

# UTJECAJ NITRIRANJA NA VLAČNU ČVRSTOĆU

---

**Cindrić, Goran**

**Master's thesis / Specijalistički diplomske stručni**

**2019**

Degree Grantor / Ustanova koja je dodijelila akademski / stručni stupanj: **Karlovac University of Applied Sciences / Veleučilište u Karlovcu**

Permanent link / Trajna poveznica: <https://urn.nsk.hr/um:nbn:hr:128:001427>

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

Download date / Datum preuzimanja: **2024-06-30**



**VELEUČILIŠTE U KARLOVCU**  
Karlovac University of Applied Sciences

Repository / Repozitorij:

[Repository of Karlovac University of Applied Sciences - Institutional Repository](#)



**VELEUČILIŠTE U KARLOVCU**  
**STROJARSKI ODJEL**  
**SPECIJALISTIČKI STUDIJ STROJARSTVA**

**GORAN CINDRIĆ**

**ZAVRŠNI RAD**

**UTJECAJ NITRIRANJA NA VLAČNU ČVRSTOĆU**

Mentor:

Tomislav Božić, dipl.ing. strojarstva

**KARLOVAC, 2019.**

	<b>VELEUČILIŠTE U KARLOVCU</b> Trg J.J. Strossmayera 9 HR - 47000, Karlovac, Croatia Tel. +385 - (0)47 - 843-500 Fax. +385 - (0)47 - 843-503 e-mail: dekanat @ vuka.hr	Klasa: 602-11/18-01/_____  Ur.broj: 2133-61-04-18-01	 <small>HRN EN ISO 9001:2015</small>
<b>ZADATAK ZAVRŠNOG / DIPLOMSKOG RADA</b>			Datum:

Ime i prezime	Goran Cindrić	
OIB / JMBG		
Adresa		
Tel. / Mob./e-mail		
Matični broj studenta	0123416004	
JMBAG	0802978340015	
Studij (staviti znak X ispred odgovarajućeg studija)	preddiplomski	X specijalistički diplomske
Naziv studija	Specijalistički stručni studij Strojarstva	
Godina upisa	2016.	
Datum podnošenja molbe		
Vlastoručni potpis studenta/studentice		

Naslov teme na hrvatskom: <b>Utjecaj nitriranja na vlačnu čvrstoću</b>
Naslov teme na engleskom: <b>Influence of ferritic carbonitriding on the tensile strength</b>
Opis zadatka: <p>Završni rad sastoji se od dva dijela, teorijskog i eksperimentalnog. U teoretskom dijelu rada opisati postupke Toplinske obrade koje se koriste prilikom izrade rada kao i opis materijala korištenog u eksperimentu. Sukladno standardima obraditi načine kontrole kvalitete za dokazivanje valjanosti provedenih procesa u praktičnom dijelu rada. Eksperimentalni dio rada izvoditi prema zadanom planu pokusa. Kratkotrajnim kompleksnim nitriranjem tretirati probne uzorke ta napraviti analizu debljine zone spojeva obzirom na stanje strukture. Nitrirane probne uzorke pokidati statičkim vlačnim pokusom i napraviti zaključak utjecaja difuzije na čvrstoću materijala. Usporedbom dijagrama kidanja i dobivenih rezultata napraviti statističku analizu utjecaja difuzije na obrađenim materijalima.            Rad napraviti sukladno pravilniku o izradi završnih radova VuKa.</p>
Mentor: 
Predsjednik Ispitnog povjerenstva: 

**IZJAVA:**

Izjavljujem da sam ja – student Goran Cindrić, OIB: 21662086612, matični broj: 0123416004, upisan kao apsolvent akademске godine 2018./2019., radio ovaj rad samostalno, koristeći se znanjem stečenim tijekom obrazovanja, te uz stručnu pomoć i vođenje mentora Tomislava Božića, dipl. ing. stroj. i kod eksperimentalnog dijela u laboratoriju Ane Fudurić, struč. spec. ing. mech. kojima se ovim putem zahvaljujem.

Također, zahvaljujem se svojoj supruzi na potpori tijekom studija.

Goran Cindrić

---

# SADRŽAJ

SAŽETAK .....	I
SUMMARY .....	II
POPIS SLIKA .....	III
POPIS TABLICA .....	VI
POPIS OZNAKA .....	VII
1. UVOD .....	1
2. NITRIRANJE .....	1
2.1 Svrha i područje primjene nitriranja.....	5
3. POSTUPCI NITRIRANJA.....	6
3.1 Plinsko nitriranje.....	6
3.2 Ionitriranje (plazma nitriranje).....	9
3.3 Nitriranje u solnim kupkama.....	12
3.4 Kratkotrajno kompleksno nitriranje.....	14
3.4.1 Postupak „Nikotriranje“.....	16
4. TOPLINSKA OBRADA.....	23
4.1 Poboljšanje čelika.....	24
4.1.1 Kaljenje čelika.....	26
4.1.2 Popuštanje čelika.....	29
4.2 Mehanička svojstva poboljšanog čelika.....	33
5. ČELICI ZA POBOLJŠANJE .....	34
5.1 Vrste čelika .....	34
5.2 Karakteristike čelika za poboljšanje .....	35
5.3 Legirani čelici za poboljšanje .....	36

6. EKSPERIMENTALNI DIO ZAVRŠNOG RADA .....	38
6.1 Plan pokusa .....	38
6.2 Čelik Č.4732 ( VCMo 140 ) .....	40
6.3 Čelik Č.4734 ( VCMo 230 ) .....	45
6.4 Kemijski sastav materijala ispitnih epruveta .....	50
6.5 Ispitne epruvete Č.4732 i Č.4734 .....	51
6.5.1. Mjerenje tvrdoće Brinellovom metodom .....	52
6.5.2. Plan ispitivanja za čelik Č.4732 ( poboljšanje i nitriranje ) .....	55
6.5.3. Mjerenje tvrdoće Brinellovom metodom za čelik Č.4732 .....	56
6.5.4. Plan ispitivanja za čelik Č.4734 ( poboljšanje i nitriranje ) .....	59
6.5.5. Plan ispitivanja za čelik Č.4734 ( mekožareno stanje i nitriranje ) .....	60
6.5.6. Mjerenje tvrdoće ispitnih epruveta Brinellovom metodom .....	62
6.6 Priprema za proces kratkotrajnog kompleksnog nitriranja .....	65
6.7 Statički vlačni pokus .....	66
6.7.1 Ispitivanje vlačne čvrstoće testnih epruveta .....	70
6.7.2 Rezultati ispitivanja ispitnih epruveta od čelika Č.4732 .....	71
6.7.3 Rezultati ispitivanja ispitnih epruveta od čelika Č.4734 .....	73
6.7.4 Priprema epruveta za metalografski snimak .....	75
7. ANALIZA REZULTATA.....	79
8. ZAKLJUČAK .....	94
9. LITERATURA .....	95



## **SAŽETAK**

Ovim završnim radom prikazan je utjecaj nitriranja na vlačnu čvrstoću te utjecaj poboljšanja čelika i nitriranja nakon poboljšanja. Također je napravljeno ispitivanje nakon kaljenja te su probne epruvete podvrgnute različitim temperaturama visoko temperaturnog popuštanja. Na taj način željeli smo vidjeti koliki je utjecaj nitriranja nakon poboljšanja materijala.

Teoretskim djelom rada objašnjeni su termokemijski postupci nitriranja i kratkotrajno kompleksnog nitriranja te je također prikazan proces toplinske obrade poboljšanja i koje faze sadrži. Opisani su općenito čelici za poboljšanje.

Početak eksperimentalnog dijela rada prikazuje plan cijelog pokusa. Objašnjeni su čelici Č.4732 i Č.4734 koje smo koristili za ispitivanje. Navedeni su nacrti i standardi kako su testne epruvete izrađene. Ispitana su mehanička svojstva testnih epruveta, uključujući mikrotvrdiću Vickers metodom.

Dobivenim vrijednostima i dijagramima dana je analiza i zaključak o utjecaju nitriranja na vlačnu čvrstoću.

**Ključne riječi:** Nitriranje, Vlačna čvrstoća, Toplinska obrada, Ispitivanje

# Influence of ferritic carbonitriding on the tensile strength

## SUMMARY

This final work shows the influence of ferritic carbonitriding on the tensile strength and the effect of improvement of steel and nitration after the improvement.

Also, a test was carried out after hardening and test tubes were supported by various temperatures of high temperature release. In this way we wanted to see how much the nitration effect was after the material was improved.

The theoretical part of this final work describes thermochemical procedures of nitration and short-term complex nitration, and the process of thermal improvement and the phase containing it is also presented. They are generally described as steels for improvement.

The beginning of the experimental section shows the plan of the entire experiment. The steels Č.4732 and Č.4734 were used for testing. These are the designs and standards of how the test tubes are made. The mechanical properties of the test tubes tested, including microhardness of Brinell method were tested.

The obtained values and diagrams gave an analysis and conclusion on the effect of nitration on tensile strength.

**Key words:** Nitration, Tensile Strength, Heat Treatment, Testing

## **POPIS SLIKA**

Slika 1. Postupci nitriranja .....	2
Slika 2. Sistematizacija postupaka nitriranja .....	3
Slika 3. Dijagram procesa klasičnog plinskog nitriranja .....	5
Slika 4. Tipična peć za plinsko nitriranje .....	6
Slika 5. Bireta za mjerjenje disocijacije amonijaka .....	8
Slika 6. Lehrerov dijagram .....	9
Slika 7. Dijagram postupka TENIFER i TENIFER QPQ .....	13
Slika 8. Automatska komorna peć za nitriranje .....	17
Slika 9. Dijagram postupka kratkotrajnog kompleksnog nitriranja .....	18
Slika 10. Mikrosnimka zone spojeva dobivene postupkom Nikotriranja odnosno TENIFER postupkom kod čelika Č.1220.....	20
Slika 11. Mikrosnimka zone spojeva dobivene postupkom Nikotriranja odnosno TENIFER postupkom kod Č.4732 .....	20
Slika 12. Zone spojeva snimljene elektronskim mikroskopom .....	22
Slika 13. Dijagramski prikaz postupka toplinske obrade (općenito) .....	23
Slika 14. Režim običnog postupka poboljšanja (lijevo), režim poboljšanja u toploj kupki (desno) .....	25
Slika 15. Burnsov dijagram .....	26
Slika 16. Dijagram postupka kaljenja nekog podeutektoidnog čelika .....	26
Slika 17. Utjecaj legirnih elemenata na temperaturu pretvorbe austenita u ferit .....	27
Slika 18. Utvrđivanje gornje kritične brzine gašenja .....	28
Slika 19. Dijagram popuštanja čelika .....	30
Slika 20. Dijagrami popuštanja različitih vrsta čelika .....	32
Slika 21. Mehaničke osobine nelegiranih čelika u funkciji postotka ugljika .....	33
Slika 22. Pojas garantirane prokaljivosti čelika Č.4732 .....	44

