

# Određivanje dubine nitrokarburiranja površinski otvrdnutih čelika metodom ispitivanja tvrdoće prema Vickersu

---

Štimac, Matija

Undergraduate thesis / Završni rad

2019

Degree Grantor / Ustanova koja je dodijelila akademski / stručni stupanj: **University of Pula / Sveučilište Jurja Dobrile u Puli**

Permanent link / Trajna poveznica: <https://um.nsk.hr/um:nbn:hr:137:627887>

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

Download date / Datum preuzimanja: **2024-07-18**



Repository / Repozitorij:

[Digital Repository Juraj Dobrila University of Pula](#)



Sveučilište Jurja Dobrile u Puli  
Odjel za Tehničke studije



**MATIJA ŠTIMAC**

**ODREĐIVANJE DUBINE NITROKARBURIRANJA POVRŠINSKI OTVRDNUTIH  
ČELIKA METODOM ISPITIVANJA TVRDOĆE PREMA VICKERSU**

Završni rad

Pula, srpanj, 2019.

Sveučilište Jurja Dobrile u Puli  
Odjel za tehničke studije

**MATIJA ŠTIMAC**

**ODREĐIVANJE DUBINE NITROKARBURIRANJA POVRŠINSKI OTVRDNUTIH  
ČELIKA METODOM ISPITIVANJA TVRDOĆE PREMA VICKERSU**

Završni rad

**JMB: 0233005306, izvanredni student**

**Studijski smjer: Proizvodno strojarstvo**

**Predmet: Površinska obrada materijala**

**Znanstveno područje: Tehničke znanosti**

**Znanstveno polje: Strojarstvo**

**Znanstvena grana: Proizvodno strojarstvo**

**Voditelj: izv.prof.dr.sc. Tamara Holjevac Grgurić**

Pula, srpanj, 2019.

izv.prof.dr.sc. Tamara Holjevac Grgurić

(Ime i prezime nastavnika)



Odjel za tehničke studije

Površinska obrada materijala

(Predmet)

**Sveučilište Jurja Dobrile u Puli**

**ODJEL ZA TEHNIČKE STUDIJE**

**ZADATAK TEME ZAVRŠNOGA RADA**

**Pristupniku**

Matiji Štimcu

**MBS: 0233005306**

Studentu stručnog studija Odjela za tehničke studije, izdaje se zadatak za završni rad –  
tema završnog rada pod nazivom:

**NASLOV**

**ODREĐIVANJE DUBINE NITROKARBURIRANJA  
POVRŠINSKI OTVRDNUTIH ČELIKA METODOM  
ISPITIVANJA TVRDOĆE PREMA VICKERSU**

**Sadržaj zadatka:**

Upoznati se sa različitim postupcima nitrokarburiranja, istražiti mogućnost određivanja nitrokarburiranja metodom ispitivanja tvrdoće prema Vickersu koja se vrši prema ispitnim normama HRN EN ISO 6507-1, HRN EN ISO 2639, odrediti dubinu nitrokarburiranog sloja te prikazati i analizirati dobivene rezultate u tabličnom i grafičkom obliku.

Rad obraditi sukladno odredbama Pravilnika o završnom radu Sveučilišta u Puli.

**Izvanredni student, proizvodno strojarstvo**

(status, smjer)

**Datum:** 25.03.2019.

**Potpis nastavnika** \_\_\_\_\_



## IZJAVA O AKADEMSKOJ ČESTITOSTI

Ja, dolje potpisani \_\_\_\_\_, kandidat za prvostupnika \_\_\_\_\_ ovime izjavljujem da je ovaj Završni rad rezultat isključivo mogega vlastitog rada, da se temelji na mojim istraživanjima te da se oslanja na objavljenu literaturu kao što to pokazuju korištene bilješke i bibliografija. Izjavljujem da niti jedan dio Završnog rada nije napisan na nedozvoljen način, odnosno da je prepisan iz kojega necitiranog rada, te da ikoji dio rada krši bilo čija autorska prava. Izjavljujem, također, da nijedan dio rada nije iskorišten za koji drugi rad pri bilo kojoj drugoj visokoškolskoj, znanstvenoj ili radnoj ustanovi.

Student

\_\_\_\_\_

U Puli, \_\_\_\_\_, \_\_\_\_\_ godine



**IZJAVA**  
o korištenju autorskog djela

Ja, \_\_\_\_\_ dajem odobrenje Sveučilištu  
Jurja Dobrile  
u Puli, kao nositelju prava iskorištavanja, da moj završni rad pod nazivom

\_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_ koristi na način da gore navedeno autorsko djelo, kao cjeloviti tekst trajno objavi u javnoj internetskoj bazi Sveučilišne knjižnice Sveučilišta Jurja Dobrile u Puli te kopira u javnu internetsku bazu završnih radova Nacionalne i sveučilišne knjižnice (stavljanje na raspolaganje javnosti), sve u skladu s Zakonom o autorskom pravu i drugim srodnim pravima i dobrom akademskom praksom, a radi promicanja otvorenoga, slobodnoga pristupa znanstvenim informacijama.  
Za korištenje autorskog djela na gore navedeni način ne potražujem naknadu.

U Puli, \_\_\_\_\_ (datum)

Potpis

\_\_\_\_\_

## **SAŽETAK**

U radu je dan prikaz različitih postupaka nitrokarburiranja, definirani su slojevi koji nastaju na površini obradka te njihova svojstva. Detaljno su obrađeni postupci nitrokarburiranja u solnim kupkama, plinsko nitrokarburiranje, ionsko nitrokarburiranje, nitrokarburiranje u fluidiziranim slojevima i austenitno nitrokarburiranje. Također je provedeno eksperimentalno ispitivanje uzoraka čelika za primjenu u vojnoj industriji te je određena dubina nitrokarburiranja metodom ispitivanja tvrdoće prema Vickersu.

**Ključne riječi:** nitrokarburiranje, Vickers metoda, mikrotvrdoća

# DETERMINATION OF NITROCARBURIZED SURFACE LAYER ON STEEL BY VICKERS METHOD OF HARDNESS TESTING

## SUMMARY

This paper presents a description of the nitrocarburizing processes, surface layers and their properties. Processes of the nitrocarburizing in salt baths, nitrocarburizing in gas, fluidized nitrocarburizing, plasma nitrocarburizing and austenitic nitrocarburizing are explained in detail. Further, experimental investigation of the steel samples, for application in the military industry, was carried out and the depth of the nitrocarburization surface layer was determined by the Vickers hardness test method.

**Key words:** nitrocarburizing, Vickers, micro hardness



## SADRŽAJ

|  |    |
|--|----|
| 1. UVOD .....  | 1  |
| 2. TEORIJSKI DIO .....   | 2  |
| 2.1. Postupci nitrokarburiranja .....  | 2  |
| 2.1.1. Nitrokarburiranje u solnim kupkama .....  | 3  |
| 2.1.1.1. Postupak nitrokarburiranja bez naknadne oksidacije TENIFER.....                       | 4  |
| 2.1.1.2. Postupak nitrokarburiranja s naknadnom oksidacijom u solnoj kupki TENIFER<br>QPQ..... | 6  |
| 2.1.2. Plinsko nitrokarburiranje.....  | 8  |
| 2.1.2.1. NITROC postupak.....  | 9  |
| 2.1.2.2. NITEMPER postupak .....   | 9  |
| 2.1.2.3. COLOURNITE postupak .....   | 10 |
| 2.1.2.4. NITROTEC postupak.....  | 11 |
| 2.1.3. Ionsko ili plazma nitrokarburiranje .....   | 11 |
| 2.1.3.1. PLASOX postupak nitrokarburiranja u plazmi s naknadnom oksidacijom .....              | 12 |
| 2.1.3.2. IONIT-OX <sup>®</sup> postupak nitrokarburiranja u plazmi s naknadnom oksidacijom.... | 14 |
| 2.1.4. Nitrokarburiranje u fluidiziranim pećima .....  | 15 |
| 2.1.5. Austenitno nitrokarburiranje.....   | 16 |
| 2.2. Slojevi nakon nitrokarburiranja.....  | 16 |
| 2.3. Hrapavost površine.....   | 17 |
| 2.4. Vrste obrada prije i nakon nitrokarburiranja .....  | 18 |
| 2.5. Primjena nitrokarburiranih dijelova .....   | 19 |
| 3. EKSPERIMENTALNI DIO.....  | 21 |
| 3.1. Priprema uzoraka.....   | 21 |
| 3.2. Ispitivanje tvrdoće Vickersovom metodom .....   | 25 |
| 4. REZULTATI I DISKUSIJA .....   | 33 |
| 5. ZAKLJUČAK .....   | 39 |
| 6. LITERATURA .....  | 40 |
| 7. PRILOZI: .....  | 41 |
| POPIS SLIKA: .....   | 41 |
| POPIS TABLICA:.....  | 43 |
| POPIS SIMBOLA: .....   | 44 |

## 1. UVOD

U ovome radu istražiti će se dubine nitrokarburiranja površinski otvrdnutih čelika metodom ispitivanja tvrdoće prema Vickersu kako bi se ustanovilo da li je materijal uspješno nitrokarburiran. Istraživanje će biti provedeno u Ustanovi Centru za istraživanje materijala istarske županije Metris. Problem pri nitrokarburiranju je ispravna provedba procesa pri kojemu se površina uzorka otvrdnjava kako bi se postigla veća tvrdoća.

Nitrokarburiranje je vrsta nitriranja, toplinsko-kemijske obrade pri kojoj se čelik najprije toplinski obrađuje, a zatim se površina obogaćuje dušikom. [1-6] Za razliku od samog nitriranja, kod nitrokarburiranja u čeličnu se površinu uvode atomi dušika i ugljika, a sam proces nešto je kraći od nitriranja, provodi se pri višoj temperaturi te se dobije tvrdi sloj čija debljina varira od 0,1 do 0,3 mm. Nitrokarburirani sloj sastoji se od zone spojeva i difuzijske zone te se kreće od površine prema jezgri.

Zona spojeva, koju čine spojevi željeza, ugljika, dušika i nešto kisika, tanka je 15 – 20  $\mu\text{m}$ , s mikrotvrdoćom do 800  $\text{HV}_{0.01}$  te se nalazi u rubnom sloju i nastavlja se na difuzno područje koje se sastoji od dušika, ugljika i kisika. Nitrokarburirati se može svaki čelik, kao i željezni ljevovi. Kod nelegiranih čelika ne dolazi do značajnijeg povišenja tvrdoće na površini predmeta. Nakon postupka nitrokarburiranja ne provodi se klasično kaljenje. Prije samog postupka provodi se mehanička obrada te se po potrebi otklanjaju napetosti i naprezanja na temperaturi od 500 do 600°C. Nitrokarburiranjem se nastoje poboljšati slijedeća svojstva:

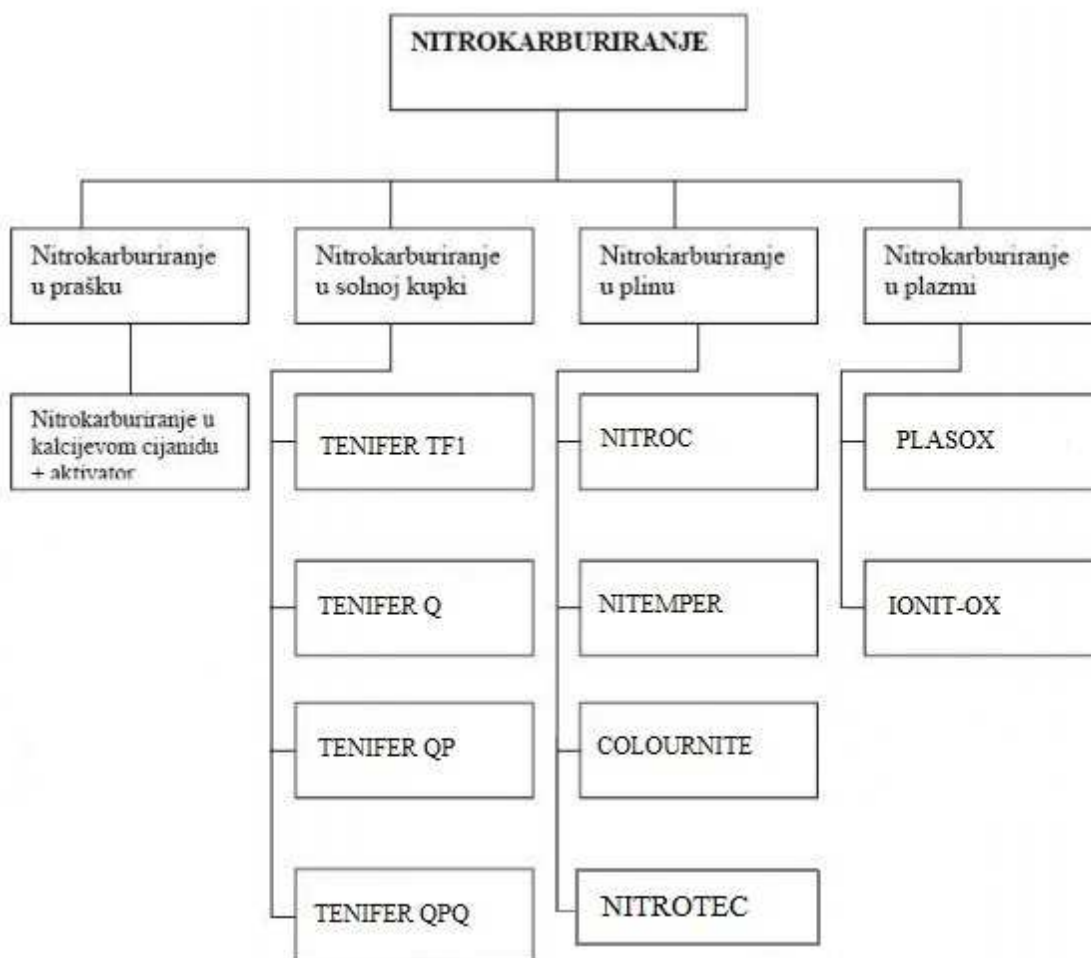
- otpornost na trošenje
- veća otpornost prema gubitku tvrdoće na višim temperaturama
- otpornost na koroziju
- dinamička izdržljivost.

