

Utjecaj parametara nitriranja u plazmi na svojstva nehrđajućeg austenitnog čelika X5CrNiMo 17-12-2

Golubić, Tin

Master's thesis / Diplomski rad

2023

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:235:819465>

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

Download date / Datum preuzimanja: **2024-12-03**

Repository / Repozitorij:

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



SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

DIPLOMSKI RAD

Tin Golubić

Zagreb, 2023.

SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

DIPLOMSKI RAD

Mentor:

Dr. sc. Darko Landek, dipl. ing.

Student:

Tin Golubić

Zagreb, 2023.

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

Zahvaljujem se svom mentoru, Dr. sc. Darko Landek dipl. ing., na strpljenju i savjetima tijekom izrade završnog rada.

Također, želio bih se zahvaliti svim kolegama, prijateljima i obitelji na podršci i razumijevanju tijekom cijelog diplomskog studija.

Tin Golubić



SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE



Središnje povjerenstvo za završne i diplomске ispite
Povjerenstvo za diplomске ispite studija strojarstva za smjerove:
Proizvodno inženjerstvo, inženjerstvo materijala, industrijsko inženjerstvo i menadžment,
mehatronika i robotika, autonomni sustavi i računalna inteligencija

Sveučilište u Zagrebu Fakultet strojarstva i brodogradnje	
Datum	Prilog
Klasa: 602 - 04 / 23 - 6 / 1	
Ur.broj: 15 - 23 -	

DIPLOMSKI ZADATAK

Student: **Tin Golubić**

JMBAG: 0035214268

Naslov rada na hrvatskom jeziku: **Utjecaj parametara nitriranja u plazmi na svojstva nehrđajućeg austenitnog čelika X5CrNiMo17-12-2**

Naslov rada na engleskom jeziku: **Influence of plasma nitriding parameters on the properties of austenitic stainless steel X5CrNiMo17-12-2**

Opis zadatka:

Austenitni nehrđajući čelici pokazuju niz povoljnih svojstava, od kojih se posebno ističu dobra otpornost na koroziju, visoka žilavost i oblikovljivost u hladnom stanju. Povećanjem udjela dušika moguće im je dodatno povisiti čvrstoću i otpornost na koroziju. Ograničenje u njihovoj primjeni je slaba otpornost na trošenje. U teorijskom dijelu rada treba analizirati nekoliko primjera primjene ovih čelika u stanju isporuke i nakon primjene postupaka toplinsko kemijskih modificiranja površine te navesti koja su svojstva odredila opisanu primjenu.

U eksperimentalnom dijelu rada treba predložiti parametre i provesti nitriranje u plazmi na ispitnim uzorcima od nehrđajućeg austenitnog čelika X5CrNiMo17-12-2 s različitim trajanjem obrade. Na nitriranim uzorcima ispitati površinsku tvrdoću, otpornost na mikroabraziju i odrediti ukupnu dubinu nitriranja. Na temelju rezultata predložiti parametre nitriranja za postizanje najviše otpornosti na mikroabrazijsko trošenje.

U radu je potrebno navesti korištenu literaturu i eventualno dobivenu pomoć.

Zadatak zadan:

Datum predaje rada:

Predviđeni datumi obrane:

28. rujna 2023.

30. studenoga 2023.

4. – 8. prosinca 2023.

Zadatak zadao:

Prof.dr.sc. Darko Landek

Predsjednik Povjerenstva:

Prof. dr. sc. Ivica Garašić

SADRŽAJ

SADRŽAJ	I
POPIS SLIKA	IV
POPIS TABLICA.....	VI
POPIS OZNAKA	VII
SAŽETAK.....	VIII
SUMMARY	IX
1. UVOD	1
2. NEHRĐAJUĆI AUSTENITNI ČELICI	2
3. OTVRDNJAVANJE POVRŠINE ČELIKA	4
3.1. Boriranje	4
3.2. Otvrdnjavanje površine deformacijom u hladnom stanju	7
3.2.1. Hladno valjanje	7
3.2.2. Savijanje.....	8
3.2.3. Duboko vučenje	9
3.3. Prevlačenje površine	9
3.3.1. Prevlaka titanij nitrída	10
3.3.2. Prevlaka krom-nitrída.....	10
3.3.3. Prevlaka slična dijamantu	12
3.3.4. Prevlaka volfram-karbida.....	12
4. NITRIRANJE.....	13
4.1. Plinsko nitriranje.....	14

4.2. Nitriranje u solnoj kupci	14
4.3. Nitriranje u plazmi	16
4.3.1. Generator plazme	16
4.3.1.1. Plazma generirana istosmjernom strujom	16
4.3.1.2. Plazma generirana visokofrekventnim generatorom.....	17
4.3.1.3. Mikrovalovna plazma	18
4.4. Nitrokarburiranje	18
5. SVOJSTVA NITRIRANIH ČELIKA	20
5.1. Nitriranje na niskim temperaturama.....	20
5.1.1. Primjena niskotemperaturne plazme	20
5.1.2. Model za predviđanje debljine nitridnog sloja	21
5.1.3. Ekspanzija i distorzija dušikom zasićenog austenita.....	21
5.1.4. Uloga vodika u plazmatskom nitriranju	22
5.1.5. Čistoća vakuumske komore za niskotemperaturno nitriranje.....	22
5.2. Svojstva nitriranog čelika X5CrNi18-9	23
6. PRIPREMA I PROVEDBA POKUSA NITRIRANJA U PLAZMI.....	26
7. REZULTATI ISPITIVANJA	28
7.1. Ispitivanje mikroabrazije.....	28
7.2. Ispitivanje tvrdoće površine metodom Vickers	30
7.3. Mjerenje hrapavosti površine.....	33
7.4. Analiza mikrostrukture nitriranog sloja	38
8. ZAKLJUČAK.....	43

POPIS SLIKA

Slika 1. Razni proizvodi izrađeni od nehrđajućih čelika [2]	2
Slika 2. Dvofazni sloj borida na austenitnom nehrđajućem čeliku [5].....	5
Slika 3. Borirani dio iz zrakoplovne industrije [6].....	6
Slika 4. Shema procesa hladnog valjanja [9].....	8
Slika 5. Predmeti dobiveni dubokim vučenjem [15].....	9
Slika 6. Metalni dio prevučen TiN-om [18].....	10
Slika 7. Metalni predmeti prevučeni prevlakom CrN [19].....	11
Slika 8. Zupčanici prevučeni DLC-om [20]	11
Slika 9. Razni metalni alati prevučeni prevlakom WC [21].....	12
Slika 10. Nitrirani sloj na čeliku X12Cr13 [23].....	13
Slika 11. Disocijacija dušika iz amonijaka	14
Slika 12. Debljina nitridnog sloja kod nitriranja u solnoj kupki i plinskog nitriranja [26]....	15
Slika 13. Vakumska komora za generiranje plazme uz pomoć istosmjerne struje [28].....	17
Slika 14. Plazma generirana visokofrekventnim generatorom [28]	17
Slika 15. Mikrovalna plazma [29]	18
Slika 16. Mikrostruktura nitrokarburiranog čelika X6CrNi18[32].....	19
Slika 17. Ekspanzija i distorzija dušika kao funkcije temperature [33]	22
Slika 18. Plazma potencijal (trokutići) i temperatura elektrona (kružići) kao funkcije temperature u peći sa vrućim zidovima [33]	23
Slika 19. Različite tvrdoće uzoraka tretiranih sa drugačijim plinskim smjsama [10]	25
Slika 20. Dubine nitridnog sloja na čeliku X5CrNi18-9 nitriranim u plazmi snimljenje svjetlosnim mikroskopima [11].....	25
Slika 21. Polazni oblik pločice od čelika X5CrNiMo17-12-2.....	26
Slika 22. Mikroskop „Digimicro pro“	28

Slika 23. Mjerenje promjera kalota na računalu	28
Slika 24. Tragovi mikroabrazivskog trošenja sa izmjerenim promjerom, opsegom i površinom kalote na uzorku A ₁	29
Slika 25. Usporedba srednjih promjera kalota svih uzoraka	30
Slika 26. Tvrdomjer tvrtke „Zwick“ za mjerenje tvrdoće po Vickersu	31
Slika 27. Usporedba srednjih vrijednosti tvrdoće površine (HV 0,5) ispitnih uzoraka od nenitriranog i nitriranog čelika X5CrNiMo17-12-2	32
Slika 28. Uređaj za mjerenje hrapavosti	33
Slika 29. Određivanje parametra hrapavosti R _a [35]	34
Slika 30. Usporedba R _a svih uzoraka nenitriranog i nitriranog čelika	34
Slika 31. Određivanje parametra hrapavosti R _z [36]	35
Slika 32. Usporedba R _z svih uzoraka od nenitriranog i nitriranog čelika	36
Slika 33. Usporedba R _{max} svih uzoraka od nenitriranog i nitriranog čelika	37
Slika 34. Nitrirani sloj na uzorku A ₁	38
Slika 35. Nitrirani sloj na uzorku A ₂	38
Slika 36. Nitrirani sloj na uzorku A ₃	39
Slika 37. Nitrirani sloj na uzorku B ₁	39
Slika 38. Nitrirani sloj na uzorku B ₂	39
Slika 39. Jezgra uzorka B ₂	40
Slika 40. Mjerenja debljine nitriranog sloja na uzorku B ₁	41
Slika 41. Mjerenja debljine nitriranog sloja na uzorku B ₂	41

POPIS TABLICA

Tablica 1. Parametri grijanja, otprašivanja i nitriranja za pločice iz serije A.....	27
Tablica 2. Vremena nitriranja pločica iz serije A.....	27
Tablica 3. Parametri grijanja, otprašivanja i nitriranja za pločice iz serije B.....	27
Tablica 4. Vremena nitriranja pločica iz serije B.....	27
Tablica 5. Promjeri tragova mikroabrazijskog trošenja na nehrđajućem austenitnom čeliku X5CrNiMo17- 12-2.....	29
Tablica 6. Tvrdća površine ispitnih uzoraka od čelika X5CrNiMo17-12-2 u polaznom i nitriranom stanju.....	32
Tablica 7. Izmjerene vrijednosti srednjeg aritmetičkog odstupanja nenitriranih i nitriranih uzoraka od čelika X5CrNiMo17-12-2.....	34
Tablica 8. Izmjerene vrijednosti maksimalne visine profila nenitriranih i nitriranih uzoraka od čelika X5CrNiMo17-12-2.....	36
Tablica 9. Izmjerene vrijednosti maksimalne visine neravnina svih uzoraka od nenitriranog i nitriranog čelika X5CrNiMo17-12-2	37

POPIS OZNAKA

Oznaka	Mjerna jedinica	Opis oznake
HV	/	Tvrdoća po Vickersu
F	N	Pritisna sila
d	μm	duljina dijagonale otiska
t	h	Vrijeme
D_{∞}	/	Koeficijent efikasnosti difuzije
d	μm	Debljina sloja ekspaniranog austenita
E_a	J/mol	Aktivacijska energija
k	/	Pomoćni koeficijent
T	$^{\circ}\text{C}$	Temperatura

SAŽETAK

U teorijskom dijelu rada analizirani su postupci otvrdnjavanja površine nehrđajućih čelika boriranjem, nitriranjem i prevlačenjem iz parne faze postupcima fizikalnog i kemijskog neparivanja.

U eksperimentalnom dijelu provedena su nitriranja u plazmi na uzorcima od nehrđajućeg austenitnog čelika X5CrNiMo17-12-2 na temperaturi 430 °C u trajanju 8 h, 12 h i 24 h te na 510 °C u trajanju 8 h i 16 h. Na nitriranim uzorcima je ispitana tvrdoća površine, otpornost na mikroabraziju i određena je dubina nitriranja. Na temelju rezultata ispitivanja predloženi su optimalni parametri nitriranja u plazmi 430 °C/8 h.

Ključne riječi: nehrđajući austenitni čelik, X5CrNiMo17-12-2, nitriranje u plazmi, otpornost na mikroabraziju

SUMMARY

In the theoretical part of the paper, the procedures for surface hardening of stainless steels were analyzed, including boriding, nitriding, and coating from the vapor phase using physical and chemical vapor deposition methods.

In the experimental part, plasma nitriding was conducted on samples of stainless austenitic steel X5CrNiMo17-12-2 at temperatures of 430 °C for 8 h, 12 h, and 24 h, and at 510 °C for 8 h and 16 h. The surface hardness, resistance to microabrasion, and nitriding depth were examined on the nitrated samples. Based on the results of the study, optimal plasma nitriding parameters at 430 °C/8 h were proposed.

Key words: Stainless austenitic steel, X5CrNiMo17-12-2, plasma nitriding, microabrasion resistance

1. UVOD

Nehrđajući austenitni čelici postižu značajno višu postojanost na koroziju u odnosu na ostale vrste čelika zbog monofazne austenitne mikrostrukture i minimalno 12% kroma otopljenog u rešetci željeza. Zbog te količine kroma, u relativno blagim okruženjima, na površini čelika može se formirati prijanjajući, samoobnovljivi kromov oksid. Međutim, radi zaštite od udubljenja i hrđanja u agresivnijoj okolini (kao što su vlažne atmosfere ili zagađena okruženja) ili u prisutnosti elemenata poput ugljika, moraju se dodavati veći udjeli Cr. [1]

Nehrđajući austenitni čelici nisu dovoljno otporni na trošenje abrazijom i adhezijom. Povećanje otpornosti na trošenje može se postići primjenom postupaka modificiranja i prevlačenja površina. U radu će se ispitati primjena postupka modificiranja površine austenitnog nehrđajućeg čelika X5CrNiMo17-12-2 nitriranjem u plazmi i utjecaj parametara nitriranja na svojstva nitriranog sloja.