Slika 23. Vrijednosti utjecaja temperatura popuštanja na mehanička svojstva čelika Č.4732 .....	44
Slika 24. Pojas garantirane prokaljivosti čelika Č.4734 .....	49
Slika 25. Vrijednost utjecaja temperatura popuštanja na mehanička svojstva za čelik Č.4734 .....	49
Slika 26. Uredaj za analizu kemijskog sastava materijala .....	50
Slika 27. Standard DIN 50125 za izradu epruvete .....	51
Slika 28. Nacrt i model izrađenih epruveta .....	52
Slika 29. Mjerenje tvrdoće po Brinellu .....	53
Slika 30. Plan ispitivanja za čelik Č.4732 (poboljšanje i nitriranje) .....	55
Slika 31. Dijagram čelika Č.4732 s primjerima teoretski dobivenih izračuna .....	58
Slika 32. Plan ispitivanja za čelik Č.4734 (poboljšanje i nitriranje) .....	59
Slika 33. Plan ispitivanja za čelik Č.4734 (meko žareno stanje i nitriranje) .....	60
Slika 34. Dijagram očitanja približnih teoretskih vrijednosti vlačne čvrstoće .....	64
Slika 35. Priprema epruveta za proces nitriranja .....	65
Slika 36. Priprema epruveta za proces nitriranja (epruvete oznake od 1 do 9) .....	65
Slika 37. Dijagram sila F – produljenje $\Delta L$ za konstrukcijski čelik .....	67
Slika 38. Hookov dijagram .....	68
Slika 39. Kidalica proizvođača Otto Wolpert Werke .....	70
Slika 40. Vlačno ispitane ispitne epruvete od Č.4732 .....	72
Slika 41. Epruvete od čelika Č.4732 nakon ispitivanja vlačne čvrstoće .....	73
Slika 42. Ispitne epruvete nakon vlačnog ispitivanja; epruvete označene od A do K...75	75
Slika 43. Ispitne epruvete od 1 do 9 nakon vlačnog ispitivanja .....	75
Slika 44. Rezanje ispitne epruvete na rezačici Labotom – 3 .....	76
Slika 45. Uredaj za poliranje Struers, model LoboPol – 5 .....	77
Slika 46. Uzorci pripremljeni za metalografski snimak (uzorci 3, 6 i 7).....	78

Slika 47. Dijagram i tablični prikaz vrijednosti za čelik Č.4734 kaljen na 880°C – 890°C i popušten na temperaturu 580°C .....	79
Slika 48. Metalografski snimak uzorka čelika Č.4734 kaljen na 880°C – 890°C i popušten na temperaturu 580°C (Uzorak br. 6, nagrizanje Nitalom, povećanje 500x) .....	80
Slika 49. Metalografski snimak uzorka čelika Č.4734 kaljen na 880°C – 890°C i popušten na temperaturu 580°C (Uzorak br. 5, nagrizanje Nitalom, povećanje 1000x) .....	80
Slika 50. Dijagram i tablični prikaz vrijednosti za čelik Č.4734 kaljen na 880°C – 890°C i popušten na temperaturu 620°C .....	81
Slika 51. Metalografski snimak uzorka čelika Č.4734 kaljen na 880°C – 890°C i popušten na temperaturu 620°C (Uzorak br. 3, nagrizanje Nitalom, povećanje 500x) .....	82
Slika 52. Metalografski snimak uzorka čelika Č.4734 kaljen na 880°C – 890°C i popušten na temperaturu 620°C (Uzorak br. 2, nagrizanje Nitalom, povećanje 500x) .....	82
Slika 53. Dijagram i tablični prikaz vrijednosti za čelik Č.4734 kaljen na 880°C – 890°C i popušten na temperaturu 660°C .....	83
Slika 54. Metalografski snimak uzorka čelika Č.4734 kaljen na 880°C – 890°C i popušten na temperaturu 660°C (Uzorak br. 7, nagrizanje Nitalom, povećanje 1000x) .....	84
Slika 55. Metalografski snimak uzorka čelika Č.4734 kaljen na 880°C – 890°C i popušten na temperaturu 660°C (Uzorak br. 9, nagrizanje Nitalom, povećanje 1000x) .....	84
Slika 56. Dijagram i tablični prikaz vrijednosti za čelik Č.4732 kaljen na 880°C – 890°C i popušten na temperaturu 580°C .....	85
Slika 57. Metalografski snimak uzorka čelika Č.4732 kaljen na 880°C – 890°C i popušten na temperaturu 580°C (Uzorak br. 11, nagrizanje Nitalom, povećanje 500x) .....	86
Slika 58. Metalografski snimak uzorka čelika Č.4732 kaljen na 880°C – 890°C i popušten na temperaturu 580°C (Uzorak br. 13, nagrizanje Nitalom, povećanje 500x) .....	86

Slika 59. Dijagram i tablični prikaz vrijednosti za čelik Č.4734 meko žaren na 660°C – 670°C i nakon toga nitriran .....	87
Slika 60. Metalografski snimak uzorka čelika Č.4734 meko žaren na 660°C – 670°C nakon toga nitriran (Uzorak D, nagrizanje Nitalom, povećanje 500x) .....	88
Slika 61. Metalografski snimak uzorka čelika Č.4734 meko žaren na 660°C – 670°C nakon toga nitriran (Uzorak E, nagrizanje Nitalom, povećanje 500x) .....	88
Slika 62. Dijagram utjecaja vlačne čvrstoće na dubinu zone spojeva za čelik Č.4732 .....	89
Slika 63. Dijagram utjecaja vlačne čvrstoće na dubinu zone spojeva za čelik Č.4734 .....	90
Slika 64. Dijagram usporedbe čelike Č.4734 meko žarenog i kaljenog te visokotemperaturno popuštenog na 660°C .....	91
Slika 65. Dijagram usporedbe čelike Č.4734 meko žarenog i kaljenog te visokotemperaturno popuštenog na 620°C .....	92
Slika 66. Dijagram usporedbe čelike Č.4734 meko žarenog i kaljenog te visokotemperaturno popuštenog na 580°C .....	93

## **POPIS TABLICA**

Tablica 1. Sastavi atmosfera kod nekih postupaka kratkotrajnog kompleksnog nitriranja .....	15
Tablica 2. Kemijski sastav čelika Č.4732 .....	40
Tablica 3. Mehanička svojstva čelika Č.4732 u poboljšanom stanju .....	42
Tablica 4. Mehanička svojstva čelika Č.4732 kod trajnih titrajnih naprezanja .....	42
Tablica 5. Vrijednosti za tvrdoću s obzirom na stanje toplinske obrade za čelik Č.4732 .....	43
Tablica 6. Fizikalna svojstva čelika Č.4732 .....	43
Tablica 7. Prokaljivost čelika Č.4732 [5] .....	43
Tablica 8. Kemijski sastav čelika Č.4734 .....	45
Tablica 9. Mehanička svojstva čelika Č.4734 u poboljšanom stanju .....	47
Tablica 10. Mehanička svojstva čelika Č.4734 kod titrajnih naprezanja .....	47
Tablica 11. Vrijednost za tvrdoću s obzirom na stanje toplinske obrade za čelik Č.4734.....	48
Tablica 12. Fizikalna svojstva čelika Č.4734 .....	48
Tablica 13. Prokaljivost čelika Č.4734 .....	48
Tablica 14. Kemijski sastav čelika Č.4732 dobiven analizom u laboratoriju .....	50
Tablica 15. Kemijski sastav čelika Č.4734 dobiven analizom u laboratoriju .....	51
Tablica 16. Vrijednost stupnja opterećenja za pojedine grupe metalnih materijala ...	54
Tablica 17. Oznake, količina epruveta, i temperatura visokotemperaturnog popuštanja za Č.4732 .....	56
Tablica 18. Oznake, količina epruveta, izmjerena vrijednost HB <sub>30</sub> i teoretska vlačna čvrstoća izračunata formulom za čelik Č.4732 .....	57
Tablica 19. Oznake, količina epruveta i izvršene operacije za čelik Č.4734 .....	61

Tablica 20. Oznake, količina epruveta, izmjerena vrijednost HB <sub>30</sub> i teoretska vlačna čvrstoća izračunata formulom za čelik Č.4734 .....	63
Tablica 21. Propisani prirast naprezanja pri statičkom vlačnom ispitivanju .....	66
Tablica 22. Oznake, količina epruveta, izmjerena vrijednost HB <sub>30</sub> , teoretska vlačna čvrstoća izračunata formulom i realno izmjerena čvrstoća za Č.4732 ...	71
Tablica 23. Oznake, količina epruveta, izmjerena vrijednost HB <sub>30</sub> i teoretska vlačna čvrstoća izračunata formulom i realno izmjerena čvrstoća za Č.4734 ...	74

## POPIS OZNAKA

OZNAKA	MJERNA JEDINICA	ZNAČENJE
A	%	istezljivost
A <sub>1</sub>	°C	temperatura eutektoidne pretvorbe
A <sub>z</sub>		zaostali austenit
d	mm	promjer / dijagonala otiska
d <sub>0</sub>	mm	početni promjer
D	mm	promjer kuglice
F	N	sila pritiska penetranta
F <sub>e</sub>	N	sila tečenja
F <sub>k</sub>	N	konačna sila
F <sub>m</sub>	N	maksimalna sila
h	mm	dubina prodiranja penetranta
HB		tvrdoća prema Brinellu
HG		granična tvrdoća
HV		tvrdoća prema Vickersu
K <sub>p</sub>		karbid popuštanja
K"		sekundarni karbid
L <sub>0</sub>	mm	početna mjerna duljina
L <sub>u</sub>	mm	konačna mjerna duljina
M <sub>f</sub>		temp. završetka stvaranja martenzita
M <sub>p</sub>		popušteni martenzit
M <sub>s</sub>		temp. početka stvaranja martenzita
M"		sekundarni martenzit
N <sub>ht</sub>	mm	efektivna dubina nitriranja
N <sub>ht2</sub>	mm	ef. dub.nitriranja uzorka 2
N <sub>ht3</sub>	mm	ef. dub.nitriranja uzorka 3

$N_{ht4}$	mm	ef. dub. nitriranja uzorka 4
$R_m$	$N/mm^2$	vlačna čvrstoća
$R_e$	$N/mm^2$	granica razvlačenja
$R_k$	$N/mm^2$	granica loma
$S$	$mm^2$	površina otiska
$S_0$	$mm^2$	pov. poprečnog presjeka
$S_u$	$mm^2$	pov. konačnog presjeka
$t$	s,h	vrijeme
$t_i$ min	s	minimalno trajanje inkubacije
$V_{kg}$	$^{\circ}C/s$	gornja kritična brzina gašenja
$X$	$N/mm^2$	stupanj opterećenja
$Z$	%	suženje (kontrakcija)
$\Delta L$	mm	produljenje
$\Delta N_{ht23}$	mm	razlika ef. dub. nitriranja između uzorka 2 i 3
$\vartheta_{T.O.}$	$^{\circ}C$	temp. toplinske obrade
$\vartheta_a$	$^{\circ}C$	temperatura austenitizacije
$\vartheta_i$	$^{\circ}C$	temperatura inkubacije
$\vartheta_p$	$^{\circ}C$	temperatura popuštanja
$\varepsilon$	$mm/mm$	istezanje
$\delta$	$N/mm^2$	naprezanje
$\delta_{m2}$	$N/mm^2$	vlačna čvrstoća uzorka 2
$\delta_{m3}$	$N/mm^2$	vlačna čvrstoća uzorka 3
$\delta_{m4}$	$N/mm^2$	vlačna čvrstoća uzorka 4

## **1. UVOD**

Živimo u vremenu gdje se ulaže u razvoj novih i unapređenje starih tehnologija. Informatizacijom i robotizacijom se smanjuje ljudska radna snaga i samim time vrlo je bitna što veća efikasnost opreme i ljudi. Dakle, bitno je u što manje vremena dobiti bolji i kvalitetan proizvod, a pritom ga što jeftinije proizvesti.

