

# Ispitivanje mehaničkih svojstava metričkog navoja nakon postupka nitrokarburiranja

---

**Penava, Stipo**

**Master's thesis / Diplomski rad**

**2022**

*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:235:759556>

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

*Download date / Datum preuzimanja:* **2024-07-12**

*Repository / Repozitorij:*

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



SVEUČILIŠTE U ZAGREBU  
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

# **DIPLOMSKI RAD**

**Stipo Penava**

Zagreb, 2022.

SVEUČILIŠTE U ZAGREBU  
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

# DIPLOMSKI RAD

Mentor:

Prof. dr. sc. Božidar Matijević

Student:

Stipo Penava

Zagreb, 2022.

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

Zahvaljujem mentoru prof. dr. sc. Božidaru Matijeviću na nesebičnoj pomoći pri pisanju ovoga rada, asistentu Filipu Žanetiću, mag. ing. na velikoj pomoći pri samom pisanju rada i provođenju eksperimentalnog dijela rada, tehničkom suradniku Božidaru Bušetinčanu na pomoći pri provođenju ispitivanja navoja, tehničkoj suradnici Dubravki Ulaga na pomoći pri pripremi eksperimentalnog uzorka te tehničkom suradniku Ivanu Vovku na pomoći pri metalografskoj analizi.

Također želim zahvaliti svojim prijateljima, obitelji i djevojci Ivani na velikoj podršci tijekom trajanja studija.

*(Vlastoručni Potpis)*

Stipo Penava



SVEUČILIŠTE U ZAGREBU  
**FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE**



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

Sveučilište u Zagrebu Fakultet strojarstva i brodogradnje	
Datum:	Prilog:
Klasa:	602-14/22-6/1
Ur. broj:	15-1703-22-

## DIPLOMSKI ZADATAK

Student: **STIPO PENAVA** Mat. br.: 0035210713

Naslov rada na hrvatskom jeziku: **Ispitivanje mehaničkih svojstava metričkog navoja nakon postupka nitrokarburiranja**

Naslov rada na engleskom jeziku: **Examination of the mechanical properties of the metric thread after the nitrocarburizing process**

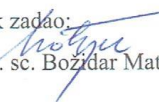
Opis zadatka:

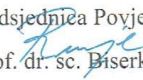
Toplinsko difuzijskim postupkom nitrokarburiranja uobičajeno se obrađuju dijelovi izrađeni od različitih vrsta čelika u svrhu povećavanja površinske tvrdoće i otpornosti na trošenje. Prilikom nitrokarburiranja, na površini čelika nastaje sloj visoke tvrdoće koji u kombinaciji s geometrijom metričkog navoja malih nazivnih promjera (M2-M6) može rezultirati pronitriranjem profila navoja i mogućnosti krhkog pucanja navoja prilikom montaže dijelova. U radu je potrebno proučiti nastale slojeve kod nitrokarburiranja metričkog navoja. U teorijskom dijelu rada potrebno je opisati postupak tenifer nitrokarburiranja (opis postupka, primjena, postignuta mehanička svojstva), te opisati geometriju metričkog navoja. U eksperimentalnom dijelu rada potrebno je odabrati veličinu metričkog navoja kod kojeg postoji mogućnost od pronitriranja, vrstu čelika koji će se koristiti i propisati režim toplinske obrade (vrijeme nitrokarburiranja, sredstvo za hlađenje). Nakon definiranja materijala i veličine navoja, na uzorcima je potrebno provesti toplinsku obradu, te analizom mikrostrukture i mehaničkih svojstava odrediti za koje veličine navoja nije potrebna zaštita zubi navoja prilikom nitrokarburiranja. Eksperimentalni dio rada provesti u laboratorijima Zavoda za materijale. U radu je potrebno navesti korištenu literaturu i eventualno dobivenu pomoć.

Zadatak zadan:  
29. rujna 2022.

Rok predaje rada:  
1. prosinca 2022.

Predviđeni datum obrane:  
12. prosinca do 16. prosinca 2022.

Zadatak zadao:  
  
prof. dr. sc. Božidar Matijević

Predsjednica Povjerenstva:  
  
prof. dr. sc. Biserka Runje

## SADRŽAJ

POPIS SLIKA .....	II
POPIS TABLICA .....	III
POPIS OZNAKA .....	IV
POPIS KRATICA .....	V
SAŽETAK .....	VI
SUMMARY .....	VII
1. UVOD .....	1
2. NITRIRANJE .....	2
2.1. Nitriranje u solnoj kupki - TENIFER .....	5
2.2. Nitriranje u plinu .....	9
2.3. Nitriranje u plazmi .....	11
2.4. QPQ postupak nitrokarburiranja .....	15
3. NAVOJI .....	17
3.1. Metrijski navoj .....	17
4. EKSPERIMENTALNI DIO .....	19
4.1. Nitrokarburiranje u solnoj kupki .....	21
4.2. Priprema uzoraka .....	22
4.3. Izgled površine pod svjetlosnim mikroskopom .....	25
4.3.1. Izgled površine pod svjetlosnim mikroskopom M3 navoja .....	26
4.3.2. Izgled površine pod svjetlosnim mikroskopom M4 navoja .....	27
4.3.3. Izgled površine pod svjetlosnim mikroskopom M5 navoja .....	28
4.4. Ispitivanje tvrdoće Vickers metodom .....	28
4.4.1. Vrijednosti dobivene tvrdoće za pojedini navoj i trajanje nitrokarburiranja .....	30
4.5. Određivanje sile pucanja navoja .....	33
5. ZAKLJUČAK .....	37
LITERATURA .....	38
PRILOZI .....	40

**POPIS SLIKA**

Slika 1.	Usporedba postupaka modificiranja i prevlačenja .....	1
Slika 2.	Ovisnost tvrdoće o udaljenosti od površine .....	3
Slika 3.	Ovisnost tvrdoće o vrsti nitridne zone .....	4
Slika 4.	Vrste nitrida u nitridnim zonama.....	5
Slika 5.	Difuzija dušika u površinu materijala .....	6
Slika 6.	Ovisnost dubine nitriranja o vremenu nitriranja.....	7
Slika 7.	Prikaz gubitka mase u eksploataciji .....	8
Slika 8.	Postupak nastajanja nitrida .....	10
Slika 9.	Prikaz nitriranog sloja .....	11
Slika 10.	Površinski sloj dobiven LA-PECVD.....	12
Slika 11.	Prikaz nitriranja u plazmi.....	14
Slika 12.	Shematski prikaz plazma nitriranja .....	15
Slika 13.	Shematski prikaz nitriranja u solnoj kupki te naknadne oksidacije (QPQ) .....	16
Slika 14.	Prikaz vrsta metrijskog navoja.....	17
Slika 15.	Dimenzije metrijskog navoja.....	18
Slika 16.	Uređaj za određivanje kemijskog sastava marke „XRF Olympus“ .....	20
Slika 17.	Solna kupka korištena za nitrokarburiranje „DURFERRIT-DEGUSSA GmbH“ .....	22
Slika 18.	Uzorak zaliven u vodljivu polimernu masu.....	23
Slika 19.	Uzorak stegnut u čeljusti prije nagrizanja.....	24
Slika 20.	Oprema za elektrokemijsko nagrizanje .....	24
Slika 21.	Svjetlosni mikroskop „Olympus GX51F-5“ .....	25
Slika 22.	Navoj M3, nitrokarburirano 2h, povećanje 100x .....	26
Slika 23.	Vrh navoja M3, nitrokarburirano 2h, povećanje 500x .....	26
Slika 24.	Navoj M4, nitrokarburirano 4h, povećanje 100x .....	27
Slika 25.	Vrh navoja M4, nitrokarburirano 4h, povećanje 500x .....	27
Slika 26.	Navoj M5, nitrokarburirano 6h, povećanje 100x .....	28
Slika 27.	Vrh navoja M5, nitrokarburirano 6h, povećanje 500x .....	28
Slika 28.	Postupak ispitivanja Vickers metodom.....	29
Slika 29.	Prikaz ovisnosti tvrdoće o udaljenosti od površine za nitrokarburiranih uzoraka u trajanju od 2 h .....	31
Slika 30.	Prikaz ovisnosti tvrdoće o udaljenosti od površine za nitrokarburiranih uzoraka u trajanju od 4 h .....	31
Slika 31.	Prikaz ovisnosti tvrdoće o udaljenosti od površine za nitrokarburiranih uzoraka u trajanju od 6 h .....	32
Slika 32.	"SHIMADZU kitalica" .....	33
Slika 33.	Izvijanje pri postupku određivanja sile pucanja .....	34
Slika 34.	Prikaz puknuća navoja matice M4, nitrokarburirano 4h.....	35
Slika 35.	Prikaz puknuća navoja matice M3, nitrokarburirano 4h.....	36
Slika 36.	Prikaz puknuća navoja matice M3, nitrokarburirano 2h.....	36

**POPIS TABLICA**

Tablica 1. Usporedba postupaka modificiranja površine .....	2
Tablica 2. Ovisnost tvrdoće i vlačne čvrstoće o udjelu legirnih elemenata .....	7
Tablica 3. Kemijski sastav osnovnog materijala .....	19
Tablica 4. Kemijski sastav uzorka .....	20
Tablica 5. Mehanička svojstva osnovnog materijala .....	21
Tablica 6. Parametri nitrokarburiranja .....	22
Tablica 7. Parametri nagrivanja uzoraka u oksidnoj kiselini .....	23
Tablica 8. Iznosi tvrdoće za uzorak nitrokarburiran 2 h .....	30
Tablica 9. Iznosi tvrdoće za uzorak nitrokarburiran 4 h .....	30
Tablica 10. Iznosi tvrdoće za uzorak nitrokarburiran 6 h .....	30
Tablica 11. Efektivna dubina nitriranja za pojedino trajanje navoja .....	32
Tablica 12. Dobivene sile pucanja navoja .....	35



**POPIS OZNAKA**

<b>Oznaka</b>	<b>Mjerna jedinica</b>	<b>Opis oznake</b>
$A_1$	°C	temperatura
$t$	s	vrijeme
$d$	mm	vanjski nazivni promjer
$d_2$	mm	srednji promjer
$d_3$	mm	promjer jezgre
$P$	mm	korak (uspon)
$H_1$	mm	nosiva dubina navoja
$h_3$	mm	dubina navoja
$HV$		tvrdoća dobivena Vickers metodom
$F$	N	sila utiskivanja
$d$	mm	duljina srednje vrijednosti dijagonala
$\alpha$	°	kut uspona
$\beta$	°	kut profila navoja
$\gamma'$		Fe <sub>4</sub> N
$\varepsilon$		Fe <sub>2-3</sub> N

---

## **POPIS KRATICA**

<b>Kratika</b>	<b>Opis</b>
DIN	<i>Deustches Institut für Normung</i> – Njemački institut za normiranje
QPQ	<i>qunching - polish quenching</i> – Postupak koji se sastoji od nitrokarburiranja, poliranja i naknade oksidacije

**SAŽETAK**

Diplomski rad sastoji se od ispitivanja nitrokarburiranih metrijskih vijaka. Rad je podijeljen na eksperimentalni i teorijski dio. U prvom, teorijskom dijelu rada opisani su različiti postupci nitrokarburiranja te geometrija metrijskog navoja. U eksperimentalnom dijelu rada ispitane su različite veličine metrijskog navoja s različitim trajanjem nitrokarburiranja. Uzorci su obrađivani TENIFER postupkom, odnosno nitrokarburiranjem u solnoj kupki. Uzeti su uzorci veličina M3, M4, i M5 te je na svakom uzorku provedeno različito trajanje nitiranja (2, 4, 6 sati). Na svih 9 uzoraka provedena su ispitivanja: tvrdoće, mikrostrukture, kemijskog sastava. Kao posebno ispitivanje provedeno je određivanje sile pri kojoj puca pojedini navoj zbog mogućeg pronitriranja navoja (navoj pronitriran cijelim volumenom). Nakon provedenih ispitivanja može se zaključiti kako postupkom TENIFER pri porastu vremena nitiranja dolazi do povećanja debljine sloja te porasta tvrdoće u površinskom sloju. Uz pomoć metalografske analize određena je struktura te približno određena efektivna dubina nitriranog sloja.

Ključne riječi: TENIFER, tvrdoća, nitrokarburiranje, mikrostruktura

---

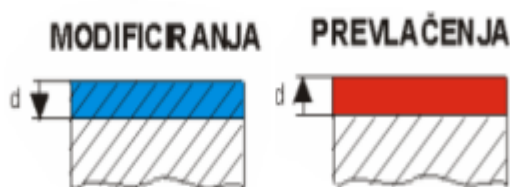
**SUMMARY**

The thesis consists of the examination of nitrocarburized metric screws. The work is divided into an experimental and a theoretical part. In the first, theoretical part, different methods of nitrocarburizing and the geometry of the metric thread are described. In the experimental part of the work, different sizes of metric thread with different duration of nitrocarburizing were tested. The samples were processed using the TENIFER method, i.e. nitrocarburizing in a salt bath. Samples of sizes M3, M4, and M5 were taken, and each sample was threaded for a different duration (2, 4, 6 hours). Tests were conducted on all 9 samples: hardness, microstructure, chemical composition. As a special test, the force at which an individual thread breaks due to possible nitriding of the thread (thread nitrided throughout the entire volume) was determined. After the tests, it can be concluded that with the TENIFER process, as the nitriding time increases, the thickness of the layer increases and the hardness of the surface layer increases. With the help of metallographic analysis, the structure and approximate effective depth of the nitrided layer were determined.