2. NEHRĐAJUĆI AUSTENITINI ČELICI

Nehrđajući čelici jedna su od najvažnijih vrsta čelika za primjenu u korozivski agresivnim medijima. Njihova važnost se očituje u nizu primjena, od jeftinijih predmeta, poput kuhinjskih pribora i namještaja, do vrlo sofisticiranih elemenata konstrukcija, poput dijelova svemirskih vozila. Na slici 1 prikazano je nekoliko proizvoda izrađenih od nehrđajućih čelika iz područja robe široke potrošnje (tava), strojnih elemenata i pribora za biomedicinu. [1]



Slika 1. Razni proizvodi izrađeni od nehrđajućih čelika [2]

Dok legirni sustav Fe-C čini temelj, moderni nehrđajući čelici, osim kroma, također sadrže niz drugih legirnih elemenata čije prisustvo dodatno poboljšava korozivna i mehanička svojstva. Na primjer, Mo se dodaje radi poboljšanja otpornosti na točkastu koroziju, a Ni se dodaje radi dobivanja austenitne mikrostrukture na sobnoj temperaturi. [1]

Postoje tri glavna tipa mikrostrukture u nehrđajućim čelicima: feritna, austenitna i martenzitna. Ove mikrostrukture mogu se postići pravilnim podešavanjem kemijskog sastava čelika. Od ove tri glavne mikrostrukture, nehrđajući čelici mogu se svrstati u nekoliko glavnih klasa. To su feritni nehrđajući čelici, austenitni nehrđajući čelici, martenzitni nehrđajući čelici, dupleksni nehrđajući čelici, nehrđajući čelici za stvrđavanje taloženjem i austenitni nehrđajući čelici sa zamjenjenim Mn-N. Različiti tipovi nehrđajućih čelika

posjeduju različita svojstva. Na primjer, potpuno austenitni nehrđajući čelici nisu magnetični, dok njihovi martenzitni i feritni ekvivalenti posjeduju svojstva feromagnetizma. [1]

Prilikom izlaganja visokim temperaturama, u različitim klasama nehrđajućih čelika može doći do precipitacije pojedinih faza, a ta precipitacija značajno utječe na svojstva čelika. Precipitacija karbida $M_{23}C_6$, pojavljuje se kod više vrsta nehrđajućih čelika i smanjuje otpornost na koroziju. Formiranje karbida na granicama zrna, uz istodobno smanjenje udjela Cr-a u njihovoj blizini, pogoršava otpornost na koroziju i glavni je uzročnik senzibilizacije nehrđajućih čelika. [1]

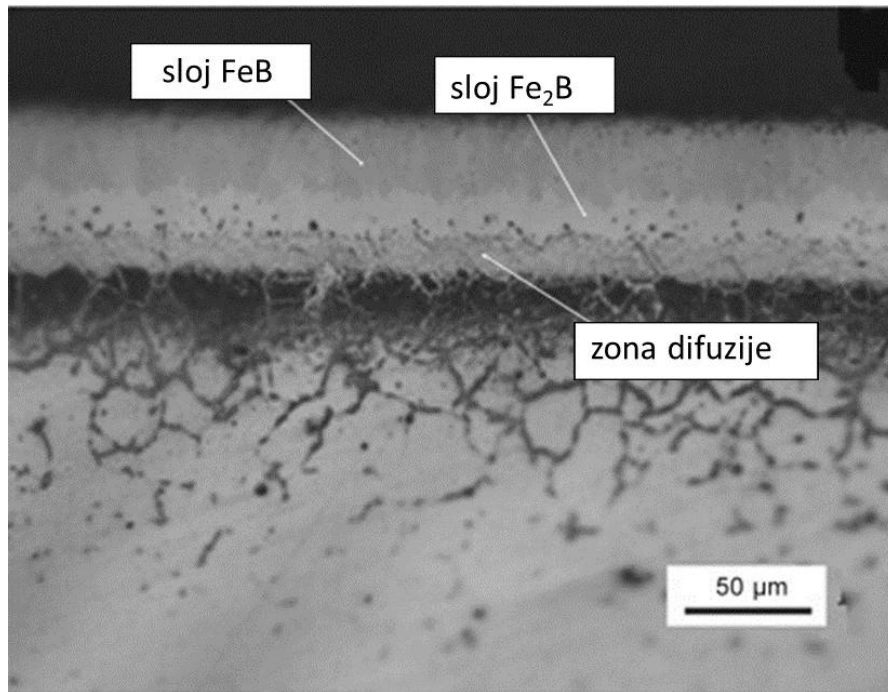
3. OTVRDNJAVANJE POVRŠINE ČELIKA

Otvrdnjavanje površine je postupak kojim se otvrđuje površina metala bez mijenjanja osnovnih svojstava. Glavni cilj otvrđivanja površine je poboljšanje otpornosti metala na trošenje, umor i koroziju. Najpoznatiji postupci otvrđivanja površine austenitnih nehrđajućih čelika jesu [3]:

- boriranje
- otvrđivanje površine deformacijom
- površinske prevlake
- nitriranje
- karbonitriranje

3.1. Boriranje

Boriranje je postupak difuzije atoma bora u površinu metala kako bi se na površini formirao jednofazni ili dvofazni sloj borida (slika 2). Postupak se provodi pri temperaturama od 800 °C do 1050 °C. Boridni sloj je otporan na trošenje i često može trajati dva do pet puta duže od ne borirane površine istog čelika. Boridni sloj također sprječava koroziju i hladno zavarivanje radnog dijela. Ovisno o osnovnom materijalu i parametrima boriranja, debljina sloja može biti od 5 µm do 200 µm. [4]



Slika 2. Dvofazni sloj borida na austenitnom nehrđajućem čeliku [5]

Boridni sloj daje niz prednosti konstrukcijskih dijelovima, a one glavne jesu sljedeće [4]:

- povećana tvrdoća površine
- otpornost na koroziju
- otpornost na trošenje
- poboljšana termička stabilnost
- otpornost na hladno zavarivanje
- primjena na različite vrste metala i legurajednostavnost postupka

Zbog mnogih prednosti, boriranje je svoju primjenu našlo u mnogim industrijama poput [4]:

- automobilske industrije (u cilju smanjenja trenja i povećanja energetske učinkovitosti klipova, ventila i cilindričnih stijenki)
- proizvodnje alata (sa svrhom poboljšanja otpornosti na trošenje noževa i svrdla)
- elektroindustrije (za poboljšanje vodljivosti kontaktnih površina prekidača i razdjelnika)
- industrije naftnih bušotina (u cilju povišenja tvrdoće i otpornosti na trošenje brtvi i ventila)
- industrije zrakoplovstva (za produljenje trajnosti motora, propelera i turbina), (Slika 3)



Slika 3. Borirani dio iz zrakoplovne industrije [6]

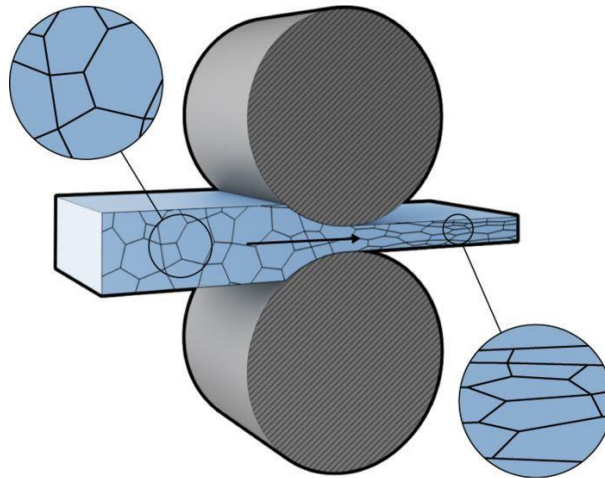
3.2. Otvrđnjavanje površine deformacijom u hladnom stanju

Otvrdnjavanje metala deformacijom je proces očvršćenja metala plastičnom deformacijom. Kada se metal izloži nekom postupku deformacije poput savijanja, valjanja ili kovanja, dolazi do promjene mikrostrukture. Ovaj proces uzrokuje pomicanje i preklapanje kristalnih zrna u metalu, što dovodi do povećanja čvrstoće i tvrdoće metala. Postoji nekoliko postupaka otvrđnjavanja površine deformacijom u hladnom stanju, a neki od njih su [7-14]:

- hladno valjanje
- savijanje
- kovanje
- duboko vučenje

3.2.1. Hladno valjanje

Hladno valjanje je postupak otvrđnjavanja metala deformacijom koji se često koristi za povećanje tvrdoće i čvrstoće metala. U hladnom valjanju, metalna traka ili lim više puta prolazi između valjaka pod visokim tlakom, pri čemu se postiže plastična deformacija zadanog iznosa u svakom prolazu. Tijekom hladnog valjanja, metalni materijal se istiskuje između valjaka koji su obično hladni ili blago zagrijani. Na slici 4 prikazana je shema procesa hladnog valjanja. Valjanje uzrokuje pomicanje i preklapanje kristalnih rešetki metala, čime se povećava broj dislokacija. Povećanje broja dislokacija dovodi do zbijanja strukture metala i stvaranja tvrde i čvršće strukture. Također se smanjuje veličina zrna metala, što dalje pomaže u poboljšanju mehaničkih svojstava materijala. Hladno valjani metali često pokazuju veću tvrdoću, čvrstoću i otpornost na trošenje u usporedbi s lijevanim ili žarenim metalima. Hladno valjanje se široko koristi u industriji za proizvodnju tankih limova, limova za graditeljstvo, cijevi i sličnih proizvoda od metala. Ovaj postupak omogućuje postizanje preciznih dimenzija, visoke površinske kvalitete i poboljšanih mehaničkih svojstava materijala. [8]



Slika 4. Shema procesa hladnog valjanja [9]

3.2.2. Savijanje

Kada se metal savija, dolazi do plastične deformacije u području samog savijanja. Ovaj proces uzrokuje pomicanje i preklapanje kristalnih rešetki metala, što povećava broj dislokacija. Savijanje može utjecati na nekoliko mehaničkih svojstava metala. U području savijanja, tvrdoća metala obično se povećava, dok se istovremeno može smanjiti njegova duktilnost. Također, savijanje može promijeniti i površinske karakteristike metala, kao što su tekstura ili stanje površine. Važno je naglasiti da se rezultati savijanja uvelike mogu razlikovati ovisno o vrsti metala, njegovoj početnoj strukturi i parametrima savijanja kao što su radijus i kut savijanja. [10]

3.2.3. Duboko vučenje

U postupku dubokog vučenja metala, metalni materijal se uvlači kroz otvor matrice pomoću vučnog stroja. Kroz ovaj proces materijal se podvrgava plastičnoj deformaciji i istežanju, što rezultira smanjenjem debljine i povećanjem duljine materijala. Vučenje metala se često koristi za proizvodnju žica, cijevi, profila i drugih tankih dijelova od metala. Tijekom vučenja, materijal može biti zagrijan kako bi postao plastičniji i podložniji oblikovanju. Ovaj proces omogućava postizanje preciznih dimenzija i poboljšanje kvalitete površine. Na slici 5 prikazani su metalni predmeti dobiveni dubokim vučenjem. Prednosti vučenja metala uključuju povećanje čvrstoće i tvrdoće materijala, poboljšanje mehaničkih svojstava, kao i smanjenje debljine materijala bez gubitka čvrstoće. Također omogućuje oblikovanje različitih oblika i profila prema specifičnim potrebama i zahtjevima. [14]



Slika 5. Predmeti dobiveni dubokim vučenjem [15]

3.3. Prevlačenje površine

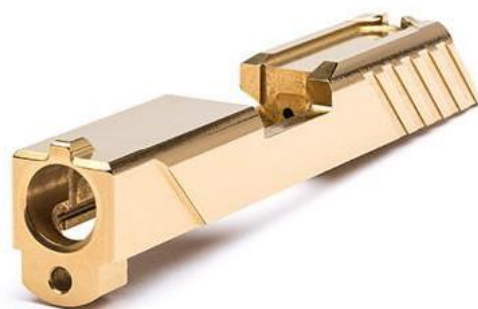
Prevlake se nanose na površinu materijala kako bi se poboljšala njegova tvrdoća i otpornost na trošenje. Ove prevlake obično su sastavljene od tvrdih materijala poput karbida, nitrida ili slojeva sličnih dijamantu. Prevlake se nanose na površinu materijala korištenjem različitih toplinskih, toplinsko-kemijskih, mehaničkih i elektrokemijskih postupaka. Za povišenje otpornosti na trošenje austenitinih nehrđajućih čelika najznačajnije su tanke tvrde prevlake nanosene taloženjem iz parne faze postupcima fizikalnog taloženja (PVD), kemijskog taloženja (CVD) i plazmom potpomognutog kemijskog taloženja (PACVD). Uobičajene

prevlake za povećanje tvrdoće na austenitnim nehrđajućim čelicima jesu slijedeće [16]:

- prevlaka titanij nitrida (TiN)
- prevlaka krom-nitrída (CrN)
- prevlake slične dijamantu (DLC)
- prevlaka volfram karbida (WC)
- prevlake oksidne keramike (Al_2O_3)

3.3.1. Prevlaka od titanij nitrída

Prevlaka titanij nitrída (TiN) uobičajeno se koristi za povišenje tvrdoće, otpornosti na trošenje i postojanosti na koroziju različitih metalnih materijala. Često se nanosi na alate za rezanje, kalupe i elemente konstrukcija u automobilskoj i zrakoplovnoj industriji. Na slici 6 prikazan je metalni dio prevučen prevlakom TiN. Prevlaka prikazana na slici 6 nanosena je postupkom PVD. [17]



Slika 6. Metalni dio prevučen TiN-om [18]

3.3.2. Prevlaka kromnitrída

Prevlaka od krom-nitrída (CrN) često se koristi u industrijskim primjenama koje zahtijevaju visoku izdržljivost i dugotrajnost. Isto kao i prevlaka od titanij nitrída, povećava tvrdoću, otpornost na trošenje i koroziju te se također nanosi postupkom PVD. Sloj CrN koji nastaje