Glavni dio ovog rada je eksperimentalni dio gdje će se, kroz postupak toplinske obrade poboljšanja i termokemijskog postupka kratkotrajnog kompleksnog nitriranja epruveta različitih materijala, pokazati da li je moguće različitim čvrstoćama na istom materijalu dobiti veće vrijednosti efektivnih dubina nitriranja. Na taj način, ukoliko strojni dio nema velike zahtjeve u primjeni, smanjenom čvrstoćom materijala ispitat će se može li se skratiti postupak procesa nitriranja. Ovim načinom pokazat će se može li se uštedjeti na proizvodnji strojnih dijelova zbog manjeg utroška energenata i smanjuje li se broj radnih sati ljudske radne snage.

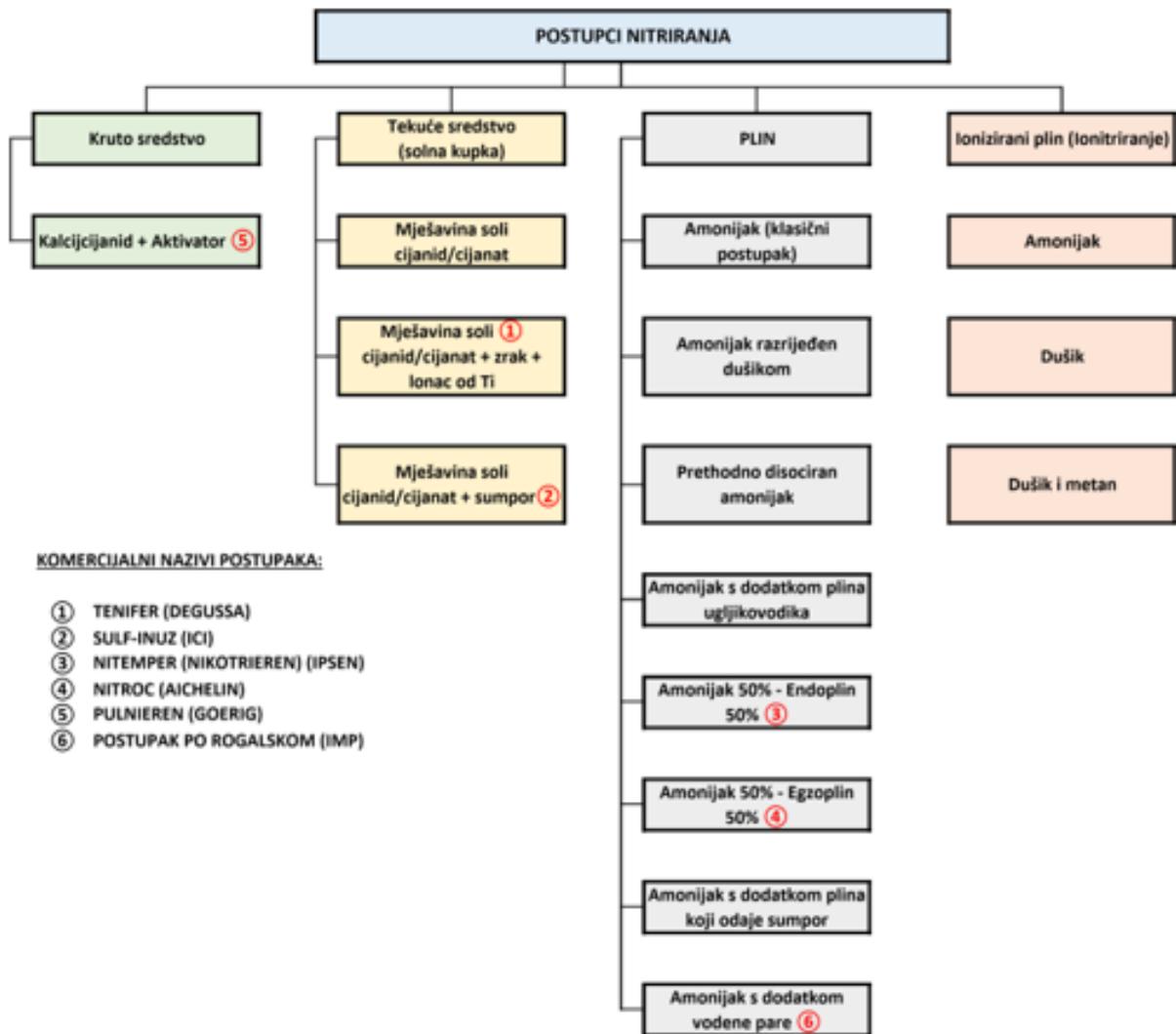
## 2. NITRIRANJE

Nitriranje je toplinsko kemijska obrada i jedan od najvažnijih postupaka površinske termokemijske obrade koji je u komercijalnoj primjeni od 20-ih godina 20. stoljeća kod koje se čelik najprije toplinski obrađuje, a zatim se površina obogaćuje dušikom. Nitrirati se mogu sve vrste čelika i željeznih slitina, ali je učinak najveći kod čelika i slitina koji sadrže legirne elemente koji stvaraju temperaturno stabilne nitride: krom, molibden, vanadij, aluminij i neki drugi. Postoji velik broj vrsta čelika koji sadrže prva tri kemijska elementa, prvenstveno radi drugih razloga ( prokaljivost, otpornost prema popuštanju, itd.) pa je zato nitriranje primjereno relativno velikom broju konstrukcijskih i alatnih čelika. Posebno su za nitriranje primjereni čelici legirani aluminijem ( npr. Č.4739) no zbog cijene i teške nabavljivosti koriste se jeftiniji i dostupniji čelici ( npr. Č.4732 ili Č.4734 ). [1]

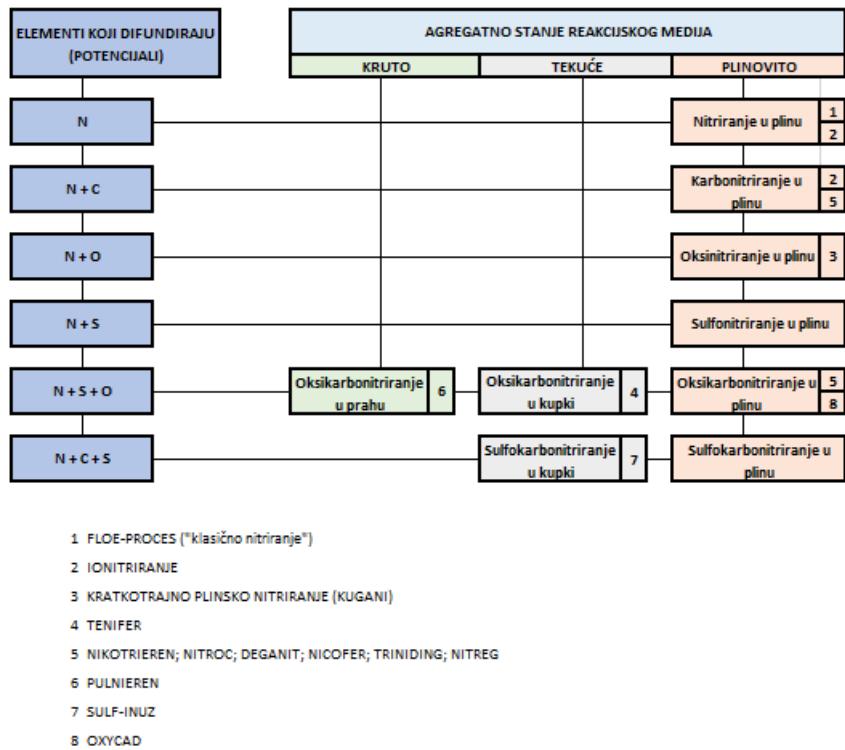
Postupak nitriranja se sastoji od zagrijavanja željeznih metala na temperature između 500 i 580°C ( iznimno i na niže temperature) pri kojoj je površina metala izložena djelovanju medija koji odaje dušik.

Ohlađivanje sa temperature nitriranja može biti sporo jer se postignuta tvrdoča zasniva na prisutnosti stvorenih nitrida, a ne na promjeni strukture pri naglom ohlađivanju.

Medij, odnosno sredstvo za nitriranje može biti: kruto (prah), tekuće (solna kupka), plinovito (razni plinovi ili mješavine plinova) ili ionizirani plin (ionitriranje), prikaz na slici 1, a sistematizaciju postupka nitriranja možemo vidjeti na slici 2. [2]



**Slika 1.** Postupci nitriranja [2]



**Slika 2.** Sistematisacija postupaka nitriranja [2]

Svim postupcima nitriranja je zajedničko da se odvijaju ispod  $600^{\circ}\text{C}$ , tj. ispod temperature granice pretvorbe A1, tako da struktura u jezgri tretiranog predmeta ne doživljava nikakvu promjenu. U jezgri ne dolazi do pretvorbe feritne strukture, koja zadržava svoju prostorno centriranu kubnu rešetku.

Kod većine postupaka nitriranja u površinu metala osim dušika istovremeno difundira još barem jedan ili više drugih elemenata (ugljik, kisik, kod nekih postupaka i sumpor). Radi se o postupcima sa istovremenom difuzijom više elemenata.