U ovome radu istraživanja će biti provedena na uređaju za ispitivanje tvrdoće prema Vickersu te će se koristiti pripadajuće norme HRN EN ISO 6507-1 i HRN EN ISO 2639.

## 2. TEORIJSKI DIO

### 2.1. Postupci nitrokarburiranja

Obzirom da se postupkom nitrokarburiranja značajno poboljšavaju svojstva materijala, postupak je široko primjenjiv u proizvodnji alata i strojnih dijelova. [6,7] Nitrokarburiranje se provodi u području feritne faze, na temperaturi od oko 570°C, u trajanju 2-4 sata. Na slici 1. prikazani su neki od postupaka nitrokarburiranja s njihovim komercijalnim nazivima. [6,8]

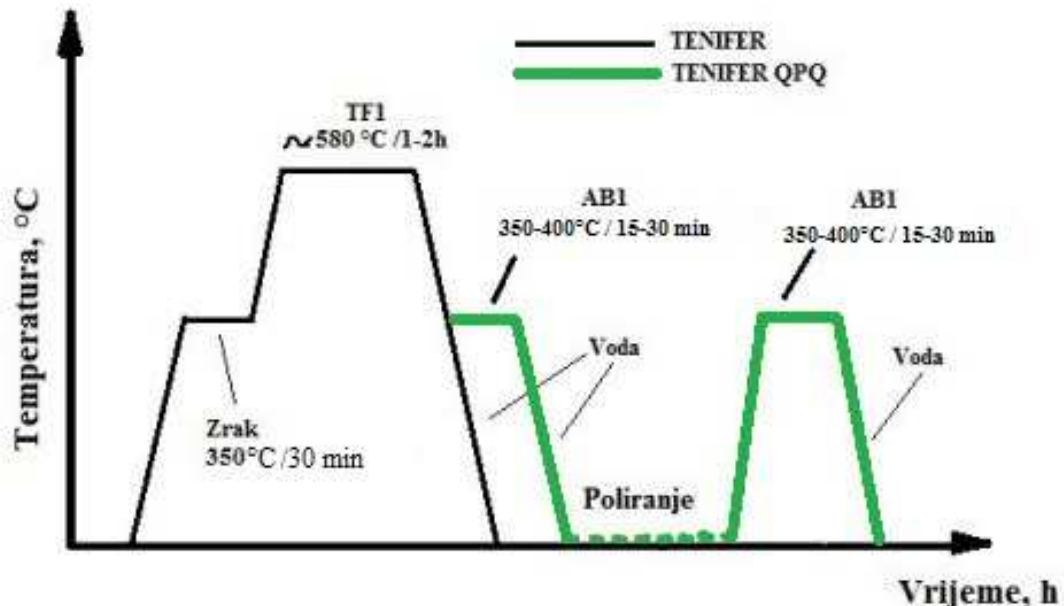


**Slika 1.** Pregled postupaka nitrokarburiranja [8]

Na površini uzorka stvara se nitrirani sloj sa povišenim sadržajem dušika te drugih nemetalnih elemenata kao što su kisik, ugljik i sumpor.

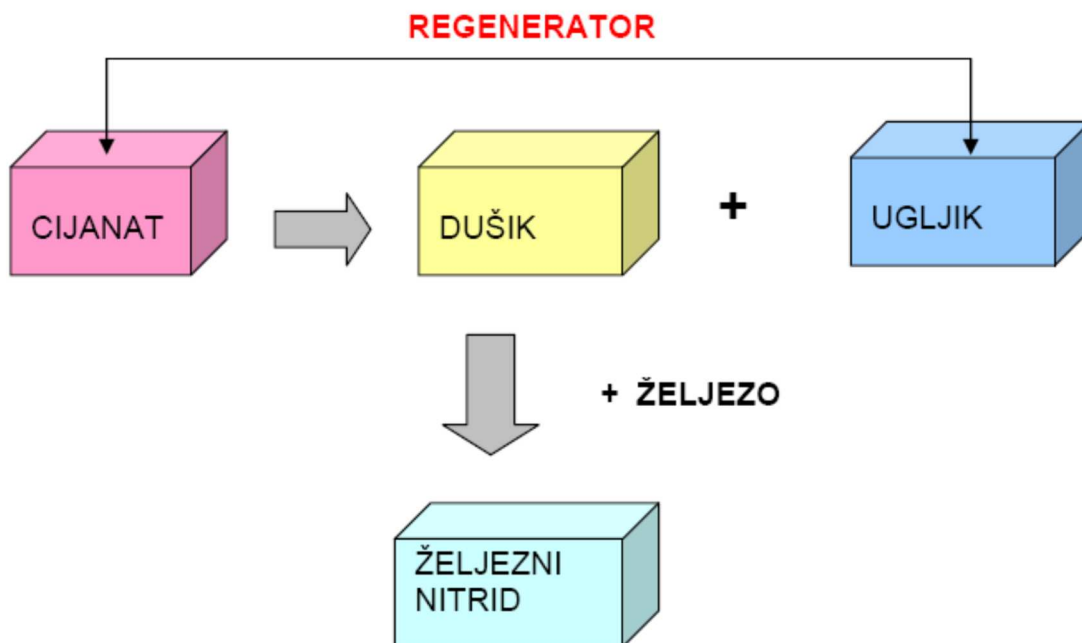
### 2.1.1. Nitrokarburiranje u solnim kupkama

Nitrokarburiranje u solnim kupkama, tzv. „meko nitrokarburiranje“ provodi se uranjanjem i držanjem obrađivanih predmeta u solima koje sadrže cijanide uz dodatak cijanata. [1,4] Prilikom nitrokarburiranja dolazi do raspada cijanida te se stvara cijanat koji oksidirajući daje dušik i ugljični monoksid. Ovisno o materijalu mogu se nitrokarburirati ugljični i legirani čelici, sivi lijev itd. Kod konstrukcijskih čelika nitrokarburiranje se izvodi u poboljšanom ili normaliziranom stanju gdje temperatura popuštanja treba biti ispod 570°C, a kod alatnih čelika u poboljšanom stanju gdje je temperatura popuštanja iznad 570°C. Najčešći postupak nitrokarburiranja u solnim kupkama je poznat kao TENIFER postupak. TENIFER postupak ima više varijanti: TENIFER Q (hlađenje nakon obrade), TENIFER QP (hlađenje + poliranje) i TENIFER QPQ (hlađenje+ poliranje + naknadna oksidacija). Na slici 2. prikazani su TENIFER postupci nitrokarburiranja.



**Slika 2.** Usporedba postupaka nitrokarburiranja TENIFER i TENIFER QPQ s naknadnom oksidacijom [4]

Nitrokarburiranje u solnoj kupki jednostavno je za provedbu, s obzirom da je potrebno kontrolirati samo tri parametra: sastav solne kupke, vrijeme obrade i temperaturu,. Na slici 3. prikazana je osnovna kemijska reakcija u solnoj kupci TF1, koja sadrži alkalijeve cijanate ( $\text{Na}_2\text{O}_3$  /  $\text{K}_2\text{CO}_3$ ) i karbonate ( $\text{NaOCN}$  /  $\text{KOCN}$ ). Za vrijeme samog procesa nitrokarburiranja dolazi do reakcije između alkalijevih cijanata i površine obradka, čime se stvara alkalijev karbonat. Dodavanjem regeneratora u kojem se nalazi ugljik, vodik i dušik, uspostavlja se ponovno optimalna aktivnost kupke TF1. Smanjivanjem ugljika povećava se udio cijanida u kupki. Obzirom da kupka TF1 nije otrovna nisu potrebne sigurnosne mjere kod skladištenja. [2,7,8]



**Slika 3.** Kemijska reakcija u solnoj kupki TF1 [7]

#### 2.1.1.1. Postupak nitrokarburiranja bez naknadne oksidacije TENIFER

Tenifer postupak sastoji se od predgrijavanja obradka u zračnoj atmosferi na temperaturi od  $350^\circ\text{C}$ . Nakon toga obradak se uranja u solnu kupku s grijanim pećima s električnim kadama, izrađenim od titana i titanovih legura, kako bi se smanjio negativan utjecaj željeza na sastav kupke. Temperatura solne kupke treba biti između  $480 - 630^\circ\text{C}$  (obično je oko  $580^\circ\text{C}$ ) i mora se točno regulirati jer pregrijana

Određivanje dubine nitrokarburiranja površinski otvrdnutih čelika metodom ispitivanja tvrdoće prema Vickersu postaje neupotrebljiva. Vrijeme trajanja postupka je najčešće 1-2 sata. Nakon nitrokarburiranja obrađeni se predmeti mogu hladiti na zraku, vodi, ulju, oksidativnoj kupki AB1, itd. Ukoliko ne postoji ograničenje s obzirom na deformaciju oblika, hlađenje je bolje provesti u vodi. Nitrokarburiranjem u solnim kupkama dobiva se sloj kojeg čini zona spojeva i zona difuzije. [1,8] Zona spojeva kod nitrokarburiranih ugljičnih čelika je oko 20  $\mu\text{m}$  i tvrdoće 500-600 HV, a kod legiranih čelika 8-12  $\mu\text{m}$ . Debljina zone difuzije je znatno veća te ima ulogu povećanja dinamičke čvrstoće jer su u njoj prisutna tlačna naprezanja. Na taj se način obrađuju manji zupčanici, kružni elementi, čepovi osovina te brzorezni alati.

Danas, zbog problema oko zaštite okoliša i troškova detoksikacije kupki sa cijanidima, solne kupke s cijanidom se sve više zamjenjuju netoksičnim solnim kupkama bez cijanida, tj. smjesom alkalnih cijanata i alkalnih karbonata (34-38%). Otopina se nalazi u posebnom loncu s uređajem za prozračivanje. Tijekom samog postupka dolazi do reakcije između već spomenutih alkalnih cijanata i površine obradka čime se stvaraju alkalni karbonati s malom primjesom cijanida. [7] Sama po sebi, kupka TENIFER (slika 4) nije otrovna te nisu potrebne sigurnosne mjere prilikom skladištenja.