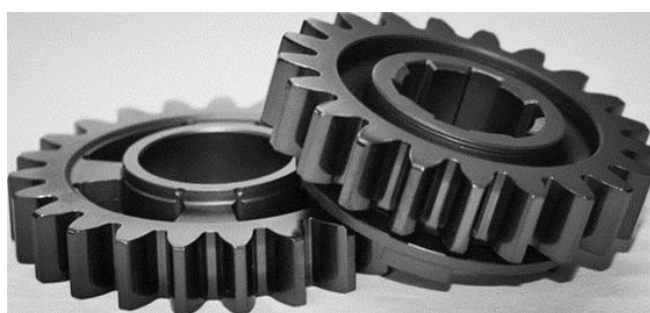
na površini predmeta povišene je tvrdoće, otporan na trošenje i dobro vezan na podlogu. Na slici 7 prikazani su metalni predmeti prevučeni prevlakom CrN. [18]



Slika 7. Metalni predmeti prevučeni prevlakom CrN [19]

3.3.3. Prevlaka slična dijamantu

Prevlaka slična dijamantu (engl. *Diamond-Like Carbon*, DLC) je vrsta prevlake koja je mikrostrukturom i svojstvima slična prirodnom dijamantu. Osim što povećava tvrdoću i otpornost na trošenje, DLC prevlaka pruža i električnu izolaciju. Može se nanositi postupkom fizikalnog taloženja iz parne faze (postupak PVD) ili kemijskim taloženjem iz parne faze poboljšanim djelovanjem plazme (engl. *Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition*, PECVD). U PECVD postupku, plinovi koji sadrže ugljik izloženi su električnom pražnjenju kako bi se stvorili oblaci ioniziranog plina koji se talože na površini materijala. Pri nanošenju DLC prevlake, ugljik se kombinira s drugim elementima kako bi se stvorila amorfna mikrostruktura slična dijamantu. DLC prevlake se primjenjuju u različitim industrijama poput automobilske, medicinske, elektroničke i alatne. Na slici 8 prikazani su zupčanci prevučeni DLC slojem. [20]



Slika 8. Zupčanci prevučeni DLC slojem [20]

3.3.4. Prevlaka volfram-karbida

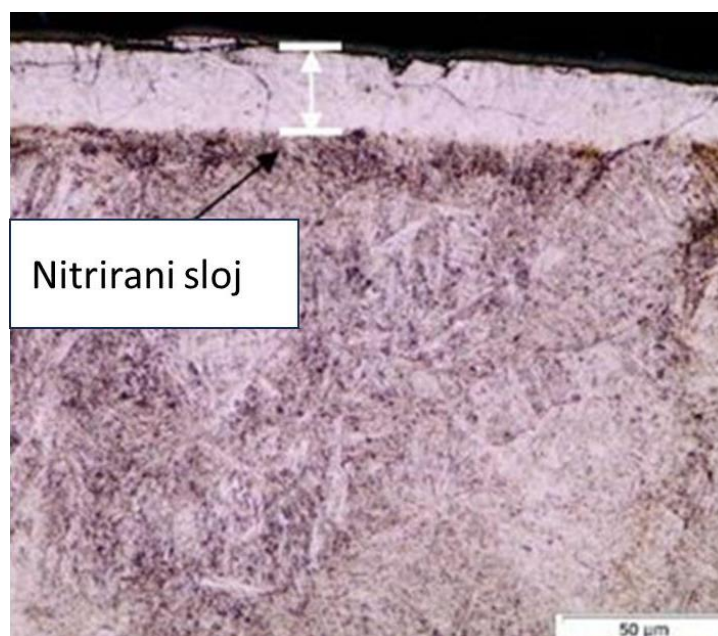
Prevlaka WC primjenjuje se u industriji zbog svojih dobrih mehaničkih i triboloških svojstava. Osim visoke tvrdoće i otpornosti na koroziju, WC ima i visoku toplinsku stabilnost te nisku adheziju. WC premaz se obično nanosi pomoću kemijske depozicije iz plazme (Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition - PECVD) ili fizičkog isparavanja (Physical Vapor Deposition - PVD). Na slici 9 prikazani su strojni dijelovi prevučeni prevlakom WC. [21]



Slika 9. Razni metalni alati prevučeni prevlakom WC [21]

4. NITRIRANJE

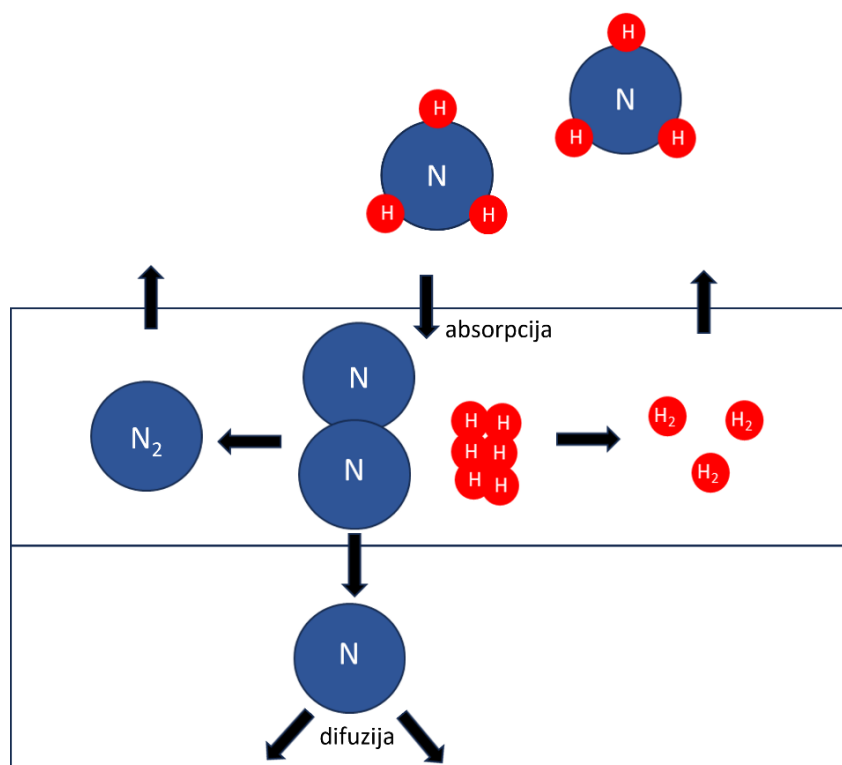
Nitriranje je toplinsko kemijski proces u kojem dušik difundira u površinski sloj metalnog materijala i stvara sloj nitrida na površini. Postupak se provodi uglavnom zbog povišenja tvrdoće i otpornosti na trošenje, postojanosti na koroziju i povećanja dinamičke izdržljivosti na nelegiranim i legiranim čelicima. Na slici 10 prikazan je nitridni sloj na nehrđajućem austenitnom čeliku. Nitriranje se može provoditi na nekoliko načina. Najčešći su plinsko nitriranje, nitriranje u solnoj kupci i nitriranje u plazmi. Sloj nitrida može biti različite dubine do 0,5 mm, ovisno o procesu nitriranja i kemijskom sastavu materijala. Primjena nitriranja obuhvaća dijelove koji su izloženi visokim naprezanjima i trenju, kao što su osovine, zupčanici, alatni noževi i mlaznice. Nitriranje zahtijeva preciznu kontrolu procesnih parametara kako bi se postigla tražena svojstva, a u određenim slučajevima njihovo postizanje može biti ograničeno izborom metalnog materijala za nitriranje. [22]



Slika 10. Nitrirani sloj na čeliku X12Cr13 [23]

4.1. Plinsko nitriranje

Plinsko nitriranje je jedan od uobičajenih procesa nitriranja koji se koristi za poboljšanje površinskih svojstava metalnih dijelova i alata. Ovaj proces uključuje izlaganje metalnog materijala plinskoj atmosferi koja sadrži amonijak (NH_3) pri povišenim temperaturama između $500\text{ }^\circ\text{C}$ do $600\text{ }^\circ\text{C}$. Pri ovim temperaturama amonijak disocira, otpuštajući dušik (N_2) i vodik (H_2). Dušik difundira u površinski sloj materijala i formira nitridni sloj. Na slici 11 shematski je prikazana disocijacija dušika iz amonijaka pri plinskom nitriranju. Plinsko nitriranje održava dimenzijsku stabilnost komponente, smanjujući rizik od deformacija tijekom nitriranja. Često se primjenjuje na čelike i lijevove. [24]

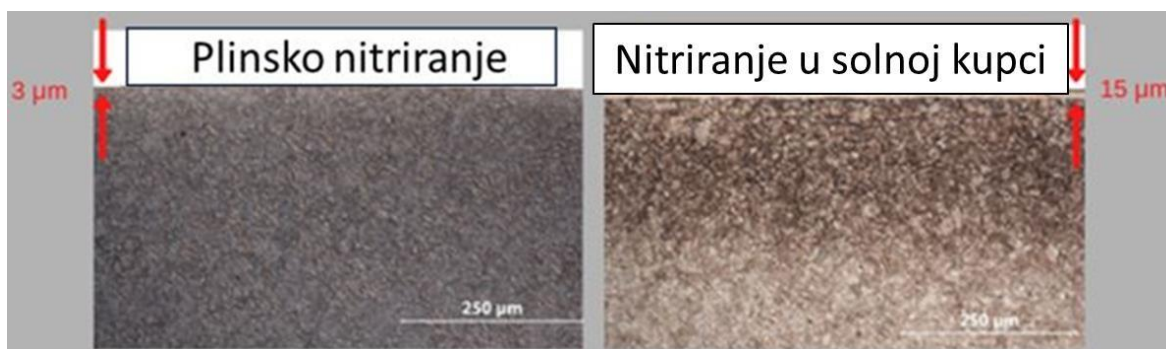


Slika 11. Disocijacija dušika iz amonijaka

4.2. Nitriranje u solnoj kupci

Nitriranje u solnoj kupci je postupak nitriranja koji uključuje potapanje komponente u otopinu koja sadrži dušik i druge aktivne kemijske komponente. Postalo je popularno 1930-ih godina jer je pružalo bolju jednolikost i zahtijevalo manje početno ulaganje u usporedbi s plinskim nitriranjem. U nitriranju u solnoj kupci, komponenta se stavlja u poseban spremnik

ili kadu ispunjenu otopinom koja obično sadrži cijanidne soli, amonijak i druge komponente. Temperatura i vrijeme izlaganja variraju ovisno o materijalu i željenim svojstvima. Tijekom procesa, aktivne kemijske komponente u otopini reagiraju s površinom materijala, stvarajući nitride. Ovaj proces je posebno učinkovit u poboljšanju površinskih svojstava materijala koji su osjetljivi na visoke temperature ili promjene dimenzija, budući da se izvodi pri relativno niskim temperaturama. Važno je napomenuti da nitriranje u solnoj kupci može biti potencijalno opasno zbog upotrebe cijanida ili drugih toksičnih spojeva. Stoga, prilikom izvođenja ovog procesa, treba primijeniti odgovarajuće sigurnosne mjere i pridržavati se propisanih mjera zaštite od otrovnih para i kapljica rastaljene soli. Kod nitriranja u solnoj kupci, nitridni sloj je deblji nego kod plinskog nitriranja što se može vidjeti na slici 12. Kod plinskog nitriranja sloj nitrida iznosi do 3 μm , a kod nitriranja u solnoj kupci može iznositi do 25 μm . [25]



Slika 12. Debljina nitridnog sloja kod nitriranja u solnoj kupci i plinskog nitriranja [26]

4.3. Nitriranje u plazmi

Nitriranje u plazmi je tehnika koja koristi ioniziranu plazmu kako bi se omogućila brza difuzija dušika u površinski sloj metala. Proces se izvodi u vakuumskoj komori ili reaktoru, gdje se stvara plazma ionizacijom plinova dušika (N_2), vodika (H_2) i argona (Ar) u električnom polju. Nitriranje u plazmi je složen proces koji zahtijeva posebnu opremu i stručnost u upravljanju postupkom. Međutim, prednosti koje pruža u smislu poboljšanja svojstava metala čine ga vrijednim alatom u modernoj industriji te zato ima široku primjenu u raznim industrijama poput alatne industrije, automobilske industrije, energetike, avioindustrije, medicinske industrije itd. [27]

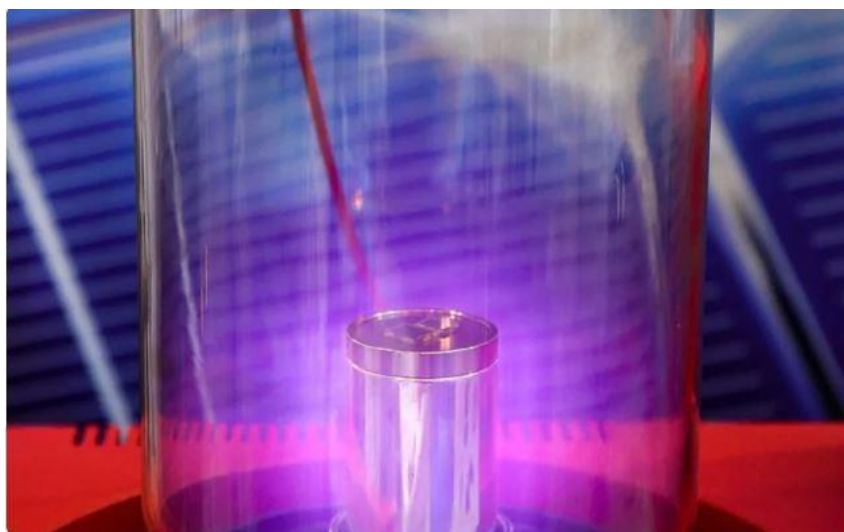
4.3.1. Generator plazme

Kod nitriranja u plazmi, plazma se generira pomoću specifičnih izvora plazme koji omogućavaju ionizaciju plina i stvaranje iona i elektrona potrebnih za proces. Postoji nekoliko uobičajenih izvora plazme koji se koriste u plazma nitriranju, a to su [28]:

- istosmjerna struja
- radiofrekvencija
- mikrovalna plazma

4.3.1.1. Plazma generirana istosmjernom strujom

Ovo je najjednostavnija konfiguracija plazma reaktora koja se sastoji od dvije elektrode smještene unutar vakuumske spremnika. Plazma se stvara primjenom istosmjernog napona na prostor ispunjen plinom između elektroda. Na slici 13 nalazi se vakumska komora u kojoj nastaje plazma protokom istosmjerne struje. [28]