Postupak nitriranja se temelji na difuziji dušika u površinski sloj obrađivanog predmeta radi postizanja visoke površinske tvrdoće, poboljšanja otpornosti na trošenje i zamor, bolje korozijske otpornosti s neznatnim promjenama u dimenzijama i svojstvima obrađivanih predmeta.

Prednost procesa nitriranja je ta što ne zahtjeva promjenu faze iz ferita u austenit ili nadalje iz austenita u martenzit. Čelik ostaje u feritnoj fazi (ili cementitnoj – ovisno o sastavu slitine) tijekom cijelog procesa. Proces hlađenja se odvija slobodno, za razliku od naglog hlađenja ili kaljenja, nema promjene faze iz austenita u martenzit

što znači da nema promjena veličina na molekularnoj razini pa tako ni dimenzijskih promjena. Ono što može dovesti i dovodi do promjene dimenzija je otpuštanje zaostalih naprezanja uslijed povišene temperature samog procesa nitriranja.

Uspjeh bilo kojeg postupka toplinske obrade se mjeri u završnoj tvrdoći površine. Tvrdoća je bitan faktor u određivanju namjene materijala i mehaničkim svojstvima. Nitriraju se obično niskolegirani čelici da bi se očvrsnula površina i poboljšala otpornost na koroziju.

Uz klasične postupke nitriranja kao što su plinsko nitriranje, nitriranje u solnim kupkama koristi princip dekompozicije cijanida na cijanat i oslobođanje dušika iz soli za difuziju u površinu i električnog polja, u stvari plazmi ioniziranih atoma koji u velikom broju udaraju u površinu čelika, razvijeni su i neki novi postupci:

- Oksinitriranje (Tenifer QPQ) gdje se nakon nitriranja u solnoj kupki predmeti hlađe u oksidativnoj solnoj kupki AB1 na temperaturi 350 – 400 °C da bi se dodatno poboljšala otpornost na koroziju
- Feritično karbonitriranje (kontrolirani proces koji koristi dušik i ugljik da poboljša površinske karakteristike niskolegiranih čelika)
- Izvedenice prethodna dva procesa
- Kontrolirano nitriranje – izvedenica klasičnog plinskog nitriranja gdje se svi parametri kontroliraju računalno.

Nitriranje je proces koji je dostigao svoju zrelost i postao opće prihvaćen. Nitriranje u solnim kupkama i plinu su se usporedno razvijali od prve polovice dvadesetog stoljeća.

Procesi su pronašli svoje mjesto u niskotehnološkim i visokotehnološkim primjenama i postaju sve bolje objašnjeni što pomaže procesnim inženjerima, metalurzima, proizvođačima peći za obradu i ostalim inženjerima.

Razvoj i napredak u procesima i tehnikama je potaknut među ostalim i zbog brige o okolišu i promjene u zakonodavstvu. To je imalo za rezultat da su se uvele efikasnije, djelotvornije i ekonomičnije metode i oprema. Napredak se može zamjeniti

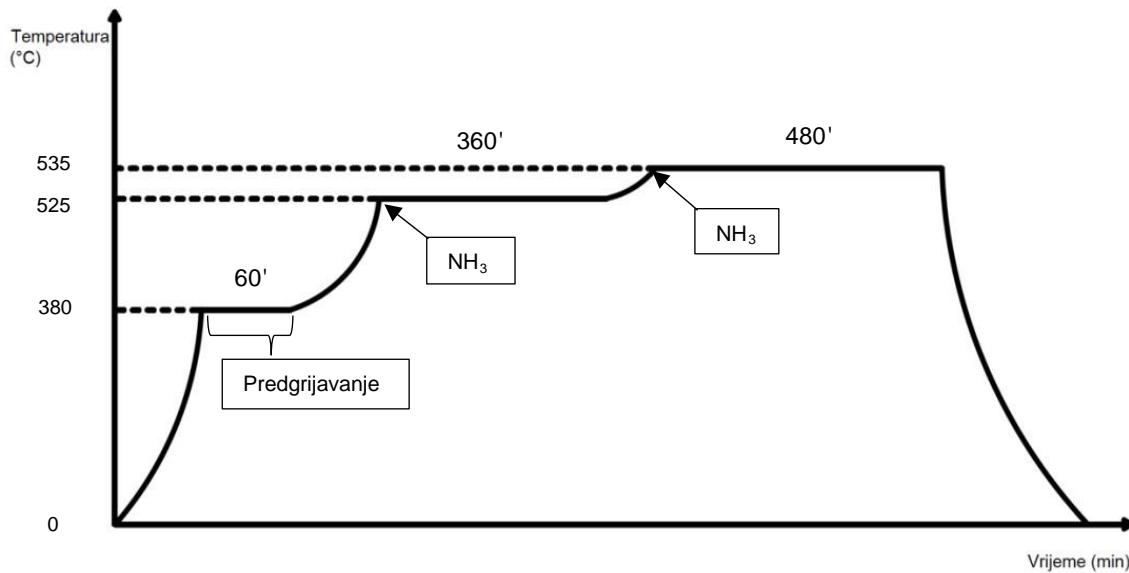
kod procesa kao što su: nitriranje u plinu, solnim kupkama, fluidiziranim mediju (bazi) i plazmi.

## 2.1 Svrha i područje primjene nitriranja

Vrlo je velik broj mogućih primjena nitriranja. Nitriranje se upotrebljava kad je dijelovima iz željeznih metala potrebno postići barem jedno od sljedećih svojstava:

- veliku otpornost na trošenje (prvenstveno adhezijsko)
- povećanu dinamičku izdržljivost kod promjenjivog dinamičkog opterećenja (savijanje i torzija)
- visoku površinsku tvrdoću i određenu dubinu sloja radi otpornosti na visoki lokalni pritisak i udarce
- antikorozivnost (najviše kod nelegiranih čelika)
- tvrdoću na površini i otpornost na trošenje pri povišenim temperaturama

Nitrirani sloj općenito se sastoji iz takozvane zone spojeva na samoj površini i difuzione zone koja se nalazi ispod nje. Zona spojeva (znatno je manje debljine od difuzione zone) je nosilac otpornosti na trošenje, a difuziona zona ima presudnu ulogu, kad se radi o dinamičkoj izdržljivosti i o otpornosti na pritisak.[2]



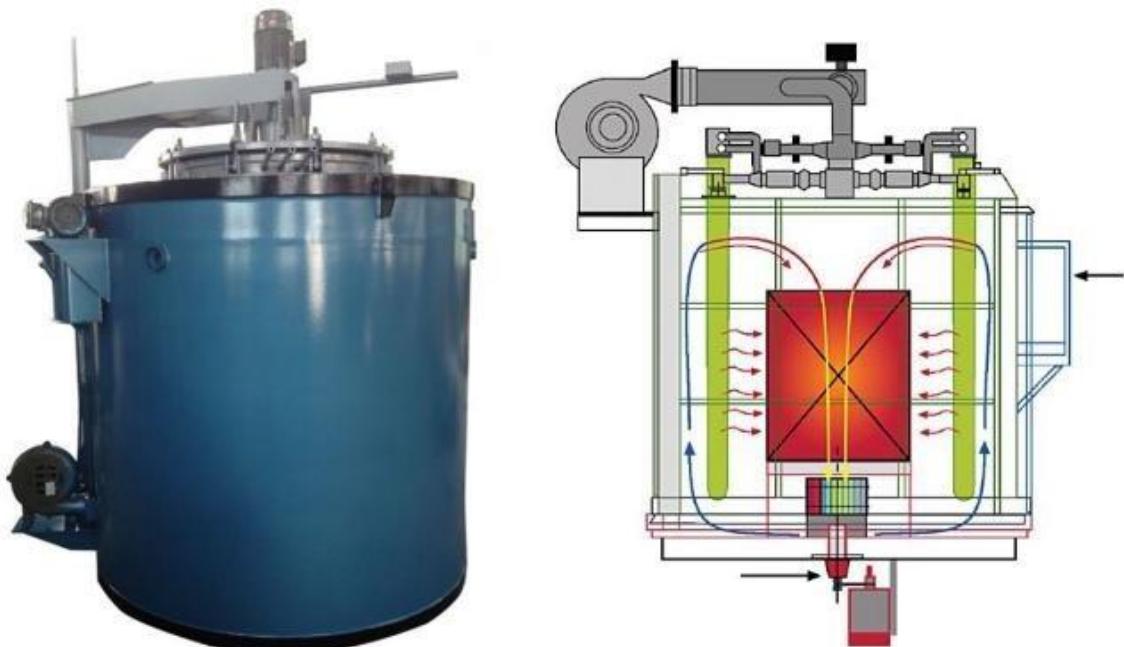
**Slika 3.** Dijagram procesa klasičnog plinskog nitriranja

### 3. POSTUPCI NITRIRANJA

S obzirom na izvor dušika postupak nitriranja se može provoditi u plinovitom sredstvu (amonijak), u solnim kupkama i u ioniziranom plinu. Zajedničko za sve postupke je da se nitriranje čeličnih proizvoda odvija ispod A<sub>1</sub> temperature, kako ne bi došlo do strukturnih promjena u jezgri obrađivanog predmeta.

#### 3.1. Plinsko nitriranje

Postoje dvije uobičajene metode plinskog nitriranja. Prva je takozvano jednostupanjsko nitriranje. Kod ove metode, obradak se zagrijava na temperaturu između 495°C do 525°C u atmosferi koja ima stupanj disocijacije amonijaka između 15% i 30%. Obradak ima nakon nitriranja višefaznu strukturu sa koncentracijom dušika koja progresivno pada od površine prema jezgri. Na temperaturi većoj od 450°C dušik se intersticijski topi dok mu koncentracija ne dosegne 0.1%. Tada se γ' nitrid (Fe<sub>4</sub>N) počinje stvarati na granicama zrna sa koncentracijom dušika između 5.7% do 6.1%. Kada koncentracija dušik pređe 6%, stvara se kompaktni sloj γ' nitrida ili zona spojeva na površini. Kako proces dalje protječe, novi nitridi se stvaraju u zoni difuzije ispod zone spojeva i prema jezgri.[5]



Slika 4. Tipična peć za plinsko nitriranje

Zona spojeva čini obradak krhkim te bi tjemkom životnog vijeka obradka moglo doći do ljuštenja. Zbog tih razloga je u nekim slučajevima poželjno što više smanjiti zonu spojeva. To je dovelo do razvoja dvostupanjskog Floe procesa. Kod prvog stupanja procesa obradak se zagrijava na temperaturu između 495°C i 525°C i stupanj disocijacije amonijaka se kontrolirano drži na 20% do 25%. Tijekom drugog stupnja, temperatura se može zadržati ili podići na između 550°C i 565°C. Stupanj disocijacije se diže na između 75% i 80% tako što se smanjuje protok amonijaka i razrijeđuje sa dušikom, disociranim amonijakom ili vodikom. Treba imati na umu da podizanje temperature tijekom drugog stupnja snižava tvrdoću, povećava dubinu nitriranja i može sniziti tvrdoću jezgre. [5]

Bitno je napomenuti da obradak mora biti poboljšan prije nitriranja. Popuštanje se obično vrši na 16°C iznad temperature nitriranja da bi se dobio stabilan sastav jezgre tijekom nitriranja. [5]

Kao što je slučaj i sa ostalim procesima, poželjno je smanjiti vrijeme ciklusa. Kod plinskog nitriranja to se može postići povećanjem temperature i protoka amonijaka. Negativan učinak toga je da se povećava zona spojeva. U nekim slučajevima zona spojeva može biti prihvatljiva. Kako je zona spojeva vrlo tvrda i krhka, poželjno ju je ukloniti ili svesti na minimum što je moguće postići kontroliranjem potencijala dušika tijekom procesa nitriranja.