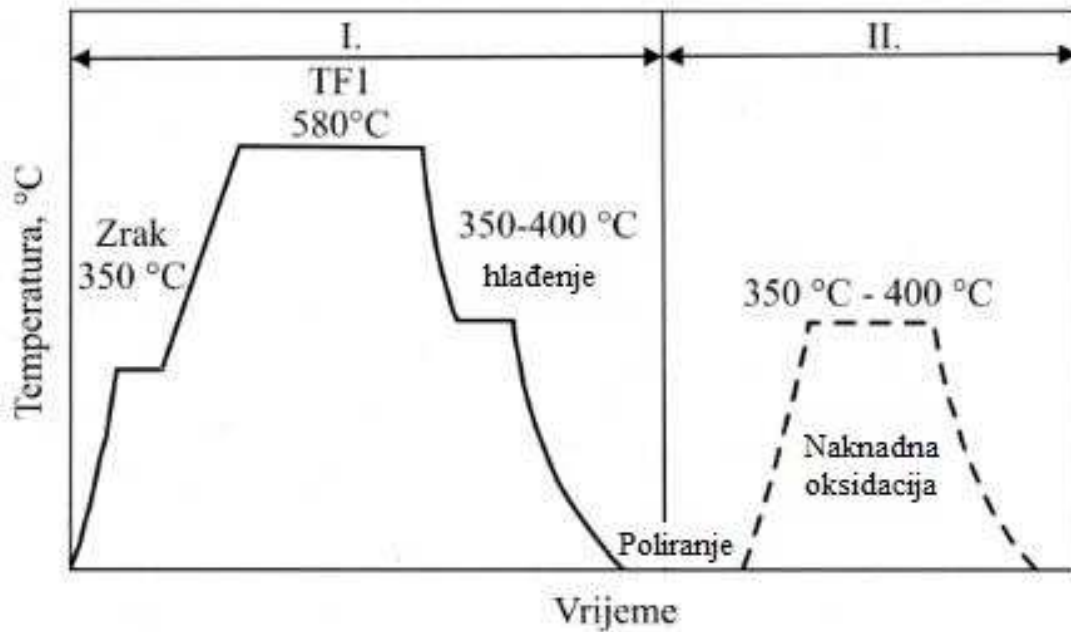


**Slika 4.** Solna kupka za nitrokarburiranje TENIFER [9]

### *2.1.1.2. Postupak nitrokarburiranja s naknadnom oksidacijom u solnoj kupki*

#### *TENIFER QPQ*

Postupak nitrokarburiranja u solnoj kupki QPQ se provodi u dvije faze. Jednostavan je za provedbu jer je potrebno nadzirati samo tri parametra, a to su temperatura, vrijeme obrade i sastav solne kupke. U prvoj fazi se strojno obrađeni predmeti prije nitrokarburiranja predgrijavaju 60 – 90 minuta pri temperaturi od 350°C te slijedi nitrokarburiranje u solnoj kupki TF1 pri temperaturi od 580-600°C, 1–2 sata. [1,4] Nakon toga obradak se hladi u oksidativnoj solnoj kupki, pri temperaturi od 350-400°C, kroz 10–15 minuta. Osim što hladi, kupka ima i oksidacijsko djelovanje na obradak te stvara površinski, crni, željezni sloj. Također pozitivno utječe na dimenzijsku stabilnost ohlađenih predmeta te je smanjena mogućnost pucanja osjetljivih dijelova.[4] Na kraju postupka QPQ, provodi se ohlađivanje obradka u vodi ili na zraku sobne temperature, nakon čega se ispiru u toploj vodi kako bi se uklonili ostaci soli. [1] U drugoj fazi, kako bi se povećala otpornost na trošenje, slijedi postupak poliranja obradka koji se izvodi uporabom brusnog papira pri čemu je potrebno skinuti 2–3 µm poroznog površinskog sloja, pazeći da se ne naruši postojanost zone spojeva. [4] Tako pripremljena površina obradka ima manju hrapavost i niži koeficijent trenja. Nakon poliranja obradak se ponovno uranja u oksidativnu kupku na temperaturu od 350°–400°C, u trajanju 20–30 minuta, čime se poboljšava korozijska otpornost. Na kraju postupka obratci nelegiranih i niskolegiranih čelika poprimaju tamnoplavu boju. Postupak završnog uranjanja u oksidativnu kupku moguće je ponoviti više puta čime se postiže dodatno povećanje korozijske otpornosti. [4] Na slici 5. prikazan je dijagram QPQ postupka nitrokarburiranja u solnoj kupki sa naknadnom oksidacijom.

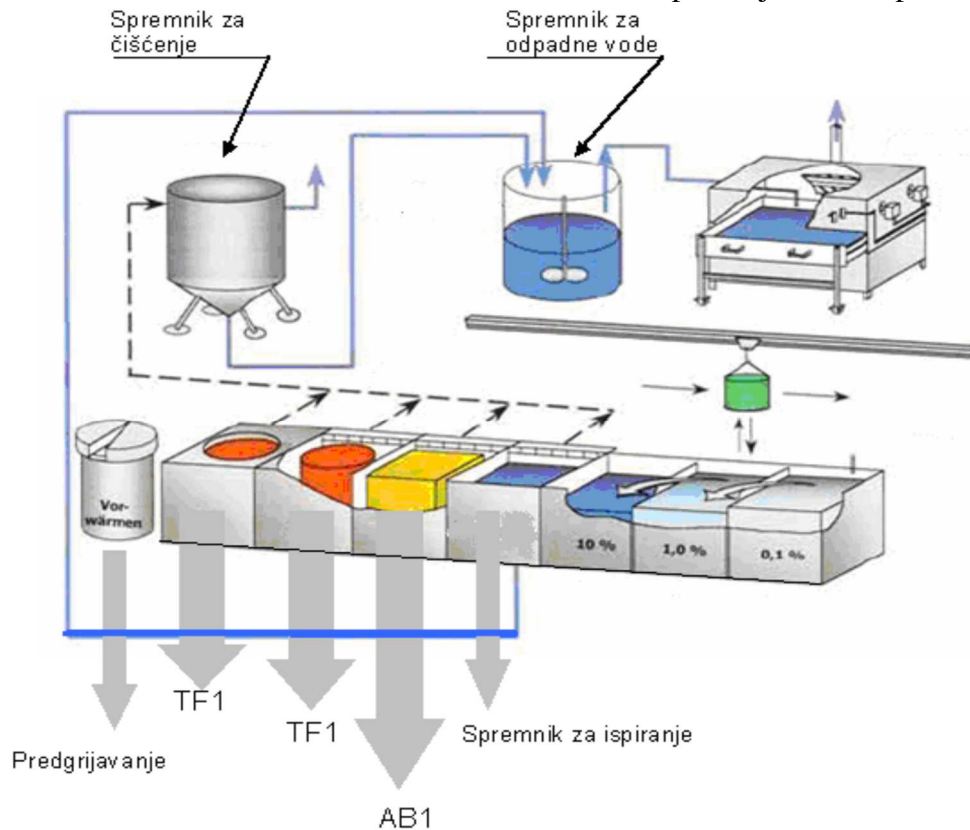


**Slika 5.** Shematski prikaz Tenifer QPQ postupka [1]

Primjer postrojenja za nitrokarburiranje s naknadnom oksidacijom vidljivo je na slici 6. Kupka za čišćenje te solne kupke AB1 i TF1 smještene su u niz, u automatiziranom sustavu. U odnosu na klasičnu kupku za nitrokarburiranje, postoji i moderna kupka sa sitom za filtriranje rastaljene soli. [2] Za razliku od klasične kupke u kojoj se nečistoće uklanjaju ručno, kod ove kupke čišćenje soli je automatizirano, čime se dobiva zona spojeva gotovo bez poroznosti.



### Određivanje dubine nitrokarburiranja površinski otvrdnutih čelika metodom ispitivanja tvrdoće prema Vickersu



**Slika 6.** *Postrojenje za nitrokarburiranje s naknadnom oksidacijom u solnoj kupki TENIFER QPQ [10]*

#### 2.1.2. Plinsko nitrokarburiranje

Postupak plinskog nitrokarburiranja je najčešće korišteni postupak toplinsko-kemijske površinske obrade. [1] Kod ove vrste nitrokarburiranja koristi se smjesa razrijeđenog amonijaka zajedno sa ostalim plinovima. Postupak ove vrste nitrokarburiranja sastoji se od nekoliko faza. Prije same obrade, započinje se s čišćenjem obradka, nakon čega se stavlja u peć pri sobnoj temperaturi te se zrak ispire iz peći dušikom. Peć se temperira pri 570°C te se postupno uvodi smjesa plina. Proces traje 3 sata, nakon čega se peć ponovo ispire dušikom, i nakon vađenja predmeta nastavi se kaliti u ulju ili na zraku. [1] Najpoznatije vrste plinskog nitrokarburiranja su NITROC ( $\text{NH}_3$  + egzoplin), NITROTEC ( $\text{NH}_3$  + endoplin + zrak), NITEMPER ( $\text{NH}_3$  + endoplin), COLOURNITE [ $\text{NH}_3$  +  $\text{N}_2$  +  $\text{CO}_2$  +  $\text{H}_2$  + (zrak/  $\text{N}_2\text{O}$ /  $\text{H}_2\text{O}$ )].

### 2.1.2.1. NITROC postupak

NITROC je vrsta plinskog nitrokarburiranja razvijen početkom 1980-ih godina. Najčešće se provodi u plinskoj atmosferi 50 %  $\text{NH}_3$  i 50 % egzoplina, pri temperaturi od 570° C i trajanju 2 – 4 sata. [1] Egzoplin se proizvodi izgaranjem plina koksa, metana ili propana i dodavanjem odgovarajuće količine zraka. Jedna od prednosti ovog postupka je to što egzoplin nije eksplozivan. [8]

U ovom postupku dolazi do stvaranja dušika i vodika disocijacijom amonijaka te se radi nastajanja vodika potrebno ispirati peć nekim inertnim plinom. U početku se dovodi samo egzoplin i to količine koje su dovoljne da se na temperaturi pri 400°C ispire zrak iz radnog prostora peći. Tada se bez opasnosti uvodi amonijak te se tako osigurava stalna smjesa amonijaka i egzoplina kod nitrokarburiranja pri temperaturi od 570°C. Obradivi predmeti se zatim hlade do 400°C uz uvođenje amonijaka, a peć se ispire egzoplinom do 200°C kako bi se uklonio amonijak. [1] Tada nema opasnosti od eksplozije u kontaktu sa zrakom prilikom otvaranja peći i nema onečišćenja okoliša štetnim amonijakom. Uloga amonijaka je da osigura dušik, a egzoplinom se osigurava dovoljna količina ugljika. NITROC se odvija u tri faze: nitriranje, oksidacija i zaštita. U prvoj fazi dobiva se zona spojeva debljine 25 – 40  $\mu\text{m}$  i tvrdoće 1100 HV ovisno o vrsti čelika i vremenu nitrokarburiranja, a difuzijska zona puna je dušika te odgovorna za višu vlačnu čvrstoću i višu žilavost. U drugoj fazi, u kojoj se obrađivani predmet izlaže oksidaciji za vrlo kratko vrijeme i na odgovarajućoj temperaturi, dobiva se tanki, korozijski, crni površinski sloj sastavljen od željeznog oksida ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ). Treća faza je premazivanje obrađenog predmeta voskom ili metalnim sapunom, tzv. organskim premazima. Takav postupak nitrokarburiranja primjenjuje se kod obradbe dijelova u automobilskoj industriji, kod eksploatacije nafte i plina i sl.

### 2.1.2.2. NITEMPER postupak

NITEMPER ili nikotiranje je vrsta nitrokarburiranja koja se provodi u smjesi plinova 50% amonijaka ( $\text{NH}_3$ ), 50% endoplina (32%  $\text{H}_2$ , 23%  $\text{CO}$ , <1%  $\text{CO}_2$ , a ostatak je dušik), na temperaturi od 570°C, u trajanju 1 – 4 sata. [1,6] Disocijacija amonijaka je u tom slučaju 30 – 60%. Dio nastalog dušika i vodika, koji ne difundiraju u obradak, izlazi iz peći s ostatkom atmosfere. Oprema za ovaj postupak sastoji se od uređaja za dopremu  $\text{NH}_3$ , uređaja za kontrolu i doziranje dodanog plina,

Određivanje dubine nitrokarburiranja površinski otvrdnutih čelika metodom ispitivanja tvrdoće prema Vickersu endogeneratora i od peći u kojoj se odvija nitrokarburiranje. Peć mora biti dobro zabrtvljena i mora imati dobru cirkulaciju plina s mogućnošću točnog održavanja temperature ( $\pm 5^\circ\text{C}$ ), bazen za kaljenje u ulju i pretkomoru. Zbog opasnosti od eksplozije kod svih postupaka obradbe ispod  $750^\circ\text{C}$  potrebno je spriječiti izravan ulaz zraka u svaku atmosferu koja sadrži više od 5% vodika, a to se postiže na način da se na početku rada peći, plin i amonijak uvedu u zagrijanu peć na temperaturi višoj od  $750^\circ\text{C}$ . Tada se temperatura smanjuje do temperature nitrokarburiranja ispiranjem peći od zraka dok se ne postigne disocijacija amonijaka od 30%.

Kada se postigne željeni stupnja raspada amonijaka, predmeti se stavljaju u obradu. Tim se postupkom dobije zona spojeva debljine 15 – 20  $\mu\text{m}$  sa tvrdoćom od 700-900  $\text{HV}_{0,2}$  za ugljični čelik i 1100-1300  $\text{HV}_{0,2}$  za visokolegirani alatni čelik. Kao i kod nitrokarburiranja u solnoj kupki, i u ovom postupku mogu se obrađivati sve vrste čelika i lijevanog željeza.

### 2.1.2.3. COLOURNITE postupak

COLOURNITE postupak razvila je tvrtka "Brunkens" u suradnji s tvrtkama "SKF" i "AGA". To je kratkotrajni postupak sa naknadnom oksidacijom u plinu, a dobio je naziv jer površina obradka nakon nitrokarburiranja može biti crne, srebrne, zeleno-žute ili plave boje. Izvodi se na temperaturi od  $450^\circ\text{C}$  u mješavini plinova  $\text{NH}_3 + \text{CO}_2 + \text{H}_2 + (\text{zrak} / \text{N}_2\text{O} / \text{H}_2\text{O})$ . [4] Plinovi se u peć uvode zasebno te je radi toga moguće automatskom regulacijom parametara i regulacijom mješavine plinova utjecati na sastav i dubinu zone spojeva. Kombinacijom nitrokarburiranja i naknadne oksidacije značajno se povećava korozijska postojanost, a debljina oksidnog sloja iznosi od 1 do 2  $\mu\text{m}$  kao što je i vidljivo na slici 7. [6]



**Slika 7.** Površinski sloj nakon postupka COLOURNITE i naknadne oksidacije [6]

#### 2.1.2.4. NITROTEC postupak

NITROTEC postupak provodi se u vremenskom rasponu 1-4 sata pri temperaturi od 550-580°C u plinovitoj atmosferi dušika. Time se stvara površinski sloj željeznog nitrida debljine 5-50 mm podržan zonom difuzije bogatom dušikom u supstratu. Nakon toga vrši se oksidacija koja daje estetsku crno-sivu površinu. [11] NITROTEC postupak nitrokarburiranja primjenjuje se pri obradbi dijelova u automobilskoj industriji, pri eksploataciji plina i nafte, u industriji papira, itd.

