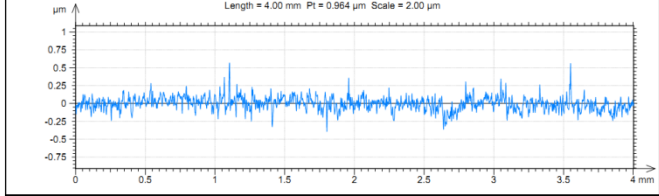
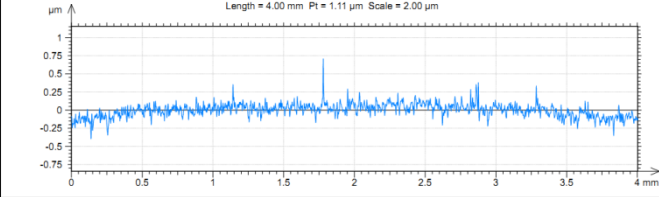


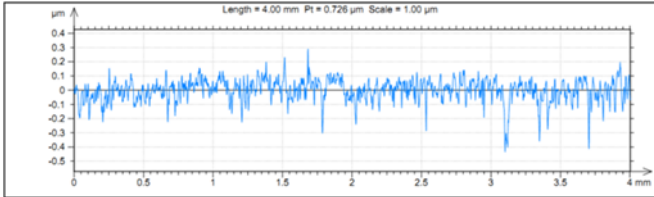
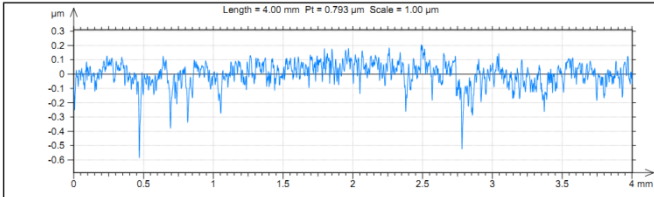
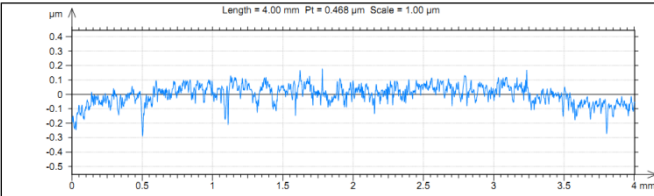
Institut Jožef Stefan		Helmut Fischer Fischerscope H100C		Raspon opterećenja: 0.4 mN–1 N			
Oznaka stanja	Oznaka uzorka	Opterećenje $F$ , mN	Redni broj mjerenja	$HM$ , N/mm <sup>2</sup>	$HU_{pl}$ , N/mm <sup>2</sup>	$EIT/(1-\nu_s^2)$ Gpa	$n_{IT}$ , %
A2	A21	25	1.	13875	33426	320	74,5
			2.	14638	38569	324	68,2
			3.	15264	43392	327	73,7
			4.	14832	39452	322	70,6
			5.	15077	42544	325	72,8
		50	1.	15812	46960	334	71,8
			2.	15168	42006	329	71,7
			3.	17032	46103	388	68,8
			4.	16926	44654	385	69,0
			5.	16345	46544	368	70,2
	A22	25	1.	14076	33462	324	75,3
			2.	14585	38522	321	67,2
			3.	15365	43582	322	70,5
			4.	15079	39673	327	72,2
			5.	14972	42712	320	69,3
50		1.	15812	46867	338	70,0	
		2.	15168	42100	330	72,8	
		3.	17032	46020	392	68,7	
		4.	16926	44736	383	70,6	
		5.	16345	46479	363	71,2	
A3	A31	25	1.	14032	36460	307	69,1
			2.	11634	28618	254	66,1
			3.	14432	40123	302	70,0
			4.	13625	32255	295	68,1

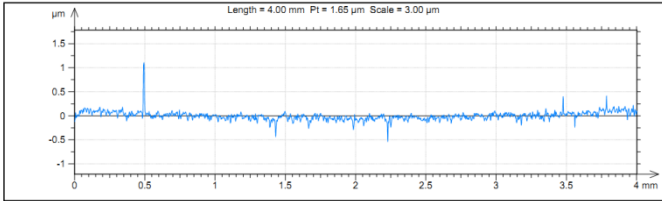
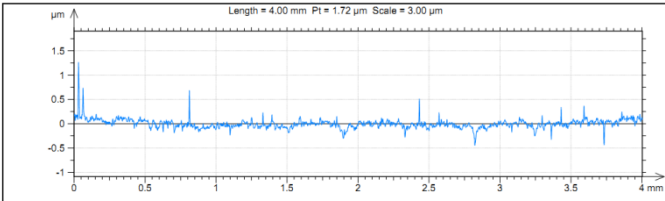
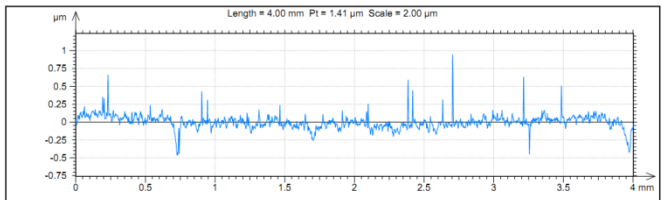


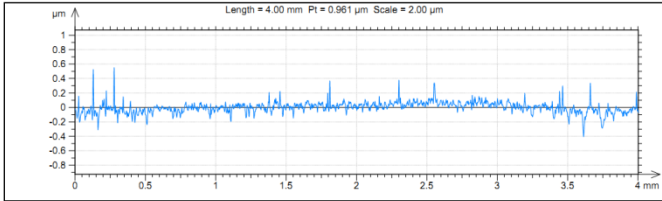
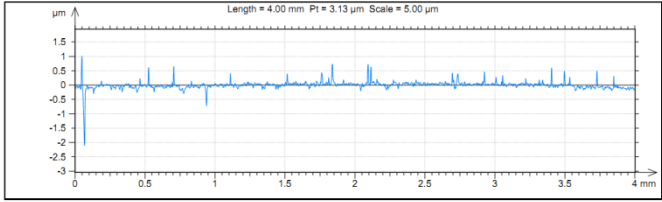
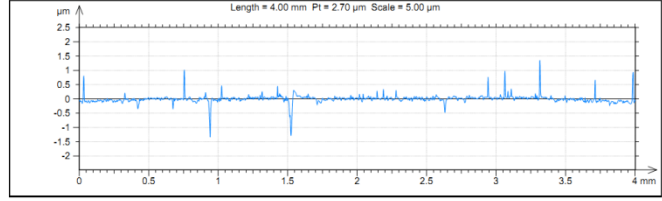
		50	5.	12265	38548	284	68,4
			1.	20205	61830	457	76,2
			2.	16047	47681	341	70,0
			3.	15056	43135	319	68,1
			4.	19546	54656	432	70,7
			5.	18460	60789	356	73,6
	A32	25	1.	14125	32331	285	73,0
			2.	12180	28456	253	71,5
			3.	13460	38316	296	68,1
			4.	14571	36266	297	69,2
			5.	11697	40058	311	68,8
		50	1.	20088	61790	431	68,7
			2.	16017	60945	343	72,8
			3.	15282	54608	360	70,0
			4.	19742	43367	453	70,6
5.			18610	47454	315	73,6	

**Prilog P.10 - Profili hrapavosti ispitnih uzoraka od čelika X38CrMoV5-3 nakon toplinske obrade (A0), nakon plazmatskog nitriranja (A1), nakon prevlačenja TiCN prevlakom (A2) i TiBN prevlakom (A3)**