Key words: TENIFER, hardness, nitrocarburizing, microstructure

## 1. UVOD

Poznato je kako je čelik najrasprostranjeniji materijal koji se koristi u svijetu. Niskolegirani čelici većinu se vremena koriste zbog svojih izvrsnih mehaničkih svojstava i niske cijene u usporedbi s drugim legurama. Čelici su materijali s dobrom obradljivosti i poznati su po svojoj otpornosti u raznim eksploatacijskim uvjetima. Toplinski neobrađeni čelici imaju nisku tvrdoću i korozijsku otpornost. Za poboljšanje površinskih svojstava metalnih legura kao što su čelici, koriste se različite vrste postupaka modificiranja površina.



Slika 1. Usporedba postupaka modificiranja i prevlačenja [1]

Prema normi DIN 17014, izraz nitriranje odnosi se na toplinsko-kemijsku obradu s kojom se površina željeznih materijala obogaćuje dušikom. Prilikom difuzije dušika u površinsku zonu, dušik se privremeno otopio u željeznoj matrici. Ako koncentracija dušika premašuje granicu topljivosti od 2,5 %, formira se jednofazni ili višefazni sloj nitrida. Ovaj tretman provodi se u temperaturnom rasponu između 400 i 600 °C. Kako se proces nitriranja provodi pri temperaturama ispod  $A_1$  u materijalu koji obrađujemo ne dolazi do promjena mikrostrukture, uz nužan uvjet da prethodna toplinska obrada (popuštanje ili žarenje) bila izvedena pri višim temperaturama od temperature nitriranja [2,3].

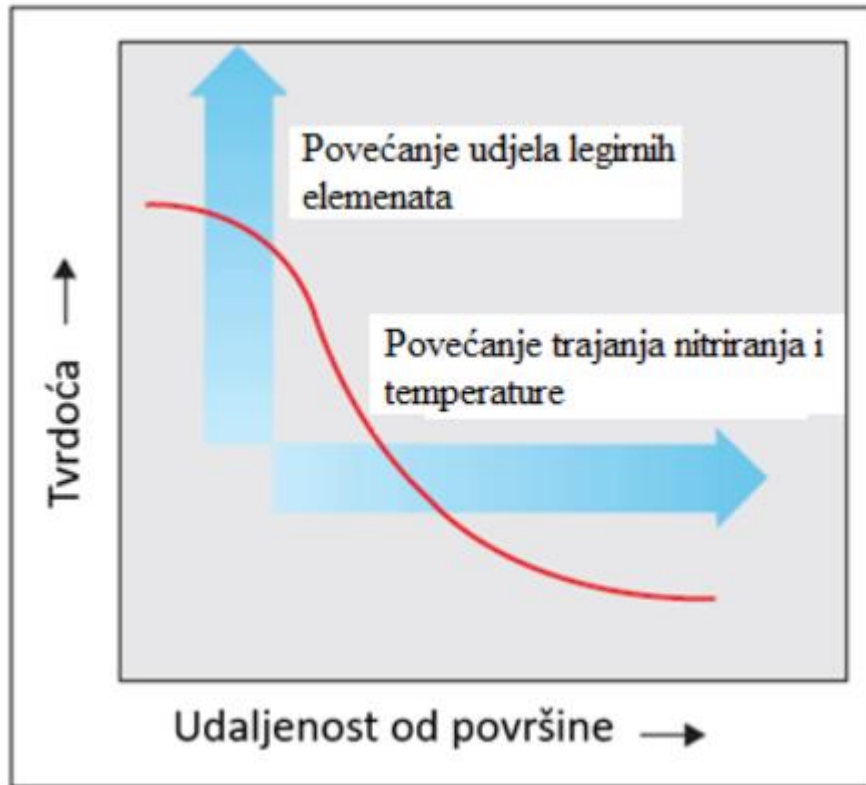
## 2. NITRIRANJE

Klasično nitriranje provodi se pri temperaturama od 480 do 530 °C u trajanju od 20 do 80 sati, a glavna je svrha razvoj difuzijske zone kako bi se povećala otpornost na trošenje i otpornost na umor. Dubina nitriranog sloja može se povećati samim trajanjem nitriranja. Dužim trajanjem dolazi do povećanja debljine zone spojeva. Jedna od važnijih karakteristika nitriranja je i stvaranje zaostalih tlačnih naprezanja. Tlačna naprezanja kod nitriranja zapravo su poželjna zbog povećanja otpornosti na umor materijala. Nitrokarburiranje provodi se pri 540-590 °C i kao glavni cilj ima razvoj zone spojeva s dobrom otpornosti na trošenje i dobrim tribološkim svojstvima. Kod nitriranja postoji mogućnost nastajanja pora u nitridnom sloju, koje mogu biti korisne za zadržavanje lubrikanata [4].

**Tablica 1. Usporedba postupaka modificiranja površine [5]**

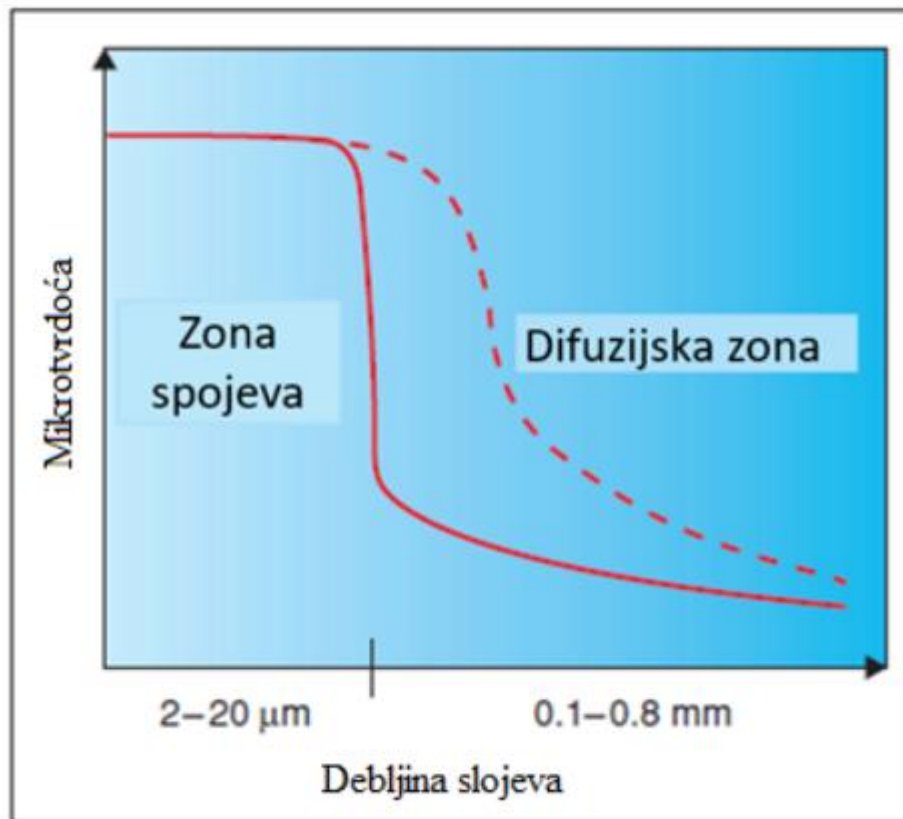
Postupak	Opis postupka	Stanja	Temperatura / °C	Dubina sloja / mm	Tvrdoća / HV
Cementiranje	Oplemenjivanje površine čelika ugljikom iznad temperature austenitizacije te brzim hlađenjem dobiva se martenzitna mikrostruktura	Kruto Tekuće Plinovito Plazma	850-950	0,25-4,0	700-900
Karbonitriranje	Slično cementiranju, uz ugljik se dodaje i dušik	Tekuće Plinovito Plazma	700-900	0,05-0,75	600-850
Nitrokarburiranje	Obogaćivanje površine dušikom i ugljikom ispod temperature austenitizacije	Tekuće Plinovito Plazma	570	0,02-1,0	500-650
Nitriranje	Obogaćivanje površine dušikom ispod temperature austenitizacije	Tekuće Plinovito Plazma	500-525	0,4-0,6	800-1050

Legirajući elementi u željeznim materijalima kao što su krom, vanadij, molibden i aluminij formiraju posebne nitride koji utječu na tvrdoću površine (sl. 2) i dubinu difuzijske zone [2].



Slika 2. Ovisnost tvrdoće o udaljenosti od površine [2]

Površinske zone nitriranih željeznih materijala općenito se sastoje od dva različita sloja. Izravno na površini je sloj naziva zona spojeva koji je obično 2 do 20  $\mu\text{m}$  debljine, tvrd i kemijski otporan. Ispod toga je čvršći difuzijski sloj debljine od 0,1 do 0,8 mm (sl. 3) [2].



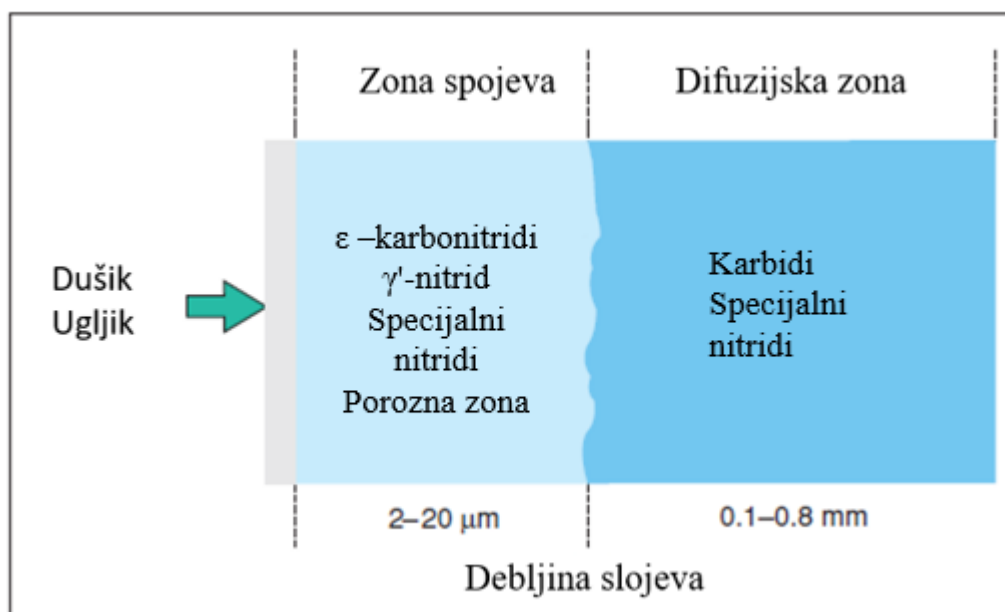
Slika 3. Ovisnost tvrdoće o vrsti nitridne zone [2]

Zona spojeva sastoji se od željeznih nitrida i/ili karbonitrida koji stvaraju keramički karakter površine. Zona spojeva može imati jedan od tri sljedeća oblika, prema dubini, ovisno o koncentracijskoj raspodjele dušika i ugljika:

1. sloj  $\gamma'$ -spoja ( $\gamma'$ -nitrid:  $\text{Fe}_4\text{N}$ )
2. sloj  $\varepsilon$  spoja koji sadrži više dušika i/ili ugljik ( $\varepsilon$ -nitrid:  $\text{Fe}_{2-3}\text{N}$ ,  $\varepsilon$ -karbonitrida:  $\text{Fe}_{2-3}\text{NC}$ )
3. sloj miješane faze spoja ( $\gamma'$ -nitrid i  $\varepsilon$ -nitrid).

Slojevi  $\gamma'$  čvršći su od  $\varepsilon$  slojevi, ali rastu sporije (debljina od 2 do 6 μm). Dok  $\varepsilon$  sloj raste znatno brže (debljina 10 do 20 μm)





Slika 4. Vrste nitrida u nitridnim zonama [2]

## 2.1. Nitriranje u solnoj kupki - TENIFER

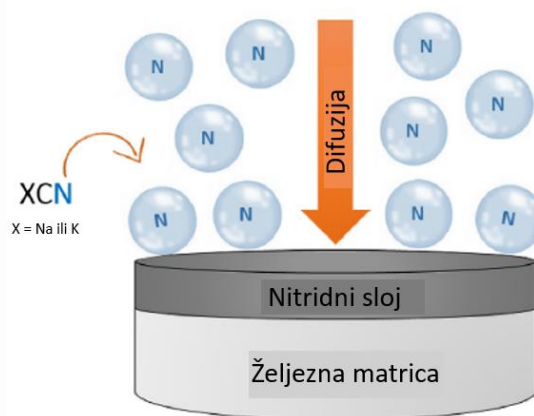
Tehnika nitriranja u solnoj kupki stekla je popularnost početkom 1950-ih, uglavnom zbog jednostavnosti procesa, brzine vremena obrade i zahtjeva za niska kapitalna ulaganja u usporedbi s drugim toplinskim obradama. Operativni troškovi znatno su niži u usporedbi s drugim metodama nitriranja čelika što ju čini isplativom metodom nitriranja čelika [6].

Prednosti korištenja opreme za nitriranje u solnoj kupki su:

1. relativno niski operativni troškovi
2. nisko održavanje, jednostavan rad, zahtijevana niža razina vještine
3. korištenje relativno malih peći, pri čemu zauzimaju manje prostora na podu
4. jednostavno pokretanje, jednostavno isključivanje, nešto brže vrijeme difuzijskog ciklusa.

Nema sumnje da tehnologija nitriranja u solnoj kupki ima svoje prednosti, ali nailazi na poteškoće zbog svoje toksičnosti. Soli koje se koriste za nitriranje sadrže potencijalno opasne cijanide. Stoga je primjena bila vrlo ograničena glavnim problemom povezanim s toksičnošću cijanidno-cijanatne soli. Ovaj tip nitriranja koriste soli koje sadrže visoke koncentracije dušika, ali i dio ugljika. Soli se u doticaju s toplinom otapaju i oslobađaju dušik koji dalje može

difundirati. Prilikom ubacivanja čelika u peć s otopljenom soli te prilikom porasta temperature čelika započinje proces difuzije [6,7].