#### 2.1.3. Ionsko ili plazma nitrokarburiranje

Nitrokarburiranje u plazmi postupak je u kojem se koristi mehanizam izbijanja iona. Električnom energijom stvara se ionizirana atmosfera te se putem plazme dušikovi ioni ubrzavaju do obradka. To je postupak koji se može primijeniti na različitim vrstama čelika i željeznih ljevova, a odvija se, primjenom smjese dušika i vodika u pećima pod vakuumom pri temperaturi od 300 – 590°C, u trajanju od 0,2 do 30 sati. [4, 12] Za razliku od ostalih vrsta nitrokarburiranja, ovaj postupak traje kraće, veća je energetska učinkovitost, veća ekološka sigurnost i minimalna potrošnja plina, a jedini ograničavajući faktor je previsoka cijena opreme. Prednost je također i kontrola strukture i svojstava sloja. Kod samog postupka nitrokarburiranja u plazmi, koriste se razni plinovi i njihove mješavine. Osim čistog amonijaka, koriste se još i mješavina amonijaka sa inertnim plinom i smjesa dušika sa metanom i propanom. Ta se

Određivanje dubine nitrokarburiranja površinski otvrdnutih čelika metodom ispitivanja tvrdoće prema Vickersu mješavina sastoji od oko 60-70% dušika, 1-3% metana, dok ostatak čini inertni plin, najčešće vodik. Ovakvom mješavinom plinova dobije se deblja zona spojeva, 10-12  $\mu\text{m}$ , iako je debljina 2-6  $\mu\text{m}$  sasvim dovoljna za dobru otpornost prema trošenju. [1,4, 13] Ova plinska mješavina uglavnom se koristi za nitrokarburiranje ugljičnih čelika.

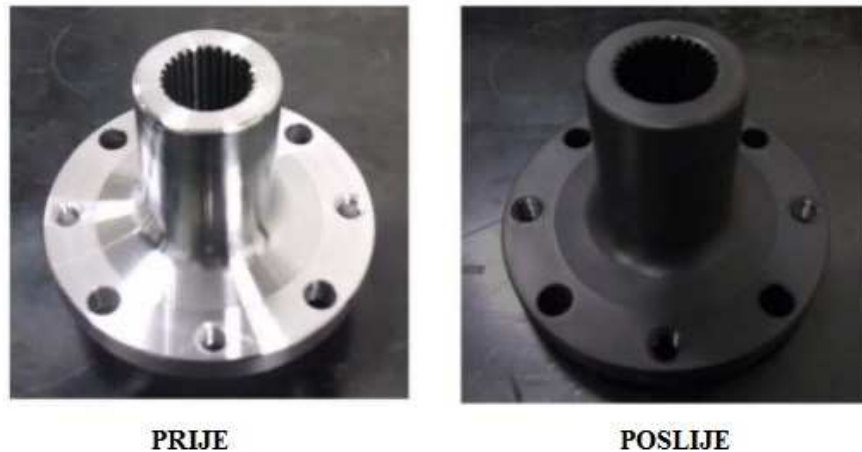
#### *2.1.3.1. PLASOX postupak nitrokarburiranja u plazmi s naknadnom oksidacijom*

Tvrtka *RÜBIG GmbH & CO KG* iz Austrije razvila je postupak PLASOX nitrokarburiranja, koji se provodi u vakuumskoj komori pri temperaturi od 500 - 580°C i tlaku od 1 - 9 mbar (slika 8). U istoj vakuumskoj komori odvija se naknadna oksidacija, a rezultat toga je dobivanje čistog magnetita na površini obradka. Naknadna oksidacija provodi se u trajanju od 30 - 60 minuta u kontroliranim uvjetima, ovisno o debljini oksidativnog sloja, dok se izbjegava nastajanje  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  spoja. [4]



**Slika 8.** Vakuumska komora za postupak PLASOX [14]

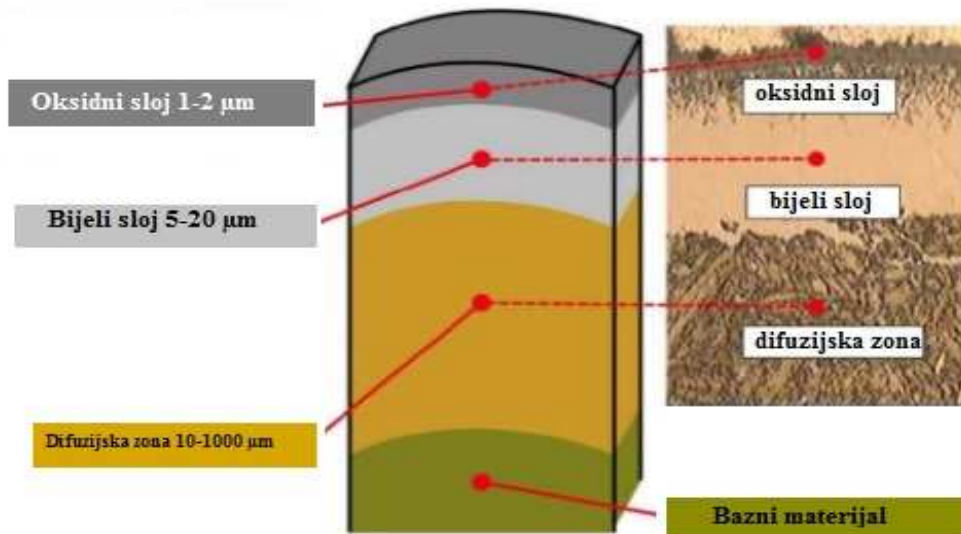
Neke od karakteristika PLASOX postupka su: niska temperatura obrade, ne zagađuje okoliš, mogućnost automatizacije procesa, kontrolirano postizanje zone spojeva i oksidnog sloja, lijep izgled površine obradka - dobiva se površinski crni sloj (slika 9). [8,13]



**Slika 9.** *Obradak prije i poslije nitrokarburiranja PLASOX postupkom [15]*

Ovim postupkom nitrokarburiranja sa naknadnom oksidacijom formiraju se tri zone. Nitrokarburiranjem nastaje zona spojeva i difuzijska zona, a oksidativni sloj dobiva se naknadnom oksidacijom. Slika 10. prikazuje zone nastale postupkom PLASOX.

**PLASOX oksidni sloj, bijeli sloj i difuzijska zona**



**Slika 10.** Zone nastale postupkom PLASOX [15]

Neki od dijelova koji se obrađuju PLASOX postupkom su: držači alata, glodala, alati za narezivanje navoja, dijelovi pištolja, specijalni alati, vratila, klipovi i sl.

#### 2.1.3.2. IONIT-OX<sup>®</sup> postupak nitrokarburiranja u plazmi s naknadnom oksidacijom

IONIT-OX<sup>®</sup> postupak provodi se kroz tri koraka na temperaturi od 500-580°C koji obuhvaćaju nitrokarburiranje u plazmi s ionskom aktivacijom i naknadnom oksidacijom. [4] Ekološki je prihvatljiv te se zbog toga sve više primjenjuje. Prvi korak obuhvaća stvaranje difuzijske zone debljine od 200 do 500 μm i zonu spojeva 15 do 30 μm. U drugom se koraku ionskom aktivacijom provodi modifikacija zone spojeva, a u trećem se provodi oksidacija kojom se na površini obradka stvara debeli sloj željeznog oksida od 1-3 μm. Obzirom da je željezni sloj oksida gust i kompaktan, obradci imaju veliku otpornost na koroziju.

Primjenom tog postupka dolazi do stvaranja sljedećih svojstava [8]:

- veća tvrdoća površine
- dobra tarna i klizna svojstva

- dobra otpornost prema koroziji i umoru materijala
- spoj aluminija bez galvanske korozije
- ekološka prihvatljivost

Na slici 11 prikazana je peć za IONIT OX<sup>®</sup> nitrokarburiranje.



**Slika 11.** Peć za IONIT OX<sup>®</sup> nitrokarburiranje tvrtke "Sulzer" [16]

#### **2.1.4. Nitrokarburiranje u fluidiziranim pećima**

Kod postupka nitrokarburiranja u fluidiziranim pećima primjenjuje se odgovarajući omjer smjese amonijaka ( $\text{NH}_3$ ) sa prirodnim plinom, pri temperaturama od 315 – 650°C. Kako je udio dušika visok, velika je vjerojatnost nastanka veće poroznosti u zoni spojeva, što može dovesti do pucanja sloja. [1] Kako bi se to spriječilo, sadržaj amonijaka se mora ograničiti na 10 – 14%. Prednost ovog postupka su veća savojna čvrstoća obrađenog predmeta te je manja vjerojatnost deformacije, dobro brtvljenje peći te se često koristi za obradu toplokovanih alata, hladno oblikovanih prirubnica, reznog alata itd. [1]



### **2.1.5. Austenitno nitrokarburiranje**

Austenitno nitrokarburiranje provodi se u trajanju od 2 sata pri temperaturi od 700°C, uz kaljenje u ulju. Pri austenitnom nitrokarburiranju nastaje zona spojeva debljine 25-30 µm i podsloj dubine 125-150 µm, čiju strukturu čine austenitna i martenzitna zona. Atmosfera u kojoj se provodi postupak sastoji se od 20 vol % NH<sub>3</sub>, 40 vol. % metanola i 40 vol. % dušika. Prednost ovog postupka je povećana tvrdoća sloja ispod zone spojeva te je stoga i veća njegova primjena. [1,17]

### **2.2. Slojevi nakon nitrokarburiranja**

Rubni sloj nakon nitrokarburiranja sastoji se od zone spojeva i difuzijske zone. Zona spojeva smještena je na površini obradka, male je debljine, otporna je na trošenje, a ovisno o korištenoj smjesi plinova može imati i porozni dio. Difuzijska zona debljine je 8 – 20 µm, ima veliku dinamičku izdržljivost te veliku otpornost na pritisak. Debljina obje zone ovisi o temperaturi i trajanju postupka. Što je trajanje duže, a temperatura viša dobiti će se deblja zona. [3]



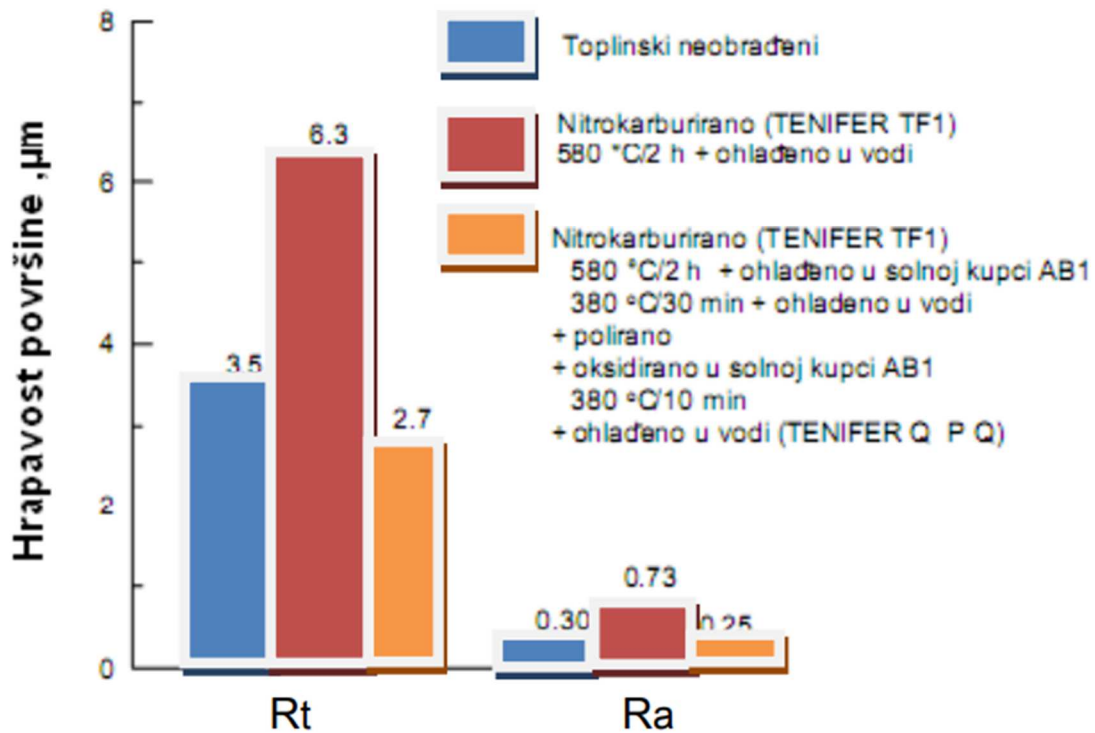
**Slika 12.** Difuzijska zona i zona spojeva snimljena na uzorku optičkim metalografskim mikroskopom Olympus BX51 u laboratoriju METRIS

### 2.3. Hrapavost površine

Svojstvo hrapavosti vrlo je bitno gledano s aspekta trošenja, trenja i korozije. Zbog stvaranja zone spojeva prilikom nitrokarburiranja hrapavost površine se povećava. U slučaju da se obradak nitrokarburira te Tenifer QPQ postupkom naknadno oksidira, hrapavost se znatno smanjuje u odnosu na nitrokarburirano stanje. [6] Raznim mehaničkim uređajima ispituje se profil površine, pri čemu se prate dva parametra vidljivo na slici 13:

$R_a$  – srednja aritmetička udaljenost profila,  $\mu\text{m}$

$R_t$  – najveća visina neravnina,  $\mu\text{m}$



Slika 13. Parametri hrapavosti površine [7]

#### 2.4. Vrste obrada prije i nakon nitrokarburiranja

Najčešći oblik toplinske obrade je kaljenje te naknadno popuštanje čelika koje se provodi na temperaturama višim od samog procesa nitrokarburiranja kako ne bi došlo do pada čvrstoće i do promjena mikrostrukture čelika.