Atmosfera za nitriranje nije u ravnoteži jer je protok amonijaka prejak da bi dopustio potpuno pretvaranje u dušik i vodik. Ispušni plinovi iz peći se stoga sastoje od amonijaka, dušika i vodika. Obično se koristi bireta (slika 5.) za očitavanje postotka disocijacije amonijaka. Amonijak je jedini konstituent koji je topljiv u vodi. Stupnjevana bireta napunjena s vodom se može koristiti za mjerjenje stupnja amonijaka na ispuhu plinova iz peći. Kako ova metoda nije konstantna i odvija se manualno, unosi nedosljednost, što ju čini teško ponovljivom.



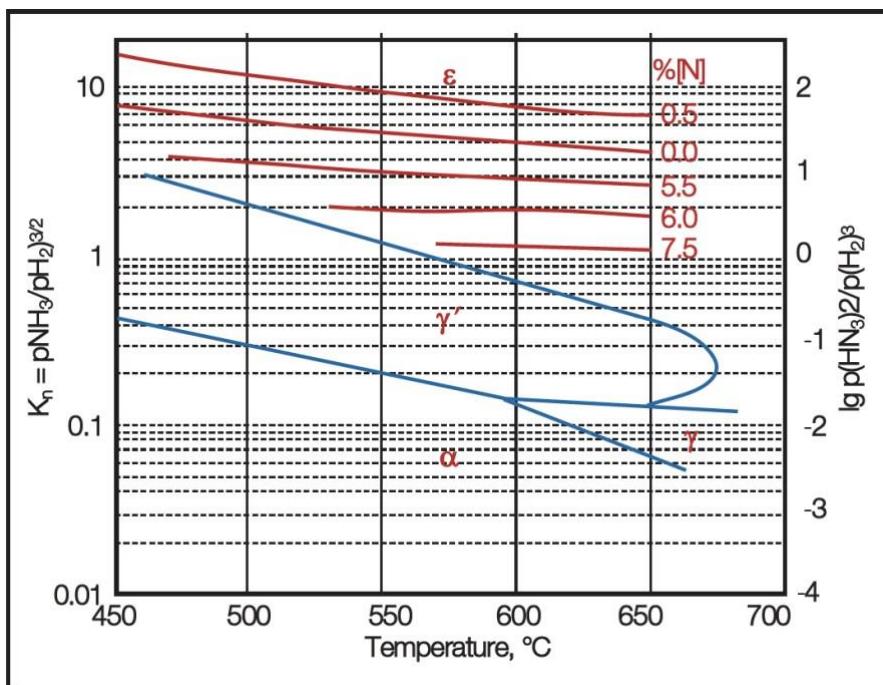
Slika 5. Bireta za mjerjenje disocijacije amonijaka [6]

Iz toga razloga počelo je istraživanje na novom kontrolnom parametru, potencijalu nitriranja kako bi se smanjila ili potpuno uklonila zona spojeva. Potencijal nitriranja,  $K$ , bazira se na parcijalnom tlaku amonijaka koji je prisutan u peći i parcijalnom tlaku vodika koji je već disocirao iz amonijaka.

$$K = \frac{p_{NH_2}}{p_{N_2} \cdot p_{H_2}}$$

Ako uzmemo K kao vrijednost za stvaranje nitrida, dobijemo graf koji je razvio Lehrer.

Iako je Lehrerov dijagram za čisto željezo (slika 6.), može se koristiti kao dobra aproksimacija za niskolegirane čelike. Metode prikupljanja podataka i računanja potencijala nitriranja su ugrađene u moderne peći. Integracijom ovih sistema uključujući i pametne mjerače protoka kao i sisteme kontroliranja recepture te programibilne logične sklopove sada omogućava potpunu automatizaciju procesa i ponovljivost.



Slika 6. Lehrerov dijagram [5]

Sada kada su sistemi koji koriste potencijal nitriranja uobičajeni i dokazali su svoju kvalitetu, napisani su standardi za kritične aplikacije gdje se traži smanjena zona spojeva ili potpuni izostanak zone spojeva. Jedan od njih je i AMS2759/10A (Automated Gaseous Nitriding Controlled by Nitriding Potential).[5]

### 3.2. Ionitriranje (plazma nitriranje)

Plazma nitriranje, također poznato i kao ionitriranje je plinsko nitriranje pospješeno izbojima plazme na dijelu koji želimo nitrirati. Plazma je plin koji kad se izloži električnom potencijalu postaje ioniziran i svijetli. Dijelovi koji se nitriraju su katoda, a zidovi peći su anoda.

Moguće ga je primjeniti za nitriranje svih vrsta čelika i željeznih ljevova. Osnovu ionitriranja čini jako strujno tinjajuće pražnjenje koje nastaje kod podpritiska u evakuiranoj posudi između katode i anode kada se između njih uspostavi napon od 0.3 do 1KV. [7] Čestice ubrzavaju i udaraju u katodu prenoseći svu kinetičku energiju i zagrijavaju obradak. Da bi čestice imale dovoljno

kinetičke energije, potreban im je slobodni prostor da bi doatile ubrzanje i tako prenijele dovoljno kinetičke energije prije nego što se sudare sa česticom nekog drugog plina. Zato se ovaj proces odvija u vakuumu. Tlak koji se obično koristi za plazma nitriranje je od 10 do 1000Pa.

Za razliku do ostalih postupaka nitriranja, gdje su uobičajeni parametri koje možemo mijenjati vrijeme, temperatura i eventualno sastav plina, kod ionskog nitriranja još je moguće mijenjati vakuum (podpritisak), katodni pad i gustoću struje. [7]

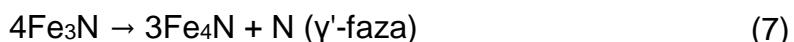
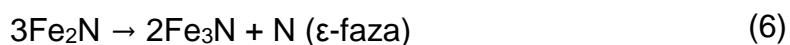
U slučaju plazma nitriranja plinovi za nitriranje se unose odvojeno. Jedna od češćih kombinacija je dušik+vodik. Argon se također korist u početnom stadiju kao plin za čišćenje predmeta koji će se nitrirati.

Tijekom plazma nitriranja dogoditi će se tri reakcije na površini materijala koji se obrađuje. U prvoj reakciji, željezo i druge nečistoće se skidaju sa površine procesom koji se zove "Sputtering" (u dalnjem tekstu: otprašivanje) ili reduksijskom reakcijom sa vodikom. Udarac iona vodika ili argona koji bombardiraju radnu površinu oslobađaju nečistoće koje kasnije izvlači vakuumski sistem. Skidanje ovih nečistoća omogućava difuziju dušika u površinu.

Tijekom druge reakcije, i kao rezultat udara otprašenih ioniziranih atoma, na površini počinje stvaranje željeznih nitrida. (5)



Tijekom treće reakcije, počinje raspadanje FeN pod stalnim otprašivanjem plazme (6). FeN se raspada na  $\epsilon$  fazu (7), a odmah nakon toga na  $\gamma'$  fazu u dušik-željezo zonu spojeva (8).



Vodik igra bitnu ulogu, kako u početnoj fazi dok se čisti površina, tako i u drugoj fazi kada počinje difuzija dušika. U početnoj fazi služi kao reduksijski element za okside na površini, te ju tako čisti i priprema da oksidi ne bi onemogućili difuziju dušika. U drugoj fazi, vodik ne djeluje samo reduksijski nego i direktno u utječe na difuzijsku zonu tako što razrjeđuje dušik i smanjuje mu potencijal u peći.

Iako u peći nema kisika, može doći do razugljičavanja vezivanjem sa slobodnim atomima vodika te nastaje CH<sub>3</sub>. To može biti pozitivno jer se tako skidaju površinske naslage ugljika te se olakšava difuziju dušika. Ako je kisik prisutan u peći, njegova prisutnost pospješuje razugljičavanje stvaranjem CO<sub>2</sub>, ali ako ga ima >3%, prvo se stvara sloj oksida koji sprječava transport ugljika od jezgre na površinu i djelomično zaustavlja proces razugljičavanja.

Argon se također koristi u prvoj fazi plazma nitriranja kao plin za čišćenje. To je zato što je argon teži plin od dušika i vodika, i kad se atomi argona ubrzaju imaju puno veću kinetičku energiju što pospješuje proces čišćenja. Koristi se u kombinaciji sa vodikom do maksimalno 10% Ar. Površine koje nakon nitriranja trebaju ostati nenitrirane (mekane) mogu se zaštititi na dva načina. Jedan način je taj da se željena površina premaže pastom koja sprečava difuziju dušika i ostalih elemenata u površinu. Drugi način je pomoću odgovarajućeg mehaničkog prikrivanja željenih površina pomoću limova, čepovima i slično. [8]

Pozitivne karakteristike plazma nitriranja su :

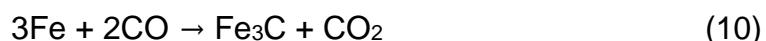
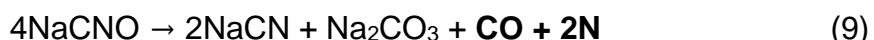
- ekološki prihvatljivi plinovi,
- nema opasnosti od zapaljenja,
- kraća vremena ciklusa,
- automatiziranost procesa,
- mala potrošnja plina,
- mogućnost obrade gotovo svih čelika,
- nitriranje samo određenih površina,
- mala razina razugljičenja,
- mali troškovi održavanja i pokretanja.