Oznaka stanja	Redni broj mjerenja	Institut Jožef Stefan: Taylor-Hobson Form Talysurf Series 2																																																	
A0	1.	 <p>Length = 4.00 mm Pt = 1.11 μm Scale = 2.00 μm</p> <table border="1" data-bbox="580 730 863 887"> <thead> <tr> <th colspan="3">ISO 4287</th> </tr> <tr> <th colspan="3">Amplitude parameters - Roughness profile</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Rp</td> <td>0.398 μm</td> <td>Gaussian filter, 0.8 mm</td> </tr> <tr> <td>Rv</td> <td>0.224 μm</td> <td>Gaussian filter, 0.8 mm</td> </tr> <tr> <td>Rz</td> <td>0.622 μm</td> <td>Gaussian filter, 0.8 mm</td> </tr> <tr> <td>Ra</td> <td>0.0473 μm</td> <td>Gaussian filter, 0.8 mm</td> </tr> <tr> <td>Rq</td> <td>0.0689 μm</td> <td>Gaussian filter, 0.8 mm</td> </tr> <tr> <td>Rsk</td> <td>1.32</td> <td>Gaussian filter, 0.8 mm</td> </tr> <tr> <td>Rku</td> <td>15.1</td> <td>Gaussian filter, 0.8 mm</td> </tr> </tbody> </table> <table border="1" data-bbox="908 730 1225 958"> <thead> <tr> <th colspan="2">Identity card</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Name:</td> <td>A0 (1)</td> </tr> <tr> <td>Axis: X</td> <td>Length: 5.00 mm</td> </tr> <tr> <td></td> <td>Size: 17999 points</td> </tr> <tr> <td></td> <td>Spacing: 0.278 μm</td> </tr> <tr> <td></td> <td>Offset: 0.000555 mm</td> </tr> <tr> <td>Axis: Z</td> <td>Length: 4.38 μm</td> </tr> <tr> <td></td> <td>Z min: -4.25 μm</td> </tr> <tr> <td></td> <td>Z max: 0.137 μm</td> </tr> <tr> <td></td> <td>Size: 9978929 digits</td> </tr> <tr> <td></td> <td>Spacing: 0.000439 nm</td> </tr> </tbody> </table>	ISO 4287			Amplitude parameters - Roughness profile			Rp	0.398 μm	Gaussian filter, 0.8 mm	Rv	0.224 μm	Gaussian filter, 0.8 mm	Rz	0.622 μm	Gaussian filter, 0.8 mm	Ra	0.0473 μm	Gaussian filter, 0.8 mm	Rq	0.0689 μm	Gaussian filter, 0.8 mm	Rsk	1.32	Gaussian filter, 0.8 mm	Rku	15.1	Gaussian filter, 0.8 mm	Identity card		Name:	A0 (1)	Axis: X	Length: 5.00 mm		Size: 17999 points		Spacing: 0.278 μm		Offset: 0.000555 mm	Axis: Z	Length: 4.38 μm		Z min: -4.25 μm		Z max: 0.137 μm		Size: 9978929 digits		Spacing: 0.000439 nm
	ISO 4287																																																		
	Amplitude parameters - Roughness profile																																																		
Rp	0.398 μm	Gaussian filter, 0.8 mm																																																	
Rv	0.224 μm	Gaussian filter, 0.8 mm																																																	
Rz	0.622 μm	Gaussian filter, 0.8 mm																																																	
Ra	0.0473 μm	Gaussian filter, 0.8 mm																																																	
Rq	0.0689 μm	Gaussian filter, 0.8 mm																																																	
Rsk	1.32	Gaussian filter, 0.8 mm																																																	
Rku	15.1	Gaussian filter, 0.8 mm																																																	
Identity card																																																			
Name:	A0 (1)																																																		
Axis: X	Length: 5.00 mm																																																		
	Size: 17999 points																																																		
	Spacing: 0.278 μm																																																		
	Offset: 0.000555 mm																																																		
Axis: Z	Length: 4.38 μm																																																		
	Z min: -4.25 μm																																																		
	Z max: 0.137 μm																																																		
	Size: 9978929 digits																																																		
	Spacing: 0.000439 nm																																																		
2.	 <p>Length = 4.00 mm Pt = 0.964 μm Scale = 2.00 μm</p> <table border="1" data-bbox="580 1216 863 1373"> <thead> <tr> <th colspan="3">ISO 4287</th> </tr> <tr> <th colspan="3">Amplitude parameters - Roughness profile</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Rp</td> <td>0.451 μm</td> <td>Gaussian filter, 0.8 mm</td> </tr> <tr> <td>Rv</td> <td>0.299 μm</td> <td>Gaussian filter, 0.8 mm</td> </tr> <tr> <td>Rz</td> <td>0.749 μm</td> <td>Gaussian filter, 0.8 mm</td> </tr> <tr> <td>Ra</td> <td>0.0659 μm</td> <td>Gaussian filter, 0.8 mm</td> </tr> <tr> <td>Rq</td> <td>0.0885 μm</td> <td>Gaussian filter, 0.8 mm</td> </tr> <tr> <td>Rsk</td> <td>0.313</td> <td>Gaussian filter, 0.8 mm</td> </tr> <tr> <td>Rku</td> <td>6.23</td> <td>Gaussian filter, 0.8 mm</td> </tr> </tbody> </table> <table border="1" data-bbox="908 1216 1225 1444"> <thead> <tr> <th colspan="2">Identity card</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Name:</td> <td>A0 (2)</td> </tr> <tr> <td>Axis: X</td> <td>Length: 5.00 mm</td> </tr> <tr> <td></td> <td>Size: 17999 points</td> </tr> <tr> <td></td> <td>Spacing: 0.278 μm</td> </tr> <tr> <td></td> <td>Offset: 0.000555 mm</td> </tr> <tr> <td>Axis: Z</td> <td>Length: 3.50 μm</td> </tr> <tr> <td></td> <td>Z min: -3.26 μm</td> </tr> <tr> <td></td> <td>Z max: 0.241 μm</td> </tr> <tr> <td></td> <td>Size: 9972807 digits</td> </tr> <tr> <td></td> <td>Spacing: 0.000351 nm</td> </tr> </tbody> </table>	ISO 4287			Amplitude parameters - Roughness profile			Rp	0.451 μm	Gaussian filter, 0.8 mm	Rv	0.299 μm	Gaussian filter, 0.8 mm	Rz	0.749 μm	Gaussian filter, 0.8 mm	Ra	0.0659 μm	Gaussian filter, 0.8 mm	Rq	0.0885 μm	Gaussian filter, 0.8 mm	Rsk	0.313	Gaussian filter, 0.8 mm	Rku	6.23	Gaussian filter, 0.8 mm	Identity card		Name:	A0 (2)	Axis: X	Length: 5.00 mm		Size: 17999 points		Spacing: 0.278 μm		Offset: 0.000555 mm	Axis: Z	Length: 3.50 μm		Z min: -3.26 μm		Z max: 0.241 μm		Size: 9972807 digits		Spacing: 0.000351 nm	