Slika 13. Vakumska komora za generiranje plazme protokom istosmjerne struje [28]

4.3.1.2. Plazma generirana visokofrekventnim generatorom

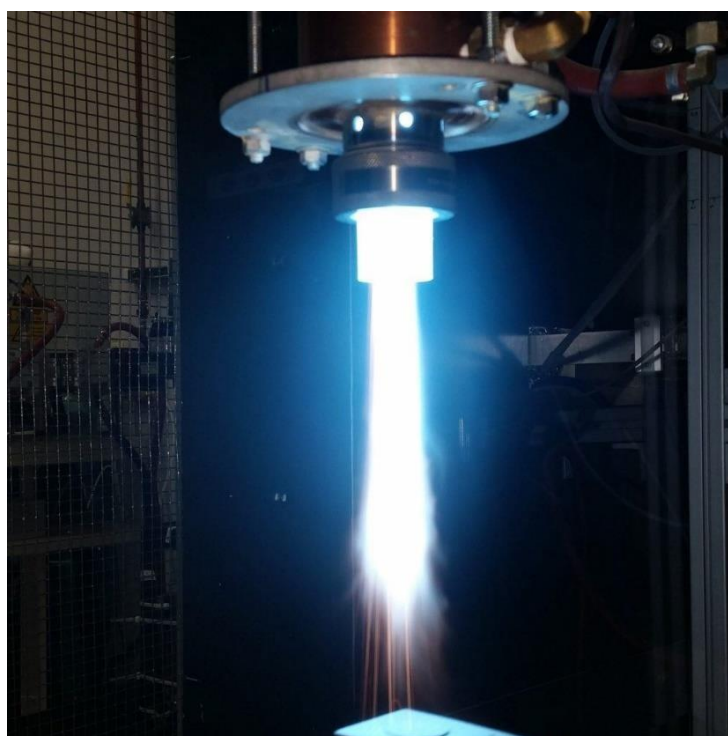
Kada frekvencija primijenjenog električnog polja leži u rasponu radiovalova, samo elektroni mogu pratiti titranje električnog polja, dok ioni ostaju na istim položajima u oblaku plazme. Elektroni se sudaraju s atomima/molekulama plina i ioniziraju ih kako bi stvorili plazmu. Izvori plazme visoke frekvencije (RF plazma izvori) najčešće se koriste u industriji poluvodiča. Promjenom frekvencije ili moduliranjem RF snage, moguće je kontrolirati energiju i tok iona kojima se obrađuje površina supstrata. Na slici 14 prikazana je plazma generirana visokofrekventnim generatorom. [28]



Slika 14. Plazma generirana visokofrekventnim generatorom [28]

4.3.1.3. Mikrovalovna plazma

U frekvencijskom rasponu GHz, samo elektroni mogu pratiti oscilacije električnog polja. Međutim, elektromagnetski val ne može potpuno prodrijeti u plazmu. Primjena vanjskog magnetskog polja omogućuje bolje sprezanje elektrona s poljem vala, stvarajući rezonanciju između titranja elektrona oblaka plazme koja učinkovito prenosi energiju u plazmu. Takve plazme nazivaju se plazme s elektronskom ciklotronskom rezonancom (ECR plazme), a generiraju posebno visoke gustoće energije. Na slici 15 prikazana je tipična mikrovalna plazma. [28]

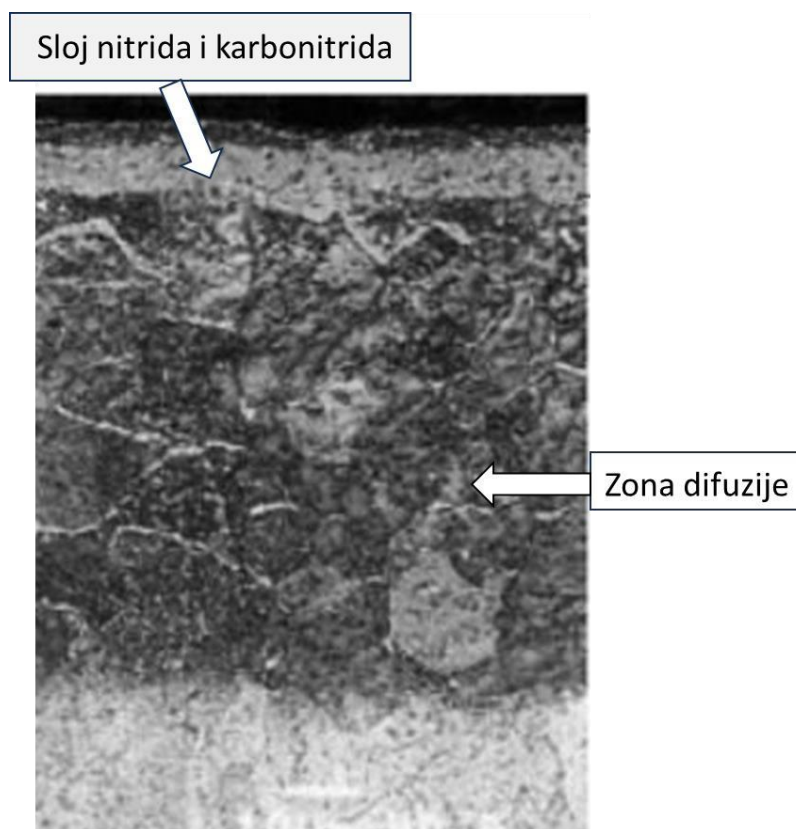


Slika 15. Mikrovalna plazma [29]

4.4. Nitrokarburiranje

Nitrokarburiranje je postupak toplinske obrade koji kombinira procese nitriranja i pougljičavanja kako bi se poboljšala površinska tvrdoća, otpornost na trošenje i postojanost na koroziju metalnih materijala. Pri nitrokarburiranju, metalni materijal se izlaže plinskoj atmosferi koja sadrži dušik, ugljik ili njihove spojeve na visokim temperaturama. Dušik i ugljik difundiraju u površinski sloj metala, stvarajući nitride i karbide koji poboljšavaju

tvrdooću i otpornost na trošenje. Kombinacija tih spojeva u površinskom sloju rezultira formiranjem difuzijskog sloja koji ima različite koncentracije dušika i ugljika, ovisno o specifičnim zahtjevima. Glavna prednost nitrokarburiranja nad nitriranjem je kraće trajanje procesa. Postoje dvije vrste nitrokarburiranja: austenitno i feritno. Austenitno nitrokarburiranje provodi se na temperaturi zasićenja difuzijske zone dušikom koja uzrokuje pojavu tzv. ekspanzirane austenitne mikrostrukture i difuziju dušika u austenit. Slika 16 prikazuje mikrostrukturu nitrokarburiranog austenitnog čelika čelika X6CrNi18-12. Feritno nitrokarburiranje provodi se pri nižoj temperaturi gdje ne dolazi do promjene mikrostrukture u površinskom sloju. [30, 31]



Slika 16. Mikrostruktura nitrokarburiranog čelika X6CrNi18-12 [32]

5. SVOJSTVA NITRIRANIH ČELIKA

5.1. Nitriranje na niskim temperaturama

Glavni cilj u razvoju novih obrada površine uz pomoć plazme je snižavanje temperature procesa. Niža temperatura postupka nitriranja znači manje troškove i manje mogućnosti za pojavu nepoželjnih oštećenja površine. Možda još važnije, određene legure mogu pokazati degradaciju svojstava pri temperaturama konvencionalnih postupaka nitriranja u plinu ili solnoj kupci. Na primjer, austenitni nehrđajući čelik može izgubiti svoju otpornost na koroziju kada se nitriira na temperaturama iznad 480 °C zbog migracije kroma na granice zrna i precipitacije kromovih nitrida po granicama zrna. Smanjenje temperature procesa proširuje raspon legura i komponenti koje se mogu nitrirati. Nitriranje u plazmi se konvencionalno provodi s izvorom istosmjernog strujanja pri tlakovima od 1 mbar do 10 mbar. Naponi plazme iznose od 300 V do 1000 V te održavaju plazmu oko površine nitriranih predmeta u sloju debljine do nekoliko centimetara. [33]

5.1.1. Primjena niskotemperaturne plazme

Više znanstvenika istraživalo je upotrebu niskotlačnih plazmi kao okoline za nitriranje. Na tlakovima od oko 10 mbar (0,1 Pa), plazma se generira iz izvora koji je odvojen od radnog komada, kao što su mikrovalovi ili elektroni emitirani iz zagrijanih katoda te se potom širi po cijeloj vakuumskoj komori. Zbog manjeg broja sudara atoma pri nižem tlaku, povećava se učinkovitost nitriranja. Pri tome nije potrebno povećavati snagu generatora plazme ako se poveća površina radnog komada. Također, tinjajuće pražnjenje je stabilno i nema sklonost prelasku u električni luk, što je još jedna važna prednost u odnosu na konvencionalno nitriranje u plazmi. Pod ovim uvjetima, radnom komadu može se dati odgovarajući prednapon kako bi se prilagodilo bombardiranje ionima iz plazme i aktivacija površine za difuziju dušika. Ionizirajuće bombardiranje je korisno za aktivaciju površine i kontrolu strukture nitriranog sloja. Ovaj proces, koji se općenito naziva plazmatska uronjena ionska implantacija (PIII), omogućuje smanjenje temperature nitriranja čak i ispod 200°C, gdje se iako je sloj plitak, još uvijek može postići poboljšanja u otpornosti na trošenje. [33]

5.1.2. Model za predviđanje debljine nitriranog sloja

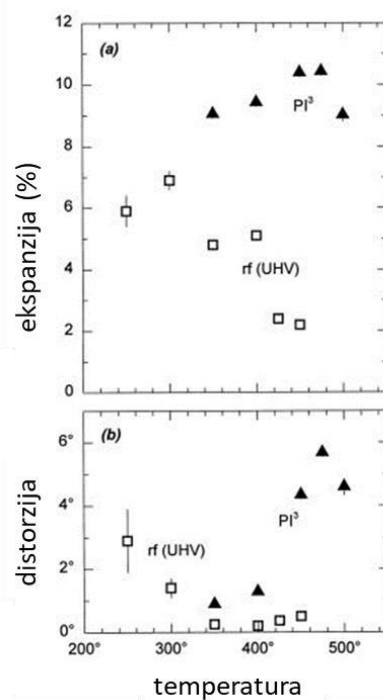
U radu [33] su uzorci od austenitnog nehrđajuće čelika AISI316 nitrirani u plazmi u trajanju od 3 sata, pri temperaturama između 300 °C i 550 °C s plazmom sastavljenom od dušika pod tlakom od $4 \cdot 10^{-3}$ mbar (0.4 Pa) i negativnim prednaponom od -250 V. Slojevi proizvedeni na temperaturama ispod 500°C sastoje se od dušikom bogate mikrostrukture ekspaniranog austenita, koja se pretvara u CrN i alfa-Fe na višim temperaturama, iznad 500 °C. Difuzijski proces koji kontrolira debljinu sloja bio je sličan na cijelom rasponu temperatura i može se opisati pomoću Arrheniusove jednadžbe:

$$\frac{d^2}{t} = D_{\infty} \frac{-E_a}{kT} \quad (1)$$

gdje je D_{∞} koeficijent efikasnosti difuzije, k pomoćni koeficijent, E_a aktivacijska energija, T temperatura, t vrijeme, d debljina sloja ekspaniranog austenita. [33]

5.1.3. Ekspanzija i distorzija dušikom zasićenog austenita

Ekspanzija i distorzija dušikom zasićene rešetke austenita prikazane su kao funkcija temperature na Slici 17. Trokutići prikazuju austenit podvrgnut PIII nitriranju, a kvadratići austenit izložen konvencionalnom nitriranju u visokofrekventnoj plazmi u ultra viskom vakuumu (UHV). Ekspanzija i distorzija najveće su pri najnižim temperaturama, što ukazuje da, iako je sloj tanak, postoji relativno visoka koncentracija dušika. [33]



Slika 17. Ekspanzija i distorzija austenita ovisna o temperaturi nitriranja [33]

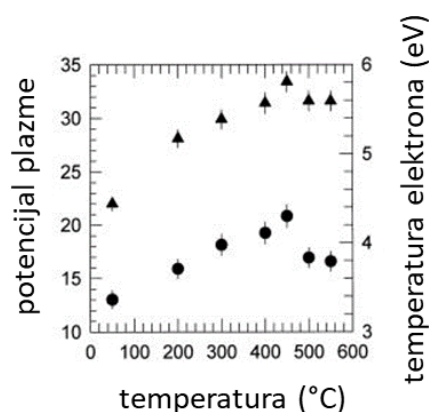
5.1.4. Uloga vodika u plazmatskom nitriranju

Budući da je uobičajeno koristiti vodik u konvencionalnom plazma nitriranju s istosmjernom strujom, znanstvenici su istražili učinak dodavanja vodika u plin. Rezultati su pokazali da, uz pretpostavku da se djelomični tlak dušika održava konstantnim, dodavanje vodika u koncentraciji u rasponu od 5% do 50% rezultira debljim slojevima i poboljšanom tvrdoćom površine u usporedbi s postupkom u čistom dušiku. Prekomjerne količine vodika (iznad 75%) usporavaju postupak nitriranja. Optička emisijska spektroskopija ukazuje da dodavanje vodika ne povećava koncentraciju aktivnih nitrida. Stoga je zaključak da korisni učinak vodika mora biti posljedica djelovanja vodikovih atoma i molekula na površini radnog komada. [33]

5.1.5. Čistoća vakuumske komore za niskotemperaturno nitriranje

Rani eksperimenti u peći s grijanim zidovima pokazali su da je učinkovitost nitriranja ozbiljno narušena prisutnošću malih količina kisika. Potrebni su prednaponi na radnom

komadu od nekoliko stotina volti tijekom nitriranja kako bi se spriječila tvorba oksidacijskih slojeva i postigla reproduktivnost. Međutim, rezultati dobiveni iz UHV komore, dobiveni su s uzemljenim radnim komadom, tj. samo nekoliko desetaka elektron-volti ionskog bombardiranja proizašlih iz plazme (slika 18). To ukazuje da, u čistim uvjetima, stvaranje oksida nije problem. [33]