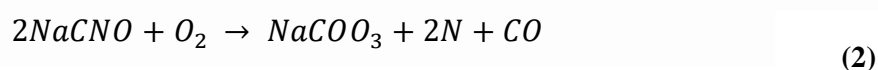
**Slika 5. Difuzija dušika u površinu materijala [6]**

Na slici 5 može se vidjeti proces nitriranja u solnoj kupki, gdje sol disocira, a dušik u nastajanju raspršuje se u matricu koja tvori tvrdi nitridni sloj.

Jednadžba disocijacije soli za nitriranje:

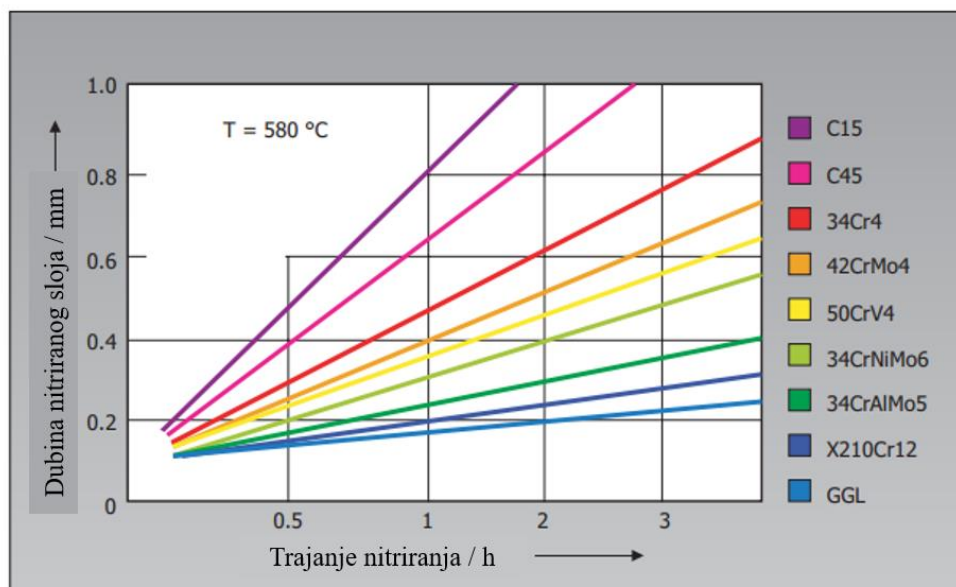


Novonastali natrijev cijanat naknadnom oksidacijom rezultira:



Ovaj proces temeljen je na topljivosti dušika (dobivenog u jednadžbi 2) u željeznoj matrici, također postoje i drugi ioni unutar solne kupke, ali dušik se zbog svoje stabilnosti bolje raspršuje unutar željezne matrice. Nitridni sloj dijeli se na dva dijela: zona spojeva (bijeli tvrdi sloj) i difuzijska zona. Povećanjem debljine zone spojeva, kemijska postojanost čelika bit će bolja. S druge strane, preveliki bijeli sloj može rezultirati jako krhkom površinskom modifikacijom. Dubina i tvrdoća difuzijske zone uvelike ovise o materijalu koji se nitrira. Većim udjelom legirnih elemenata dobiva se manja dubina penetracije dušika u materijal. S druge strane, kod materijala koji posjeduju veći udio legirnih elemenata dobiva se veća tvrdoća u zoni spojeva. Kod nelegiranih čelika, kristalna struktura difuzijske zone ovisi o brzini hlađenja nakon

nitiranja. Brzim hlađenjem u vodi, difundirani dušik ostaje unutar matrice. U slučaju sporijeg hlađenja ili naknadno izvedenog jednog od žarenja postoji mogućnost da dušik precipitira u igličasti željezni nitrid u vanjski dio difuzijske zone, samim time povećava se žilavost nitriranog dijela [6,8].



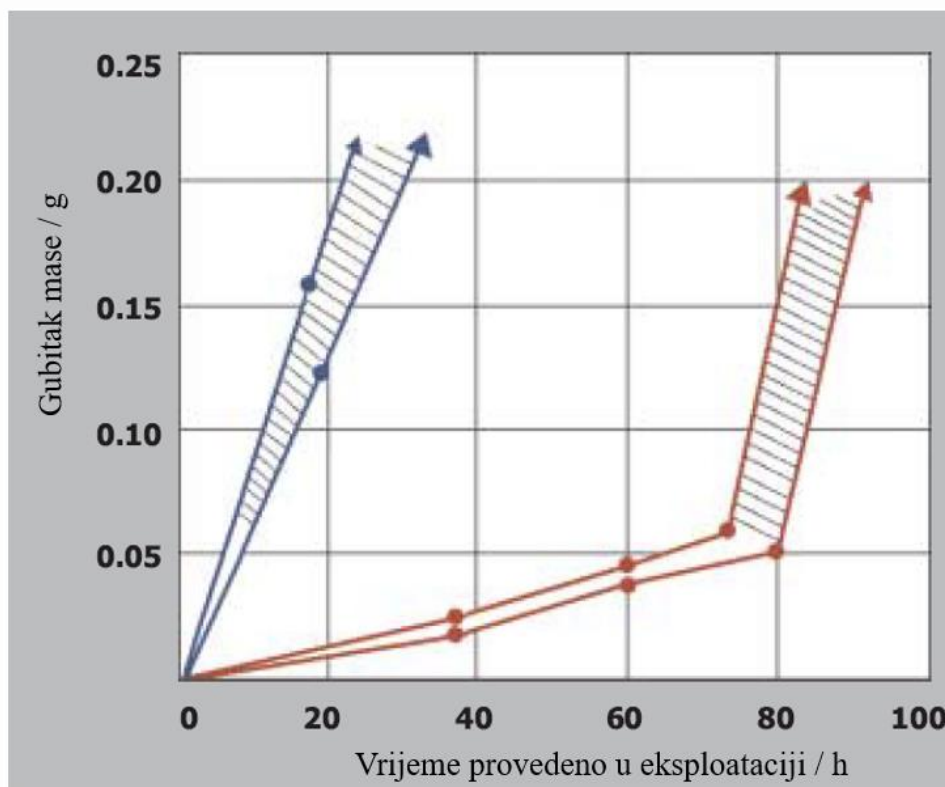
Slika 6. Ovisnost dubine nitiranja o vremenu nitiranja [8]

Tablica 2 pokazuje kako tvrdoća i čvrstoća nitriranog sloja ovise o stupnju legiranosti za različito trajanje nitiranja.

Tablica 2. Ovisnost tvrdoće i vlačne čvrstoće o udjelu legirnih elemenata [8]

Čelik	Čvrstoća		Tvrdoća		
	2 h	6h	HV1	HV10	HV30
C15	600	550	350	300	200
C45W3	750-850	700-800	450	350	250
20MnCr5	800-950	800-900	600	450	400
42CrMo4	900-1200	900-1100	650	500	450
50NiCr13	1200-1350	1100-1200	600	500	450
X20Cr12	1000-1200	100-1200	900	600	450
X210CrW12	1500-1800	1400-1650	800	600	500
X37CrMoW51	1700-1900	1600-1800	900	800	700
X30WCrV93	1500-1800	1500-1700	900	850	800

Samim porastom površinske tvrdoće raste i otpornost na trošenje. Na slici 7 možemo vidjeti usporedbu dva čelika istog kemijskog sastava, s time da je jedan nitriran. Primjećuje se kako se isti gubitak mase kod nitriranog čelika događa pri nekoliko puta dužem trajanju opterećenja.



Slika 7. Prikaz gubitka mase u eksploataciji [8].

Nitriranje u solnoj kupki naziva se još i cijanidiranje jer se izvodi u rastaljenoj solnoj kupki pomoću mješavine cijanida XCN, XCNO i X<sub>2</sub>CO<sub>2</sub> (gdje X predstavlja Na ili K). Nedostatak nitriranja u solnoj kupki korištenje je cijanidnih soli kao izvor dušika. Svaka tvar koja sadrži dušik i ugljik može osloboditi cijanid koji u slučaju udisanja sprječava da ljudsko tkivo upija kisik iz krvi, što može imati smrtne posljedice.

Kako bi se izbjegli mogući toksični reagensi u procesu nitriranja, pronađena je alternativa za cijanidne soli, a to je kalijev nitrat (KNO<sub>3</sub>). Kalijev nitrat dugi se niz godina koristi kao konzervans za hranu i u poljoprivredi. Izvor dušika u ovome je slučaju dušikov oksid (NO) i dušikov dioksid (NO<sub>2</sub>) koji nastaju razgradnjom kalijevog nitrata pri temperaturi iznad 500 °C. Tijekom ovog procesa nitriranja preporučuje se dodavanje klorida kako bi se ubrzao proces nitriranja i smanjila površinska oksidacija. Također, potiče se čišćenje površine metala razbijanjem oksidnog sloja ostavljajući prohodan put za difuziju dušika u željeznu matricu [6].

## 2.2. Nitriranje u plinu

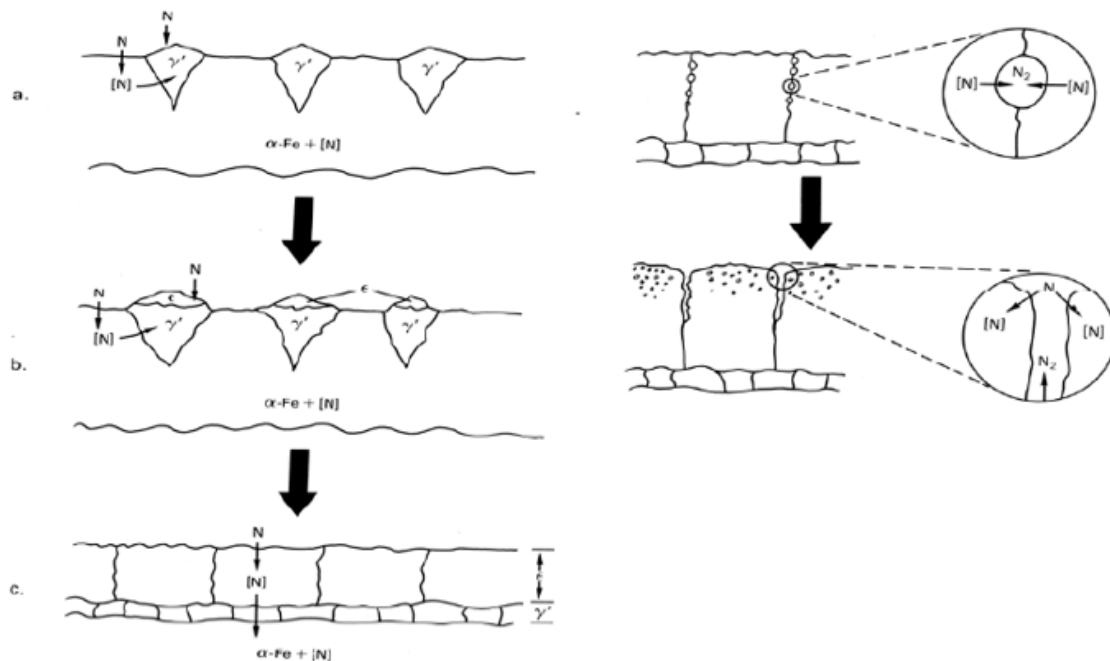
Plinoviti toplinsko-kemijski površinski tretmani kao nitriranje i nitrokarburiranje pripadaju najsvestranijim površinskim modifikacijskim procesima čelika i omogućuju povećanje otpornosti na umor, trošenje i atmosfersku koroziju. Površinski sloj koji se razvija tijekom tretmana može se podijeliti u zonu spojeva na površini i difuzijsku zonu ispod. Zona spojeva sastoji se od željeznih (ugljičnih)nitrida  $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N<sub>1-x</sub> i  $\epsilon$ -Fe<sub>2</sub>(N,C)<sub>1-z</sub>, dok se difuzijska zona sastoji od legirajućih elemenata (karbo)nitrida (npr. CrN i AlN) ili prezasićene intersticijske otopine dušika u metalnoj matrici. Zona spojeva osigurava otpornost na trošenje i osobito nakon naknadne oksidacije utječe na povećanje kemijske postojanosti na koroziju. Difuzijska zona odgovorna je za znatno poboljšanje otpornosti na umor, evociranjem kompozicijski induciranog tlačnog zaostalog naprezanja [4].

Nitriranje u plinu najjednostavniji je proces nitriranja u kojem se NH<sub>3</sub> uvodi kada se postiže temperatura nitriranja. NH<sub>3</sub> se disocira na dušik i vodik. Dušik se raspršuje u podlogu, a vodik ostaje u atmosferi peći [7].