ISO 4287																																																			
Amplitude parameters - Roughness profile																																																			
Rp	0.451 μm	Gaussian filter, 0.8 mm																																																	
Rv	0.299 μm	Gaussian filter, 0.8 mm																																																	
Rz	0.749 μm	Gaussian filter, 0.8 mm																																																	
Ra	0.0659 μm	Gaussian filter, 0.8 mm																																																	
Rq	0.0885 μm	Gaussian filter, 0.8 mm																																																	
Rsk	0.313	Gaussian filter, 0.8 mm																																																	
Rku	6.23	Gaussian filter, 0.8 mm																																																	
Identity card																																																			
Name:	A0 (2)																																																		
Axis: X	Length: 5.00 mm																																																		
	Size: 17999 points																																																		
	Spacing: 0.278 μm																																																		
	Offset: 0.000555 mm																																																		
Axis: Z	Length: 3.50 μm																																																		
	Z min: -3.26 μm																																																		
	Z max: 0.241 μm																																																		
	Size: 9972807 digits																																																		
	Spacing: 0.000351 nm																																																		
3.	 <p>Length = 4.00 mm Pt = 1.11 μm Scale = 2.00 μm</p> <table border="1" data-bbox="580 1697 863 1854"> <thead> <tr> <th colspan="3">ISO 4287</th> </tr> <tr> <th colspan="3">Amplitude parameters - Roughness profile</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Rp</td> <td>0.380 μm</td> <td>Gaussian filter, 0.8 mm</td> </tr> <tr> <td>Rv</td> <td>0.229 μm</td> <td>Gaussian filter, 0.8 mm</td> </tr> <tr> <td>Rz</td> <td>0.609 μm</td> <td>Gaussian filter, 0.8 mm</td> </tr> <tr> <td>Ra</td> <td>0.049 μm</td> <td>Gaussian filter, 0.8 mm</td> </tr> <tr> <td>Rq</td> <td>0.0669 μm</td> <td>Gaussian filter, 0.8 mm</td> </tr> <tr> <td>Rsk</td> <td>0.786</td> <td>Gaussian filter, 0.8 mm</td> </tr> <tr> <td>Rku</td> <td>8.89</td> <td>Gaussian filter, 0.8 mm</td> </tr> </tbody> </table> <table border="1" data-bbox="908 1697 1225 1926"> <thead> <tr> <th colspan="2">Identity card</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Name:</td> <td>A0 (3)</td> </tr> <tr> <td>Axis: X</td> <td>Length: 5.00 mm</td> </tr> <tr> <td></td> <td>Size: 17999 points</td> </tr> <tr> <td></td> <td>Spacing: 0.278 μm</td> </tr> <tr> <td></td> <td>Offset: 0.000555 mm</td> </tr> <tr> <td>Axis: Z</td> <td>Length: 3.72 μm</td> </tr> <tr> <td></td> <td>Z min: -3.51 μm</td> </tr> <tr> <td></td> <td>Z max: 0.210 μm</td> </tr> <tr> <td></td> <td>Size: 9915259 digits</td> </tr> <tr> <td></td> <td>Spacing: 0.000375 nm</td> </tr> </tbody> </table>	ISO 4287			Amplitude parameters - Roughness profile			Rp	0.380 μm	Gaussian filter, 0.8 mm	Rv	0.229 μm	Gaussian filter, 0.8 mm	Rz	0.609 μm	Gaussian filter, 0.8 mm	Ra	0.049 μm	Gaussian filter, 0.8 mm	Rq	0.0669 μm	Gaussian filter, 0.8 mm	Rsk	0.786	Gaussian filter, 0.8 mm	Rku	8.89	Gaussian filter, 0.8 mm	Identity card		Name:	A0 (3)	Axis: X	Length: 5.00 mm		Size: 17999 points		Spacing: 0.278 μm		Offset: 0.000555 mm	Axis: Z	Length: 3.72 μm		Z min: -3.51 μm		Z max: 0.210 μm		Size: 9915259 digits		Spacing: 0.000375 nm	
ISO 4287																																																			
Amplitude parameters - Roughness profile																																																			
Rp	0.380 μm	Gaussian filter, 0.8 mm																																																	
Rv	0.229 μm	Gaussian filter, 0.8 mm																																																	
Rz	0.609 μm	Gaussian filter, 0.8 mm																																																	
Ra	0.049 μm	Gaussian filter, 0.8 mm																																																	
Rq	0.0669 μm	Gaussian filter, 0.8 mm																																																	
Rsk	0.786	Gaussian filter, 0.8 mm																																																	
Rku	8.89	Gaussian filter, 0.8 mm																																																	
Identity card																																																			
Name:	A0 (3)																																																		
Axis: X	Length: 5.00 mm																																																		
	Size: 17999 points																																																		
	Spacing: 0.278 μm																																																		
	Offset: 0.000555 mm																																																		
Axis: Z	Length: 3.72 μm																																																		
	Z min: -3.51 μm																																																		
	Z max: 0.210 μm																																																		
	Size: 9915259 digits																																																		
	Spacing: 0.000375 nm																																																		