Slika 18. Plazma potencijal (trokutići) i temperatura elektrona (kružići) kao funkcije temperature u peći sa vrućim zidovima [33]

5.2. Svojstva nitridnog sloja na nehrđajućem čeliku X5CrNi18-9

Uzorci korišteni za ispitivanje u radu [33] bili su oblika diska s promjerom od 25 mm i debljinom od 5 mm. Svi uzorci su izvorno bili obrađeni nakon presijecanja iz šipke promjera 25 mm. Uzorci su pripremljeni s četiri različite površinske završne obrade: (a) polirani uzorci ($R_a = 0.05 \mu\text{m}$); (b) grubo polirani uzorci ($R_a = 0.075 \mu\text{m}$); (c) obrađeni uzorci ($R_a = 0.47 \mu\text{m}$); (d) uzorci nakon brušenja ($R_a = 1.02 \mu\text{m}$) korištenjem različitih mehaničkih postupaka površinske obrade. Ti postupci jesu slijedeći:

- (a) fino polirani uzorci sa dijamantskom pastom
- (b) grubo polirani uzorci su obrađeni brušenjem 240-brusnim papirom.
- (c) obrada je izvršena na tokarskom stroju.
- (d) brušenje je provedeno na brusilici koristeći SiC brusni kotač

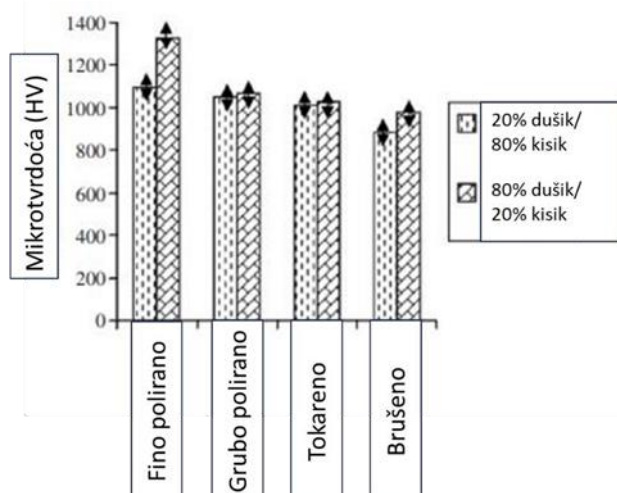
Prije nitriranja u plazmi, pripremljeni uzorci su isprani acetonom i osušeni. Svi uzorci su nitrirani u dvije grupe koristeći dvije različite kompozicije plinova. [34]

Nitriranje u plazmi provedeno je u vakuumskoj komori od nehrđajućeg čelika u obliku zvona,

promjera 500 mm i visine 500 mm. Četiri uzorka s različitim mehanički pripremljenim površinskim obradama grupirani su i postavljeni na držač. Početno je vakuumska komora ispražnjena do osnovnog tlaka od 0.09 mbar pomoću rotacijske pumpe. Uzorci su prvo očišćeni pomoću mješavine plinova Ar-H₂ u omjeru 80:20. Protok plina kontroliran je pomoću regulatora protoka mase kako bi se održao tlak od 1 mbar. Plazma je generirana pomoću izmjeničnog pulsog napajanja s frekvencijom ponavljanja od 10 kHz. Nitiranje je provedeno koristeći dvije različite smjese plinova (20% i 80% dušika s preostalim vodikom) pri tlaku od 4 mbar na temperaturi od 560 °C tijekom 24 sata. Napon pražnjenja za 20% i 80% dušika iznosi 620, odnosno 540 V. Nakon 24 sata, nitrirani uzorci ohlađeni su u vakuumskoj komori pod strujanjem smjese plinova dok temperatura nije pala na 180 °C. Ovo se uglavnom radi kako bi se spriječila formacija oksidnog sloja na površini uzoraka. [34]

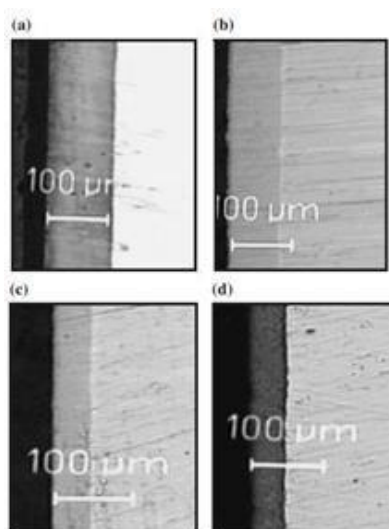
Iz mjerenja hrapavosti vidljivo je povećanje hrapavosti nakon nitiranja u plazmi bez obzira na početnu hrapavost. Plazmatsko nitiranje čelika X5CrNi18-9 s 20% dušika i 80% vodika ima veću vrijednost hrapavosti površine u usporedbi s onim tretiranim s 80% dušika i 20% vodika. Postoji značajan porast hrapavosti poliranih i grubo poliranih uzoraka nitriranih u plazmi u odnosu na uzorke koji nisu bili tretirani. [34]

Površinska tvrdoća nitriranog čelika X5CrNi18-9 neznatno se povećava s povećanjem koncentracije dušika bez obzira na početnu hrapavost uzoraka. Povećanje tvrdoće kod uzorka fino poliranog materijala je veće kada se nitira s 80% dušika u usporedbi s drugim uzorcima. Na slici 19 prikazane su različite tvrdoće uzoraka obrađenih s različitim plinskim smjesama. [34]



Slika 19. Različite tvrdoće uzoraka tretiranih sa drugačijim plinskim smjsama [34]

Izgled mikrostrukture plazmatski nitriranog čelika X5CrNi18-9 svjetlosnom mikroskopijom prikazan je na Slici 30. Dubina nitriranja od 110 μm i 50 μm uočena je kod fino poliranih i brusnih uzoraka kada su nitrirani u plazmi s 80% N_2 / 20% H_2 . Kad su nitrirani s omjerom plinova 20% N_2 / 80% H_2 , dubina nitriranog sloja iznosila je 90 μm , odnosno 40 μm . Slika 20 pokazuje da dubina nitrirane zone opada s porastom početne hrapavosti površine, kao i s povećanjem koncentracije vodika u atmosferi za nitriranje. [34]



Slika 20. Dđubine nitridnog sloja na čeliku X5CrNi18-9 nitriranom u plazmi snimljene svjetlosnim mikroskopom: a) b) c) d) [34]

6. PRIPREMA I PROVEDBA POKUSA NITRIRANJA U PLAZMI

Za pokuse nitiranja u plazmi korišteno je 5 podložnih pločica kružnog oblika izrađenih od nehrđajućeg austenitnog čelika X5CrNiMo17-12-2 (slika 21). vanjski promjer pločica bio je 39 mm, unutarnji promjer 8,6 mm, a debljina pločice je iznosila 1,35 mm. Tri pločice podvrgnute su postupku grijanja, otprašivanja i nitiranja s istim parametrima (tablica 1) pri temperaturi od 430 °C (serija A) uz različito vrijeme nitiranja (10 h, 12 h, 24 h). Preostale dvije podložne pločice nitirane su u plazmi na temperaturi od 510 °C (tablica 3) (serija B) uz dva različita vremena nitiranja (8 h, 16 h). Tablice 2 i 4 prikazuju vremena nitiranja pojedinih pločica. Nakon nitiranja, na pločicama je ispitana mikroabrazija, tvrdoća i hrapavost površine te je analizirana mikrostruktura rubnog sloja na metalografski pripremljenom uzorku.



Slika 21. Polazni oblik pločice od čelika X5CrNiMo17-12-2

Tablica 1. Parametri grijanja, otprašivanja i nitriranja za pločice iz serije A

	Grijanje	Otprašivanje	Nitriranje
Temperatura (°C)	430	430	430
Vrijeme (h)	3	1	tablica 2
Tlak (mbar)	2	1	2
Protoci H ₂ , Ar, N ₂ (L/h)	30, 0, 5	140, 15, 10	120, 10, 40
Napon (V)	0	350	360
Snaga (W)	0	1500	3000

Tablica 2. Vremena nitriranja pločica iz serije A

Naziv pločica	Vrijeme nitriranja (h)
A ₁	10
A ₂	12
A ₃	24

Tablica 3. Parametri grijanja, otprašivanja i nitriranja za pločice iz serije B

	Grijanje	Otprašivanje	Nitriranje
Temperatura (°C)	510	510	510
Vrijeme (h)	2	2	tablica 4
Tlak (mbar)	2	1	1
Protoci H ₂ , Ar, N ₂ (L/h)	5, 0, 5	100, 15, 10	20, 10, 60
Napon (V)	0	350	350
Snaga (W)	0	1400	2800

Tablica 4. Vremena nitriranja pločica iz serije B

Naziv pločica	Vrijeme nitriranja (h)
B ₁	8
B ₂	16

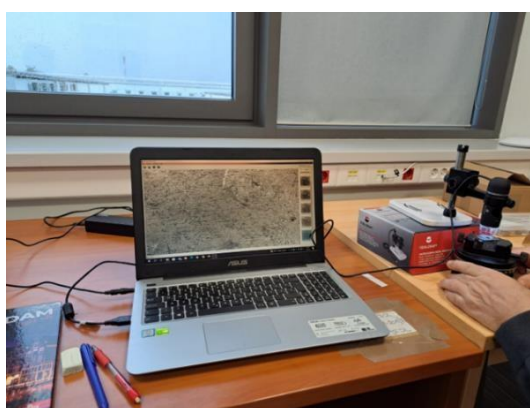
7. REZULTATI ISPITIVANJA

7.1. Ispitivanje otpornosti na mikroabraziju

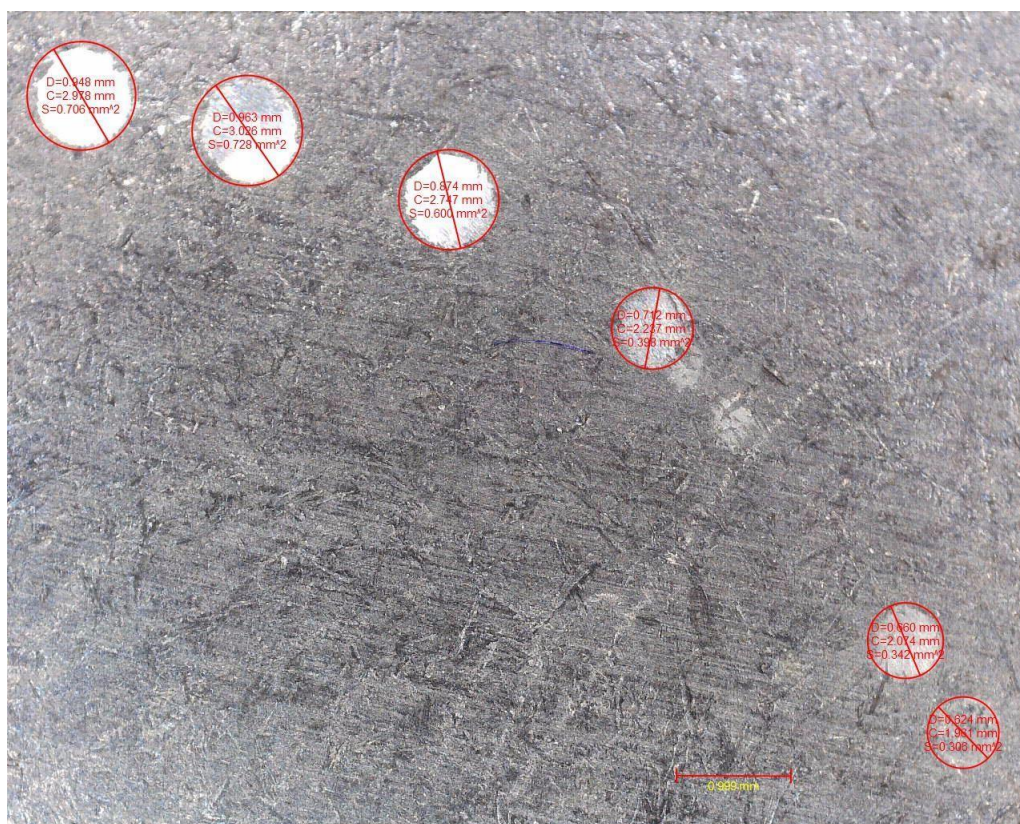
Nakon nitiranja, pločice su bile podvrgnute ispitivanju kalotestom s rotirajućom kuglicom. Materijal kuglice bio je čelik 100Cr6, tvrdoće 59 HRC do 60 HRC. Promjer kuglice iznosio je 20 mm, dok je broj okretaja u minuti iznosio 300. Kalotestom je napravljeno 6 ispitivanja na svakoj pločici. Prvo ispitivanje trajalo je 10 sekundi, a svako sljedeće 10 sekundi više od prethodnog, tako da je zadnje trajalo 60 sekundi. Nakon svakih 10 s ispitivanja na rotirajuću kuglicu je dodana jedna kap suspenzije Struers DP3 s dijamantrnim zrnima srednjeg promjera 3 μm . Poslije mikroabrazijskog trošenja nitrirane pločice su analizirane na digitalnom svjetlosnom mikroskopu „Digimicro Pro“ (Slika 22) s USB kamerom. Mikroskop je bio spojen na računalo te se tako slika površine analizirala na ekranu što je prikazano na slici 23. Na računalu su se jasno vidjele kalote kojima je izmjerena promjer (Slika 24). U tablici 5 nalaze se promjeri kalota sa svih trošenih pločica. Slika 35 prikazuje usporedbu srednjih promjera kalota svih ispitanih uzoraka.