### **3.3. Nitriranje u solnim kupkama**

Ovaj postupak se zove nitriranje u solnim kupkama, zato što se predmeti uranjuju u kupku sa kombinacijom otopljenih soli. Omjer soli u kupki je uobičajeno sadržavao 60 do 70% NaCN i 30 do 40% KCN. Dodatno, tu je još nekoliko postotaka karbonata  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  i cijanata NaCNO. Proces počiva na raspadu cijanida u cijanat. [7]

Prilikom nitriranja, treba težiti razini cijanata od 45%. [7] Ovo se postiže tako da se kupka dozrijeva na temp od  $570^\circ\text{C}$  oko 12 sati. Bitno je zadržati ovu razinu cijanata u cijeloj kupci da ne bi došlo do razlike u tvrdoći i debljini nitriranog sloja. Da bi se to postiglo ubrizgava se zrak u kupku da bi se kontrolirala razina cijanata.

Drugi problem koji bi se mogao lako pojaviti je otapanje željezne kade, stoga se danas kade uglavnom rade od titana. Normalne temperature za ovaj proces su između  $550^\circ\text{C}$  do  $570^\circ\text{C}$  i prosječnim vremenom trajanja od 2 sata do maksimalno 4 sata. Tijekom uranjanja solna kupka odaje ugljik i dušik prema sljedećoj kemijskoj reakciji:

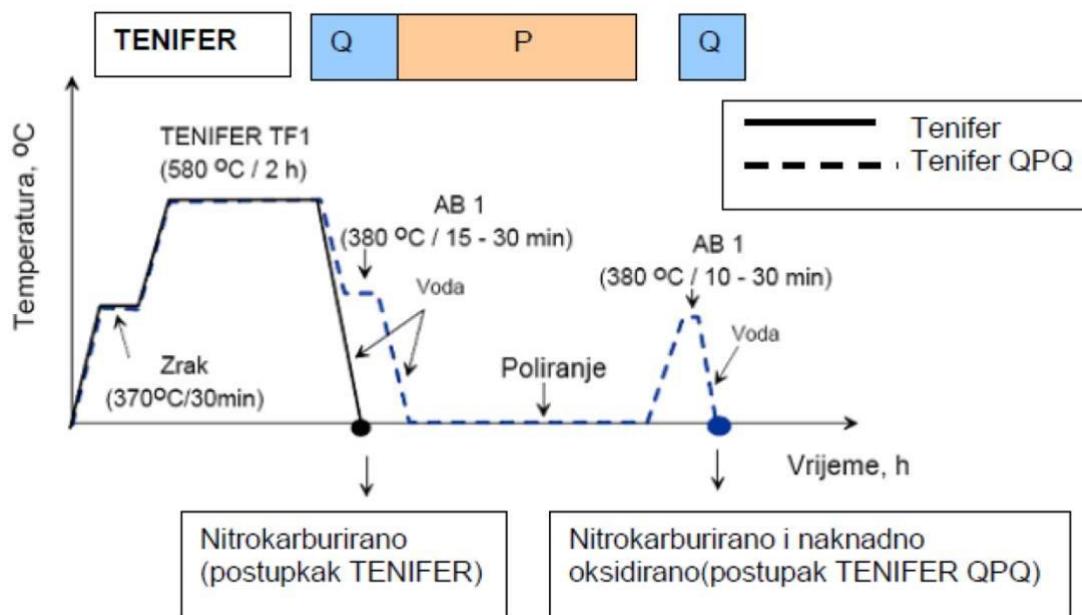


Proces koji koristi ovaj tip soli je razvio DEGUSSA i zove se "Tufftride" proces ("Teniferbehandlung" na Njemačkom).

Druga varijacija procesa se zove "Sulfinuz". U ovom procesu sumporov sulfid ( $\text{Na}_2\text{S}$ ) je također komponenta soli, i oslobodit će sumpor koji će biti uključen u nitriranom sloju i imat će utjecaj na smanjenje faktora trenja.

Osim samog postupka nitriranja TENIFER, postoje varijante: TENIFER Q, TENIFER QP, TENIFER QPQ. Slova u nazivu Q potječu od engleskih riječi "quenching" (gašenje), P "polishing" (poliranje) i odnose se na naknadnu obradu. Tako postupak TENIFER QPQ označuje da je na nekom obratku bilo provedeno

nitriranje i naknadna oksidacija. Solna kupka u kojoj se vrši nitriranje sastoji se od soli TF1, dok u kupci u kojoj se vrši hlađenje i naknadna oksidacija je sol AB1. [9]



**Slika 7.** Dijagram postupka TENIFER i TENIFER QPQ [9]

Nakon bilo kojeg od ovih procesa, gašenje u toploj vodi će dati bolje rezultate. Ovo će stvoriti superzasićenu krutu otopinu dušika u α-željezu i tako povećati otpornost na zamor materijala. Negativna strana gašenja u toploj vodi je da će se smanjiti žilavost nitriranog sloja, što treba uzeti u razmatranje.

Solne kupke su postale vrlo popularne jer daju nitriranu površinu i zonu spojeva koja se sastoji od γ'-nitrida ( $\text{Fe}_4\text{N}$ ) i ε-nitrida ( $\text{Fe}_3\text{N}$ ) koji nisu toliko krhki kao ζ-nitrid ( $\text{Fe}_2\text{N}$ ) i koriste se kod poboljšanja svojstava otpornosti na trošenje, smanjenja trenja i otpornosti na koroziju. Ovi nitridi se stvaraju uslijed reakcije između kisikom zasićenih cijanata koji su se stvorili prozračivanjem kupke i oksidirali cijanide i površinu čelika.

Iako vrlo koristan način nitriranja, ne dolazi bez problema pa je tako u početcima bilo jako teško kontrolirati kemijski sastav kupke i postojali su veliki problemi sa zbrinjavanjem soli i vode za ispiranje. Ove komplikacije su usporile razvoj i rasprostranjenost nitriranja u solnim kupkama i u mnogim slučajevima su

zamijenjene sa plinskim nitriranjem. Zbog ovih razloga javila se potreba za razvojem solne kupke takvog sastava koji ima iste mogućnosti nitriranja ali da bude ekološki prihvatljiv. Tako su razvijene cijanatne kupke.

Solne kupke imaju veliku prednost jer ako je moguće kontrolirati sastav soli onda je moguće kontrolirati i kemijsku reaktivnost kupke, što može dovesti do smanjenja temperature procesa. Smanjenje temperature procesa je od velike važnosti jer to znači manje iskrivljenje nitriranog dijela i omogućuje obradu šireg raspona čelika bez smanjivanja njihovih mehaničkih osobina.

Kupke sa cijanatom je moguće kemijski regulirati da omoguće temperature nitriranja do niskih temperatura,  $480^{\circ}\text{C}$  i još uvijek biti ekološki prihvatljive. [7]

Nitriranje u solnim kupkama se pokazalo kao puno brži proces od plinskog nitriranja zbog boljeg prijenosa topline i visoke reaktivnosti kupke. Kao gruba usporedba, moglo bi se reći da 10 sati plinskog nitriranja odgovara 4 sata provedenih u solnoj kupki. [7]

Konvencionalni procesi nitriranja u solnim kupkama su ograničeni na 4 sata zbog stvaranja pora u zoni spojeva. Često postoji potreba za većom dubinom nitriranja, što je kod ove metode zbog vremenskog ograničenja nemoguće provesti.

### **3.4 Kratkotrajno kompleksno nitriranje**

Postupci „karbonitriranja u plinu“ odnosno „kratkotrajnog nitriranja s E-fazom“ su relativno novijeg datuma (razvijeni su 60-ih godina dvadesetog stoljeća, značajan doprinos dao je prof. Prenosil), ali se već danas može reći da su i u tako kratkom razdoblju svojim prednostima u odnosu na ostale postupke termo-kemijskih obrada potvrdili opravdanost ulaganja.

Osnova postupka „klasičnog nitriranja u struji amonijaka“ predstavlja toplinskom disocijacijom proizvedeni dušik i njegova difuzija u željeznu matricu pri temperaturama ispod  $\text{A}_1$  granice u sustavu Fe–N što znači bez strukturnih pretvorbi (kao što imamo

kod postupaka kaljenja, gdje je to osnova) pa se prema tome ne bi mogao prihatiti naziv „Unitirno kaljenje“

Gore spomenuti postupci nitriranja odvijaju se također pri tim temperaturama, ali u struji NH<sub>3</sub> i još neke plinske komponente (propan, CO<sub>2</sub>, CO, egzoplin, endoplin, itd) odnosno u plazmi sa sličnim komponentama ili rastopljenim solima, što pored difuzije dušika u željeznu matricu daje još neki od elemenata ( C, O, S, itd)

Samo prisustvo više kemijskih elemenata u nitriranom sloju te stvaranje različitih spojeva ( nitridi, karbonitridi, oksinitridi, itd ) bi nas moglo uputiti na prikladniji naziv postupaka te čemo u dalnjem tekstu za ovu grupu postupaka koristiti naziv „kompleksno nitriranje“.

Ovi postupci su razvijeni s ciljem da se nadomjesti postupak nitriranja u cijanidnim solnim kupkama ( zbog njegove otrovnosti ) i da se za isto vrijeme dobiju nitrirani slojevi jednake građe kao kod nitriranja u solnim kupkama. [2]

Glavne nedostatke „klasičnog“ postupka nitriranja – dugo trajanje, povezano s velikim utroškom energije te izrazita krhkost dobivenih slojeva, pokušava se ukloniti različitim načinima odnosno postupcima čije su zajedničke karakteristike – povećanje „potencijala“ medija u kom se postupak nitriranja izvodi i ubrzanje difuzije u sloju.

Kasnijim razvojem postupaka nitriranja u različitim solnim rastvorima, plazmi različitih plinova i u krutim sredstvima, težište se pojavljuje na stvaranje vanjskog dijela nitiranog sloja – poznatog pod nazivom „zona spojeva“.

Takav sloj svojom povišenom tvrdoćom i uslijed difuzionih elemenata dobivenom nemetalnom strukturu, predstavlja osnovni činitelj povišenja otpornosti na trošenje.