Do promjene oblika i mjera nakon nitrokarburiranja dolazi zbog:

- zaostalih naprezanja nastalih zavarivanjem, kaljenjem, itd.
- naprezanja nastalog zbog neujednačenog hlađenja ili grijanja ili neadekvatnog nitrokarburiranja
- naprezanja nastalog zbog povećanja volumena na površini obradka.

U slučaju pravilne izvedbe nitrokarburiranja i mehaničke obrade, deformaciju obradka može uzorkovati jedino povećanje nitridnog sloja. Takva vrsta deformacije ovisi o temperaturi i vremenu nitrokarburiranja, o obliku obradka, o debljini površinskog sloja te sastavu materijala.

Kod postupka nitrokarburiranja mogu se pojaviti oštri rubovi koje bi bilo dobro izbjeći, iz razloga što sadrže veću količinu dušika te su zbog visoke krhkosti podložni ljuštenju. Ukoliko se oštri rubovi ipak pojave, problem krhkosti može se spriječiti nitrokarburiranjem one strane koja će biti izložena trošenju.

Toplinska obrada nakon postupka nitrokarburiranja se ne provodi, osim u slučaju kako bi se uklonili krivi rubovi, ukoliko je došlo do nekih drugih odstupanja u obliku ili kako bi se uklonili dijelovi zone spojeva. Ukoliko se zona spojeva želi zadržati postupak obrade koji dolazi u obzir je poliranje i superfiniš, a ukoliko zonu spojeva ipak treba ukloniti najbolje je koristiti brušenje. Kako bi kvaliteta nitrokarburiranog sloja bila na visokom nivou potrebno je primijeniti sljedeće radnje:

- odvajanje čestica grubom obradom
- odvajanje čestica završnom obradom brušenja
- finu abrazivnu obradu materijala – lepanje

## 2.5. Primjena nitrokarburiranih dijelova

Nitrokarburiranje se u najvećoj mjeri koristi za:

- automobilske dijelove (vratila, osovine, zupčanici)
- alate za prešanje, lijevanje, kovanje
- različite strojne dijelove u industriji
- za vodilice i rezne alate

Sam postupak nitrokarburiranja može se primjenjivati kod alatnih i brzoreznih čelika te čelika za topli rad. Alatni čelici se nitrokarburiraju u rasponu od svega par minuta do nekoliko sati, u kupki na oko 550°C, dok kod brzoreznih čelika nitrokarburiranje traje znatno kraće, do najviše 15 minuta. Podjednako se povisuje tvrdoća i otpornost na trošenje, a primjenjuje se za različite dijelove alata kao što su spiralna svrdla, noževi zupčanika, pile za rezanje metala te glodala. Kod čelika za topli rad (ukovnja, kokila) nitrokarburiranje se vrši na temperaturi manjoj od 570°C te je znatno otežano lijepljenje vrućeg metala u kalupu kod vađenja odljevka. Na slici 14. možemo vidjeti spojnice nakon QPQ postupka nakon nitrokarburiranja gdje se uspješno povećala izdržljivost i otpornost na trošenje.



**Slika 14.** *Spojnice nakon nitrokarburiranja TENIFER postupkom [10]*

### 3. EKSPERIMENTALNI DIO

Ekperimentalni dio rada obuhvaća određivanje dubine nitrokarburiranja metodom ispitivanja tvrdoće prema Vickersu. Ispitivanje je provedeno u Ustanovi Centru za istraživanje materijala Istarske županije METRIS. Sama metoda ispitivanja vrši se prema normi HRN EN ISO 2639.

#### 3.1. Priprema uzoraka

Ispitivanja su provedena na 5 uzoraka čelika za primjenu u vojnoj industriji. Točni kemijski sastavi uzoraka ne mogu se objaviti u okviru ovog završnog rada. Ispitni uzorci pripremljeni su u propisanim dimenzijama te postupkom hladnog ulijevanja zaliveni polimernom masom u kalupe (slike 15 i 16.).



**Slika 15.** Primjer kalupa

Određivanje dubine nitrokarburiranja površinski otvrdnutih čelika metodom ispitivanja tvrdoće prema Vickersu



**Slika 16.** Polimerna masa za zalijevanje uzoraka

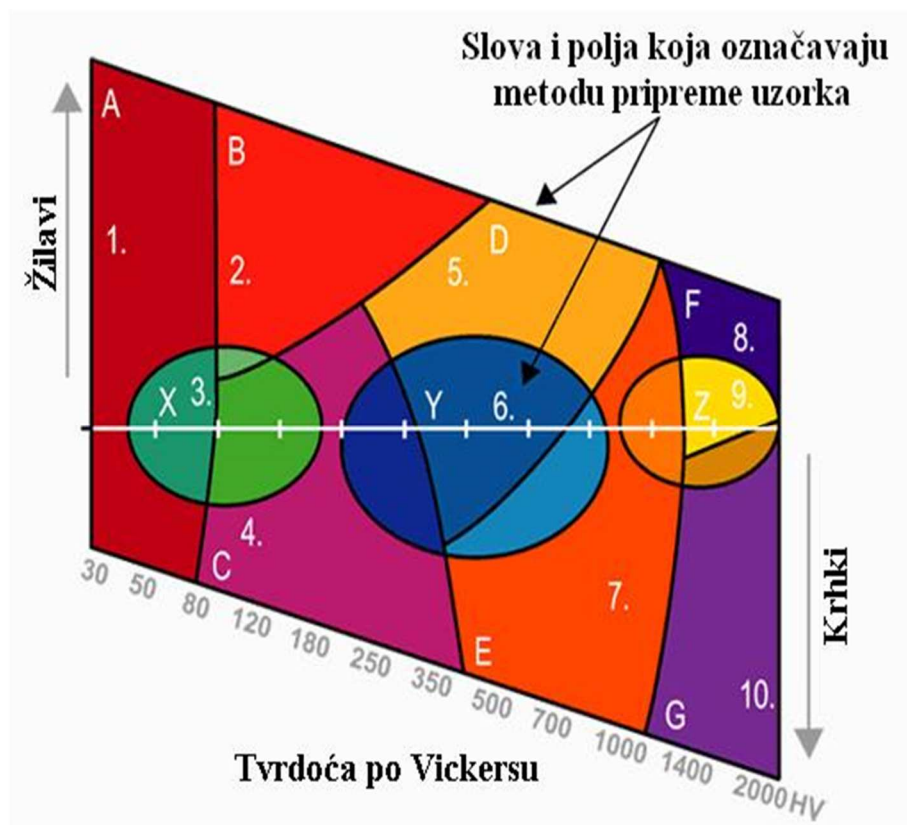
Postupak brušenja i poliranja rađen je na uređaju tvrtke Struers, LaboPol-5 (slika 17.), s nosačem uzoraka LaboForce-3 i dozatorom lubrikanta LaboDoser.



**Slika 17.** Uređaj za brušenje i poliranje Struers LaboPol-5

Određivanje dubine nitrokarburiranja površinski otvrdnutih čelika metodom ispitivanja tvrdoće prema Vickersu

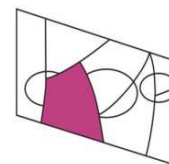
Na slici 18. dan je metalogram na kojem su prikazani materijali prema njihovim fizikalnim svojstvima: tvrdoća i žilavost. Metalogram se temelji na deset metoda ovisno o vrsti materijala, podijeljene od A-Z, prema kojima se vrši priprema uzoraka. U postupku je korišten tip pripreme za prekaljeni srednje ugljični čelik označen metodom C (slika 18.), u kojem je navedena potrebna vrsta brusnog papira i magnetskih ploča s njihovim lubrikantima (slika 19.).



Slika 18. Metalogram za pripremu uzoraka [18]



Metalografska priprema, metoda

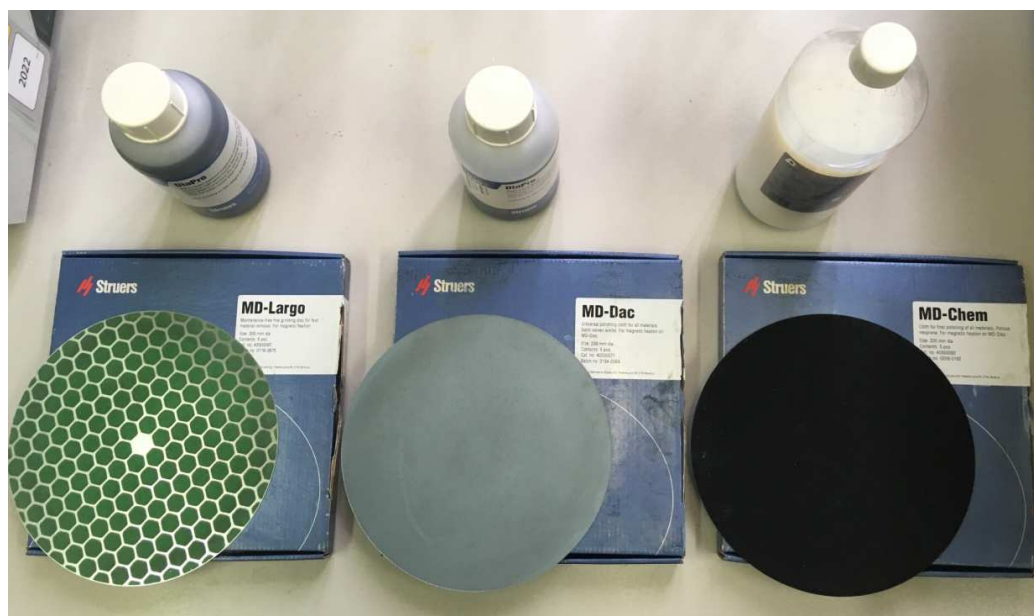
**C****Brušenje**

| Korak                     | PG       | FG                    |
|---------------------------|----------|-----------------------|
| Površina                  | SiC-Foil | MD-Largo              |
| Abraziv                   | SiC      | DiaPro AllegroLargo 9 |
| Gradacija / Veličina zrna | # 220    | 9 μm                  |
| Lubrikant                 | Voda     |                       |
| Brzina vrtnje [rpm]       | 300      | 150                   |
| Sila [N]/uzorak           | 30       | 40                    |
| Vrijeme [min]             | ∞        | 3                     |

**Poliranje**

| Korak               | DP           | OP          |
|---------------------|--------------|-------------|
| Površina            | MD-Dac       | MD-Chem     |
| Abraziv             | DiaPro Dac 3 | OP-S NonDry |
| Veličina zrna       | 3 μm         | 0.04 μm     |
| Lubrikant           |              | -           |
| Brzina vrtnje [rpm] | 150          | 150         |
| Sila [N]/uzorak     | 30           | 10          |
| Vrijeme [min]       | 3            | 1           |

Slika 19. Priprema za srednje ugljični kaljeni čelik, metoda C [18]



Slika 20. Magnetske ploče MD-Largo, MD-Dac i MD-Chem sa lubrikantima

Određivanje dubine nitrokarburiranja površinski otvrdnutih čelika metodom ispitivanja tvrdoće prema Vickersu

Slika 20. prikazuje magnetske ploče s kojom je provedeno brušenje i poliranje uzoraka. Prvo je provedeno mokro grubo brušenje, u kojem je korišten SiC brusni papir granulacije #220, koji se koristi za izravnavanje površine. Zatim je provedeno mokro fino brušenje-poliranje, u kojem je korištena magnetska ploča MD-Largo s lubrikantom na bazi dijamanta veličine zrna do 9  $\mu\text{m}$ , kako bi se otklonile veće oglebotine. Zatim je provedeno poliranje korištenjem ploče MD-Dac, također s lubrikantom na bazi dijamanta, veličine zrna 3  $\mu\text{m}$  te je u zadnjem koraku provedeno fino poliranje površine uzoraka koje daje sjaj poput zrcala, pločom MD-Chem i suspenzijom od 0,03  $\mu\text{m}$ . Uzorak je nakon brušenja i poliranja ispran vodom, alkoholom i sušen na zraku.