Slika 22. Mikroskop „Digimicro Pro“



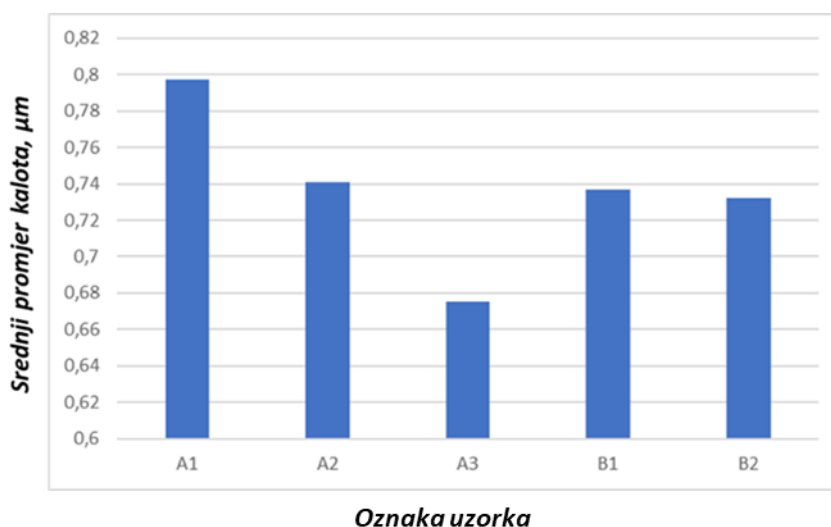
Slika 23. Mjerenje promjera kalota na računalu



Slika 24. Tragovi mikroabrazijskog trošenja sa izmjerenim promjerom, opsegom i površinom kalote na uzorku A₁

Tablica 5. Promjeri tragova mikroabrazijskog trošenja nitriranog sloja na nehrđajućem austenitnom čeliku X5CrNiMo17-12-2

	A ₁	A ₂	A ₃	B ₁	B ₂
D ₁ /μm	0,624	0,624	0,583	0,633	0,643
D ₂ /μm	0,660	0,754	0,584	0,726	0,724
D ₃ /μm	0,712	0,761	0,649	0,753	0,745
D ₄ /μm	0,874	0,764	0,708	0,761	0,756
D ₅ /μm	0,963	0,770	0,739	0,774	0,762
D ₆ /μm	0,948	0,772	0,784	0,774	0,764
D _{srednji} /μm	0,797	0,741	0,675	0,737	0,732



Slika 25. Usporedba srednjih promjera kalota nitriranih uzoraka na čeliku X5CrNiMo17-12-2

Iz histograma je vidljivo da je srednji promjer kalota najveći kod uzorka A₁. Taj je uzorak bio nitriran pri najnižoj temperaturi s najkraćim vremenom te je njegova otpornost na mikroabraziju najniža. Uzorci A₂ i B₁ imaju slične vrijednosti srednjeg promjera kalote. Razlog tomu je što je uzorak A₂ nitriran na nižoj temperaturi od uzorka B₁, no zato je vrijeme nitriranja uzorka A₂ bilo duže. To je dovelo do sličnih otpornosti na mikroabraziju kod oba uzorka. Uzorak B₂ ima nešto veću otpornost na mikroabraziju od uzoraka A₂ i B₁ zbog duljeg vremena nitriranja, dok uzorak A₃ ima najbolju otpornost zbog najduljeg vremena nitriranja iako je nitriranje provedeno na nižoj temperaturi od oba uzorka iz serije B.

7.2. Ispitivanje tvrdoće površine metodom Vickers

Nakon kalotesta, pločice su bile podvrgnute ispitivanju tvrdoće površine. Tvrdoća je ispitana metodom Vickers na tvrdomjeru „Zwick“ (Slika 26) prema normi HRN EN ISO 6507-1:2018. Područja na površini nitriranih pločica na kojima će se provesti ispitivanje tvrdoće prethodno su polirana brusnim papirom zrnatosti #1200 da bi se lakše mogla izmjeriti dijagonala otiska na svjetlosnom mikroskopu. Na svakoj pločici napravljena su 3 otiska s opterećenjem HV 0,5 na kojima su izmjerene dijagonale.



Slika 26. Tvrdomjer tvrtke „Zwick“ za ispitivanje tvrdoće metodom Vickers

Bitno je napomenuti da je kod uzorka B₁ jedan od otisaka bio gotovo nevidljiv te je srednja vrijednost tvrdoće za ovaj uzorak određena na temelju dva mjerenaja. Tvrdoća prema metodi Vickers određuje se koristeći sljedeću jednadžbu:

$$HV = \frac{1,8544 * F}{d^2} \quad (2)$$

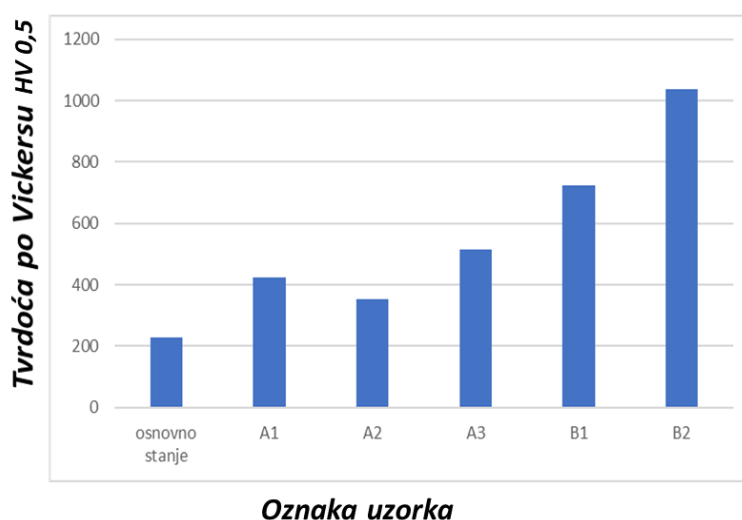
Gdje je:

HV	/	tvrdoća po Vickersu
F	N	pritisna sila
d	μm	srednja veličina dijagonala

Sve izmjerene tvrdoće prikazane su u tablici 6.

Tablica 6. Tvrdoća površine ispitnih uzoraka od čelika X5CrNiMo17-12-2 u polaznom i nitriranom stanju

	osnovno stanje	A ₁	A ₂	A ₃	B ₁	B ₂
HV ₁	227	412	327	424	757	903
HV ₂	230	448	410	529	694	637
HV ₃	226	410	323	594	/	1377
HV _{srednji}	227,7	423,3	353,3	516	725,5	1038



Slika 27. Usporedba srednjih vrijednosti tvrdoće površine (HV0,5) ispitnih uzorka od nenitriranog i nitriranog čelika X5CrNiMo17-12-2

Slika 27 grafički prikazuje raspored srednjih tvrdoća osnovnog stanja i nitriranih površina na pločicama od čelika X5CrNiMo17-12-2. Vidljivo je povećanje vrijednosti tvrdoće kod nitriranih uzoraka u odnosu na plazno stanje. Kod uzorka A₂ izmjerena je najniža vrijednost tvrdoće u odnosu na ostale nitrirane uzorke. Razlog tomu može biti mjerenje tvrdoće na mjestima gdje je nastao tanji nitrirani sloj, koji je dodatno smanjen poliranjem prije ispitivanja tvrdoće. Tvrdoća kod ostalih uzoraka raste kako je bilo i očekivano. Bitno je napomenuti da uzorak B₁ ima vidljivo veću tvrdoću od uzorka A₃ što znači da je temperatura nitriranja jače utjecala na tvrdoću od samog vremena nitriranja. Također, uzorak B₂ ima značajno višu vrijednost tvrdoće od uzorka B₁ što pak znači da je vrijeme nitriranja na višoj temperaturi imalo veći utjecaj na tvrdoću u odnosu na vrijeme nitriranja pri nižoj temperaturi.

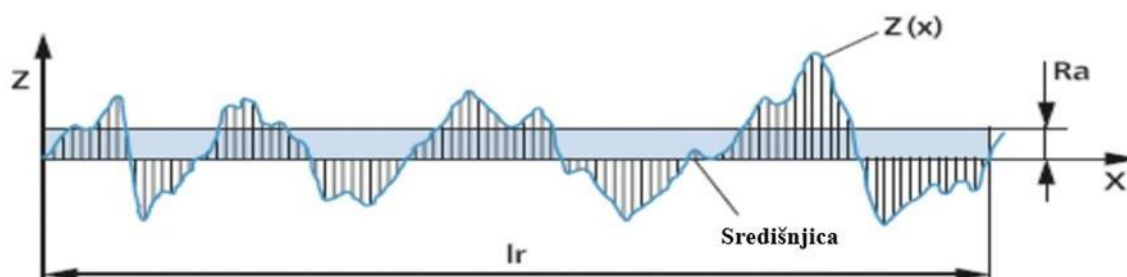
7.3. Mjerenje hrapavosti površine

Za mjerenje površinske hrapavosti korišten je uređaj prikazan na slici 28. Referentna duljina ispitivanja (l_r) iznosila je 0,8 mm. Budući da se ticalo uređaja pomiče po ravnoj liniji 5 puta, ukupni pomak iznosi 4 mm. Primijenjen je Gaussov filter za analizu profila hrapavosti s rasponom mjerenja vertikalnog pomaka $\pm 40 \mu\text{m}$. Nakon mjerenja, uređaj prikazuje vrijednosti slijedećih parametara hrapavosti: R_a , R_z , R_q , R_t , R_p , R_v , R_{max} . Zbog jednostavnosti prikaza podataka, za razmatranje su uzeta tri najbitnija parametra, a to su R_a , R_z i R_{max} . Za svaki uzorak mjerenje hrapavosti je ponovljeno 3 puta na slučajno odabranom mjestu na površini podložne pločice. Zatim je za svaki uzorak izračunata srednja vrijednost parametara R_a , R_z i R_{max} određenih iz tri ponovljena mjerenja.



Slika 28. Uređaj za mjerenje hrapavosti

Parametar R_a prikazuje srednje aritmetičko odstupanje mjernog profila (slika 29).

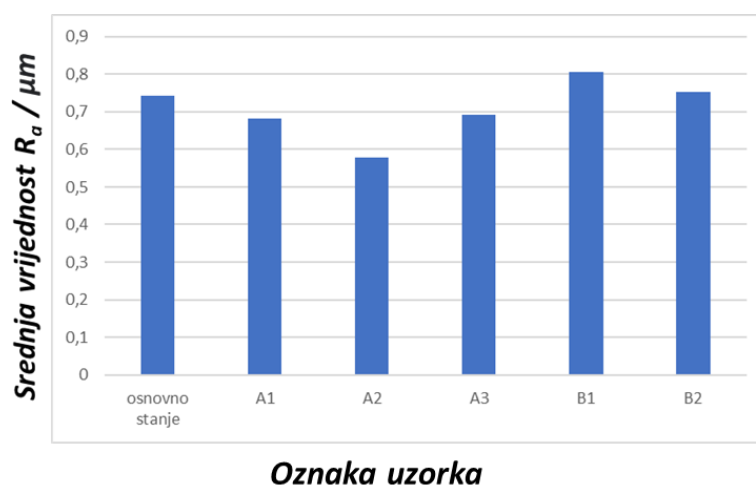


Slika 29. Određivanje parametra hrapavosti R_a [35]

Sva mjerenja srednjeg aritmetičkog odstupanja za nitrirane uzorke i uzorka pločice u polaznom stanju prikazana su u tablici 7.

Tablica 7. Izmjerene vrijednosti srednjeg aritmetičkog odstupanja nenitriranog i nitriranih uzoraka od čelika X5CrNiMo17-12-2.

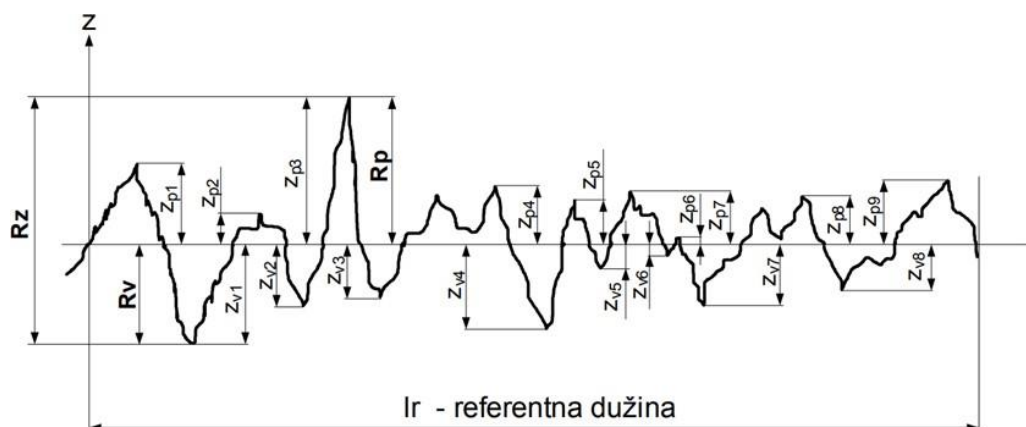
	početno stanje	A ₁	A ₂	A ₃	B ₁	B ₂
$R_{a1}/\mu\text{m}$	0,707	0,684	0,582	0,729	0,798	0,624
$R_{a2}/\mu\text{m}$	0,932	0,676	0,575	0,675	0,879	0,898
$R_{a3}/\mu\text{m}$	0,591	0,683	0,577	0,676	0,737	0,737
$\Delta R_a/\mu\text{m}$	0,341	0,008	0,007	0,054	0,142	0,274
$R_{a \text{ srednje}}/\mu\text{m}$	0,743	0,681	0,578	0,693	0,805	0,753



Slika 30. Usporedba srednjih aritmetičkih odstupanja svih uzoraka od nenitriranog i nitriranog čelika X5CrNiMo17-12-2

Slika 30 prikazuje usporedbu vrijednosti srednjih aritmetičkih odstupanja svih uzoraka. Jasno je vidljivo da nema pravilnosti u rastu ili padu R_a . Uzorak A_1 ima manju R_a od uzorka u osnovnom stanju zato što se površina nakon prvog nitriranja malo zagladila, odnosno udubine su se popunile. Uzorak A_2 ima još manju R_a zbog duljeg vremena nitriranja gdje se površina još više stigla zagladiti. Kod uzorka A_3 dolazi do povećanja R_a zbog dugog vremena nitriranja koje sada više nije zagladilo površinu već su se sada izbočine počele povećavati, što je dovelo do povećanja same hrapavosti. Uzorak B_1 pokazuje najveću vrijednost R_a zato što je nitriran na većoj temperaturi, a veća termodinamička aktivnost dovodi do veće hrapavosti. Kod uzorka B_2 dogodilo se isto što i kod uzorka A_2 ; površina se zagladila u odnosu na B_1 , odnosno udubine su se popunile što je dovelo do manje hrapavosti.