Kemijska jednačba disocijacija amonijaka:

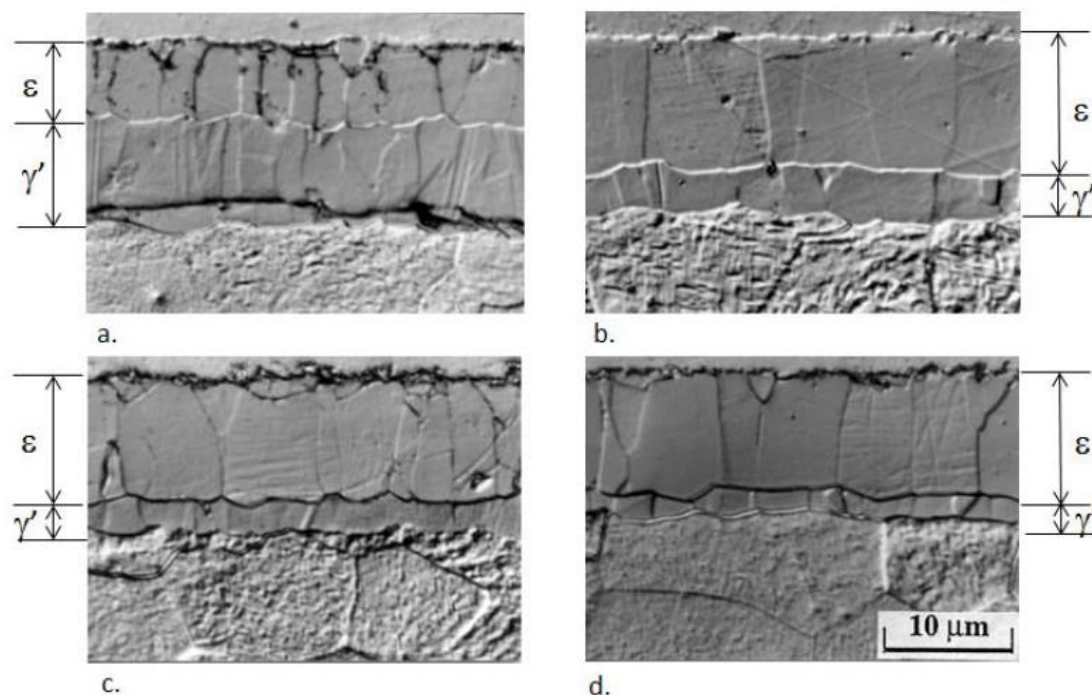


Razvoj zone spojeva tijekom nitriranja odvija se u nekoliko faza prikazanih na slici 8.



**Slika 8. Postupak nastajanja nitrida [4]**

Prva faza koja se odvija na površini čelika tijekom nitriranja u plinu stvaranje je  $\gamma'\text{-Fe}_4\text{N}_{1-x}$ . Vrijeme inkubacije nukleacije nitrida  $\gamma'$  ovisi o stvarnom sadržaju dušika na površini, što čini razliku između tokova atoma dušika koji stižu na površinu i tokova atoma koji napuštaju površinu. Tok pristiglih atoma dušika kontrolira se brzinom disocijacije amonijaka, a tokovi odlaska atoma dušika su oni koji se raspršuju u čvrsto stanje i desorbiraju kao  $\text{N}_2$ . Nakon nukleacije  $\gamma'$  nitrida,  $\epsilon$ -faza počinje s nukleacijom na površini. Nakon toga dolazi do srašćivanja dvofaznih jezgri i uspostavljanje  $\epsilon/\gamma'$ -bisloja koji raste pod utjecajem difuzije dušika kroz sloj. U ovoj fazi i slojevi  $\gamma'$  i  $\epsilon$  s vremenom parabolčno rastu [4].



Slika 9. Prikaz nitriranog sloja [4]

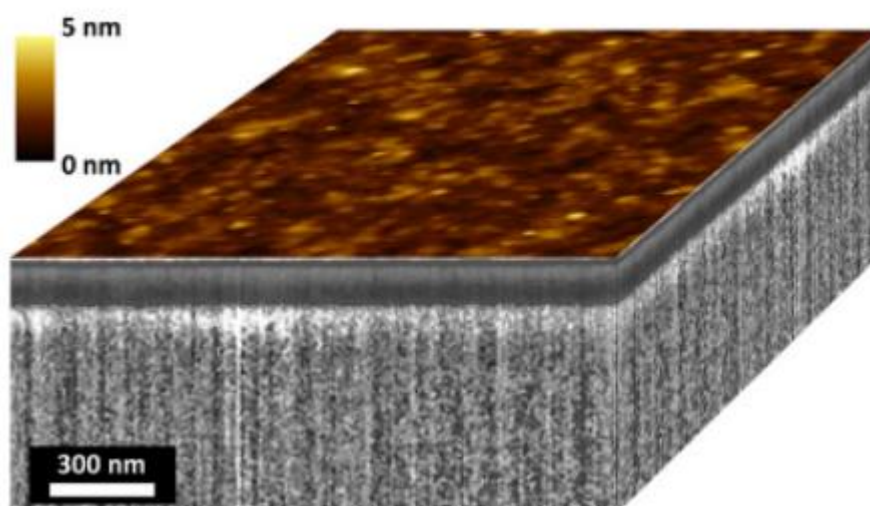
### 2.3. Nitriranje u plazmi

Nitriranje ili nitrokarburiranje u plazmi također je poznato kao ionitriranje. Nitriranje u plazmi uključuje selektivno dodavanje dušika, a u nekim slučajevima i ugljika u površinu željeznih materijala u vakuumskom okruženju uz pomoć niskoenergetskog okruženja plazme. Difuzija dušika i ugljika u ovom se slučaju odvija putem ionizirane smjese plinova koja se sastoji od dušika, vodika i aditivnog plina koji sadrži ugljik, kao što su metan ili ugljični dioksid. Osnovni mehanizam nitriranja u plazmi je stvaranje Fe-N precipitata kao rezultat reakcije između plazme i površine obrađivanog metala.

Sastav površinskih slojeva koji nastaju također se može mijenjati pomoću nastajanja posebnih nitrida, s više ili manje izraženom poroznom zonom. Znatan raspon mogućnosti kontrole za proces nitriranja na bazi plazme omogućuje rast zone spojeva koji treba optimizirati za određenu primjenu. Uobičajeno se dobiva kombinacija obje nitridne faze. Ovisno o parametrima kontrole procesa, mogu se dobiti gotovo jednofazni  $\gamma''$  (nitriranje plazme) ili slojevi  $\epsilon$  spoja (nitrokarburiranje plazme). Obje vrste zone spojeva karakterizira visoka

otpornost na trošenje. Kako se sadržaj dušika povećava postiže se povećanje tvrdoće, otpornost na koroziju i smanjuje se žilavost. Postupkom starenja materijala nakon postupka nitriranja povećava se otpornost na trošenje. Što je duže trajanje starenja, dobiva se veća otpornost na trošenje. Otpornost na trošenje ovisit će o vrsti i raspodjeli precipitata, npr. matrica s fino raspršenim  $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$  nitridima ima lošiju otpornost na trošenje u odnosu na  $\text{Fe}_4\text{N}$  nitride [2,7].

Nitriranje u plazmi često se koristi za stvaranje nitridne zone bez zone spojeva, tj. čisti difuzijski sloj. Metalna površina s malom ili nikakvom zonom spojeva pruža dobru podlogu za prijanjanje naknadnim postupcima prevlačenja kao što je postupak prevlačenja iz parne faze (PVD). Njihova tvrdoća pruža zaštitu od puknuća sloja tvrdog materijala s točkastim ili linearno raspoređenim opterećenjima. S izmjeničnim opterećenjima, zaostala tlačna naprezanja u površini dovode do značajnog poboljšanja otpornosti na umor površine, što dalje može biti poboljšano kombiniranjem s mehaničkim procesima kao što je površinsko valjanje [2].



Slika 10. Površinski sloj dobiven LA-PECVD [9]

Kako bi se poboljšala otpornost na koroziju, klizna svojstva ili estetika, nitrokarburirana površina može se naknadno oksidirati. To zahtijeva dovoljno gustu zonu spojeva, po mogućnosti, zonu spojeva koja se sastoji od gušće  $\epsilon$ -karbonitridne faze. Magnetit sloj ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ), debljine samo 1 do 2  $\mu\text{m}$  pruža izvanrednu zaštitu od korozije u spoju sa zonom spojeva.

Povećanjem temperature do određene vrijednosti plin koji se koristi prilikom nitriranja u plazmi prelazi u fazu plazme. Ovo stanje plazme definirano je kao četvrto fizičko agregatno stanje. Tehničke plazme za razliku od solarne plazme u pravilu nisu potpuno ionizirane. Plazma koja



nastaje kod nitriranja u plazmi električni je vodljiva mješavina slobodno pokretnih negativnih i pozitivnih nosača naboja (elektroni i ioni), električno neutralnih čestica (atomi i molekule) i fotona (čestice svjetlosti) koji kontinuirano ostvaruju interakciju jedni s drugima. Prirodni pozitivni ioni i elektroni u korištenoj plinskoj smjesi ubrzavaju se u električnom polju između anode i katode. Energetski sudari iona s neutralnim molekulama plina proizvode ionizacijom ione. Temperatura nabijenih čestica može biti višestruko veća od temperature plinske smjese, stoga ove plazme nemaju konstantnu temperaturu. Zbog gubitaka temperature u komori za nitriranje, energija se mora dodavati kontinuirano za održavanje stanja plazme. Kod tehničkih plazmi, to se postiže električnim poljima s konstantnim poljem ili poljem koje mijenja snagu, ovisno o frekvenciji i valnom obliku polja [2].

Proizvedene plazme mogu se podijeliti u:

1. DC plazme
2. pulsirajuće DC plazme
3. plazme visoke frekvencije
4. mikrovalne plazme.

Tipični parametri nitriranja u plazmi su:

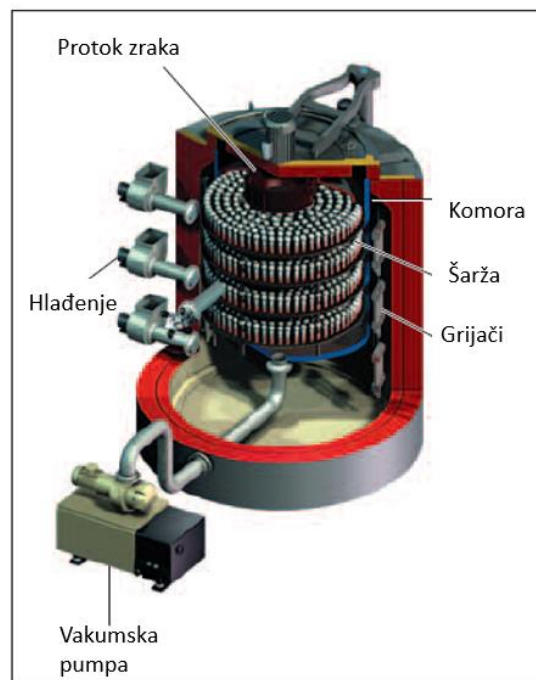
1. primarni plinovi koji se koriste u nitriranju (dušik, vodik)
2. primarni plinovi koji se koriste u nitrokarburizaciji (dušik, vodik, ugljični dioksid ili metan)
3. aditivni plin (argon)
4. temperatura: 350 do 600°C
5. tlak plina: 50 do 500 Pa
6. potrošnja plina: od 20 l/h (laboratorijska vaga) do 500 l/h (industrijsko postrojenje)
7. vrijeme liječenja: 0,5 do 60 sati
8. snaga plazme: 500 A pri 0 do 800 V [2].

Ekološki prihvatljivo nitriranje u plazmi nudi neke ključne prednosti u odnosu na tradicionalno nitriranje u solnoj kupki ili nitriranje u struji plina. Struktura nitriranog dijela, dubina gradijenta tvrdoće i homogenost proizvedenih površinskih slojeva može se selektivno kontrolirati na način koji je uglavnom neovisan jedan o drugome kroz: kontrolu pražnjenja (parametri: snaga, napon,

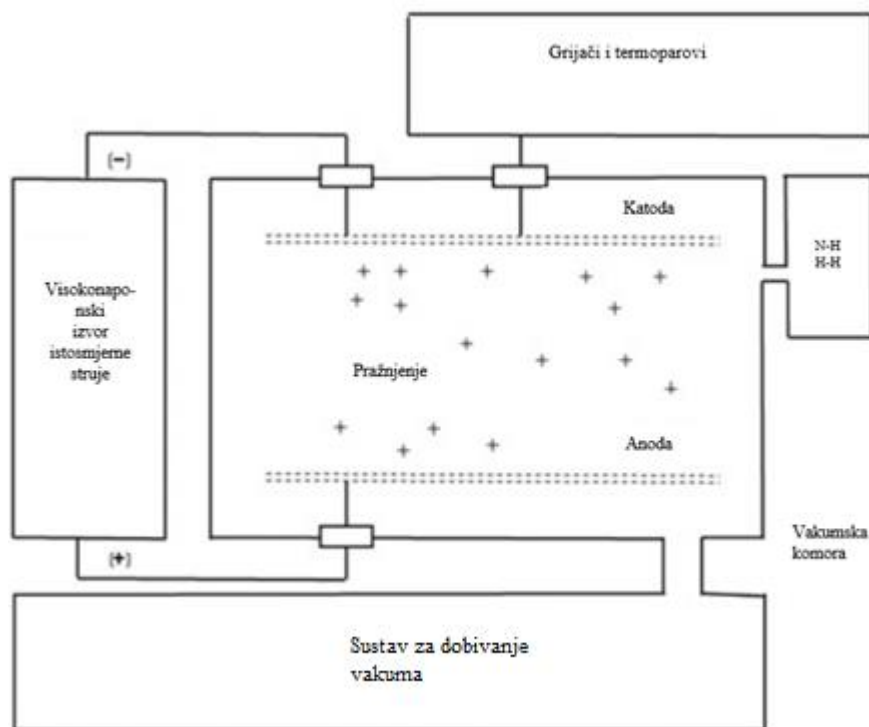
frekvencije), o plinu (sastav plina, tlak i brzina protoka) i parametri serije komponenti (temperatura, vrijeme, stopa hlađenja i grijanja).

U usporedbi s konvencionalnim procesom očvrnuća površine razlikuju se različiti postupci nitriranja u plazmi prema sljedećim proizvodnim karakteristikama:

- Visoka dimenzijska točnost.
- Malo povećanje hrapavosti površine.
- Nisko, predvidljivo povećanje obujma.
- Moguć je popravak zavarivanja.
- Jednostavna djelomična obrada [2].