### 3.2. Ispitivanje tvrdoće Vickersovom metodom

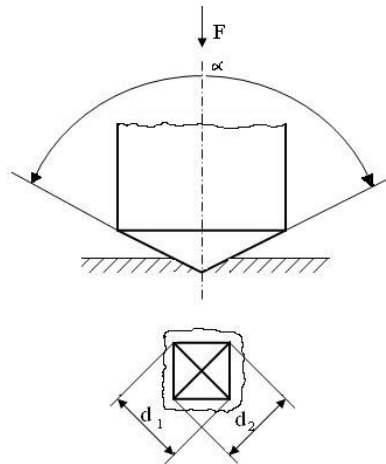
Ispitivanje mikrotvrdoće uzoraka, kojom se određuje dubina nitrokarburiranog sloja provedena je prema normi HRN EN ISO 6507-1 i HRN EN ISO 2639, na uređaju Duramin 2, proizvođača Struers (slika 21.) Vickersova metoda zamijenila je nedostatke Brinell metode, a to su ograničeno područje mjerenja do 450 HB te ovisnost tvrdoće o primijenjenoj sili utiskivanja kuglice. Navedeni nedostaci uklonjeni su upotrebom dijamantnog penetranta umjesto čelične kuglice i njegovim oblikom. [19]



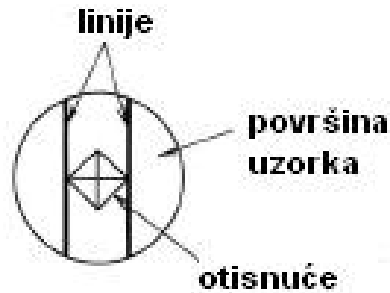
**Slika 21. Uređaj za ispitivanje mikro- i semimikro- tvrdoće prema Vickersu, Struers  
Duramin 2**

Mjerenje pomoću penetranta je trenutno najpraktičnija metoda mjerenja tvrdoće. Materijal sa tvrdoćom približnom tvrdoći dijamanta, koristi se za stvaranje trajne deformacije na površini ispitnog uzorka, a zatim se tvrdoća određuje prema opterećenju potrebnom za stvaranje deformacije i dimenzijama deformacije. [19]

Penetrant je četverostrana dijamantna piramida sa kutom od  $136^\circ$  između dijagonala. Piramida se utiskuje u površinu ispitnog uzorka nakon čega se mjeri duljina dijagonala piramide (slika 22.).

**Slika 22. Princip mjerenja [20]**

Za mjerenje otisnuća koristi se mikroskop. Maksimalno uvećanje koje postiže mjerni mikroskop je 400X za precizna mjerenja malih otisnuća. Kako bi se izmjerilo otisnuće, dvije linije postavljaju se na suprotne strane piramide, kao što je prikazano na slici 23.



**Slika 23.** Mjerenje otisnuća

Tvrdoća prema Vickers-u proračunava se prema jednadžbi:

$$HV \approx 0,1891 \times \frac{F}{d^2}$$

gdje je:

$F$  – sila utiskivanja [N]

$d$  – aritmetička sredina dvaju dijagonala  $d_1$  i  $d_2$  [mm]

Proračun tvrdoće provodi se programom, nakon što su se izmjerile obje dijagonale piramide. Ispitivanje se provodi u kontroliranim uvjetima, pri temperaturi od  $23 \pm 5^\circ\text{C}$ , na glatkoj i ravnoj površini uzorka, bez oksida, strane materije i potpuno očišćena od maziva, ukoliko nije drugačije navedeno u standardu proizvoda. Također, izrazito je važno da ispitni uzorak čvrsto stoji na nosaču tako da ne dolazi do micanja tijekom ispitivanja.

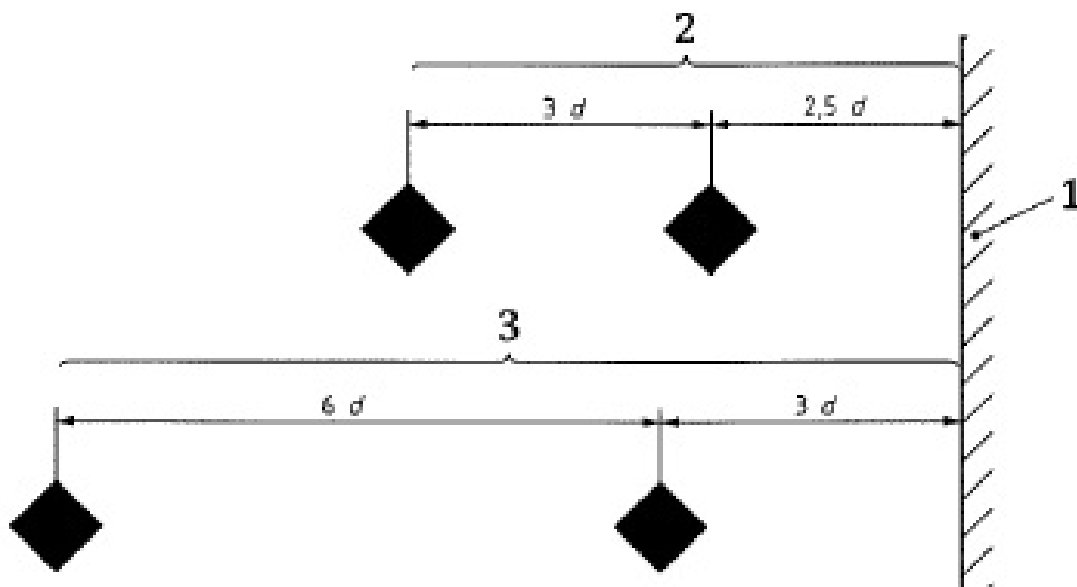
Tvrdomjer prema Vickersu, korišten u Ustanovi Centru za istraživanje materijala Istarske županije METRIS, mjeri u području mikro i semi-mikro tvrdoće, raspona sile od 9,81 mN do 19,61 N. Rasponi ispitnih sila nalaze se u tablici 1.

**Tablica 1.** Rasponi ispitnih sila (norma HRN EN ISO 6507-1) [20]

| Raspon ispitne sile,<br>$F$ [N] | Simbol tvrdoće           | Oznaka                             |
|---------------------------------|--------------------------|------------------------------------|
| $F \geq 49,03$                  | $\geq HV 5$              | Vickersova metoda makrotvrdoće     |
| $1,961 \leq F < 49,03$          | $HV 0,2$ do $< HV 5$     | Vickersova metoda semimikrotvrdoće |
| $0,009807 \leq F < 1,961$       | $HV 0,001$ do $< HV 0,2$ | Vickersova metoda mikrotvrdoće     |

Kod mjerenja penetrant je potrebno dovesti na površinu ispitnog uzorka te primijeniti silu ispitivanja u smjeru koji je okomit na površinu ispitnog uzorka, bez vibracija, dok primijenjena sila ne dosegne određenu vrijednost, kroz 10 do 15 s, izuzev kod ispitivanja materijala čija vremenski ovisna svojstva ne bi odgovarala ovom vremenskom rasponu. Minimalni razmak između susjednih otisaka i minimalni razmak između otiska i ruba ispitnog uzorka prikazan je na slici 24.

Udaljenost između bilo kojeg centra otiska i ruba ispitnog uzorka treba biti najmanje 2,5 puta srednja duljina dijagonale otiska u slučaju čelika, bakra i bakrenih legura i najmanje 3 puta srednja duljina dijagonale otiska u slučaju lakih metala, olova i kositra te njihovih legura. Udaljenost između centara dvaju susjednih otisaka treba biti najmanje 3 puta srednja duljina dijagonale otiska u slučaju čelika, bakra i bakrenih legura, odnosno najmanje 6 puta srednja duljina dijagonale u slučaju lakih metala, olova i kositra te njihovih legura. Ako se dva susjedna otiska razlikuju u veličini, razmak treba biti baziran na srednjoj duljini dijagonale većeg otiska.



1. rub ispitnog uzorka
2. čelik, bakar i bakrene legure
3. laki metali, olovo, kositar i njihove legure

**Slika 24.** Minimalni razmak između otisaka i ruba ispitnog uzorka [20]

Prvi korak kod postupka ispitivanja započinje sa provjerom etalona čija je svrha utvrđivanje točnosti uređaja i provjera mjeritelja. Laboratorij u kojem je provedeno ispitivanje posjeduje dva etalona HV 0,1 i HV 1, poznatih vrijednosti 636 i 719 HV, koji su prikazani na slici 25.



**Slika 25.** *Primjer etalona*

Ispitivanje je odrađeno na većem etalonu standardnim postupkom te je provedeno 5 mjerenja i određena je srednja vrijednost. Mjerenja koja su provedena na etalonu dana su u tablici 2.

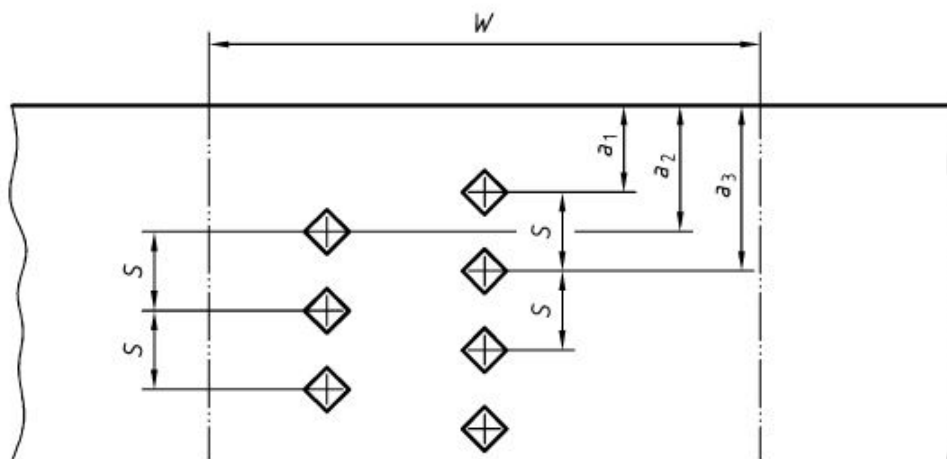
**Tablica 2.** *Provjera etalona*

| Rbr. | L <sub>1</sub> , μm | l <sub>2</sub> , μm | HV 1 |
|------|---------------------|---------------------|------|
| 1.   | 50,51               | 50,94               | 721  |
| 2.   | 50,66               | 51,05               | 717  |
| 3.   | 50,59               | 50,96               | 719  |
| 4.   | 50,46               | 51,11               | 719  |
| 5.   | 50,56               | 51,06               | 718  |

Dobiveni rezultati mjerenja na etalonu su bili unutar tolerancije te se pristupilo mjerenjima ispitnih uzoraka. Uzorci pripremljeni za ispitivanje dani su na slici 25., utiskana su dva otiska za istiskivanje zraka i provedeno je ispitivanje. Ispitivanje tvrdoće provedeno je na poprečnom presjeku u dva reda mjerenja, radi propisanog razmaka od minimalno 3 dijagonale, kako bi se izbjeglo preklapanje otisaka (slike 27. i 28.)

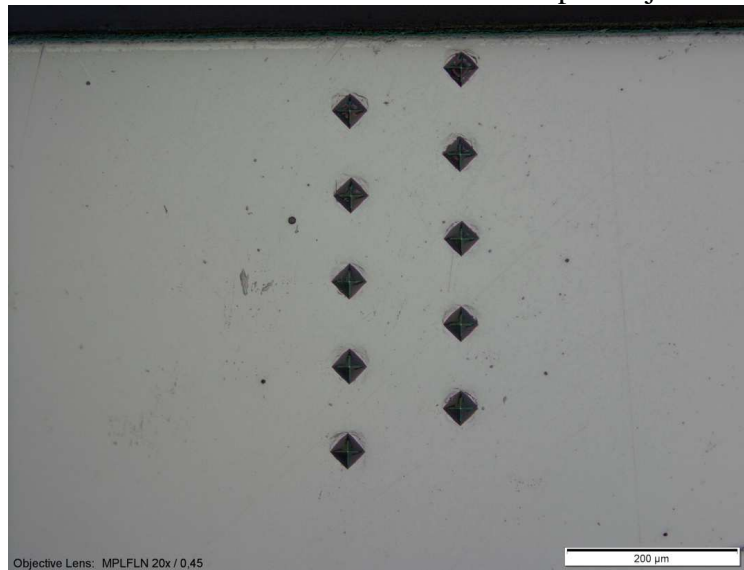


**Slika 26.** Nitrokarburirani uzorci pripremljeni za ispitivanje



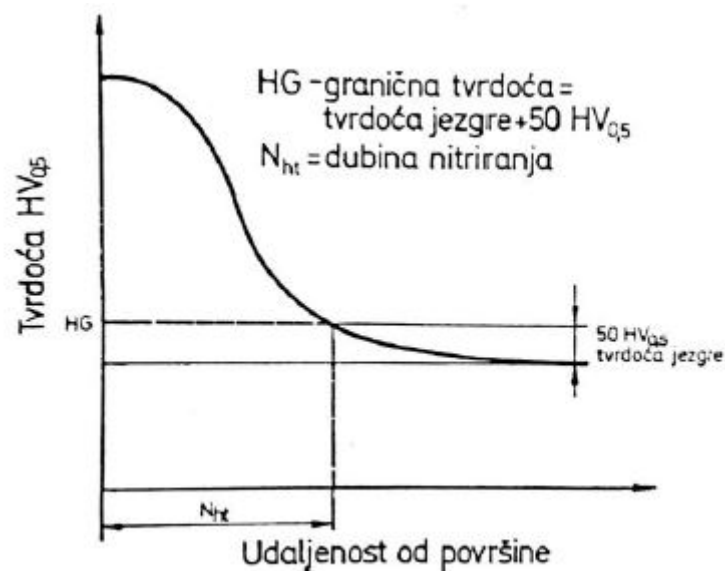
**Slika 27.** Pozicije mjerenja [21]

Određivanje dubine nitrokarburiranja površinski otvrdnutih čelika metodom ispitivanja tvrdoće prema Vickersu



**Slika 28.** OM mikrografija uzoraka nakon ispitivanja; povećanje 200x

Dubina nitrokarburiranog sloja definira se kao udaljenost okomita od ruba ispitnog uzorka do točke u nitrokarburiranom sloju gdje je prisutna granična tvrdoća (HG). Vrijednost granične tvrdoće uzima se izmjerena tvrdoća jezgre plus 50 HV. [2] Na slici 29. dan je prikaz mjerenja nitrokarburiranog sloja.