Maksimalna visina profila hrapavosti površine, označena kao R_z , određuje se promatranjem zbroja najveće izbočine (Z_p) i najveće dubine udubine (Z_v) na referentnoj duljini. Važno je napomenuti da se tijekom jednog mjerenja uređaj za mjerenje hrapavosti površine koristi za promatranje ukupno pet referentnih duljina. Uređaj za mjerenje hrapavosti bilježi pet odvojenih vrijednosti R_z , a zatim izračunava njihovu prosječnu vrijednost kako bi pružio sveobuhvatan prikaz hrapavosti površine. Dodatno pojašnjenje parametra R_z može se pronaći na slici 31.

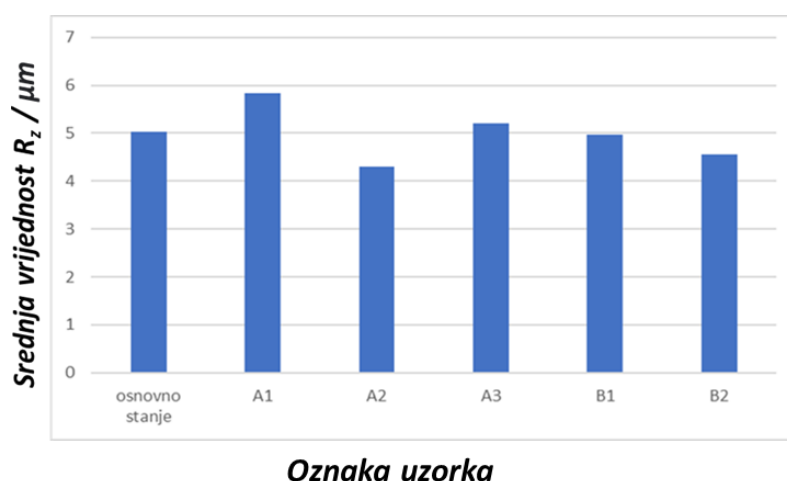


Slika 31. Određivanje parametra hrapavosti R_z [36]

Sva mjerenja maksimalne visine profila hrapavosti površine za sve uzorke prikazana su u tablici 8.

Tablica 8. Izmjerene vrijednosti maksimalne visine profila svih uzoraka od nitriranog i nitriranog čelika X5CrNiMo17-12-2

	početno stanje	A ₁	A ₂	A ₃	B ₁	B ₂
$R_{z1}/\mu\text{m}$	4,459	4,662	3,716	5,473	4,797	4,189
$R_{z2}/\mu\text{m}$	5,743	6,959	5,338	4,932	4,932	4,865
$R_{z3}/\mu\text{m}$	4,865	5,878	3,851	5,203	5,203	4,595
$\Delta R_z/\mu\text{m}$	1,284	2,297	1,622	0,541	0,406	0,676
$R_{z\text{ srednje}}/\mu\text{m}$	5,022	5,833	4,302	5,203	4,977	4,550



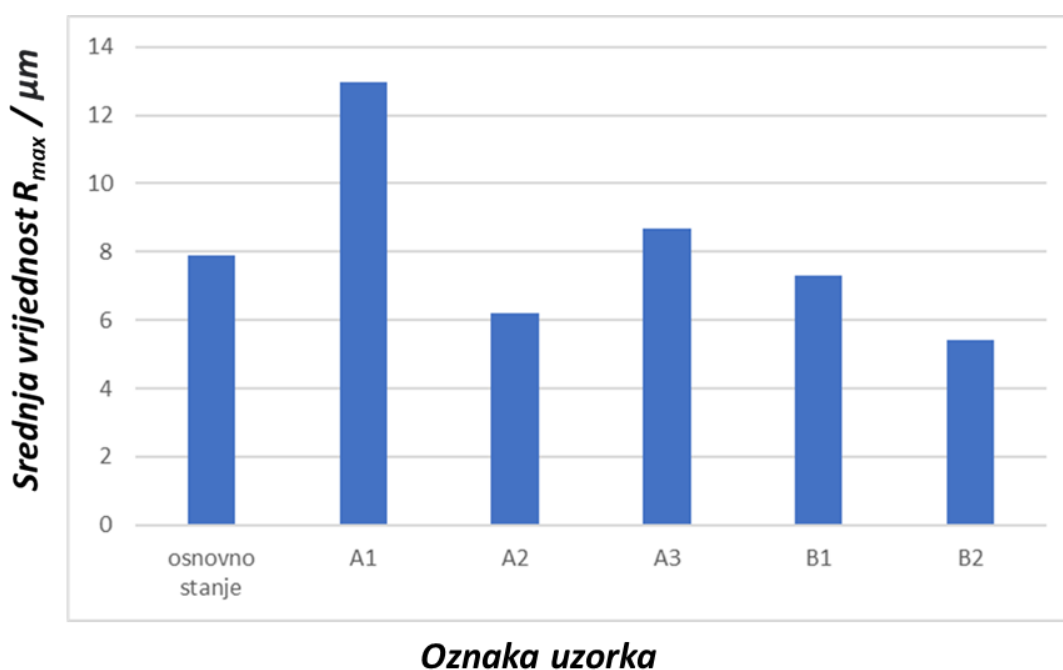
Slika 32. Usporedba srednjih maksimalnih visina profila svih uzoraka od nitriranog i nitriranog čelika X5CrNiMo17-12-2

Slika 32 prikazuje usporedbu srednjih maksimalnih visina svih uzoraka. Uzorak A₁ ima veću R_z od uzorka u osnovnom stanju zato što je na određenom mjestu došlo do povećanja razlike udubine i izbočine. Uzorak A₂ ima manju R_z zbog duljeg vremena nitriranja gdje se površina stigla više zagladiti, odnosno najveća razlika udubine i izbočine se smanjila. Kod uzorka A₃ dolazi do povećanja R_z zbog dugog vremena nitriranja koje sada više nije zagladilo površinu već su se izbočine počele povećavati, što je dovelo do povećanja same hrapavosti. Uzorci B₁ i B₂ pokazuju nešto manju R_z iako su nitrirani na višoj temperaturi. Razlog tomu je taj što R_z prati samo najveću razliku udubine i izbočine, pa se može dogoditi da se na određenom dijelu ta razlika smanji iako se R_a povećala.

Treći analizirani parametar hrapavosti je R_{max} , odnosno najveća visina neravnina profila na duljini vrednovanja. Sva mjerenja parametra R_{max} prikazana su u tablici 9.

Tablica 9. Izmjerene vrijednosti maksimalne visine neravnina svih uzoraka od nenitriranog i nitriranog čelika X5CrNiMo17-12-2

	početno stanje	A ₁	A ₂	A ₃	B ₁	B ₂
$R_{\max 1} / \mu\text{m}$	6,08	11,15	5,41	11,15	8,11	5,07
$R_{\max 2} / \mu\text{m}$	9,12	13,51	8,45	8,45	6,42	5,74
$R_{\max 3} / \mu\text{m}$	8,45	14,19	4,73	6,42	7,43	5,41
$\Delta R_{\max} / \mu\text{m}$	3,04	3,04	3,72	4,73	1,69	0,67
$R_{\max \text{ srednje}} / \mu\text{m}$	7,88	12,95	6,20	8,67	7,32	5,41

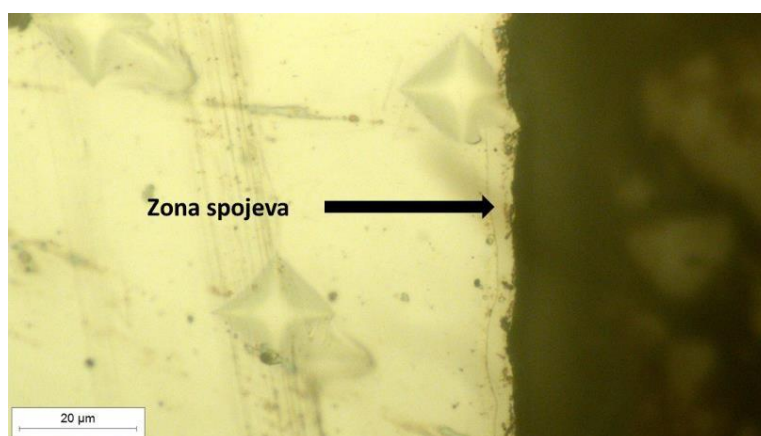


Slika 33. Usporedba srednjih maksimalnih visina neravnina svih uzoraka od nenitriranog i nitriranog čelika X5CrNiMo17-12-2

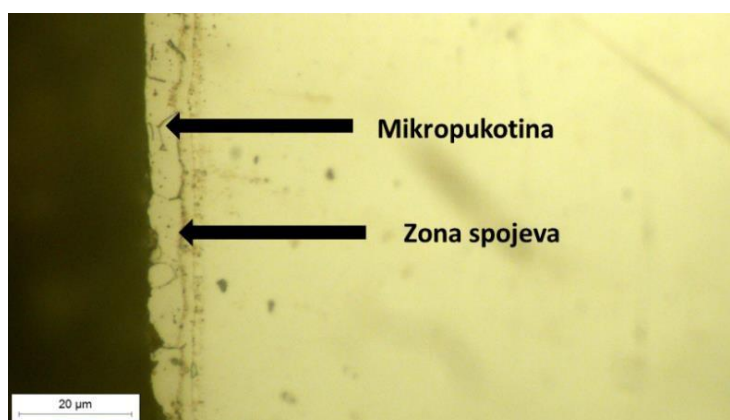
Slika 33 prikazuje usporedbu srednjih maksimalnih visina neravnina svih uzoraka. Uzorak A₁ ima vidljivo najveću R_{\max} od svih uzoraka. Uzorak A₁ također je imao najveću R_z tako da ne čudi što on ima i najveću visinu neravnine. Uzorak A₂ ima dosta nižu R_{\max} od uzorka A₁ zbog duljeg vremena nitriranja koje je smanjilo najveću neravninu na površini. Kod uzorka A₃ neravnina se ponovno povećala, ali ne na visinu na kojoj je bila kod uzorka A₁. Zatim se visina ponovo smanjila kod uzorka B₁, a kod uzorka B₂ ona je imala najmanju vrijednost.

7.4. Analiza mikrostrukture nitriranog sloja na čeliku X5CrNiMo17-12-2

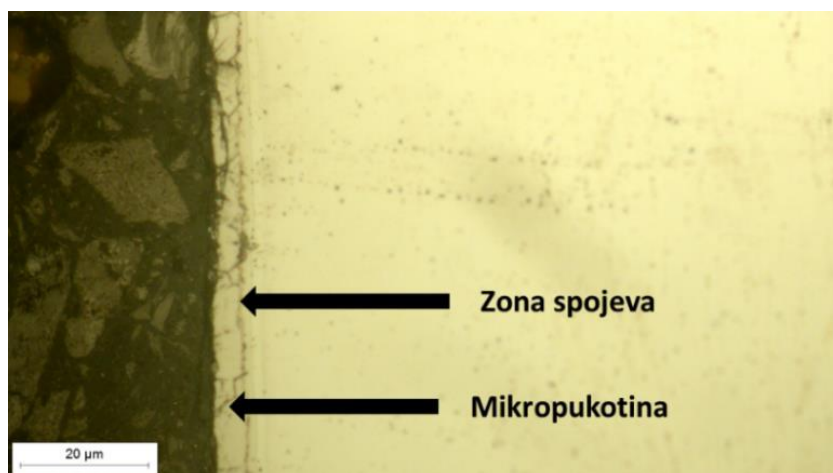
Uzorci nitriranog austenitnog nehrđajućeg čelika pripremljeni su uobičajenim metalografskim postupkom sastavljenim od izrezivanja iz pločice, zalijevanja u polimernu masu, brušenja, poliranja i elektrokemijskog nagrivanja. Nagrivanje je provedeno u 10%-tnoj oksalnoj kiselini s istosmjernim naponom od 8 V u trajanju 3 min. Na slikama 34 do 38 prikazana je površina ruba svakog od nitriranih uzoraka A₁, A₂, A₃, B₁ i B₂: Slika 39 prikazuje jezgru uzorka B₂. Jezgre svih uzoraka su gotovo identične, pa je stoga samo prikazana jedna od njih.