**Slika 11. Prikaz nitriranja u plazmi [2]**

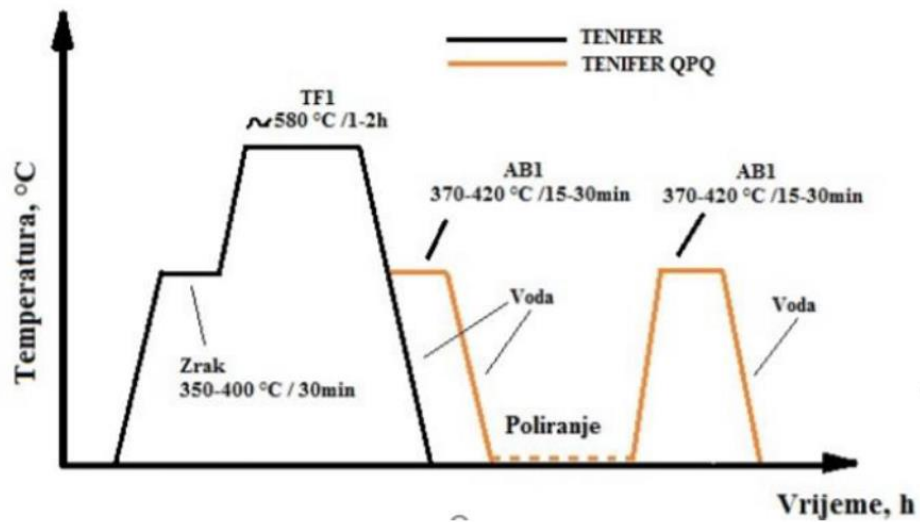


Slika 12. Shematski prikaz plazma nitriranja [7]

#### 2.4. QPQ postupak nitrokarburiranja

Modificirani postupak nitriranja pod nazivom QPQ (*quenching - polish quenching*) osmišljen je u cilju postizanja boljih mehaničkih svojstava nitriranja (primarno korozijske postojanosti). Ovaj dupleks postupak sastoji se od nitriranja (početni dio procesa je isti), nakon čega se hlađenje obratka vrši u drugoj kupki kojom se postiže oksidni sloj na površini. Kada obradak dosegne temperaturu od 370 do 420 °C vadi se iz kupke i dalje hladi u vodi, a važan korak je ispiranje obradaka u toploj vodi nakon što dosegnu sobnu temperaturu kako bi se uklonili mogući ostatci soli. Samo trajanje hlađenja može biti u rasponu od 15 do 30 minuta. Nakon prvog hlađenja na površini obratka stvara se  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  (magnetit) i poprima tamnosivu boju. Sljedeći je korak poliranje obratka finim brusnim papirom, a posebna pažnja mora se obratiti na skidanje poroznog površinskog sloja (do 3  $\mu\text{m}$ ), kako se ne bi poremetila postojanost zone spojeva. Nakon poliranja, obradak se ponovo uranja u oksidacijsku kupku AB1 na temperaturu od 370 do 420 °C prvenstveno s ciljem postizanja kemijske postojanosti materijala, a u krajnosti i jednoličan te dekorativan izgled. Postupak uranjanja u kupku može se ponavljati više puta

kako bi se povećala otpornost na koroziju i smanjila mogućnost pucanja, odnosno, povećala dimenzijska stabilnost obratka [10]

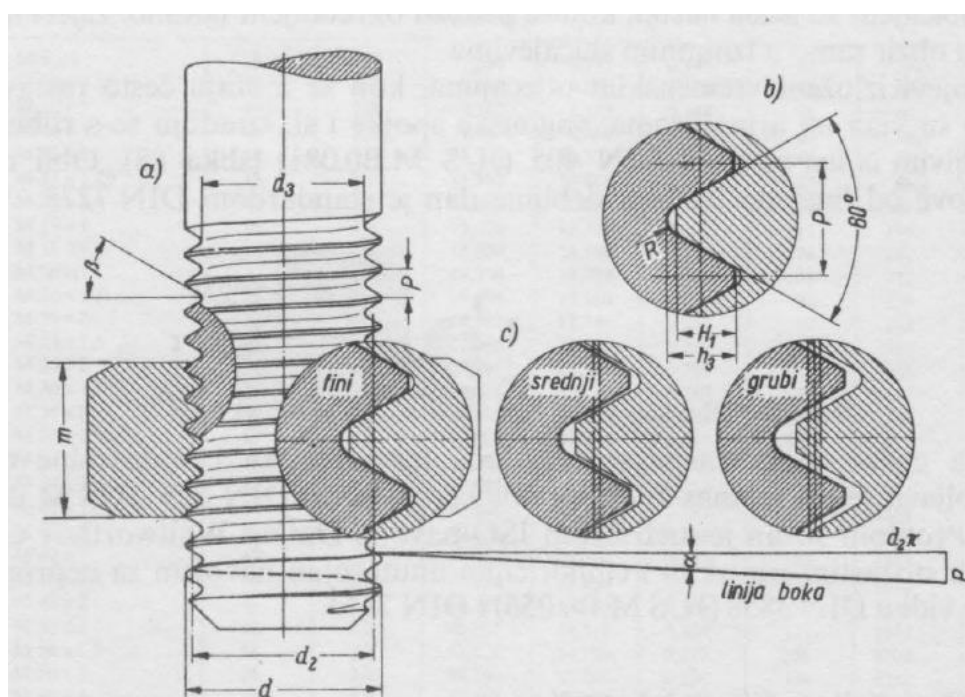


Slika 13. Shematski prikaz nitiranja u solnoj kupki te naknadne oksidacije (QPQ) [10]

### 3. NAVOJI

Vijci sadrže navoj, a njihov profil ovija se oko cilindrične jezgre promjera  $d_3$  s usponom  $P$ . Trokut s kutom uspona  $\alpha$  tvori razvijenu plohu jednog navoja na promjeru navoja  $d_2$ . Pri uzajamnoj interakciji vijka s maticom, odnosi klizanja i trenja jednaki su onima poput kosine pod kutom  $\alpha$  te je kosina još i nagnuta za bočni kut u vertikalnoj ravnini [11].

#### 3.1. Metrijski navoj

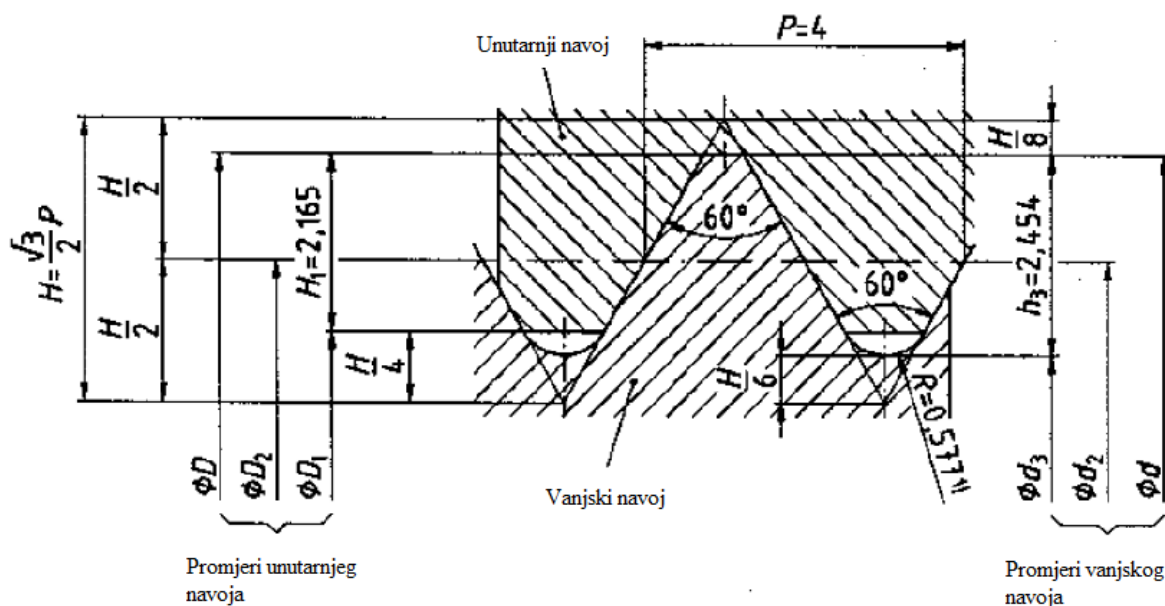


Slika 14. Prikaz vrsta metrijskog navoja [11]

Šiljastim navojima u običnom govoru nazivaju se klasični navoji pričvrstnih vijaka koji imaju profil u obliku trokuta, a čiji je kut profila  $2\beta = 60^\circ$ . Kod metričkog navoja u jednom od redova metričkog sustava stupnjevani su vanjski promjeri  $d$ . Danas poznajemo fini, normalni i grubi metrijski navoj što možemo vidjeti na slici 14 [11].

- Fini f – navoji velike točnosti, ako se traži mala zračnost (dosjed  $5H/4h$  navoj matice/navoj vijka).
- Srednji m – opća uporaba (dosjed  $6H/6g$ ).
- Grubi g – nepostojanje nikakvih zahtjeva za točnošću (dosjed  $7H/8e$ ).

Finu navoj posjeduje manju dubinu navoja, a uz to dolazi i smanjeni uspon  $P$ . Kao najčešću primjenu fini navoji imaju za fina podešavanja te kao navoji na cijevima s tankom stijenkom [11].



Slika 15. Dimenzije metrijskog navoja [12]

Gdje je:

$d$	mm	vanjski nazivni promjer
$d_2$	mm	srednji promjer
$d_3$	mm	promjer jezgre
$P$	mm	korak (uspon)
$H_1$	mm	nosiva dubina navoja
$h_3$	mm	dubina navoja

## 4. EKSPERIMENTALNI DIO

U eksperimentalnom dijelu rada provedena je metalografska analiza, ispitivanje tvrdoće i određivanje kemijskog sastava nitrokarburiranog sloja vijaka s metričkim profilom navoja različitih promjera. Vijci su izrađeni od austenitnog čelika AISI 304 čiji se kemijski sastav može vidjeti u tablici 3. Ovaj čelik također je poznat pod imenom X5CrNi18-10. Kemijski sastav vijka ispitan je XRF metodom, odnosno rendgenskom fluorescentnom spektrometrijom. Analiza je rađena pomoću uređaja XRF Olympus koji je prikazan na slici 16. XRF metoda temelji se na uzbuđivanju atoma obrađivanog uzorka pomoću rendgenskog zračenja što rezultira emitiranjem fluorescentnih zraka iz uzorka. Takvo emitirano zračenje različitim valnim duljinama odgovara točno određenim kemijskim elementima. Očitavanje kemijskog sastava ovom metodom relativno je brzo i jednostavno, a kao jedan od glavnih nedostataka je nemogućnost očitavanja kemijskih elemenata kao što su ugljik i dušik.

**Tablica 3. Kemijski sastav osnovnog materijala [13]**

Kemijski element	Udio / %
Krom	18-20
Nikal	8-10,5
Mangan	2,00
Fosfor	0,045
Sumpor	0,030
Silicij	0,75
Dušik	0,10
Željezo	Ostatak



**Slika 16.** Uređaj za određivanje kemijskog sastava marke „XRF Olympus“

Kemijski sastav promatranog uzorka prikazan je u tablici 4. Također, u tablici nije moguće pronaći dušik i ugljik jer sam uređaj nema tu mogućnost zbog njihove relativno male atomske mase.

**Tablica 4.** Kemijski sastav uzorka

Kemijski element	Količina / %
Si	$3,71 \pm 0,10$
S	$1,34 \pm 0,02$
Cr	$16,98 \pm 0,18$
Mn	$1,43 \pm 0,10$
Fe	$66,17 \pm 0,41$
Ni	$6,34 \pm 0,15$
Cu	$1,12 \pm 1,12$
Zn	$2,59 \pm 0,07$
Zr	$0,132 \pm 0,009$
Mo	$0,11 \pm 0,01$
Pb	$0,07 \pm 0,02$



Mehanička svojstva korištenog čelika dana su u tablici 5.

**Tablica 5. Mehanička svojstva osnovnog materijala [14]**

Svojstvo	Iznos
Tvrdoća / HV	129
Vlačna čvrstoća / MPa	505
Granica razvlačenja / MPa	215
Žilavost pri 21°C / J	150

Kao konačni cilj eksperimentalnog dijela rada bilo je potrebno prikazati izgled nitrokarburiranog spoja koji prati konture navoja, pomoću metalografskog prikaza pokazati različite debljine nitrokarburiranih slojeva za različita trajanja nitrokarburiranja za različite navoje. Posebno je pokušano ispitati pojedini vijak pri kojoj sili dolazi do pucanja navoja no zbog improviziranog pokušaja ispitivanja nije dobivena sljedivost rezultata.

#### 4.1. Nitrokarburiranje u solnoj kupki

Nitrokarburirana su po 3 uzorka za navoj M3, M4 i M5. Svaki vijak podvrgnut je različitom trajanju nitrokarburiranja od 2, 4 i 6 sati. Prije samog procesa nitrokarburiranja poželjno je provesti predgrijavanje na temperaturi 380 °C u trajanju od 60 minuta. Predgrijavanje u ovome radu nije izvedeno zbog relativno malih dimenzija obradaka. „TENIFER” postupak nitriranja u solnoj kupki proveden je na Fakultetu strojarstva i brodogradnje u Zagrebu, na Katedri za toplinsku obradu. Za izvođenje postupka nitriranja korištena je jamska peć „DURFERRIT-DEGUSSA GmbH“ (slika 17).



**Slika 17. Solna kupka korištena za nitrokarburiranje „DURFERRIT-DEGUSCA GmbH“**

Korišteni parametri za nitiranje dani su u tablici 6.