Nitrirani slojevi dobiveni tim postupcima, prema stvorenim spojevima u sloju i ostalim karakteristikama obuhvaćeni zajedničkim nazivom „kompleksno nitriranje“, imaju u praksi veoma različit, kako geometrijski izgled, tako i sastav. Upravo izmjena izgleda i sastava nitiranog sloja, izazvana promjenom postupka, atmosfere i trajanja nitriranja, predstavlja bazu pri optimalizaciji nitiranog sloja u odnosu na trošenje. [10]

Karakteristika tih postupaka je da se nitriranje vrši u mješavini plinova koja se sastoji od amonijaka, iz komponente koja istovremeno odaje ugljik ( npr. propan, endoplinski, egzoplinski ), a ponekad se dodaje zrak ili kisik. Komponenta koja odaje ugljik, dodaje se zbog istovremenog obogaćivanja zone spojeva ugljikom. U tablici 1. Prikazani su sastavi atmosfera koji se upotrebljavaju kod nekih postupaka kratkotrajnog plinskog nitriranja. [2]

Tablica 1. Sastavi atmosfera kod nekih postupaka kratkotrajnog plinskog nitriranja [2]

<b>POSTUPAK (Komercijalni naziv)</b>	<b>Sastav atmosfere</b>
<b>NIKOTRIRANJE</b>	<b>50% amonijak + 50% endoplinski</b>
<b>NITROC</b>	<b>50% amonijak + 50% egzoplinski</b>
<b>TRINIDING</b>	<b>10 do 50% amonijak + metan + zrak + egzoplinski</b>
<b>NIKOFER</b>	<b>amonijak + propan</b>
-	<b>90% amonijak + 10% ugljični dioksid</b>
<b>(Rumunjski patent)</b>	<b>48% amonijak + 48% metan + 3 do 4% kisik</b>

### **3.4.1 Postupak „Nikotriranje“**

Za primjer možemo uzeti postupak „Nikotriranje“ ( Nikotrierverfahren ili Nitemper postupak) gdje iz atmosfere koja se sastoji od 50% amonijaka i 50% endoplina se dobiva s jedne strane disocijacijom amonijaka dušik u nascentnom stanju na osnovu reakcije:



Ovaj atomarni dušik i vodik koji ne difundiraju u površinu matala spajaju se opet u svoje molekularne oblike (  $\text{N}_2$  i  $\text{H}_2$  ) koji su stabilni i inertni i odlaze i peći s ostacima atmosfere. Za nitriranje je od odlučujuće važnosti potencijal dušika dotične atmosfere, koji ovisi o udjelu  $\text{NH}_3$  odnosno o stupnju disocijacije amonijaka. Taj stupanj disocijacije iznosi obično 30 do 60%. S druge strane iz endoplina, koji sadrži oko 23% ugljičnog monoksida dolazi ugljik koji također difundira u površinu metala, na temelju reakcije:



Da bi se omogućile željene reakcije, tokom procesa nitriranja stalno se dodaje amonijak ( u plinovitom obliku ) i endoplinski gas, a dodane količine potrebno je stalno mjeriti.

Temperatura nitriranja je  $570^{\circ}\text{C}$ , a uobičajena vremena trajanja efektivnog nitriranja pri toj temperaturi ( ne računajući zagrijavanje šarže ) iznose 1.5 do 4 sata.

Agregat koji se koristi za ovaj postupak sastoji se od:

- uređaj za dobavu amonijaka
- endogeneratora
- uređaj za doziranje i kontrolu dodanog plina
- peć u kojoj se vrši nitriranje

Peć koja služi za provedbu ovog postupka mora imati dobro brtvljenje, dobru cirkulaciju atmosfere u radnom prostoru i mogućnost točnog održavanja temperature otprilike u granicama  $570^{\circ}\text{C} \pm 6^{\circ}\text{C}$ .

Tim zahtjevima, odgovara npr. automatska komorna peć, koja ima posebnu predkomoru kao i bazen za ohlađivanje u ulju integriran u samoj konstrukciji, tako da se

iz radne komore nakon nitriranja dijelovi mogu ohladiti u ulju bez pristupa zraka. Ako se dijelovi poslije nitriranja žele ohladiti polako tada se hlađe u struji plina u predkomori. [2]

Takva peć je prikazana na slici 8.



**Slika 8.** Automatska komorna peć za nitriranje

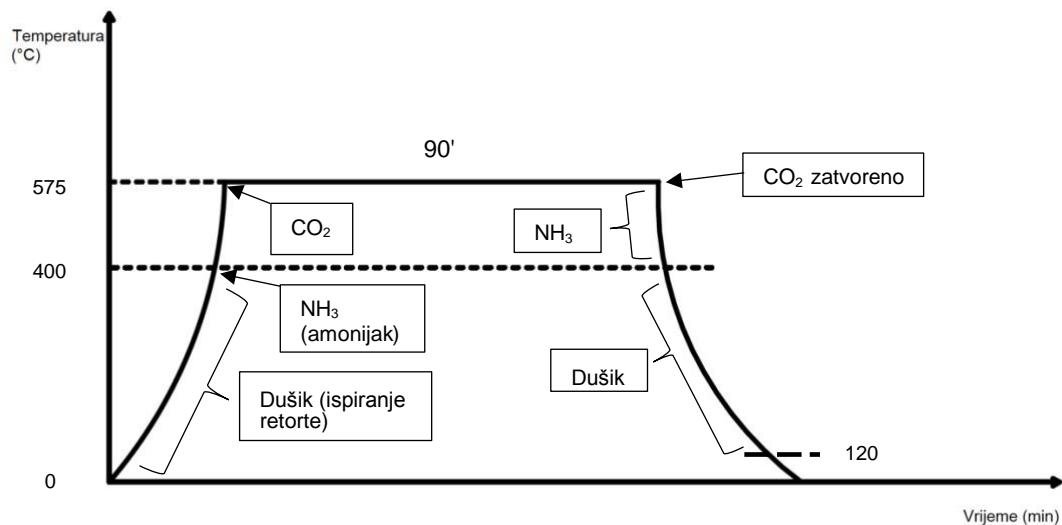
Iz razloga sigurnosti od eksplozije pri početku rada peći, plin iz endogeneratora i  $\text{NH}_3$  uvode se u peć kad je ona ugrijana na temperaturu  $>750^\circ\text{C}$  i tada se temperatura snizuje na temperaturu nitriranja i vrši ispiranje peći od zraka, dok se u plinu ne postigne stupanj disocijacije amonijaka od 30%.

To vrijeme ispiranja ovisi o zidovima peći i može trajati nekoliko sati. Nakon što se postigne određeni stupanj disocijacije amonijaka u peć se uvodi prva šarža.

Slijedeće šarže mogu se uvoditi odmah bez ispiranja. U peći uvejek mora vladati pretlak da ne dođe do ulaska zraka, a na oba kraja tj. na ulazu i na izlazu iz peći, mora postojati „plameni zastor“ koji sprječava ulazak zraka pri otvaranju vrata peći.

Brtvljenje peći je potrebno i zato da amonijak i endoplinski plin koji se ne utroše za nitriranje, budu kroz izlazni otvor odvedeni i tamo na otvoru spaljeni. Za slučaj prekida struje potrebno je da se uključi automatsko ispiranje inertnim plinom. [2]

Na slici 9. možemo vidjeti dijagram postupka kratkotrajnog kompleksnog nitriranja.



**Slika 9.** Dijagram postupka kratkotrajnog kompleksnog nitriranja

Peći za nitriranje ovim postupkom, koje se u izvedbi „komorne višenamjenske peći“ mogu upotrebljavati i za druge postupke kao npr. kaljenje iz inertne atmosfere, pougljičavanje, karbonitriranje, moraju imati slijedeće dodatne i sigurnosne uređaje:

- „plameni zastor“ kod svakih vrata
- uređaj za automatsko ispiranje peći dušikom
- kontrolu baklje za spaljivanje izlazećih plinova

Za vrijeme nitriranja osim mjerena količine dovedenog  $\text{NH}_3$  i endoplina kontrolira se stupanj disocijacije amonijaka i točka rošenja dovedenog endoplina.

Zbog bolje ekonomičnosti rada pri temperaturi  $570^\circ\text{C}$ , grade se obično posebne peći kao na slici 8. Nikotriranjem je moguće obrađivati sve vrste čelika i željeznih lijevova kao i pri nitriranju u solnim kupkama.

Nakon dva sata nitriranja ovim postupkom postiže se kod nelegiranog čelika Č.1220 zona spojeva debljine 15 do 20  $\mu\text{m}$ . Tvrdoća te zone iznosi kod nelegiranih čelika 700 do 900  $\text{HV}_{0,02}$ , a kod legiranih čelika ( npr. za legirani čelik za topli rad Č.4751 ) ona je manje debljine za isto vrijeme nitriranja, ali joj je tvrdoća 1100 do 1300  $\text{HV}_{0,05}$ )

Zona spojeva se i kod ovog postupka sastoji pretežno od  $\epsilon$ -nitrida i slična je u pogledu žilavosti sa zonom spojeva dobivenom nakon TENIFER postupka nitriranja u solnoj kupki.

Na slici 10.a) prikazana je uz povećanje 360 puta mikrosnimka čelika Č.1220 nakon nitriranja postupkom NIKOTRIRANJA u trajanju od 4 sata, a na slici 10.b) mikrosnimka istog čelika ( uz isto povećanje ) nitriranog postupkom TENIFER u trajanju 5 sati.

Na slici 11.a) ( povećanje 360 puta ) prikazana je mikrosnimka legiranog čelika Č.4732 nakon postupka NIKOTRIRANJA u trajanju od 4 sata, a na slici 11.b) mikrosnimka istog čelika ( povećanje 360 puta ) nitriranog u solnoj kupki postupkom TENIFER u trajanju 4 sata. [2]



a)

b)

**Slika 10.** Mikrosnimka zone spojeva dobivene postupkom Nikotiranja odnosno TENIFER postupkom kod Č.1220 [2]



a)

b)

**Slika 11.** Mikrosnimka zone spojeva dobivene postupkom Nikotiranja odnosno TENIFER postupkom kod Č.4732 [2]

Ove usporedbe pokazuju da su zone spojeva dobivene postupkom NIKOTRIRANJA nešto deblje, a u svakom slučaju na površini manje porozne od zona spojeva dobivenih u solnoj kupki postupkom TENIFER. Komparativna istraživanja zone spojeva dobivenih NIKOTRIRANJEM odnosno TENIFER postupkom koja su provedena u Švicarskoj pokazala su nakon röntgenografske analize slijedeće:

Zaključak je da je nešto viša koncentracija dušika u zoni spojeva nakon provedenog postupka NIKOTRIRANJA.