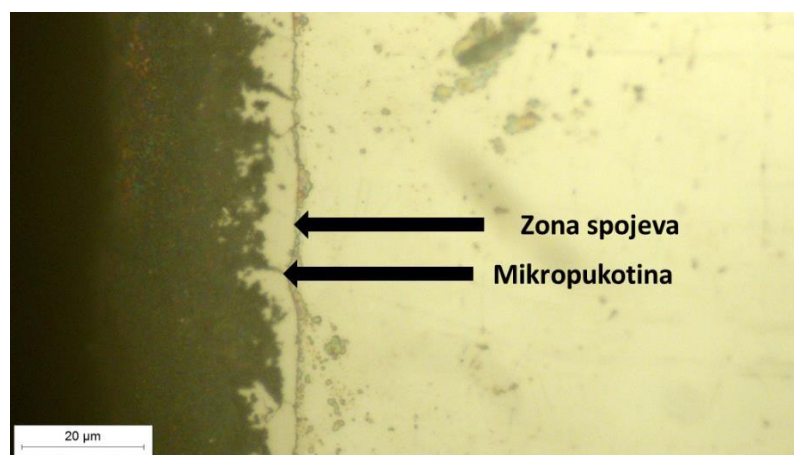
Slika 34. Nitrirani sloj na uzorku A₁



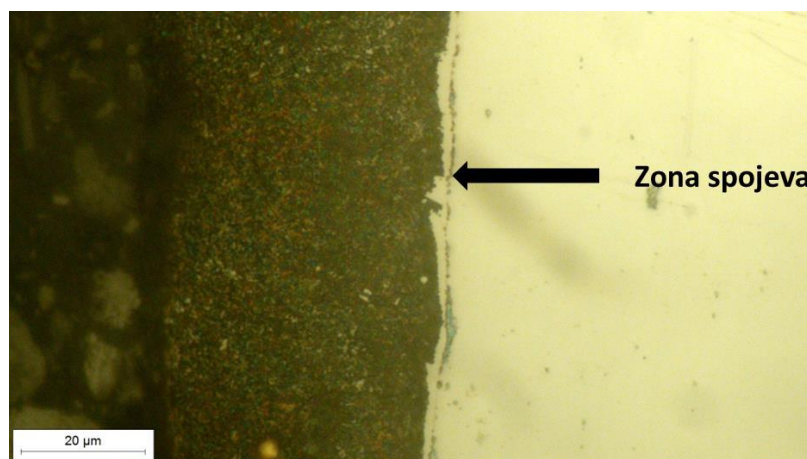
Slika 35. Nitrirani sloj na uzorku A₂



Slika 36. Nitrirani sloj na uzorku A₃



Slika 37. Nitrirani sloj na uzorku B₁

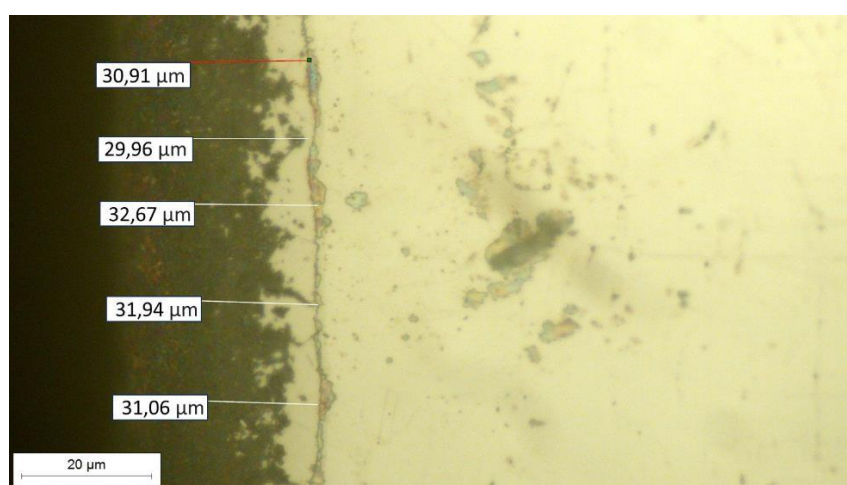


Slika 38. Nitrirani sloj na uzorku B₂



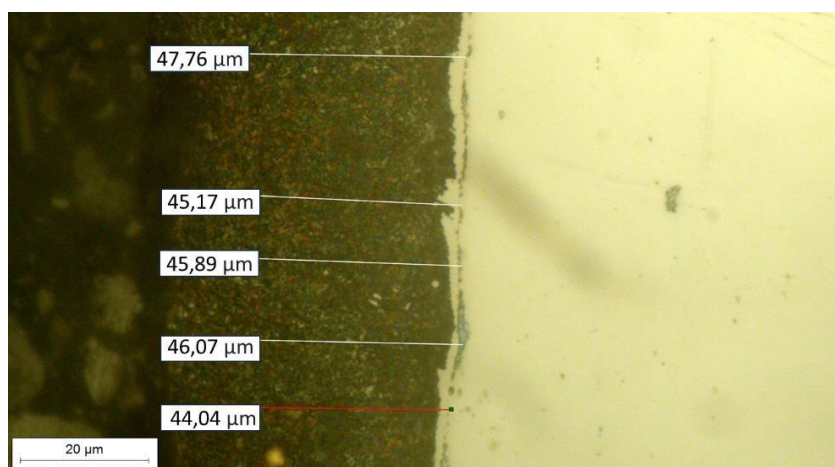
Slika 39. Jezgra uzorka B₂

Na slici 34 zona spojeva je slabije vidljiva zbog kraćeg vremena te manje temperature nitriranja. Na slici 35 zona spojeva vidi se mnogo jasnije te se također mogu primijetiti mikropukotine koje su nastale zbog izlučivanja nitrida po granicama zrna. Slika 36 dosta je slična slici 35. Također je jasno vidljiva zona spojeva, a zbog dužeg vremena nitriranja broj mikropukotina u sloju je veći. Na slici 37 zona spojeva je jasno vidljiva, no pri obradi samog uzorka veći dio te zone se otkrhnuo. Na slici 38 zona spojeva je također jasno vidljiva, no većina tog sloja se pri obradi također otkrhnuo. Slika 40 prikazuje 5 mjerenja cijelokupne debljine sloja na uzorku B₁. Na slici 39 može se vidjeti da je jezgra uzorka nitriranog čelika prethodno obrađena defamacijom u hladnom stanju. Ovaj postupak obrade uobičajen je za izradu podložnih pločica. U strukturi jezgre vidljiva su usmjerena i izdužena zrna nastala defamacijom i nečistoće izlučene po granicama zrna.



Slika 40. Mjerenja debljine nitriranog sloja na uzorku B₁

Iz 5 mjerenja debljine nitriranog sloja na uzorku B₁ izračunata je srednja debljina sloja koja iznosi 31,32 μm. Na slici 40 također je došlo do otkrhuća sloja te je kao i kod uzorka B₁ napravljeno 5 mjerenja i izračunata srednja vrijednost. Mjerenja su prikazana na slici 41.



Slika 41. Mjerenja debljine nitriranog sloja na uzorku B₂

Srednja vrijednost ukupne debljine sloja na uzorku B₂ iznosila je 45,79 μm. Može se primijetiti da je to značajno više nego kod uzorka B₁, no nije ni približno dvostruko više iako je vrijeme nitriranja bilo dvostruko dulje.

8. ZAKLJUČAK

U teorijskom dijelu rada opisani su postupci boriranja, nitriranja, nitrokarburiranja i deformacijskog očvršćivanja nehrđajućih austenitnih čelika. U eksperimentalnom dijelu rada proveden je pokus s 5 podložnih pločica izrađenih od austenitnog nehrđajućeg čelika X5CrNiMo17-12-2 od kojih je svaka bila nitrirana u plazmi sa drugačijim parametrima. Na nitriranim uzorcima provedena su ispitivanja hrapavosti i mikrotvrdoće površine te otpornosti na mikroabraziju.

Najbolju otpornost na mikroabraziju pokazala je pločica A₃, nitrirana na 430 °C u vremenu od 24 h. Pločice A₂ (430 °C, 12 h), B₁ (510 °C, 8 h) te B₂ (510 °C, 16 h) pokazale su sličnu otpornost na mikroabraziju koja je bila osjetno manja od pločice A₃, dok je uzorak A₁ (430 °C, 10 h) očekivano pokazao najlošiju otpornost budući da je bio nitriran najkraće pri nižoj temperaturi. Najviše vrijednosti površinske tvrdoće postignute su na pločicama B₂ i B₁ nitriranim na 510 °C/ (8 h, 16 h). Pločice nitrirane na 430 °C/(8h, 12 h, 24 h) pokazale su niže vrijednosti tvrdoće od pločica serije B, što ukazuje na činjenicu da temperatura nitriranja ima veći utjecaj na tvrdoću od vremena nitriranja.

Svi uzorci pokazali su zadovoljavajuće vrijednosti hrapavosti površine koja se smanjila u odnosu na polazno stanje. Najmanja hrapavost površine postignuta je na uzorku A₂. Razlog tomu je najbolja kombinacija parametara temperature i vremena zbog koje je došlo do smanjenja izbočina te popunjavanja udubina na površini uzorka.

Dubina nitridnog sloja bila je najveća kod uzorka B₂, nitriranog na 510 °C tijekom 16 h, dok su dubine kod uzoraka iz serije A nitriranih na 430 °C bile značajno manje. Ovo pokazuje da je temperatura nitriranja najutjecajniji parametar postupka i na dubinu nitriranog sloja.

LITERATURA

- [1] K.H. Lo, C.H. Shek, J.K.L. Lai: Recent developments in stainless steels, 2009, 10.1016/j.mser.2009.03.001
- [2] Introduction to stainless steel: <https://www.imetllc.com/introduction-stainless-steel/>
- [3] Types of surface hardening process: <https://blog.thepipingmart.com/other/5-types-of-surface-hardening-process/>, pristupljeno 20.06.2023.
- [4] Boriding/Boronidizing: <https://www.ibccoatings.com/boriding-boronizing-dhb/>, pristupljeno 22.06.2023.
- [5] Boriding to improve the mechanical properties and corrosion resistance of steels: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/B9780857095923500185>, pristupljeno 22.06.2023.
- [6] Boriding applications: <https://www.teknovak.com/en/boronising-applications/>, pristupljeno 23.06.2023.
- [7] What is work hardening: <https://thegraduateengineer.com/what-is-work-hardening/>, pristupljeno 23.06.2023.
- [8] What is cold rolling: <https://www.ulbrich.com/blog/what-is-cold-rolling-stainless-steel-and-other-metals/>, pristupljeno 23.06.2023.
- [9] Cold rolling of sheets, <https://www.manufacturingguide.com/en/cold-rolling-sheets>, pristupljeno 23.06.2023.
- [10] Bending makes metal stronger: <https://www.clintonaluminum.com/does-bending-metal-make-it-stronger/>, pristupljeno 23.06.2023.
- [11] What is forging: <https://www.thomasnet.com/articles/custom-manufacturing-fabricating/what-is-forging/>, pristupljeno 24.06.2023.
- [12] Intro to forging methods: <https://www.reliance-foundry.com/blog/forging>, pristupljeno 24.06.2023.
- [13] Processes: drop forging: <https://www.kimbermills.co.uk/processes/drop-forging/>, pristupljeno 24.06.2023.

-
- [14] Deep drawing: https://thelibraryofmanufacturing.com/deep_drawing.html, pristupljeno: 25.06.2023.
- [15] Deep drawn parts: <https://www.nationaldieco.com/deep-drawn-parts/>, pristupljeno: 25.06.2023.
- [16] Hardness coatings: <https://www.enduracoatings.com/hardness.html>, pristupljeno 25.06.2023.
- [17] Leonov, A., et. al: Structure and Properties of CrN/TiN Multi-Layer Coatings: Coatings 2023, 13(2), 351, <https://www.mdpi.com/2079-6412/13/2/351>, pristupljeno 25.06.2023.
- [18] Titanium nitride: <https://www.calicocoatings.com/coating-data-sheets/titanium-nitride-pvd-tin-coating/>, pristupljeno 25.06.2023.
- [19] CrN-based coatings: <https://www.oerlikon.com/balzers/be/en/portfolio/balzers-surface-solutions/pvd-and-pacvd-based-coating-solutions/balinit/crn-based-coatings/>, pristupljeno 26.06.2023.
- [20] DLC Coatings - Diamond-Like Carbon: <https://www.ionbond.com/technology/dlc-coatings-diamond-like-carbon/>, pristupljeno 26.06.2023.
- [21] Tungsten Carbide: <https://htscoatings.com/pages/tungsten-carbide>, pristupljeno 26.06.2023.
- [22] Nitriding: <https://www.sciencedirect.com/topics/materials-science/nitriding>, pristupljeno 27.6.2023.
- [23] Stainless steels low temperature nitriding: <https://www.scielo.br/j/mr/a/5MhKPKtw46Yf4y5RJyWC4nN/?lang=en>, pristupljeno 27.06.2023.
- [24] Bodycote: <https://www.bodycote.com/services/heat-treatment/case-hardening-without-subsequent-hardening-operation/gas-nitriding/>, pristupljeno 27.06.2023.
- [25] Total materia: <http://www.totalmateria.com/articles/Art135.htm>, pristupljeno 27.06.2023.
- [26] Alberta industrial: <https://www.aiheattreating.com/services/liquid-equivalent-gas-nitriding/>, pristupljeno 27.06.2023
- [27] Plasma nitriertechnik: <https://plasmanitriertechnik.de/en/contract-treatment/plasma->

[nitriding/](#), pristupljeno 28.06.2023.

-
- [28] <https://www.impedans.com/plasma-sources-development/>, pristupljeno 28.06.2023.
- [29] <https://www.6kinc.com/6k-inc-unimelt-metal-powders/unimelt-microwave-based-plasma-technology/>, pristupljeno 28.06.2023.
- [30] <https://www.miheuprecision.com/blog/nitrocarburizing>, pristupljeno 28.06.2023.
- [31] <https://www.paulo.com/resources/case-hardening-basics-nitrocarburizing-vs-carbonitriding/>, pristupljeno 28.06.2023.
- [32] Total materia: <https://www.totalmateria.com/page.aspx?ID=CheckArticle&site=kts&NM=510>, pristupljeno 28.06.2023.
- [33] M.P. Fewell, J.M. Priest, M.J. Baldwin, G.A. Collins, K.T. Short: Nitriding at low temperature, *Surface and Coatings Technology*, Volume 131, Issues 1–3, 1 2000, 284-290, [https://doi.org/10.1016/S0257-8972\(00\)00793-3](https://doi.org/10.1016/S0257-8972(00)00793-3)
- [34] Gajendra Prasad Singh, J. Alphonsa, P.K. Barhai, P.A. Rayjada, P.M. Raole, S. Mukherjee: Effect of surface roughness on the properties of the layer formed on AISI 304 stainless steel after plasma nitriding, *Surface and Coatings Technology*, Volume 200, Issues 20–21, 22 2006, 5807-5811, <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2005.08.149>
- [35] Hamed M, Zedan Y, Samuel AM, Doty HW, Samuel FH. Milling parameters of Al-Cu and Al-Si cast alloys. *International Journal of Advanced Manufacturing Technology*. 01. listopad 2019. doi: 10.1007/S00170-019-04075-5
- [36] Kljajin M, Opalić M. *Inženjerska grafika*. Sv. 2. Strojarški fakultet u Slavonskom Brodu; 2016.