**Tablica 6. Parametri nitrokarburiranja**

Temperatura / °C	580
Trajanje / h	2, 4, 6

## 4.2. Priprema uzoraka

Nakon provedenog postupka nitrokarburiranja vijaka provedeno je uzdužno rezanje vijaka za metalografska ispitivanja. Kako je riječ nehrđajućem čeliku, posebnu pozornost nužno je obratiti na pripremu samog uzorka. Odabir polimerne mase u koju se zalijeva uzorak od izuzetne je važnosti jer je nužno da zbog provedenog elektrokemijskog nagrizanja uzorak bude vodljiv. Prvo su svi uzorci grubo pobrušeni paralelno uz os vijka, kako bi se mogla vidjeti

debljina nitrokarburiranog sloja na svjetlosnom mikroskopu. Nakon toga se uzorci zalijevaju u vodljivu polimernu masu te se dobije izgled kao na slici 18.



**Slika 18. Uzorak zaliven u vodljivu polimernu masu**

Nakon zalijevanja uzoraka u polimernu masu izvodi se elektrokemijsko nagrivanje u 10%tnoj oksidnoj kiselini. Ovisno o stanju kiseline, napon može dostizati vrijednosti do 12 V, a vrijeme nagrivanja do 180 s. Vrijeme držanja i podešeni napon za konkretni uzorak dani su u tablici 7.

**Tablica 7. Parametri nagrivanja uzoraka u oksidnoj kiselini**

Napon / V	Vrijeme držanja / s
8	30

Također, sam izgled postupka može se vidjeti na slici 19 gdje se uzorak steže između čeljusti, a nakon toga uranja u kiselinu i drži pod određenim naponom u određenom vremenskom intervalu.



Slika 19. Uzorak stegnut u čeljusti prije nagrizanja



Slika 20. Oprema za elektrokemijsko nagrizanje

Nakon nagrivanja uzorka u kiselini, potrebno je prekinuti nagrivanje i vrućom vodom isprati uzorak kako bi se reakcija nagrivanja zaustavila. Po završetku ispiranja uzorak se smatra nagrivenim. Stanje nagrivena površina gleda se na svjetlosnom mikroskopu i u slučaju nedovoljno nagrivena površina, uzorak je moguće vratiti na ponovno nagrivanje te ponoviti postupak čišćenja vrućom vodom.

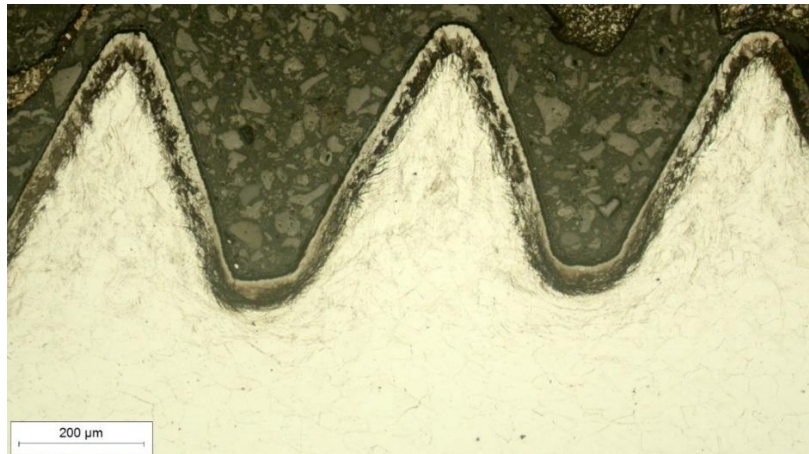
### 4.3. Izgled površine pod svjetlosnim mikroskopom

Izgled površine, odnosno mikrostruktura provjeravana je pomoću svjetlosnog mikroskopa marke „Olympus GX51F-5“ (slika 21) pri različitim povećanjima od 100, 200 i 500 puta.

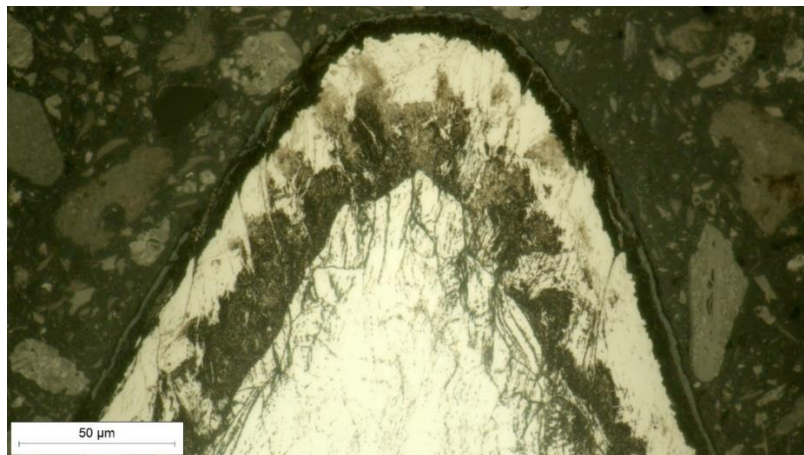


Slika 21. Svjetlosni mikroskop „Olympus GX51F-5“

#### 4.3.1. Izgled površine pod svjetlosnim mikroskopom M3 navoja



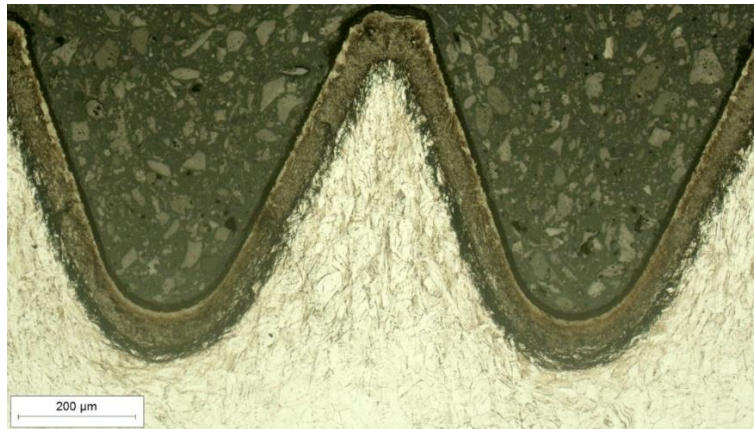
Slika 22. Navoj M3, nitrokarburirano 2h, povećanje 100x



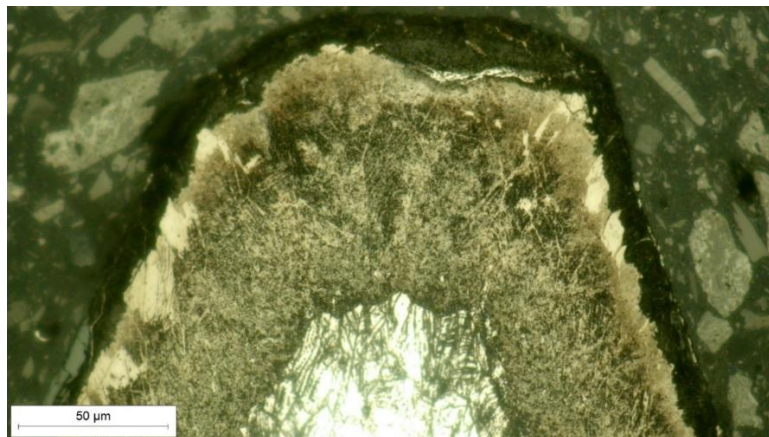
Slika 23. Vrh navoja M3, nitrokarburirano 2h, povećanje 500x

Na slici 22 pri povećanju od 100 puta može se vidjeti tanji nitrirani sloj koji prati konture metrijskog navoja. Tamniji dio uz rub vijka predstavlja nitrirani sloj. Na slici 23, pri povećanju od 500 puta поближе se može vidjeti izgled nitriranog sloja.

#### 4.3.2. Izgled površine pod svjetlosnim mikroskopom M4 navoja



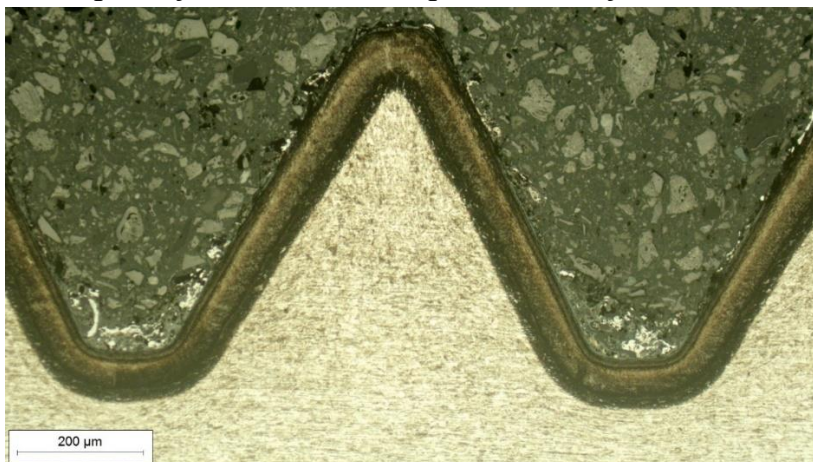
**Slika 24.** Navoj M4, nitrokarburirano 4h, povećanje 100x



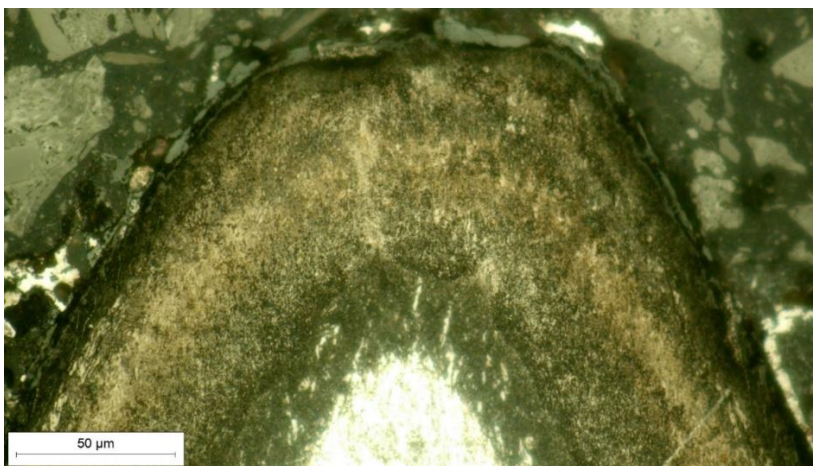
**Slika 25.** Vrh navoja M4, nitrokarburirano 4h, povećanje 500x

Dužim trajanjem nitriranja dolazi do povećanja nitridnog sloja, odnosno povećanja difuzijske zone i zone spojeva. Na slici 25 može se primijetiti znatnije povećanje nitriranog sloja u odnosu na uzorke nitrokarburirane 2 sata.

### 4.3.3. Izgled površine pod svjetlosnim mikroskopom M5 navoja



Slika 26. Navoj M5, nitrokarburirano 6h, povećanje 100x



Slika 27. Vrh navoja M5, nitrokarburirano 6h, povećanje 500x

Kod najduljeg trajanja nitrokarburiranja može se primijetiti najdeblji nitrirani sloj. Na slici 27 može se vidjeti značajnije povećanje debljine nitriranog sloja pri samom vrhu navoja.

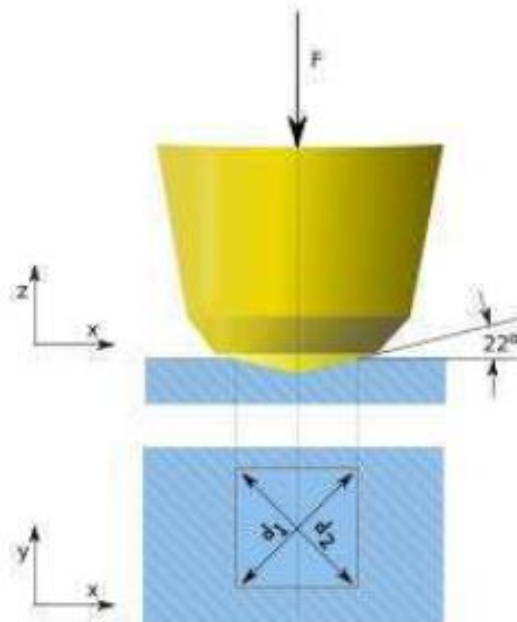
## 4.4. Ispitivanje tvrdoće Vickers metodom

Povijesno gledano Vickers metoda nastaje poslije ostalih metoda. Put prema nastajanju ove metode proizlazi iz uklanjanja nedostataka koji se mogu pronaći kod Brinellove metode ispitivanja tvrdoće. Primarni nedostaci Brinellove metode su ograničena mjerna područja te međuovisnost tvrdoće i sile utiskivanja kuglice. Vickersovom metodom prvi nedostatak



odstranjen je uporabom dijamenta danas poznatog kao najtvrđeg materijala, a drugi nedostatak riješen je geometrijom dijamantnog penetratora u obliku četverostrane piramide pri čemu vršni kut piramide, odnosno, kut između nasuprotnih stranica piramide iznosi  $136^\circ$  [15].

Vrijeme utiskivanja penetratora iznosi od 10 do 15 s, ali za određene materijale trajanju može biti i duže.



Slika 28. Postupak ispitivanja Vickers metodom [16]

Tvrdoća po Vickersu je bezdimenzijska veličina, a uz vrijednosti tvrdoće navodi se sila opterećivanja, npr. 500 HV10, što znači da je izmjerena tvrdoća iznosila 500 HV i da je dobivena penetracijom indentora silom od  $10 \cdot 9,81$  N u trajanju od 10 do 15 s [15].

Matematički izraz za proračun vrijednosti tvrdoće po Vickersu dan je jednadžbom:

$$HV = 0,102 \frac{2F \sin \frac{136^\circ}{2}}{d^2} \approx 0,1897 \frac{F}{d^2}$$

(3)

Gdje je:

- $HV$  tvrdoća dobivena metodom Vickers  
 $F$  N sila utiskivanja  
 $d$  mm duljina srednje vrijednosti dijagonala [15]

U ovome radu mjerenje tvrdoće korišteno je mjerenje HV 0,2, što znači da je sila pritiska bila  $0,2 \cdot 9,81$  N.