A1	1.	 <table border="1" data-bbox="580 423 860 577"> <thead> <tr> <th colspan="3">ISO 4287</th> </tr> <tr> <th colspan="3">Amplitude parameters - Roughness profile</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Rp</td> <td>0.166 µm</td> <td>Gaussian filter, 0.8 mm</td> </tr> <tr> <td>Rv</td> <td>0.314 µm</td> <td>Gaussian filter, 0.8 mm</td> </tr> <tr> <td>Rz</td> <td>0.480 µm</td> <td>Gaussian filter, 0.8 mm</td> </tr> <tr> <td>Ra</td> <td>0.0532 µm</td> <td>Gaussian filter, 0.8 mm</td> </tr> <tr> <td>Rq</td> <td>0.0708 µm</td> <td>Gaussian filter, 0.8 mm</td> </tr> <tr> <td>Rsk</td> <td>-0.942</td> <td>Gaussian filter, 0.8 mm</td> </tr> <tr> <td>Rku</td> <td>5.12</td> <td>Gaussian filter, 0.8 mm</td> </tr> </tbody> </table> <table border="1" data-bbox="906 423 1220 651"> <thead> <tr> <th colspan="2">Identity card</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Name:</td> <td>A1 (1)</td> </tr> <tr> <td>Axis: X</td> <td></td> </tr> <tr> <td>Length:</td> <td>5.00 mm</td> </tr> <tr> <td>Size:</td> <td>17999 points</td> </tr> <tr> <td>Spacing:</td> <td>0.278 µm</td> </tr> <tr> <td>Offset:</td> <td>0.000555 mm</td> </tr> <tr> <td>Axis: Z</td> <td></td> </tr> <tr> <td>Length:</td> <td>3.53 µm</td> </tr> <tr> <td>Z min:</td> <td>-3.32 µm</td> </tr> <tr> <td>Z max:</td> <td>0.201 µm</td> </tr> <tr> <td>Size:</td> <td>9987857 digits</td> </tr> <tr> <td>Spacing:</td> <td>0.000353 nm</td> </tr> </tbody> </table>	ISO 4287			Amplitude parameters - Roughness profile			Rp	0.166 µm	Gaussian filter, 0.8 mm	Rv	0.314 µm	Gaussian filter, 0.8 mm	Rz	0.480 µm	Gaussian filter, 0.8 mm	Ra	0.0532 µm	Gaussian filter, 0.8 mm	Rq	0.0708 µm	Gaussian filter, 0.8 mm	Rsk	-0.942	Gaussian filter, 0.8 mm	Rku	5.12	Gaussian filter, 0.8 mm	Identity card		Name:	A1 (1)	Axis: X		Length:	5.00 mm	Size:	17999 points	Spacing:	0.278 µm	Offset:	0.000555 mm	Axis: Z		Length:	3.53 µm	Z min:	-3.32 µm	Z max:	0.201 µm	Size:	9987857 digits	Spacing:	0.000353 nm
	ISO 4287																																																						
	Amplitude parameters - Roughness profile																																																						
Rp	0.166 µm	Gaussian filter, 0.8 mm																																																					
Rv	0.314 µm	Gaussian filter, 0.8 mm																																																					
Rz	0.480 µm	Gaussian filter, 0.8 mm																																																					
Ra	0.0532 µm	Gaussian filter, 0.8 mm																																																					
Rq	0.0708 µm	Gaussian filter, 0.8 mm																																																					
Rsk	-0.942	Gaussian filter, 0.8 mm																																																					
Rku	5.12	Gaussian filter, 0.8 mm																																																					
Identity card																																																							
Name:	A1 (1)																																																						
Axis: X																																																							
Length:	5.00 mm																																																						
Size:	17999 points																																																						
Spacing:	0.278 µm																																																						
Offset:	0.000555 mm																																																						
Axis: Z																																																							
Length:	3.53 µm																																																						
Z min:	-3.32 µm																																																						
Z max:	0.201 µm																																																						
Size:	9987857 digits																																																						
Spacing:	0.000353 nm																																																						
2.	 <table border="1" data-bbox="580 904 860 1059"> <thead> <tr> <th colspan="3">ISO 4287</th> </tr> <tr> <th colspan="3">Amplitude parameters - Roughness profile</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Rp</td> <td>0.165 µm</td> <td>Gaussian filter, 0.8 mm</td> </tr> <tr> <td>Rv</td> <td>0.353 µm</td> <td>Gaussian filter, 0.8 mm</td> </tr> <tr> <td>Rz</td> <td>0.519 µm</td> <td>Gaussian filter, 0.8 mm</td> </tr> <tr> <td>Ra</td> <td>0.0576 µm</td> <td>Gaussian filter, 0.8 mm</td> </tr> <tr> <td>Rq</td> <td>0.0768 µm</td> <td>Gaussian filter, 0.8 mm</td> </tr> <tr> <td>Rsk</td> <td>-0.951</td> <td>Gaussian filter, 0.8 mm</td> </tr> <tr> <td>Rku</td> <td>5.55</td> <td>Gaussian filter, 0.8 mm</td> </tr> </tbody> </table> <table border="1" data-bbox="906 904 1220 1133"> <thead> <tr> <th colspan="2">Identity card</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Name:</td> <td>A1 (2)</td> </tr> <tr> <td>Axis: X</td> <td></td> </tr> <tr> <td>Length:</td> <td>5.00 mm</td> </tr> <tr> <td>Size:</td> <td>17999 points</td> </tr> <tr> <td>Spacing:</td> <td>0.278 µm</td> </tr> <tr> <td>Offset:</td> <td>0.000555 mm</td> </tr> <tr> <td>Axis: Z</td> <td></td> </tr> <tr> <td>Length:</td> <td>3.47 µm</td> </tr> <tr> <td>Z min:</td> <td>-3.37 µm</td> </tr> <tr> <td>Z max:</td> <td>0.106 µm</td> </tr> <tr> <td>Size:</td> <td>9984890 digits</td> </tr> <tr> <td>Spacing:</td> <td>0.000348 nm</td> </tr> </tbody> </table>	ISO 4287			Amplitude parameters - Roughness profile			Rp	0.165 µm	Gaussian filter, 0.8 mm	Rv	0.353 µm	Gaussian filter, 0.8 mm	Rz	0.519 µm	Gaussian filter, 0.8 mm	Ra	0.0576 µm	Gaussian filter, 0.8 mm	Rq	0.0768 µm	Gaussian filter, 0.8 mm	Rsk	-0.951	Gaussian filter, 0.8 mm	Rku	5.55	Gaussian filter, 0.8 mm	Identity card		Name:	A1 (2)	Axis: X		Length:	5.00 mm	Size:	17999 points	Spacing:	0.278 µm	Offset:	0.000555 mm	Axis: Z		Length:	3.47 µm	Z min:	-3.37 µm	Z max:	0.106 µm	Size:	9984890 digits	Spacing:	0.000348 nm	
ISO 4287																																																							
Amplitude parameters - Roughness profile																																																							
Rp	0.165 µm	Gaussian filter, 0.8 mm																																																					
Rv	0.353 µm	Gaussian filter, 0.8 mm																																																					
Rz	0.519 µm	Gaussian filter, 0.8 mm																																																					
Ra	0.0576 µm	Gaussian filter, 0.8 mm																																																					
Rq	0.0768 µm	Gaussian filter, 0.8 mm																																																					
Rsk	-0.951	Gaussian filter, 0.8 mm																																																					
Rku	5.55	Gaussian filter, 0.8 mm																																																					
Identity card																																																							
Name:	A1 (2)																																																						
Axis: X																																																							
Length:	5.00 mm																																																						
Size:	17999 points																																																						
Spacing:	0.278 µm																																																						
Offset:	0.000555 mm																																																						
Axis: Z																																																							
Length:	3.47 µm																																																						
Z min:	-3.37 µm																																																						
Z max:	0.106 µm																																																						
Size:	9984890 digits																																																						
Spacing:	0.000348 nm																																																						
3.	 <table border="1" data-bbox="580 1391 860 1545"> <thead> <tr> <th colspan="3">ISO 4287</th> </tr> <tr> <th colspan="3">Amplitude parameters - Roughness profile</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Rp</td> <td>0.128 µm</td> <td>Gaussian filter, 0.8 mm</td> </tr> <tr> <td>Rv</td> <td>0.179 µm</td> <td>Gaussian filter, 0.8 mm</td> </tr> <tr> <td>Rz</td> <td>0.307 µm</td> <td>Gaussian filter, 0.8 mm</td> </tr> <tr> <td>Ra</td> <td>0.037 µm</td> <td>Gaussian filter, 0.8 mm</td> </tr> <tr> <td>Rq</td> <td>0.0479 µm</td> <td>Gaussian filter, 0.8 mm</td> </tr> <tr> <td>Rsk</td> <td>-0.644</td> <td>Gaussian filter, 0.8 mm</td> </tr> <tr> <td>Rku</td> <td>4.02</td> <td>Gaussian filter, 0.8 mm</td> </tr> </tbody> </table> <table border="1" data-bbox="906 1391 1220 1619"> <thead> <tr> <th colspan="2">Identity card</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Name:</td> <td>A1 (3)</td> </tr> <tr> <td>Axis: X</td> <td></td> </tr> <tr> <td>Length:</td> <td>5.00 mm</td> </tr> <tr> <td>Size:</td> <td>17999 points</td> </tr> <tr> <td>Spacing:</td> <td>0.278 µm</td> </tr> <tr> <td>Offset:</td> <td>0.000555 mm</td> </tr> <tr> <td>Axis: Z</td> <td></td> </tr> <tr> <td>Length:</td> <td>3.92 µm</td> </tr> <tr> <td>Z min:</td> <td>-3.86 µm</td> </tr> <tr> <td>Z max:</td> <td>0.0581 µm</td> </tr> <tr> <td>Size:</td> <td>9987860 digits</td> </tr> <tr> <td>Spacing:</td> <td>0.000393 nm</td> </tr> </tbody> </table>	ISO 4287			Amplitude parameters - Roughness profile			Rp	0.128 µm	Gaussian filter, 0.8 mm	Rv	0.179 µm	Gaussian filter, 0.8 mm	Rz	0.307 µm	Gaussian filter, 0.8 mm	Ra	0.037 µm	Gaussian filter, 0.8 mm	Rq	0.0479 µm	Gaussian filter, 0.8 mm	Rsk	-0.644	Gaussian filter, 0.8 mm	Rku	4.02	Gaussian filter, 0.8 mm	Identity card		Name:	A1 (3)	Axis: X		Length:	5.00 mm	Size:	17999 points	Spacing:	0.278 µm	Offset:	0.000555 mm	Axis: Z		Length:	3.92 µm	Z min:	-3.86 µm	Z max:	0.0581 µm	Size:	9987860 digits	Spacing:	0.000393 nm	
ISO 4287																																																							
Amplitude parameters - Roughness profile																																																							
Rp	0.128 µm	Gaussian filter, 0.8 mm																																																					
Rv	0.179 µm	Gaussian filter, 0.8 mm																																																					
Rz	0.307 µm	Gaussian filter, 0.8 mm																																																					
Ra	0.037 µm	Gaussian filter, 0.8 mm																																																					
Rq	0.0479 µm	Gaussian filter, 0.8 mm																																																					
Rsk	-0.644	Gaussian filter, 0.8 mm																																																					
Rku	4.02	Gaussian filter, 0.8 mm																																																					
Identity card																																																							
Name:	A1 (3)																																																						
Axis: X																																																							
Length:	5.00 mm																																																						
Size:	17999 points																																																						
Spacing:	0.278 µm																																																						
Offset:	0.000555 mm																																																						
Axis: Z																																																							
Length:	3.92 µm																																																						
Z min:	-3.86 µm																																																						
Z max:	0.0581 µm																																																						
Size:	9987860 digits																																																						
Spacing:	0.000393 nm																																																						