**Slika 29.** Mjerenje nitrokarburiranog sloja mikrotvrdoćom prema Vickersu [2]



Određivanje dubine nitrokarburiranja površinski otvrdnutih  
čelika metodom ispitivanja tvrdoće prema Vickersu

Sila ispitivanja mora biti u rasponu od HV 0,5 (4,9 N) – HV 1 (9,81 N), a vrijeme od 10-15 sekundi. U ovom eksperimentu odabrana je sila od 4,9 N te vrijeme utiskivanja 12 sekundi. Potrebno je napraviti onoliko mjerenja dok se ne postigne vrijednost jezgre. Kod svih 5 uzoraka koji su ispitani u ovom eksperimentu, prvi otisak napravljen je na 50  $\mu\text{m}$  udaljenosti od površine.

**4. REZULTATI I DISKUSIJA**

U tablicama 3. – 7. dani su rezultati provedenih mjerenja ispitivanja dubine nitrokarburiranog sloja Vickersovom metodom. Na slikama 30. – 34. dan je grafički prikaz ovisnosti tvrdoće HV0.5 o udaljenosti od površine.

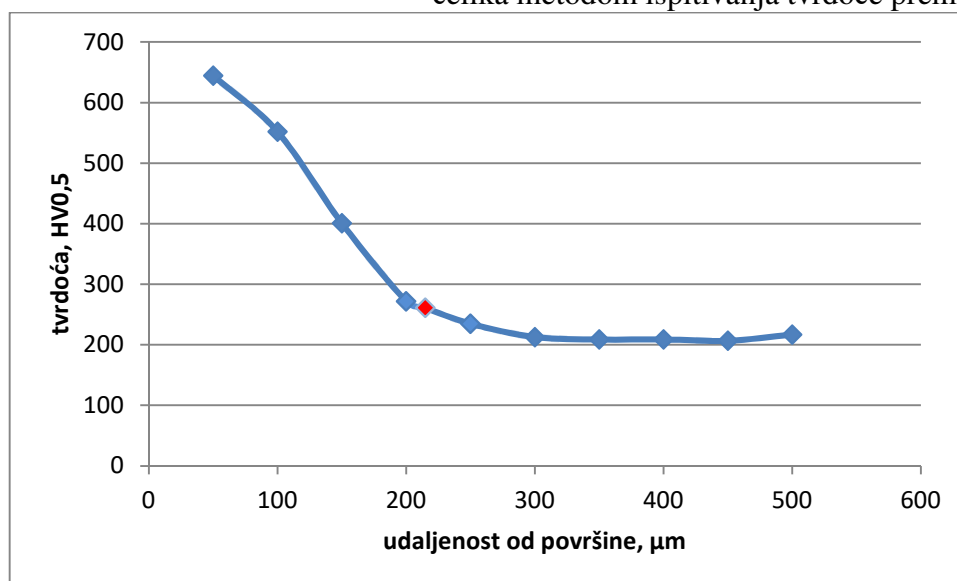
Rezultati ispitivanja su pokazali da je kod uzoraka 1, 2 i 4 uspješno proveden postupak nitrokarburiranja i uzorci pokazuju visoke vrijednosti tvrdoće materijala. Kod uzoraka 3 i 5 može se vidjeti iz rezultata provedenih ispitivanja kako nema značajne promjene tvrdoće od ruba ispitnog uzorka i jezgre materijala (tablice 6. i 8., slike 32. i 34.).

**Tablica 3.** Tvrdoća HV0.5 za uzorak 1.

| Redni broj mjerenja | Udaljenost od površine, $\mu\text{m}$ | Tvrdoća, HV 0,5 |
|---------------------|---------------------------------------|-----------------|
| 1                   | 50                                    | 645             |
| 2                   | 100                                   | 552             |
| 3                   | 150                                   | 401             |
| 4                   | 200                                   | 272             |
| 5                   | 250                                   | 235             |
| 6                   | 300                                   | 213             |
| 7                   | 350                                   | 209             |
| 8                   | 400                                   | 209             |
| 9                   | 450                                   | 207             |
| 10                  | 500                                   | 217             |

|   |       |
|---|-------|
| <b>Grafična tvrdoća, HV</b>                   | 261,0 |
| <b>Tvrdoća jezgre, HV</b>                     | 211,0 |
| <b>Dubina nitrokarburiranog sloja NHT, mm</b> | 0,215 |

Određivanje dubine nitrokarburiranja površinski otvrdnutih  
čelika metodom ispitivanja tvrdoće prema Vickersu



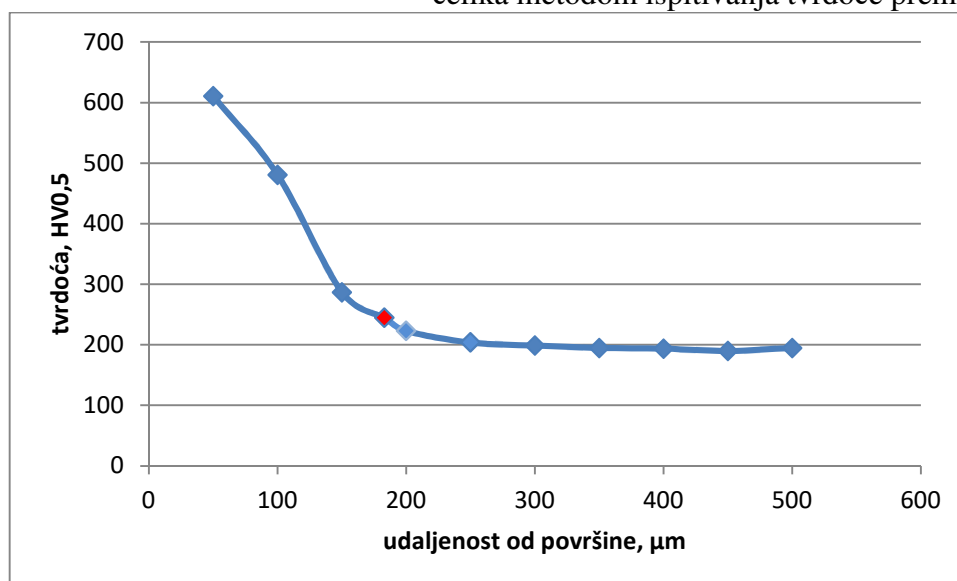
**Slika 30.** Ovisnost tvrdoće udaljenosti od površine za uzorak 1

**Tablica 4.** Tvrdoća HV0.5 za uzorak 2

| Redni broj mjerenja | Udaljenost od površine, $\mu\text{m}$ | Tvrdoća, HV 0,5 |
|---------------------|---------------------------------------|-----------------|
| 1                   | 50                                    | 611             |
| 2                   | 100                                   | 481             |
| 3                   | 150                                   | 287             |
| 4                   | 200                                   | 223             |
| 5                   | 250                                   | 204             |
| 6                   | 300                                   | 199             |
| 7                   | 350                                   | 195             |
| 8                   | 400                                   | 194             |
| 9                   | 450                                   | 190             |
| 10                  | 500                                   | 195             |

|   |       |
|---|-------|
| <b>Granična tvrdoća, HV</b>                   | 244,6 |
| <b>Tvrdoća jezgre, HV</b>                     | 194,6 |
| <b>Dubina nitrokarburiranog sloja NHT, mm</b> | 0,183 |

Određivanje dubine nitrokarburiranja površinski otvrdnutih  
čelika metodom ispitivanja tvrdoće prema Vickersu



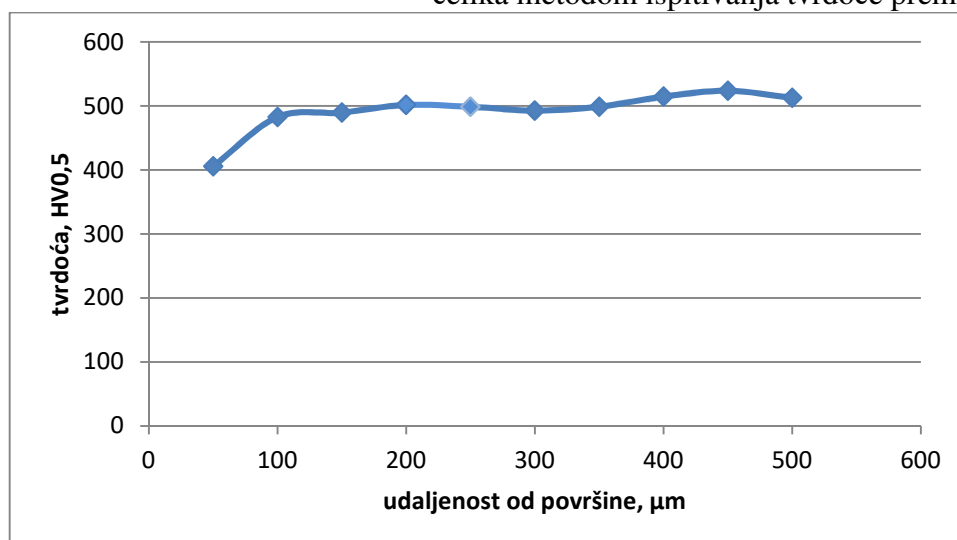
**Slika 31.** Ovisnost tvrdoće udaljenosti od površine za uzorak 2

**Tablica 5.** Tvrdoća HV0.5 za uzorak 3

| Redni broj mjerenja | Udaljenost od površine, $\mu\text{m}$ | Tvrdoća, HV 0,5 |
|---------------------|---------------------------------------|-----------------|
| 1                   | 50                                    | 406             |
| 2                   | 100                                   | 483             |
| 3                   | 150                                   | 490             |
| 4                   | 200                                   | 502             |
| 5                   | 250                                   | 499             |
| 6                   | 300                                   | 493             |
| 7                   | 350                                   | 499             |
| 8                   | 400                                   | 515             |
| 9                   | 450                                   | 524             |
| 10                  | 500                                   | 513             |

|   |       |
|---|-------|
| <b>Granična tvrdoća, HV</b>                   | /     |
| <b>Tvrdoća jezgre, HV</b>                     | 508,8 |
| <b>Dubina nitrokarburiranog sloja NHT, mm</b> | /     |

Određivanje dubine nitrokarburiranja površinski otvrdnutih  
čelika metodom ispitivanja tvrdoće prema Vickersu



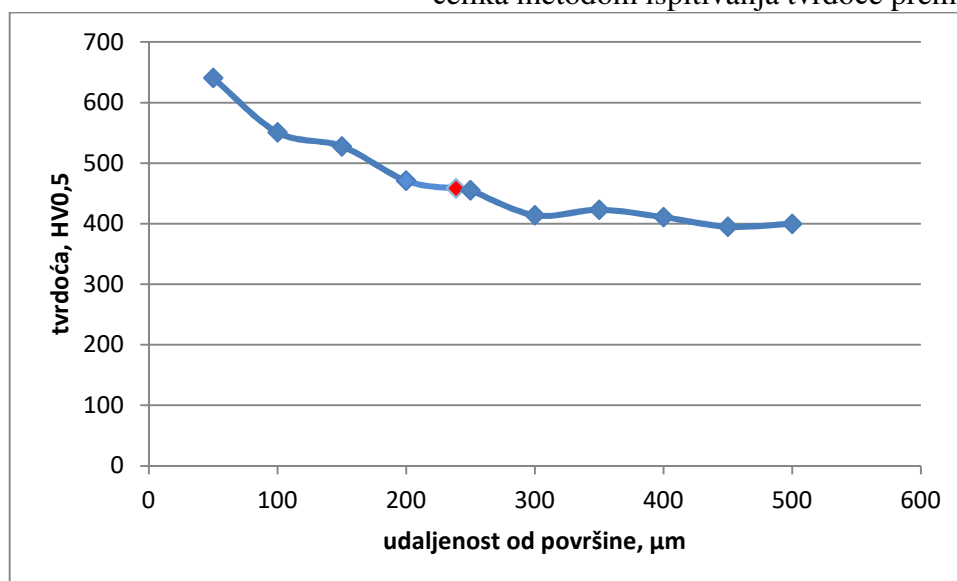
**Slika 32.** Ovisnost tvrdoće udaljenosti od površine za uzorak 3