#### 4.4.1. Vrijednosti dobivene tvrdoće za pojedini navoj i trajanje nitrokarburiranja

**Tablica 8. Iznosi tvrdoće za uzorak nitrokarburiran 2 h**

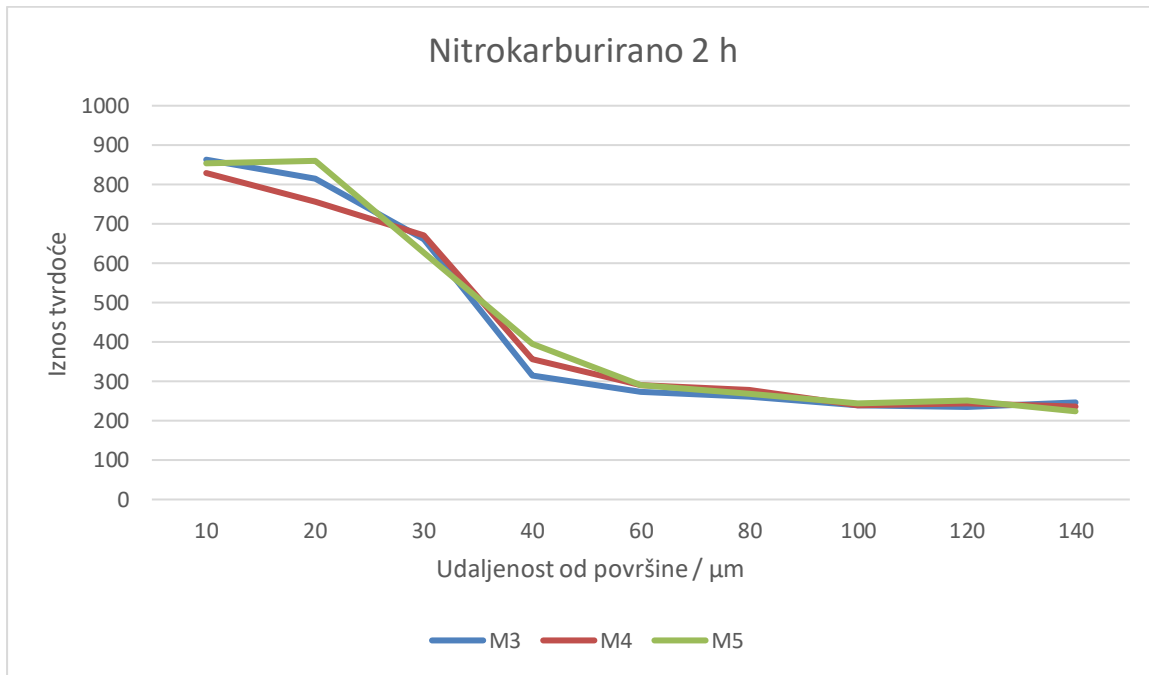
	Udaljenost od površine / $\mu\text{m}$	10	20	30	40	60	80	100	120	140
<b>Navoj</b>		Tvrdoća								
<b>M3</b>		863	815	661	315	274	260	240	235	247
<b>M4</b>		829	755	672	357	290	277	240	245	236
<b>M5</b>		853	860	628	396	291	269	244	251	224

**Tablica 9. Iznosi tvrdoće za uzorak nitrokarburiran 4 h**

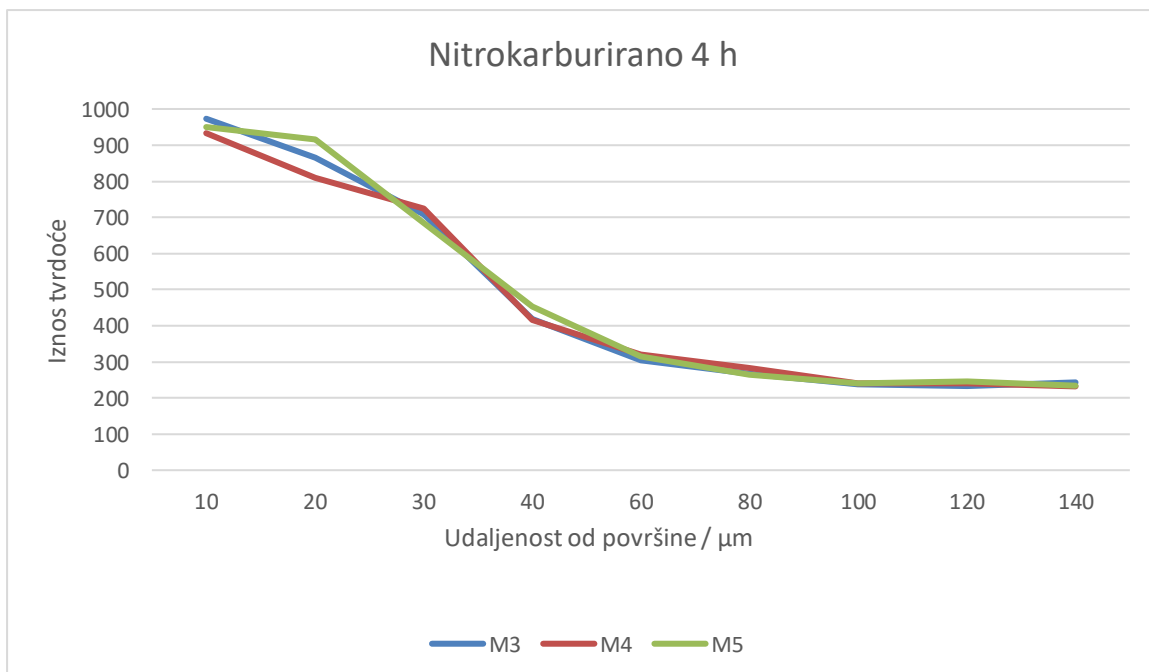
	Udaljenost od površine / $\mu\text{m}$	10	20	30	40	60	80	100	120	140
<b>Navoj</b>		Tvrdoća								
<b>M3</b>		973	866	708	418	305	268	239	233	244
<b>M4</b>		933	808	723	415	320	283	240	241	232
<b>M5</b>		950	915	684	454	316	264	240	247	234

**Tablica 10. Iznosi tvrdoće za uzorak nitrokarburiran 6 h**

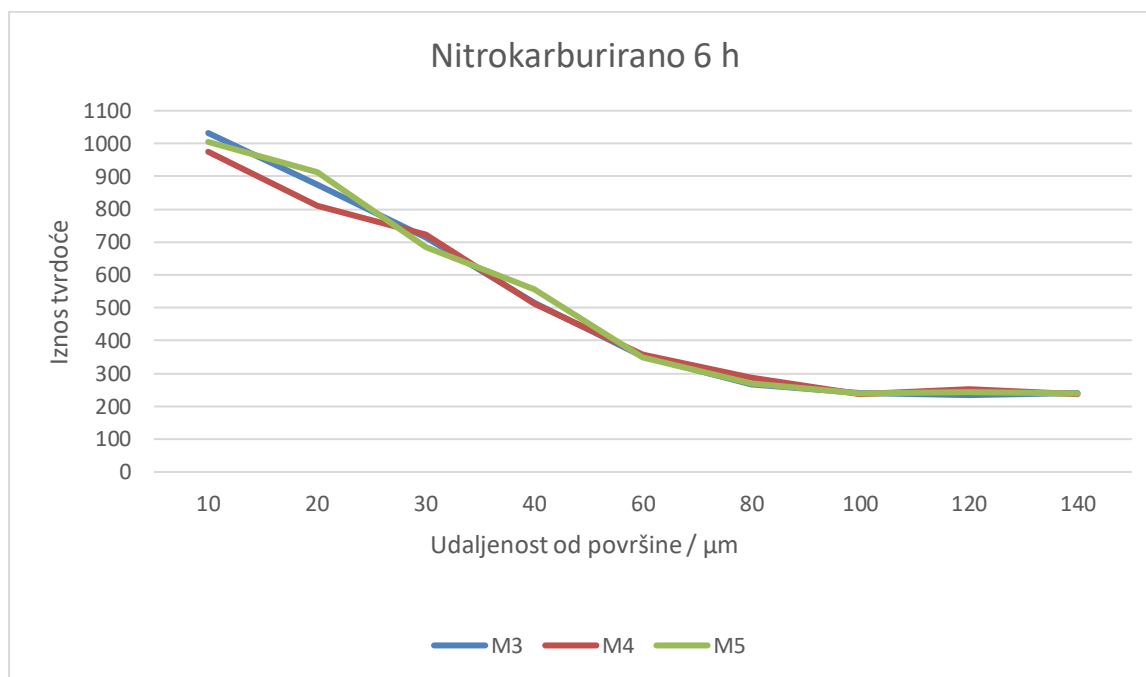
	Udaljenost od površine / $\mu\text{m}$	10	20	30	40	60	80	100	120	140
<b>Navoj</b>		Tvrdoća								
<b>M3</b>		1032	875	714	516	351	267	241	234	241
<b>M4</b>		975	811	724	511	357	288	237	251	237
<b>M5</b>		1005	912	684	555	348	271	239	244	239



**Slika 29.** Prikaz ovisnosti tvrdoće o udaljenosti od površine za nitrokarburiranih uzoraka u trajanju od 2 h



**Slika 30.** Prikaz ovisnosti tvrdoće o udaljenosti od površine za nitrokarburiranih uzoraka u trajanju od 4 h



**Slika 31. Prikaz ovisnosti tvrdoće o udaljenosti od površine za nitrokarburiranih uzoraka u trajanju od 6 h**

U tablicama 8, 9 i 10 možemo vidjeti iznose tvrdoće za pojedine navoje u udaljenosti od površine. Tvrdoća je mjerena na udaljenostima od 10, 20, 30, 40, 60, 80, 100, 120 i 140  $\mu\text{m}$  od nitrirane površine. Može se primijetiti trend opadanja tvrdoće s povećanjem udaljenosti od površine te se također mogu primijetiti povećani iznosi tvrdoće na površini pri dužem trajanju procesa nitrokarburiranja.

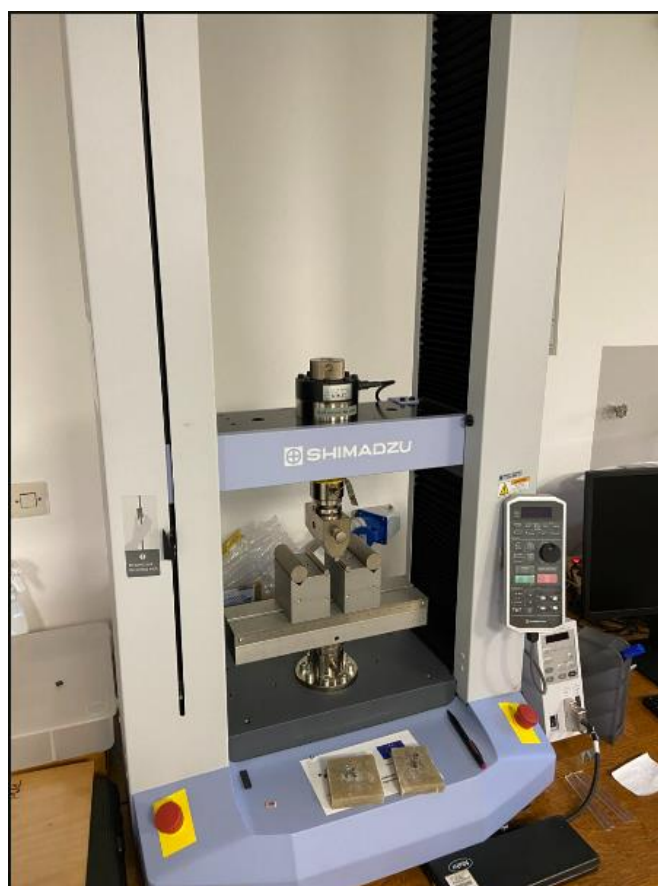
Po definiciji, efektivna dubina nitriranja je ona okomita udaljenost od površine gdje dobivamo tvrdoću za 50 HV veću od tvrdoće osnovnog materijala. Prosječna vrijednost tvrdoće iznosi 237 HV. Na osnovu dijagrama na slikama 29, 30 i 30 dobiva se efektivna dubine nitriranja za različita trajanja nitriranja mogu se vidjeti u tablici 11.

**Tablica 11. Efektivna dubina nitriranja za pojedino trajanje navoja**

Trajanje nitriranja / h	Efektivna dubina nitriranja / $\mu\text{m}$
2	$\approx 60$
4	$\approx 65$
6	$\approx 70$

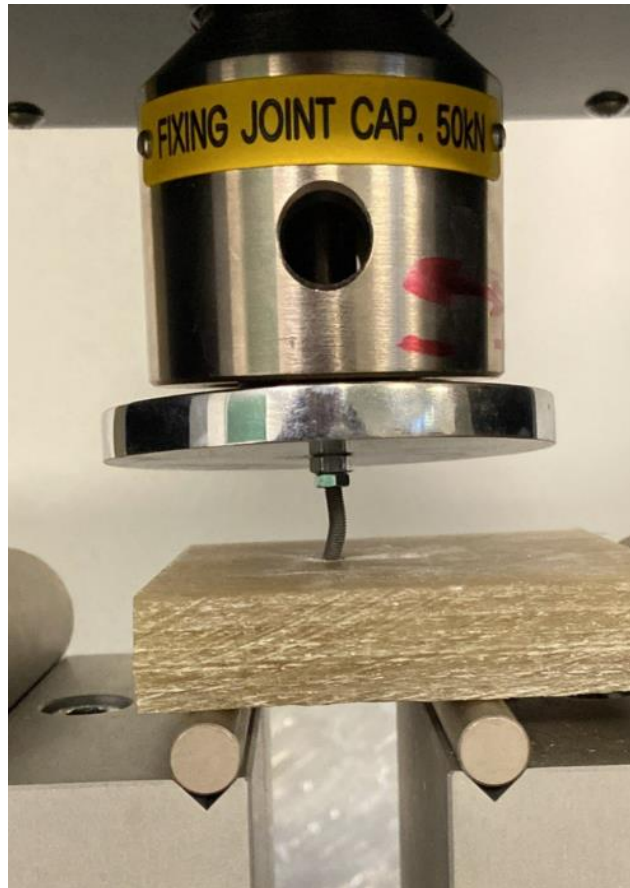
#### 4.5. Određivanje sile pucanja navoja

Kao jedna od tema ovoga rada bila je i određivanje sile pri kojoj dolazi do pucanja navoja. Pokus je vršen pomoću kidalice marke „SHIMADZU“ koja se nalazi u Laboratoriju za polimere i kompozite, a prikazana je na slici 32.