A2	1.	 <table border="1" data-bbox="579 423 863 580"> <thead> <tr> <th colspan="3">ISO 4287</th> </tr> <tr> <th colspan="3">Amplitude parameters - Roughness profile</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Rp</td> <td>0.420 μm</td> <td>Gaussian filter, 0.8 mm</td> </tr> <tr> <td>Rv</td> <td>0.319 μm</td> <td>Gaussian filter, 0.8 mm</td> </tr> <tr> <td>Rz</td> <td>0.739 μm</td> <td>Gaussian filter, 0.8 mm</td> </tr> <tr> <td>Ra</td> <td>0.0421 μm</td> <td>Gaussian filter, 0.8 mm</td> </tr> <tr> <td>Rq</td> <td>0.0704 μm</td> <td>Gaussian filter, 0.8 mm</td> </tr> <tr> <td>Rsk</td> <td>0.791</td> <td>Gaussian filter, 0.8 mm</td> </tr> <tr> <td>Rku</td> <td>24.9</td> <td>Gaussian filter, 0.8 mm</td> </tr> </tbody> </table> <table border="1" data-bbox="911 423 1227 651"> <thead> <tr> <th colspan="2">Identity card</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Name:</td> <td>A2 (1)</td> </tr> <tr> <td>Axis: X</td> <td></td> </tr> <tr> <td>Length:</td> <td>5.00 mm</td> </tr> <tr> <td>Size:</td> <td>17999 points</td> </tr> <tr> <td>Spacing:</td> <td>0.278 μm</td> </tr> <tr> <td>Offset:</td> <td>0.000555 mm</td> </tr> <tr> <td>Axis: Z</td> <td></td> </tr> <tr> <td>Length:</td> <td>3.92 μm</td> </tr> <tr> <td>Z min:</td> <td>-3.65 μm</td> </tr> <tr> <td>Z max:</td> <td>0.271 μm</td> </tr> <tr> <td>Size:</td> <td>9964546 digits</td> </tr> <tr> <td>Spacing:</td> <td>0.000394 nm</td> </tr> </tbody> </table>	ISO 4287			Amplitude parameters - Roughness profile			Rp	0.420 μm	Gaussian filter, 0.8 mm	Rv	0.319 μm	Gaussian filter, 0.8 mm	Rz	0.739 μm	Gaussian filter, 0.8 mm	Ra	0.0421 μm	Gaussian filter, 0.8 mm	Rq	0.0704 μm	Gaussian filter, 0.8 mm	Rsk	0.791	Gaussian filter, 0.8 mm	Rku	24.9	Gaussian filter, 0.8 mm	Identity card		Name:	A2 (1)	Axis: X		Length:	5.00 mm	Size:	17999 points	Spacing:	0.278 μm	Offset:	0.000555 mm	Axis: Z		Length:	3.92 μm	Z min:	-3.65 μm	Z max:	0.271 μm	Size:	9964546 digits	Spacing:	0.000394 nm
	ISO 4287																																																						
	Amplitude parameters - Roughness profile																																																						
Rp	0.420 μm	Gaussian filter, 0.8 mm																																																					
Rv	0.319 μm	Gaussian filter, 0.8 mm																																																					
Rz	0.739 μm	Gaussian filter, 0.8 mm																																																					
Ra	0.0421 μm	Gaussian filter, 0.8 mm																																																					
Rq	0.0704 μm	Gaussian filter, 0.8 mm																																																					
Rsk	0.791	Gaussian filter, 0.8 mm																																																					
Rku	24.9	Gaussian filter, 0.8 mm																																																					
Identity card																																																							
Name:	A2 (1)																																																						
Axis: X																																																							
Length:	5.00 mm																																																						
Size:	17999 points																																																						
Spacing:	0.278 μm																																																						
Offset:	0.000555 mm																																																						
Axis: Z																																																							
Length:	3.92 μm																																																						
Z min:	-3.65 μm																																																						
Z max:	0.271 μm																																																						
Size:	9964546 digits																																																						
Spacing:	0.000394 nm																																																						
2.	 <table border="1" data-bbox="579 907 863 1064"> <thead> <tr> <th colspan="3">ISO 4287</th> </tr> <tr> <th colspan="3">Amplitude parameters - Roughness profile</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Rp</td> <td>0.463 μm</td> <td>Gaussian filter, 0.8 mm</td> </tr> <tr> <td>Rv</td> <td>0.278 μm</td> <td>Gaussian filter, 0.8 mm</td> </tr> <tr> <td>Rz</td> <td>0.742 μm</td> <td>Gaussian filter, 0.8 mm</td> </tr> <tr> <td>Ra</td> <td>0.0469 μm</td> <td>Gaussian filter, 0.8 mm</td> </tr> <tr> <td>Rq</td> <td>0.0684 μm</td> <td>Gaussian filter, 0.8 mm</td> </tr> <tr> <td>Rsk</td> <td>0.831</td> <td>Gaussian filter, 0.8 mm</td> </tr> <tr> <td>Rku</td> <td>16.1</td> <td>Gaussian filter, 0.8 mm</td> </tr> </tbody> </table> <table border="1" data-bbox="911 907 1227 1135"> <thead> <tr> <th colspan="2">Identity card</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Name:</td> <td>A2 (2)</td> </tr> <tr> <td>Axis: X</td> <td></td> </tr> <tr> <td>Length:</td> <td>5.00 mm</td> </tr> <tr> <td>Size:</td> <td>17999 points</td> </tr> <tr> <td>Spacing:</td> <td>0.278 μm</td> </tr> <tr> <td>Offset:</td> <td>0.000555 mm</td> </tr> <tr> <td>Axis: Z</td> <td></td> </tr> <tr> <td>Length:</td> <td>4.64 μm</td> </tr> <tr> <td>Z min:</td> <td>-3.9 μm</td> </tr> <tr> <td>Z max:</td> <td>0.747 μm</td> </tr> <tr> <td>Size:</td> <td>9939712 digits</td> </tr> <tr> <td>Spacing:</td> <td>0.000467 nm</td> </tr> </tbody> </table>	ISO 4287			Amplitude parameters - Roughness profile			Rp	0.463 μm	Gaussian filter, 0.8 mm	Rv	0.278 μm	Gaussian filter, 0.8 mm	Rz	0.742 μm	Gaussian filter, 0.8 mm	Ra	0.0469 μm	Gaussian filter, 0.8 mm	Rq	0.0684 μm	Gaussian filter, 0.8 mm	Rsk	0.831	Gaussian filter, 0.8 mm	Rku	16.1	Gaussian filter, 0.8 mm	Identity card		Name:	A2 (2)	Axis: X		Length:	5.00 mm	Size:	17999 points	Spacing:	0.278 μm	Offset:	0.000555 mm	Axis: Z		Length:	4.64 μm	Z min:	-3.9 μm	Z max:	0.747 μm	Size:	9939712 digits	Spacing:	0.000467 nm	
ISO 4287																																																							
Amplitude parameters - Roughness profile																																																							
Rp	0.463 μm	Gaussian filter, 0.8 mm																																																					
Rv	0.278 μm	Gaussian filter, 0.8 mm																																																					
Rz	0.742 μm	Gaussian filter, 0.8 mm																																																					
Ra	0.0469 μm	Gaussian filter, 0.8 mm																																																					
Rq	0.0684 μm	Gaussian filter, 0.8 mm																																																					
Rsk	0.831	Gaussian filter, 0.8 mm																																																					
Rku	16.1	Gaussian filter, 0.8 mm																																																					
Identity card																																																							
Name:	A2 (2)																																																						
Axis: X																																																							
Length:	5.00 mm																																																						
Size:	17999 points																																																						
Spacing:	0.278 μm																																																						
Offset:	0.000555 mm																																																						
Axis: Z																																																							
Length:	4.64 μm																																																						
Z min:	-3.9 μm																																																						
Z max:	0.747 μm																																																						
Size:	9939712 digits																																																						
Spacing:	0.000467 nm																																																						
3.	 <table border="1" data-bbox="579 1391 863 1547"> <thead> <tr> <th colspan="3">ISO 4287</th> </tr> <tr> <th colspan="3">Amplitude parameters - Roughness profile</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Rp</td> <td>0.565 μm</td> <td>Gaussian filter, 0.8 mm</td> </tr> <tr> <td>Rv</td> <td>0.320 μm</td> <td>Gaussian filter, 0.8 mm</td> </tr> <tr> <td>Rz</td> <td>0.885 μm</td> <td>Gaussian filter, 0.8 mm</td> </tr> <tr> <td>Ra</td> <td>0.0493 μm</td> <td>Gaussian filter, 0.8 mm</td> </tr> <tr> <td>Rq</td> <td>0.0803 μm</td> <td>Gaussian filter, 0.8 mm</td> </tr> <tr> <td>Rsk</td> <td>1.12</td> <td>Gaussian filter, 0.8 mm</td> </tr> <tr> <td>Rku</td> <td>19.2</td> <td>Gaussian filter, 0.8 mm</td> </tr> </tbody> </table> <table border="1" data-bbox="911 1391 1227 1619"> <thead> <tr> <th colspan="2">Identity card</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Name:</td> <td>A2 (3)</td> </tr> <tr> <td>Axis: X</td> <td></td> </tr> <tr> <td>Length:</td> <td>5.00 mm</td> </tr> <tr> <td>Size:</td> <td>17999 points</td> </tr> <tr> <td>Spacing:</td> <td>0.278 μm</td> </tr> <tr> <td>Offset:</td> <td>0.000555 mm</td> </tr> <tr> <td>Axis: Z</td> <td></td> </tr> <tr> <td>Length:</td> <td>4.38 μm</td> </tr> <tr> <td>Z min:</td> <td>-4.24 μm</td> </tr> <tr> <td>Z max:</td> <td>0.136 μm</td> </tr> <tr> <td>Size:</td> <td>9967626 digits</td> </tr> <tr> <td>Spacing:</td> <td>0.000439 nm</td> </tr> </tbody> </table>	ISO 4287			Amplitude parameters - Roughness profile			Rp	0.565 μm	Gaussian filter, 0.8 mm	Rv	0.320 μm	Gaussian filter, 0.8 mm	Rz	0.885 μm	Gaussian filter, 0.8 mm	Ra	0.0493 μm	Gaussian filter, 0.8 mm	Rq	0.0803 μm	Gaussian filter, 0.8 mm	Rsk	1.12	Gaussian filter, 0.8 mm	Rku	19.2	Gaussian filter, 0.8 mm	Identity card		Name:	A2 (3)	Axis: X		Length:	5.00 mm	Size:	17999 points	Spacing:	0.278 μm	Offset:	0.000555 mm	Axis: Z		Length:	4.38 μm	Z min:	-4.24 μm	Z max:	0.136 μm	Size:	9967626 digits	Spacing:	0.000439 nm	
ISO 4287																																																							
Amplitude parameters - Roughness profile																																																							
Rp	0.565 μm	Gaussian filter, 0.8 mm																																																					
Rv	0.320 μm	Gaussian filter, 0.8 mm																																																					
Rz	0.885 μm	Gaussian filter, 0.8 mm																																																					
Ra	0.0493 μm	Gaussian filter, 0.8 mm																																																					
Rq	0.0803 μm	Gaussian filter, 0.8 mm																																																					
Rsk	1.12	Gaussian filter, 0.8 mm																																																					
Rku	19.2	Gaussian filter, 0.8 mm																																																					
Identity card																																																							
Name:	A2 (3)																																																						
Axis: X																																																							
Length:	5.00 mm																																																						
Size:	17999 points																																																						
Spacing:	0.278 μm																																																						
Offset:	0.000555 mm																																																						
Axis: Z																																																							
Length:	4.38 μm																																																						
Z min:	-4.24 μm																																																						
Z max:	0.136 μm																																																						
Size:	9967626 digits																																																						
Spacing:	0.000439 nm																																																						