**Tablica 6..** Tvrdoća HV0.5 za uzorak 4

| Redni broj mjerenja | Udaljenost od površine, $\mu\text{m}$ | Tvrdoća, HV 0,5 |
|---------------------|---------------------------------------|-----------------|
| 1                   | 50                                    | 641             |
| 2                   | 100                                   | 551             |
| 3                   | 150                                   | 528             |
| 4                   | 200                                   | 471             |
| 5                   | 250                                   | 455             |
| 6                   | 300                                   | 414             |
| 7                   | 350                                   | 423             |
| 8                   | 400                                   | 411             |
| 9                   | 450                                   | 395             |
| 10                  | 500                                   | 400             |

|   |       |
|---|-------|
| <b>Grafična tvrdoća, HV</b>                   | 458,6 |
| <b>Tvrdoća jezgre, HV</b>                     | 408,6 |
| <b>Dubina nitrokarburiranog sloja NHT, mm</b> | 0,239 |

Određivanje dubine nitrokarburiranja površinski otvrdnutih  
čelika metodom ispitivanja tvrdoće prema Vickersu



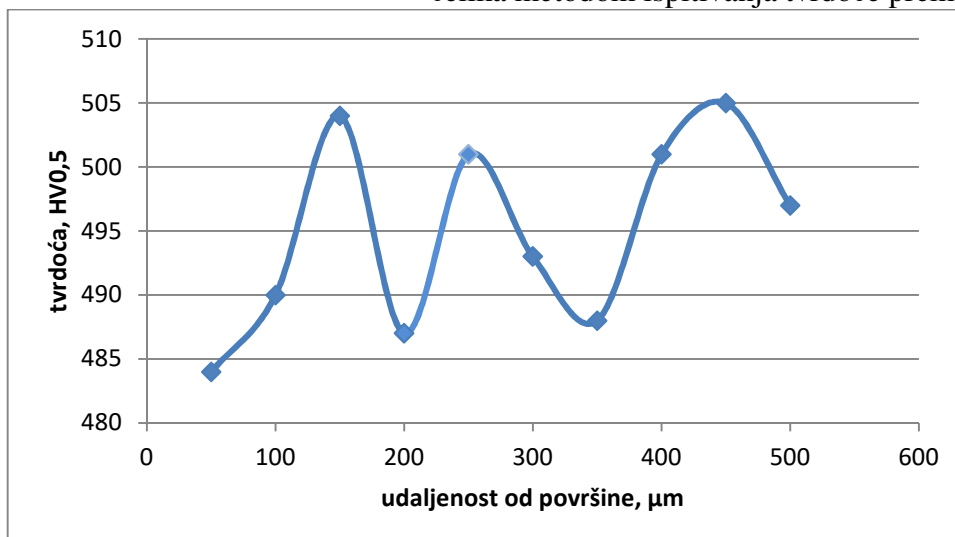
**Slika 33.** Ovisnost tvrdoće udaljenosti od površine za uzorak 4

**Tablica 7.** Tvrdoća HV0.5 za uzorak 5

| Redni broj mjerenja | Udaljenost od površine, $\mu\text{m}$ | Tvrdoća, HV 0,5 |
|---------------------|---------------------------------------|-----------------|
| 1                   | 50                                    | 484             |
| 2                   | 100                                   | 490             |
| 3                   | 150                                   | 504             |
| 4                   | 200                                   | 487             |
| 5                   | 250                                   | 501             |
| 6                   | 300                                   | 493             |
| 7                   | 350                                   | 488             |
| 8                   | 400                                   | 501             |
| 9                   | 450                                   | 505             |
| 10                  | 500                                   | 497             |

|   |       |
|---|-------|
| <b>Granična tvrdoća, HV</b>                   | /     |
| <b>Tvrdoća jezgre, HV</b>                     | 496,8 |
| <b>Dubina nitrokarburiranog sloja NHT, mm</b> | /     |

Određivanje dubine nitrokarburiranja površinski otvrdnutih čelika metodom ispitivanja tvrdoće prema Vickersu



**Slika 34.** Ovisnost tvrdoće udaljenosti od površine za uzorak 5

## 5. ZAKLJUČAK

U radu je dan prikaz različitih postupaka nitrokarburiranja, kao što su nitrokarburiranje u solnim kupkama, sa i bez naknadne oksidacije i neki od postupaka plinskog i plazma nitrokarburiranja. Temeljem ovog rada može se zaključiti kako se nitrokarburiranjem, kao postupkom toplinsko-kemijske obrade materijala, povećava otpornost na trošenje, postiže veća površinska tvrdoća, povećava otpornost na koroziju te dinamička izdržljivost materijala. Postupkom nitrokarburiranja može se obrađivati čak i nelegirani čelik te željezni ljevovi, ali do izuzetnog povišenja tvrdoće dolazi samo kod čelika s legirajućim elementima. Kod nelegiranih čelika ne dolazi do značajnijeg povišenja tvrdoće na površini predmeta. Rezultati eksperimentalnog ispitivanja 5 uzoraka čelika pokazala su da je kod 3 uzorka uspješno proveden postupak nitrokarburiranja, dok su 2 uzorka pokazala loše rezultate mjerenja tvrdoće. Rezultati potvrđuju da se ispitivanje dubine nitrokarburiranog sloja metodom mjerenja tvrdoće materijala može uspješno koristiti za kontrolu kvalitete proizvoda, i u najzahtjevnijim područjima primjene.



## 6. LITERATURA

- [1] Gojić M.: Površinska obradba materijala, Metalurški fakultet, Sisak, 2010.
- [2] Augusta D.: Završni rad, Fakultet strojarstva i brodogradnje, Zagreb, 2011.
- [3] F.A.P. Fernandes, L.C. Casteletti, J. Gallego, Microstructure of nitrided and nitrocarburized layers produced on a superaustenitic stainless steel, *J. Mater. Res. Technol.*, (2013) 2, 2, 158–164.
- [4] Tadić I.: Završni rad, Fakultet strojarstva i brodogradnje, Zagreb, 2012.
- [5] Rudman F.: Završni rad, Veleučilište u Karlovcu, Karlovac, 2018.
- [6] Vlašić M.: Završni rad, Fakultet strojarstva i brodogradnje, Zagreb, 2009.
- [7] Peharec I.: Završni rad, Fakultet strojarstva i brodogradnje, Zagreb, 2009.
- [8] Horvat Ž.: Završni rad, Fakultet strojarstva i brodogradnje, Zagreb, 2007.
- [9] [https://sestar.irb.hr/instrumenti\\_show.php?ID=1748](https://sestar.irb.hr/instrumenti_show.php?ID=1748)
- [10] J. Bošlet, M. Kreutz: Tufftride® - QPQ Process, Technical Information, 1 – 15.
- [11] <http://www.hauckht.se/en/our-process-services/nitrotec/>
- [12] M.K. Zarchi, M. H. Shariat, S.A. Dehghan, S. Solhjoo, *Characterization of nitrocarburized surface layer on AISI1020 steel by electrolytic plasma processing in an ureaelectrolyte*, *J. Mater. Res. Technol.*, (2013) 2 ,3, 213–220.
- [13] A.P. Andra de Manfridini, G.C. Durães de Godoy, Leandro de Arruda Santos, *Structural characterization of plasma nitrided interstitial-free steel at different temperatures by SEM, XRD and Rietveld method*, *J. Mater. Res. Technol.*, (2017) 6 ,1, 65–70.
- [14] <https://www.rubig.com/en/heat-treatment/plasma-nitriding-plasnit/>
- [15] <http://www.jgs-nitriding.com/index.php/services>
- [16] <http://www.nagamohr.com/de/maschinen/>
- [17] M. Aravind, S.K. Ashok, V. Vignesh, *Effect of Austenitic Nitrocarburizing of mild steel under varying cooling rate and ageing conditions*, *International Journal of Engineering Development and Research*, IJEDR1302027, 125. – 127.
- [18] <https://www.struers.com/en/Knowledge/Grinding-and-polishing>
- [19] Ivaniš D.: Završni rad, Fakultet strojarstva i brodogradnje, Zagreb, 2009.
- [20] HRN EN ISO 6507-1:2018, Metalni materijali - Ispitivanje tvrdoće prema Vickersu - 1. dio: Metoda ispitivanja
- [21] HRN EN ISO 2639:2003, Čelik - Određivanje i provjeravanje dubine površinski otvrdnutih čelika

## **7. PRILOZI:**

### **POPIS SLIKA:**

- Slika 1.** *Pregled postupaka nitrokarburiranja*
- Slika 2.** *Usporedba postupaka nitrokarburiranja TENIFER i TENIFER QPQ s naknadnom oksidacijom*
- Slika 3.** *Kemijska reakcija u solnoj kupki TF1*
- Slika 4.** *Solna kupka za nitrokarburiranje TENIFER*
- Slika 5.** *Shematski prikaz Tenifer QPQ postupka*
- Slika 6.** *Postrojenje za nitrokarburiranje s naknadnom oksidacijom u solnoj kupki TENIFER QPQ*
- Slika 7.** *Površinski sloj nakon postupka COLOURNITE i naknadne oksidacije*
- Slika 8.** *Vakuumska komora za postupak PLASOX*
- Slika 9.** *Obradak prije i poslije nitrokarburiranja PLASOX postupkom*
- Slika 10.** *Zone nastale postupkom PLASOX*
- Slika 11.** *Peć za IONIT OX<sup>®</sup> nitrokarburiranje tvrtke "Sulzer"*
- Slika 12.** *Difuzijska zona i zona spojeva snimljena na uzorku optičkim metalografskim mikroskopom Olympus BX51 u laboratoriju METRIS*
- Slika 13.** *Parametri hrapavosti površine*
- Slika 14.** *Spojnice nakon nitrokarburiranja TENIFER postupkom*
- Slika 15.** *Primjer kalupa*
- Slika 16.** *Polimerna masa za zalijevanje uzoraka*
- Slika 17.** *Uređaj za brušenje i poliranje Struers LaboPol-5*
- Slika 18.** *Metalogram za pripremu uzoraka*
- Slika 19.** *Priprema za srednje ugljični kaljeni čelik, metoda C*
- Slika 20.** *Magnetske ploče MD-Largo, MD-Dac i MD-Chem sa lubrikantima*
- Slika 21.** *Uređaj za ispitivanje mikro- i semimikro- tvrdoće prema Vickersu, Struers Duramin 2*
- Slika 22.** *Princip mjerenja*
- Slika 23.** *Mjerenje otisnuća*
- Slika 24.** *Minimalni razmak između otisaka i ruba ispitnog uzorka*
- Slika 25.** *Primjer etalona*
- Slika 26.** *Nitrokarburirani uzorci pripremljeni za ispitivanje*

- Slika 27.** *Pozicije mjerenja*
- Slika 28.** *OM mikrografija uzoraka nakon ispitivanja; povećanje 200x*
- Slika 29.** *Mjerenje nitrokarburiranog sloja mikrotvrdoćom prema Vickersu*
- Slika 30.** *Ovisnost tvrdoće udaljenosti od površine za uzorak 1*
- Slika 31.** *Ovisnost tvrdoće udaljenosti od površine za uzorak 2*
- Slika 32.** *Ovisnost tvrdoće udaljenosti od površine za uzorak 3*
- Slika 33.** *Ovisnost tvrdoće udaljenosti od površine za uzorak 4*
- Slika 34.** *Ovisnost tvrdoće udaljenosti od površine za uzorak 5*

## **POPIS TABLICA:**

**Tablica 1.** *Rasponi ispitnih sila (norma HRN EN ISO 6507-1)*

**Tablica 2.** *Provjera etalona*

**Tablica 3.** *Tvrdoća HV0.5 za uzorak 1.*

**Tablica 4.** *Tvrdoća HV0.5 za uzorak 2.*

**Tablica 5.** *Tvrdoća HV0.5 za uzorak 3.*

**Tablica 6.** *Tvrdoća HV0.5 za uzorak 4.*

**Tablica 7.** *Tvrdoća HV0.5 za uzorak 5.*

**POPIS SIMBOLA:**

|    |  |
|----|--|
| mm | <i>milimetar - mjerna jedinica za duljinu</i>            |
| μm | <i>mikrometar - mjerna jedinica za duljinu</i>           |
| HV | <i>mjerna jedinica za tvrdoću prema Vickersu</i>         |
| °C | <i>Celzijev stupanj - mjerna jedinica za temperaturu</i> |
| HB | <i>mjerna jedinica za tvrdoću prema Brinellu</i>         |