Slika 32. "SHIMADZU kidalica"

Kako danas ne postoji norma za ispitivanje sile pucanja navoja, korištena je improvizirana metoda. Ispitivanje je provedeno tlačnom silom koja ja prenošena na navoje uz pomoć jedne matice odgovarajućeg promjera te jedne ili više njih većeg promjera kako bi se izbjeglo izvijanje vijaka što se može vidjeti na slici 33.

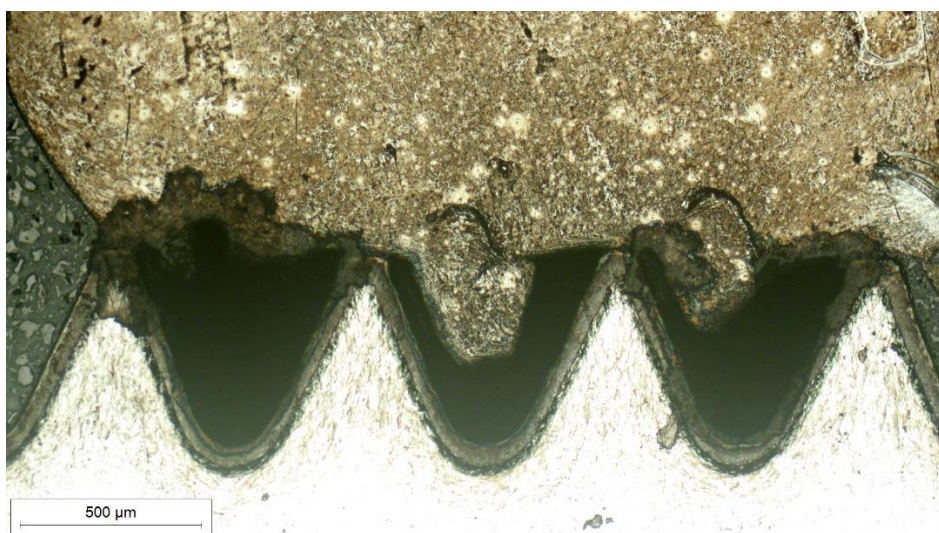


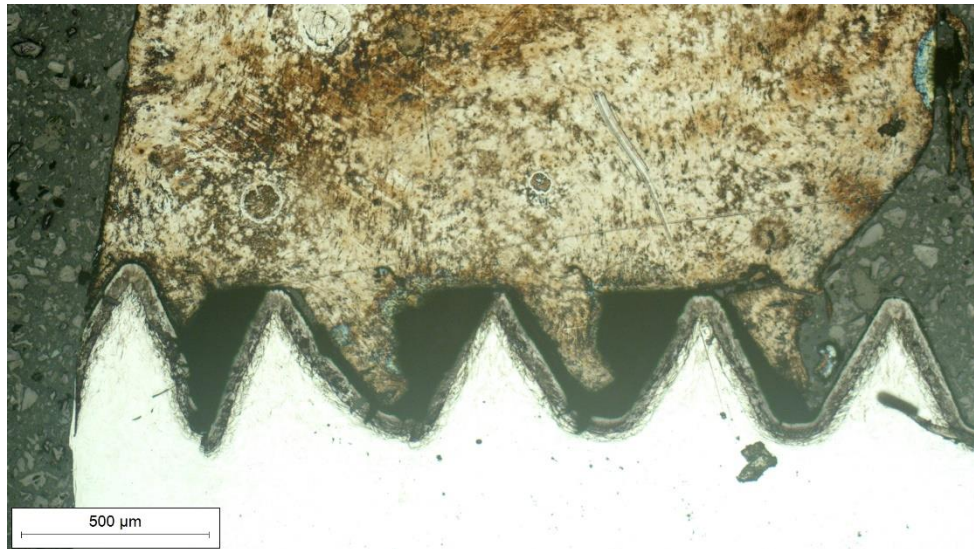
**Slika 33. Izvijanje pri postupku određivanja sile pucanja**

S ciljem sprječavanja izvijanja, postavljano je više matica većeg promjera kako bi se osigurala kontaktna sila bliže glavi vijka, ali bez značajnijih rezultata. Za duže trajanje nitrokarburiranja dobiven je tvrdi i deblji sloj na površini koji očekivano treba biti krhkiji u odnosu na maticu također izrađenu od austenitnog čelika. U tablici 12 mogu se vidjeti dobiveni iznosi sile za pojedini promjer i trajanje nitrokarburiranja.

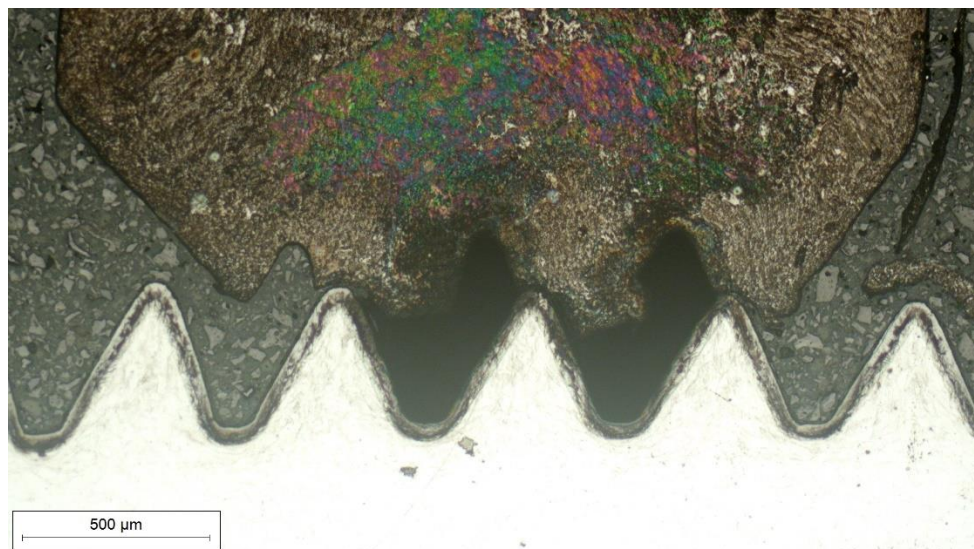
**Tablica 12. Dobivene sile pucanja navoja**

Ime uzorka	Maksimalna sila / N
M3 2h	3177
M3 2h	3327
M4 2h	6218
M5 2h	7153
M5 2h	9120
M3 4h	3723
M3 4h	4453
M4 4h	7590
M4 4h	6966
M5 4h	8503
M5 4h	10052
M4 6h	6500
M4 6h	5682
M5 6h	1288
M5 6h	8280

**Slika 34. Prikaz puknuća navoja matice M4, nitrokarburirano 4h**



**Slika 35. Prikaz puknuća navoja matice M3, nitrokarburirano 4h**



**Slika 36. Prikaz puknuća navoja matice M3, nitrokarburirano 2h**

Na slikama 34, 35 i 36 mogu se vidjeti različita puknuća i deformacije navoja matice. Konkretno, na slici 34 može se vidjeti puknuće navoja M4 i trajanju nitriranja vijka od 4 h. Također, na istoj slici može se vidjeti kako fali jedan cijeli navoj. S manjim trajanjem nitrokarburiranja može se vidjeti kako ne dolazi do čistog pucanja, nego više do plastične deformacije navoja matice.



## 5. ZAKLJUČAK

Od vijaka se danas traži izuzetno dobra žilavost, korozijska postojanost, otpornost na različita udarna opterećenja te što duži vijek trajanja uz što manje trošenje. Cilj ovoga rada bilo je odrediti silu pri kojoj bi došlo do pucanja različitih navoja. Za različita vremena trajanja nitriranja dobivena je različita površinska tvrdoća, a samim time pri većim trajanjima dolazi do povećanja debljine zone spojeve i difuzijske zone, tj. veće dubine nitriranog sloja u navoje. Kako nitrirani sloj posjeduje izuzetno veliku tvrdoću, značajno veću od osnovnog austenitnog čelika, očekivano da će kod manjih navoja (M3, M4, M5) doći do pronitriranja (dobivanje nitriranog sloja po cijelom volumenu navoja). Dobivanje sile pucanja navoja rađeno je improviziranom metodom gdje je korišteno više većih matica te jedna odgovarajuća kako bi se spriječilo izvijanje pri tlačnom opterećenju. Pri pokušaju ispitivanja na kidalici za manje navoje dobivene su manje sile potrebne za pucanje navoja. Povećanjem promjera i trajanja nitriranja dobivene su povećane sile za potrebe trganja navoja što je u opreci s gore navedenom teorijom. Također, očekivano je pucanje nitriranog navoja, dok je u stvarnosti došlo do pucanja navoja u matici pomoću koje je provedeno ispitivanje, što je potkrijepljeno slikama u eksperimentalnom dijelu rada. U sklopu eksperimentalnog rada također je određen kemijski sastav no zbog nemogućnosti uređaja za očitavanje postotka ugljika i dušika nisu dobivene konkretne vrijednosti za postupak nitrokarburiranja. Za poboljšavanje otpornosti na trošenje i koroziju veoma često se primjenjuje postupak nitriranja/nitrokarburiranja čime se utječe na druga mehanička svojstva vijeka (žilavost i udarni rad loma). Kako na dubinu nitrokarburiranog sloja utječe trajanje postupka, za navoje M4 i manje potrebno je pripaziti prilikom definiranja trajanja nitrokarburiranja kako ne bi došlo do pronitriranja, to jest, trajanje nitrokarburiranja za navoje M3 ili manje preporučuje se kraće od 6 sati.

## LITERATURA

- [1] Stupnišek, M., Matijević, B. Pregled postupaka modificiranja i prevlačenja površina. Zagreb: Fakultet strojarstva i brodogradnje; 2000.
- [2] Brinke, T., Crummenauer, J., Hans, R., Oppel, W. Plasma-assisted surface treatment Nitriding, nitrocarburizing and oxidation of steel, cast iron and sintered materials. Munich: Moderne Industrie; 2006.
- [3] Kovačić S. Utjecaj nitriranja i prevlačenja na svojstva alatnih čelika za topli rad [doktorski rad] Zagreb: Fakultet strojarstva i brodogradnje; 2015.
- [4] Somers MAJ. Nitriding and Nitrocarburizing: Current Status and Future Challenges. Paper presented at Heat Treat & Surface Engineering Conference & Expo 2013, Chennai; 2013.
- [5] Holmberg K, Matthews A. Coatings Tribology: Properties, Mechanisms, Techniques and Applications in Surface Engineering. 2nd ed. Amsterdam; Oxford: Elsevier; 2009.
- [6] Bonow VT, Maciel DS, Ledur Fenner N, Reguly A, Zimmer A, Zimmer CG. Nitriding in non-toxic salts bath: An approach to implement cleaner production in the metallurgic industry. *Cleaner Engineering and Technology*. 2021;4(3):1-7. <https://doi.org/10.1016/j.clet.2021.100169>
- [7] Roy M, editor. Surface Engineering for Enhanced Performance against Wear. Wien: Springer; 2013.
- [8] Dr. Joachim Boßlet, Michael Kreutz. Tufftride-/QPQ-process Technical information
- [9] Schäfer J, Fricke K, Mika F, Pokorná Z, Zajíčková L, Foest R. Liquid assisted plasma enhanced chemical vapour deposition with a non-thermal plasma jet at atmospheric pressure. *Thin Solid Films*. 2017;630(10):71-78.
- [10] Tadić I. Dupleks postupak aluminiziranja i nitriranja čelika [diplomski rad]. Zagreb: Fakultet strojarstva i brodogradnje; 2012.
- [11] Decker, KH. Elementi strojeva. Zagreb: Tehnička knjiga; 2006.
- [12] DIN 13-9 General purpose ISO metric screw threads – Limits of size for 1 mm to 68 mm diameter coarse pitch threads with recommended tolerance classes
- [13] Specification Sheet: Alloy 304/304L (UNS S30400, S30403): <https://www.sandmeyersteel.com/images/Alloy304-304L-APR2013.pdf> Pristupljeno: 17. studenog 2022.

- [14] 304 Stainless Steel:  
<https://www.matweb.com/search/DataSheet.aspx?MatGUID=abc4415b0f8b490387e3c922237098da&ckck=1> Pristupljeno: 17. studenog 2022.
- [15] Alar Ž. Analiza utjecajnih faktora na mjernu nesigurnost etalonskog tvrdomjera [doktorski rad]. Zagreb: Fakultet strojarstva i brodogradnje; 2008.
- [16] Sin P, Veinthal R, Sergejev F, Stubna I. Vickers hardness of ceramics fired at different temperatures. Paper presented at Young Researches 2011 Conference, Nitra; 2011.

## **PRILOZI**

I. CD-R disk