A3	1.	 <table border="1" data-bbox="577 427 861 582"> <thead> <tr> <th colspan="3">ISO 4287</th> </tr> <tr> <th colspan="3">Amplitude parameters - Roughness profile</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Rp</td> <td>0.278 µm</td> <td>Gaussian filter, 0.8 mm</td> </tr> <tr> <td>Rv</td> <td>0.168 µm</td> <td>Gaussian filter, 0.8 mm</td> </tr> <tr> <td>Rz</td> <td>0.446 µm</td> <td>Gaussian filter, 0.8 mm</td> </tr> <tr> <td>Ra</td> <td>0.0371 µm</td> <td>Gaussian filter, 0.8 mm</td> </tr> <tr> <td>Rq</td> <td>0.052 µm</td> <td>Gaussian filter, 0.8 mm</td> </tr> <tr> <td>Rsk</td> <td>0.613</td> <td>Gaussian filter, 0.8 mm</td> </tr> <tr> <td>Rku</td> <td>8.62</td> <td>Gaussian filter, 0.8 mm</td> </tr> </tbody> </table> <table border="1" data-bbox="908 427 1224 656"> <thead> <tr> <th colspan="2">Identity card</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Name:</td> <td>A3 (1)</td> </tr> <tr> <td>Axis: X</td> <td></td> </tr> <tr> <td>Length:</td> <td>5.00 mm</td> </tr> <tr> <td>Size:</td> <td>17999 points</td> </tr> <tr> <td>Spacing:</td> <td>0.278 µm</td> </tr> <tr> <td>Offset:</td> <td>0.000555 mm</td> </tr> <tr> <td>Axis: Z</td> <td></td> </tr> <tr> <td>Length:</td> <td>1.44 µm</td> </tr> <tr> <td>Z min:</td> <td>-0.926 µm</td> </tr> <tr> <td>Z max:</td> <td>0.519 µm</td> </tr> <tr> <td>Size:</td> <td>9894927 digits</td> </tr> <tr> <td>Spacing:</td> <td>0.000146 nm</td> </tr> </tbody> </table>	ISO 4287			Amplitude parameters - Roughness profile			Rp	0.278 µm	Gaussian filter, 0.8 mm	Rv	0.168 µm	Gaussian filter, 0.8 mm	Rz	0.446 µm	Gaussian filter, 0.8 mm	Ra	0.0371 µm	Gaussian filter, 0.8 mm	Rq	0.052 µm	Gaussian filter, 0.8 mm	Rsk	0.613	Gaussian filter, 0.8 mm	Rku	8.62	Gaussian filter, 0.8 mm	Identity card		Name:	A3 (1)	Axis: X		Length:	5.00 mm	Size:	17999 points	Spacing:	0.278 µm	Offset:	0.000555 mm	Axis: Z		Length:	1.44 µm	Z min:	-0.926 µm	Z max:	0.519 µm	Size:	9894927 digits	Spacing:	0.000146 nm
	ISO 4287																																																						
	Amplitude parameters - Roughness profile																																																						
Rp	0.278 µm	Gaussian filter, 0.8 mm																																																					
Rv	0.168 µm	Gaussian filter, 0.8 mm																																																					
Rz	0.446 µm	Gaussian filter, 0.8 mm																																																					
Ra	0.0371 µm	Gaussian filter, 0.8 mm																																																					
Rq	0.052 µm	Gaussian filter, 0.8 mm																																																					
Rsk	0.613	Gaussian filter, 0.8 mm																																																					
Rku	8.62	Gaussian filter, 0.8 mm																																																					
Identity card																																																							
Name:	A3 (1)																																																						
Axis: X																																																							
Length:	5.00 mm																																																						
Size:	17999 points																																																						
Spacing:	0.278 µm																																																						
Offset:	0.000555 mm																																																						
Axis: Z																																																							
Length:	1.44 µm																																																						
Z min:	-0.926 µm																																																						
Z max:	0.519 µm																																																						
Size:	9894927 digits																																																						
Spacing:	0.000146 nm																																																						
2.	 <table border="1" data-bbox="577 913 861 1068"> <thead> <tr> <th colspan="3">ISO 4287</th> </tr> <tr> <th colspan="3">Amplitude parameters - Roughness profile</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Rp</td> <td>0.655 µm</td> <td>Gaussian filter, 0.8 mm</td> </tr> <tr> <td>Rv</td> <td>0.328 µm</td> <td>Gaussian filter, 0.8 mm</td> </tr> <tr> <td>Rz</td> <td>0.982 µm</td> <td>Gaussian filter, 0.8 mm</td> </tr> <tr> <td>Ra</td> <td>0.052 µm</td> <td>Gaussian filter, 0.8 mm</td> </tr> <tr> <td>Rq</td> <td>0.0938 µm</td> <td>Gaussian filter, 0.8 mm</td> </tr> <tr> <td>Rsk</td> <td>2.65</td> <td>Gaussian filter, 0.8 mm</td> </tr> <tr> <td>Rku</td> <td>20.4</td> <td>Gaussian filter, 0.8 mm</td> </tr> </tbody> </table> <table border="1" data-bbox="908 913 1224 1142"> <thead> <tr> <th colspan="2">Identity card</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Name:</td> <td>A3 (2)</td> </tr> <tr> <td>Axis: X</td> <td></td> </tr> <tr> <td>Length:</td> <td>5.00 mm</td> </tr> <tr> <td>Size:</td> <td>17999 points</td> </tr> <tr> <td>Spacing:</td> <td>0.278 µm</td> </tr> <tr> <td>Offset:</td> <td>0.000555 mm</td> </tr> <tr> <td>Axis: Z</td> <td></td> </tr> <tr> <td>Length:</td> <td>3.13 µm</td> </tr> <tr> <td>Z min:</td> <td>-2.04 µm</td> </tr> <tr> <td>Z max:</td> <td>1.09 µm</td> </tr> <tr> <td>Size:</td> <td>9839248 digits</td> </tr> <tr> <td>Spacing:</td> <td>0.000315 nm</td> </tr> </tbody> </table>	ISO 4287			Amplitude parameters - Roughness profile			Rp	0.655 µm	Gaussian filter, 0.8 mm	Rv	0.328 µm	Gaussian filter, 0.8 mm	Rz	0.982 µm	Gaussian filter, 0.8 mm	Ra	0.052 µm	Gaussian filter, 0.8 mm	Rq	0.0938 µm	Gaussian filter, 0.8 mm	Rsk	2.65	Gaussian filter, 0.8 mm	Rku	20.4	Gaussian filter, 0.8 mm	Identity card		Name:	A3 (2)	Axis: X		Length:	5.00 mm	Size:	17999 points	Spacing:	0.278 µm	Offset:	0.000555 mm	Axis: Z		Length:	3.13 µm	Z min:	-2.04 µm	Z max:	1.09 µm	Size:	9839248 digits	Spacing:	0.000315 nm	
ISO 4287																																																							
Amplitude parameters - Roughness profile																																																							
Rp	0.655 µm	Gaussian filter, 0.8 mm																																																					
Rv	0.328 µm	Gaussian filter, 0.8 mm																																																					
Rz	0.982 µm	Gaussian filter, 0.8 mm																																																					
Ra	0.052 µm	Gaussian filter, 0.8 mm																																																					
Rq	0.0938 µm	Gaussian filter, 0.8 mm																																																					
Rsk	2.65	Gaussian filter, 0.8 mm																																																					
Rku	20.4	Gaussian filter, 0.8 mm																																																					
Identity card																																																							
Name:	A3 (2)																																																						
Axis: X																																																							
Length:	5.00 mm																																																						
Size:	17999 points																																																						
Spacing:	0.278 µm																																																						
Offset:	0.000555 mm																																																						
Axis: Z																																																							
Length:	3.13 µm																																																						
Z min:	-2.04 µm																																																						
Z max:	1.09 µm																																																						
Size:	9839248 digits																																																						
Spacing:	0.000315 nm																																																						
3.	 <table border="1" data-bbox="577 1400 861 1554"> <thead> <tr> <th colspan="3">ISO 4287</th> </tr> <tr> <th colspan="3">Amplitude parameters - Roughness profile</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Rp</td> <td>0.771 µm</td> <td>Gaussian filter, 0.8 mm</td> </tr> <tr> <td>Rv</td> <td>0.803 µm</td> <td>Gaussian filter, 0.8 mm</td> </tr> <tr> <td>Rz</td> <td>1.57 µm</td> <td>Gaussian filter, 0.8 mm</td> </tr> <tr> <td>Ra</td> <td>0.0595 µm</td> <td>Gaussian filter, 0.8 mm</td> </tr> <tr> <td>Rq</td> <td>0.130 µm</td> <td>Gaussian filter, 0.8 mm</td> </tr> <tr> <td>Rsk</td> <td>-0.415</td> <td>Gaussian filter, 0.8 mm</td> </tr> <tr> <td>Rku</td> <td>32.5</td> <td>Gaussian filter, 0.8 mm</td> </tr> </tbody> </table> <table border="1" data-bbox="908 1400 1224 1628"> <thead> <tr> <th colspan="2">Identity card</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Name:</td> <td>A3 (3)</td> </tr> <tr> <td>Axis: X</td> <td></td> </tr> <tr> <td>Length:</td> <td>5.00 mm</td> </tr> <tr> <td>Size:</td> <td>17999 points</td> </tr> <tr> <td>Spacing:</td> <td>0.278 µm</td> </tr> <tr> <td>Offset:</td> <td>0.000555 mm</td> </tr> <tr> <td>Axis: Z</td> <td></td> </tr> <tr> <td>Length:</td> <td>4.17 µm</td> </tr> <tr> <td>Z min:</td> <td>-3.3 µm</td> </tr> <tr> <td>Z max:</td> <td>0.869 µm</td> </tr> <tr> <td>Size:</td> <td>9977153 digits</td> </tr> <tr> <td>Spacing:</td> <td>0.000418 nm</td> </tr> </tbody> </table>	ISO 4287			Amplitude parameters - Roughness profile			Rp	0.771 µm	Gaussian filter, 0.8 mm	Rv	0.803 µm	Gaussian filter, 0.8 mm	Rz	1.57 µm	Gaussian filter, 0.8 mm	Ra	0.0595 µm	Gaussian filter, 0.8 mm	Rq	0.130 µm	Gaussian filter, 0.8 mm	Rsk	-0.415	Gaussian filter, 0.8 mm	Rku	32.5	Gaussian filter, 0.8 mm	Identity card		Name:	A3 (3)	Axis: X		Length:	5.00 mm	Size:	17999 points	Spacing:	0.278 µm	Offset:	0.000555 mm	Axis: Z		Length:	4.17 µm	Z min:	-3.3 µm	Z max:	0.869 µm	Size:	9977153 digits	Spacing:	0.000418 nm	
ISO 4287																																																							
Amplitude parameters - Roughness profile																																																							
Rp	0.771 µm	Gaussian filter, 0.8 mm																																																					
Rv	0.803 µm	Gaussian filter, 0.8 mm																																																					
Rz	1.57 µm	Gaussian filter, 0.8 mm																																																					
Ra	0.0595 µm	Gaussian filter, 0.8 mm																																																					
Rq	0.130 µm	Gaussian filter, 0.8 mm																																																					
Rsk	-0.415	Gaussian filter, 0.8 mm																																																					
Rku	32.5	Gaussian filter, 0.8 mm																																																					
Identity card																																																							
Name:	A3 (3)																																																						
Axis: X																																																							
Length:	5.00 mm																																																						
Size:	17999 points																																																						
Spacing:	0.278 µm																																																						
Offset:	0.000555 mm																																																						
Axis: Z																																																							
Length:	4.17 µm																																																						
Z min:	-3.3 µm																																																						
Z max:	0.869 µm																																																						
Size:	9977153 digits																																																						
Spacing:	0.000418 nm																																																						

**Prilog P.11 - Gubitak mase ispitnih uzoraka različitog stanja toplinske obrade od čelika X38CrMoV5-3 tijekom ispitivanja abrazijskog trošenja**

Laboratorij za tribologiju UNIZG FSB	Suhi pjesak - gumeni kotač	Abraziv: Kema B35S 0,063- 0,355 mm	Masa uzoraka, g					
Oznaka stanja	Oznaka uzorka	Redni broj mjerjenja	Broj okretaja kotača					
			0	100	200	300	400	500
A0	A01	1.	77,4462	77,4144	77,3768	77,3446	77,3116	77,2784
		2.	77,2775	77,2507	77,221	77,1902	77,1597	77,127
	A02	1.	77,4088	77,3945	77,37085	77,32735	77,2786	77,33565
		2.	77,3149	77,2706	77,22695	77,20745	77,1927	77,06975
A1	A11	1.	76,5137	76,4782	76,4427	76,4121	76,3792	76,353
		2.	76,354	76,3176	76,279	76,2533	76,2319	76,2015
	A12	1.	76,54385	76,5149	76,42285	76,4167	76,35455	76,30825
		2.	76,32385	76,2809	76,29885	76,2487	76,25655	76,24625
A2	A21	1.	77,3882	77,388	77,3874	77,3862	77,3835	77,3716
		2.	77,3714	77,3713	77,3708	77,369	77,3651	77,3455
	A22	1.	77,3896	77,3894	77,38881	77,38761	77,38521	77,36816
		2.	77,37	77,3699	77,36939	77,36759	77,36339	77,34894
A3	A31	1.	76,9708	76,9707	76,9688	76,9613	76,9429	76,93
		2.	76,9297	76,9296	76,9279	76,9062	76,8812	76,8529
	A32	1.	76,953	76,9529	76,9509	76,938	76,913	76,8951
		2.	76,9475	76,9474	76,9458	76,9295	76,9111	76,8878

**Prilog P.12 - Gubitak mase ispitnih uzoraka različitog stanja toplinske obrade od čelika X38CrMoV5-3 tijekom ispitivanja erozijskog trošenja**

Laboratorij za tribologiju UNIZG FSB	Erozija 90°	Abraziv: Kema B35S 0,063-0,355 mm	Masa uzoraka, g		
Oznaka stanja	Oznaka uzorka	Redni broj mjerenja	Vrijeme trošenja erozijom, min		
			0	30	60
A0	A01	1.	21,8096	21,8005	21,7917
		2.	21,8112	21,8016	21,7906
	A02	1.	21,8086	21,7996	21,7915
		2.	21,809	21,8003	21,793
A1	A11	1.	22,0439	22,0382	22,034
		2.	22,0463	22,0412	22,0362
	A12	1.	22,0433	22,0362	22,0309
		2.	22,0421	22,0372	22,0349
A2	A21	1.	21,7871	21,7849	21,7829
		2.	21,945	21,942	21,9403
	A22	1.	21,7779	21,7759	21,7754
		2.	21,6384	21,6368	21,633
A3	A31	1.	21,2201	21,2163	21,2107
		2.	21,1082	21,1033	21,0968
	A32	1.	21,2881	21,2868	21,2815
		2.	21,264	21,2588	21,2538

**Prilog P.13 - Faktori trenja i trošenja uzoraka različitog stanja toplinske obrade od čelika X38CrMoV5-3 pri ispitivanju metodom „kuglica na ploči“**

Institut Jožef Stefan	Ball on flat ASTM G99	CSM Instruments	protutijelo: kuglica Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , 1200 HV, Ø = 10 mm	frekvencija: $f = 1$ Hz, amplituda: $a = 5$ mm put trošenja: $s = 20, 40$ m	
Oznaka stanja	Sila, $F$	Broj ciklusa, $n$	Redni broj mjerenja	Faktor trošenja $K_w$ , mm <sup>3</sup> /Nm	Faktor trenja $\mu$
A0	1N	4000	1.	6,3	0,73
			2.	6,95	0,75
			3.	6,99	0,82
	5N	2000	1.	52	0,85
			2.	44	0,88
			3.	42	0,91
A1	1N	4000	1.	4,322	0,72
			2.	4,388	0,73
			3.	4,415	0,77
	5N	2000	1.	31	0,65
			2.	29	0,68
			3.	24	0,74
A2	1N	4000	1.	3,33	0,2
			2.	3,386	0,2
			3.	3,409	0,22
	5N	2000	1.	3,33	0,17
			2.	3,386	0,17
			3.	3,409	0,16
	10N	4000	1.	0,44	0,17
			2.	0,46	0,16
			3.	0,46	0,16
A3	1N	4000	1.	1,17	0,3
			2.	1,24	0,31
			3.	1,34	0,35
	5N	2000	1.	1,38	0,46
			2.	1,43	0,48
			3.	1,4	0,49
	10N	4000	1.	1,035	0,42
			2.	1,038	0,41
			3.	1,041	0,42



**Prilog P.14 - Dijagrami faktora trenja ispitnih uzoraka A0, A1, A2 i A3 čelika X38CrMoV5-3 dobiveni ispitivanjem „load scanning test“-om pri 20°C i 500°C**

Fakultet za strojništvo Ljubljana, Slovenija		metoda: suho klizanje protutijelo: WC normalna sila: $F_N = 400 - 2600$ N brzina ispitivanja: $v = 0,01$ m/s	
Stanje	Temperatura ispitivanja		
	20°C	500°	
A0			
A1			
A2			
A3			

**Prilog P.15 - Broj pukotina, dubine najdubljih pukotina, dubine najplićih pukotina, zbrojevi dubina svih pukotina, kumulativne dubine pukotina, prosječne dubine pukotina, gustoće i duljine pukotina na ispitivanim uzorcima A0, A1, A2 i A3 od čelika X38CrMoV5-3 nakon 4500 ciklusa toplinskog umaranja režimom 620°C-240°C**

Stanje	A0				A1				A2				A3			
Oznaka uzorka	A0-P1	A0-P2	A0-P3	A0-P4	A1-P1	A1-P2	A1-P3	A1-P4	A2-P1	A2-P2	A2-P3	A2-P4	A3-P1	A3-P2	A3-P3	A3-P4
Broj pukotina	82	76	79	80	49	46	47	51	13	16	12	12	5	7	6	7
Dubina najdublje pukotine, $\mu\text{m}$	1348	1352	1360	1366	1176	1181	1179	1193	188	267	248	221	267	216	186	221
Dubina najpliće pukotine, $\mu\text{m}$	11	16	16	19	16	20	20	9	44	73	59	63	132	41	102	61
Zbroj dubina svih pukotina, $\mu\text{m}$	15381	13992	14094	14290	10338	9403	9581	10260	1371	2229	1458	1455	899	1120	922	1143
Kumulativna dubina pukotina, $\mu\text{m}/\text{mm}$	1451	1320	1330	1348	948	863	879	941	128	208	136	136	86	108	89	110
Prosječna dubina pukotina, $\mu\text{m}$	188	184	178	179	211	204	204	201	105	139	121	121	180	160	154	163

Gustoća pukotina	7,7	7,2	7,5	7,5	4,5	4,2	4,3	4,7	1,2	1,5	1,1	1,1	0,5	0,7	0,6	0,7
------------------	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----

Stanje	A0				A1				A2				A3			
	A0-P1	A0-P2	A0-P3	A0-P4	A1-P1	A1-P2	A1-P3	A1-P4	A2-P1	A2-P2	A2-P3	A2-P4	A3-P1	A3-P2	A3-P3	A3-P4
1.	1348,29	1352,29	1360,29	1365,62	123,21	127,21	126,21	137,54	187,75	124,18	125,96	220,65	131,78	149,99	146,88	220,89
2.	106,00	111,00	118,50	122,83	21,92	24,92	28,42	37,08	44,30	166,80	122,55	119,21	181,02	41,38	121,20	189,53
3.	229,75	234,75	241,25	249,25	357,46	360,46	361,96	369,96	56,58	147,07	118,82	114,49	187,48	187,48	180,48	161,15
4.	64,78	69,78	72,28	82,94	354,61	359,61	358,11	372,44	60,66	195,25	145,96	141,30	266,76	215,73	185,24	167,25
5.	189,87	190,87	194,37	203,70	30,08	31,08	35,58	44,24	69,65	108,05	108,85	103,51	131,78	192,90	102,34	132,06
6.	236,53	237,53	240,03	253,03	269,01	273,01	275,01	284,34	94,02	137,80	130,91	125,91		196,24	185,86	210,86
7.	716,75	721,75	721,25	734,91	52,56	55,56	57,06	65,06	186,51	112,44	79,48	86,81		136,18		61,07
8.	680,67	683,67	692,17	695,50	34,11	35,11	38,61	47,94	107,65	93,50	85,57	85,57				
9.	336,54	339,54	345,04	353,37	20,71	23,71	27,21	34,87	166,98	166,69	247,83	152,38				
10.	41,70	45,70	46,70	54,70	225,10	230,10	230,60	243,60	136,03	145,69	172,86	174,86				
11.	93,54	96,54	102,04	109,37	15,82	20,82	22,32	31,65	52,27	105,00	58,64	62,97				
12.	49,09	50,09	54,59	66,25	605,78	608,78	612,28	619,94	85,68	73,02	60,35	67,01				
13.	274,51	275,51	282,01	290,34	44,34	45,34	49,84	61,50	122,83	73,88						
14.	242,13	244,13	250,13	260,46	34,35	39,35	39,85	48,85		143,59						
15.	44,21	46,21	55,21	63,54	134,44	135,44	137,94	146,94		168,93						
16.	129,36	131,36	137,36	144,69	142,22	144,22	145,22	157,88		266,62						

17.	60,66	63,66	66,16	77,49	41,27	45,27	47,27	54,60
18.	33,01	38,01	44,51	53,51	1175,84	1180,84	1179,34	1192,67
19.	77,47	80,47	82,97	90,30	65,17	68,17	68,67	82,33
20.	64,78	66,78	72,78	83,11	219,68	222,68	222,18	233,51
21.	139,76	141,76	141,76	154,09	65,17	68,17	71,67	83,33
22.	65,17	67,17	71,17	81,83	275,13	276,13	279,63	290,96
23.	137,80	139,80	142,80	152,13	57,74	61,74	61,74	74,40
24.	365,35	369,35	369,35	383,01	142,64	147,64	141,14	153,80
25.	1015,31	1017,31	1026,31	1031,64	48,14	49,14	45,64	57,64
26.	317,34	321,34	324,34	332,00	169,64	172,64	170,14	180,80
27.	53,72	57,72	65,72	70,05	96,37	95,37	92,87	105,87
28.	142,22	146,22	148,22	159,55	915,31	913,31	911,31	927,31
29.	19,18	23,18	24,18	35,18	61,78	57,78	56,78	45,78
30.	53,80	58,80	65,30	73,30	69,27	67,27	66,27	55,60
31.	136,23	141,23	140,73	153,39	175,13	173,13	173,13	163,79
32.	71,65	74,65	74,15	84,48	53,96	50,96	51,46	41,12
33.	104,86	109,86	115,36	123,02	117,21	112,21	113,71	101,37
34.	10,54	15,54	16,04	27,04	64,65	61,65	60,15	49,15
35.	216,62	220,62	221,62	234,62	250,36	246,36	247,36	236,02
36.	52,27	55,27	56,77	44,77	93,54	91,54	91,54	82,20
37.	48,85	49,85	54,35	36,01	744,46	742,46	739,46	730,12
38.	108,98	112,98	114,98	100,31	31,64	29,64	26,64	14,30

39.	36,00	40,00	40,00	27,66	818,47	813,47	813,97	805,30
40.	659,45	660,45	655,95	648,61	21,04	20,04	19,54	9,20
41.	40,48	44,48	37,48	26,81	235,79	234,79	230,29	221,62
42.	33,97	29,97	30,97	19,63	68,78	64,78	65,78	54,44
43.	190,54	185,54	185,04	175,04	39,39	34,39	31,89	20,22
44.	60,52	55,52	49,02	41,02	185,88	180,88	182,38	169,04
45.	89,50	84,50	86,00	75,66	68,90	65,90	64,40	51,40
46.	37,37	36,37	35,87	22,53	541,12	540,12	536,62	525,28
47.	235,36	233,36	225,36	216,36	345,37		171,68	161,35
48.	41,27	38,27	33,77	27,77	41,27			76,00
49.	52,43	51,43	46,93	37,26	572,23			176,74
50.	33,01	32,01	25,51	20,17				71,13
51.	81,16	80,16	73,66	68,32				257,82
52.	579,22	575,22	575,22	563,55				
53.	37,14	33,14	33,14	24,47				
54.	65,17	64,17	58,67	51,67				
55.	147,26	145,26	140,26	130,26				
56.	237,37	233,37	230,37	218,70				
57.	77,03	75,03	74,03	63,36				
58.	48,25	44,25	40,25	29,25				
59.	393,65	392,65	384,15	375,15				
60.	52,43	47,43	45,93	35,59				

61.	110,74	106,74	102,74	94,74
62.	152,91	151,91	143,41	135,41
63.	52,34	50,34	45,34	38,34
64.	57,74	53,74	46,74	38,74
65.	81,16	80,16	71,66	66,66
66.	288,55	284,55	279,55	272,21
67.	52,27	49,27	48,77	35,10
68.	52,20	49,20	41,70	37,70
69.	37,14	32,14	24,64	19,30
70.	68,90	65,90	63,40	51,06
71.	452,51	448,51	441,51	435,51
72.	110,04	109,04	105,54	98,20
73.	869,81	868,81	867,31	853,64
74.	92,25	89,25	85,75	79,08
75.	89,41	85,41	78,41	71,41
76.	85,68	81,68	75,68	66,01
77.	85,94		33,97	24,97
78.	85,38		34,69	26,02
79.	106,00		43,00	36,66
80.	866,73			278,91
81.	85,68			
82.	189,87			