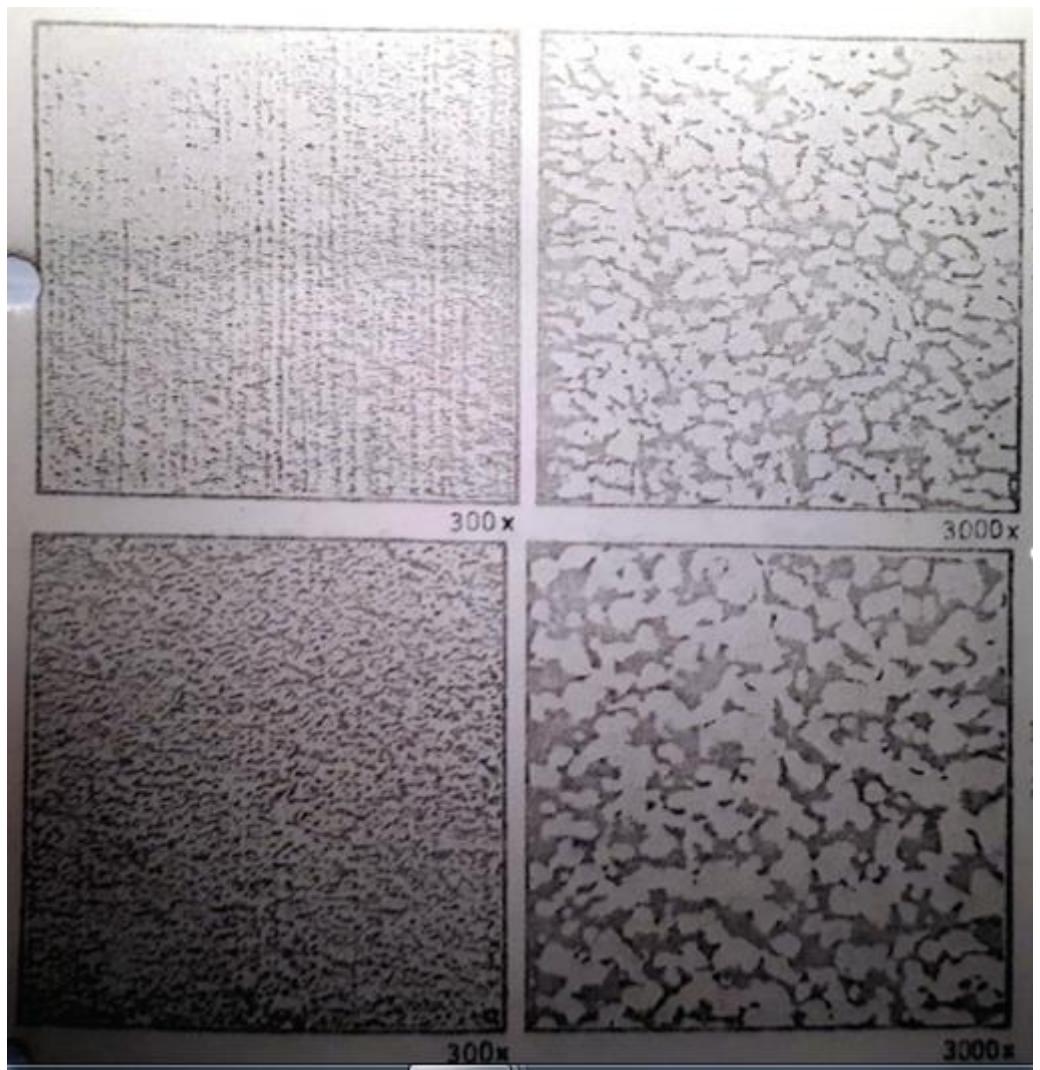
Što se tiče  $\gamma'$  (  $\text{Fe}_4\text{N}$  ) faze ista su ispitivanja pokazala ( osobito kod legiranog čelika ) veću prisutnost te faze u zoni spojeva nakon nitriranja u solnoj kupki postupkom TENIFER nego nakon postupka NIKOTRIRANJA.

Na strukturu slojeva dobivenih NIKOTRIRANJEM, može se utjecati promjenom odnosa mješanja amonijak/endoplinski i eventualno mijenjajući u izvjesnim granicama temperaturu nitriranja. Kod postupka NIKOTRIRANJA, za razliku od nitriranja u solnoj kupki, moguće je pri nitriranju zaštiti dijelove površine koji trebaju ostati nenitrirani.

U pogledu hrapavosti nakon nitriranja postupkom NIKOTRIRANJA hrapavost površine se povećava s vremenom trajanja nitriranja ( odnosno debljinom zone spojeva) otprilike za:

- **0,4  $\mu\text{m}$  nakon 30 minuta**
- **1,0  $\mu\text{m}$  nakon 60 minuta**
- **1,8  $\mu\text{m}$  nakon 120 minuta**

To je manje nego nakon nitriranja u solnoj kupki postupkom TENIFER, kako pokazuje slika 12. koja je snimljena elektronskim scanning mikroskopom na uzorcima iz Č.4732 uz povećanje od 300 puta, odnosno 3000 puta. Unatoč manje debljine zone spojeva nakon TENIFER postupka površina je grublja. [2]



Nakon postupka  
NIKOTRIRANJA  
(ZS = 2,1  $\mu\text{m}$ )

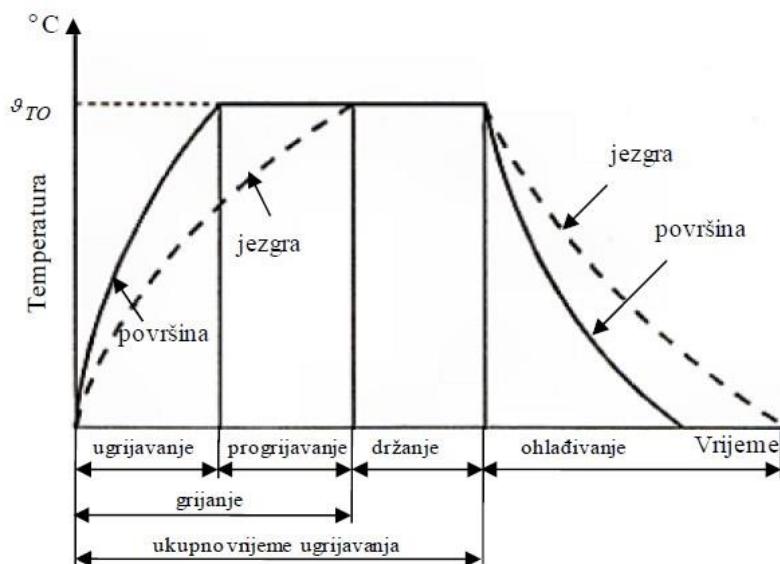
Nakon postupka  
TENIFER  
(ZS = 1,1  $\mu\text{m}$ )

**Slika 12.** Zone spojeva snimljene elektronskim mikroskopom [5]

## 4. TOPLINSKA OBRADA

Toplinska obrada je postupak u kojem se predmet namjerno podvrgava temperaturno vremenskim ciklusima kako bi se postigla željena mikrostruktura, a time i željena mehanička, fizička i kemijska svojstva.

Iz definicije možemo zaključiti da su temeljni parametri postupka toplinske obrade temperatura i vrijeme, da trajanje nije beskonačno i da svojstva materijala proizlaze iz njihove mikrostrukture.



Slika 13. Dijagramski prikaz postupka toplinske obrade (općenito) [11]

Navedene veličine na slici 1 znače:

$\vartheta_{TO}$  --- temperatura toplinske obrade (općenito)

**ugrijavanje** --- trajanje do trenutka kada površinski slojevi dostignu temperaturu toplinske obrade

**progrijavanje** --- vrijeme trajanja od trenutka ugrijanja površine do trenutka kada i slojevi jezgre postignu temperaturu toplinske obrade, tj. kada po cijelom presjeku radnog dijela imamo konstantnu temperaturu

**grijanje** --- zbroj trajanja vremena ugrijavanja i progrijavanja

**držanje** --- trajanje boravka radnog dijela na temperaturi toplinske obrade od trenutka kada je on progrijan do trenutka kada započinje hlađenje radnog dijela

**ohlađivanje** --- trajanje snižavanja temperature radnog dijela sve dok svi slojevi jezgre ne dostignu zadanu temperaturu, tj. izjednače je s temperaturom površinskih slojeva i okoliša [11]

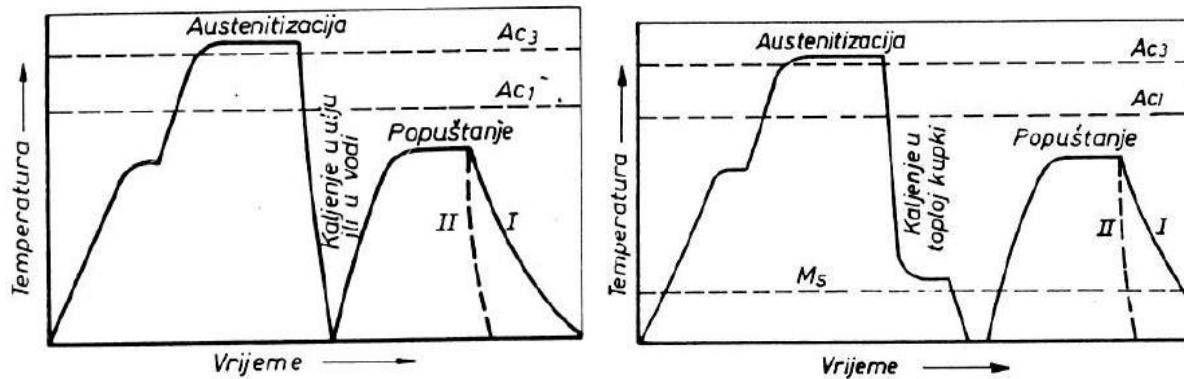
#### **4.1 Poboljšanje čelika**

Poboljšanje je postupak toplinske obrade čelika, koji se sastoji iz kaljenja i popuštanja na relativno visoke temperature, koje se često već približavaju temperaturama mekog žarenja. S obzirom na korišteno rashladno sredstvo pri kaljenju govorimo o poboljšanju u vodi, ulju ili na zraku.

Pri poboljšanju u čeliku dobijemo tzv. tipične „poboljšanje strukture“, koje su uglavnom sorbitne, bainitne ili troostitne. Poboljšanje se primjenjuje u termičkoj obradi konstrukcijskih i nekih alatnih čelika, a ima cilj da se poboljšaju mehanička svojstva čelika i to naročito žilavost.

Uobičajeni postupak poboljšanja sastoji se iz običnog kaljenja austenitizacijom 30 do 50°C iznad  $Ac_3$ , odgovarajućeg ohlađivanja u vodi, ulju ili zraku i popuštanju na odgovarajuću temperaturu ispod  $Ac_1$ . Kod ohlađivanja s temperature popuštanja potrebno je obratiti pažnju na krtost čelika nakon poboljšanja.

U ovaj klasičan način poboljšanja uvedene su u toku vremena neke promjene tako što su razvijeni novi postupci, moderniji, ekonomičniji i u pojedinim slučajevima efikasniji, kao na primjer kaljenje u toploj kupci (slika 14), koji je samo varijanta klasičnog postupka sa zadržavanjem ohlađivanja iznad temperature  $Ms$  do izjednačenja temperature po čitavom presjeku.



Slika 14. Režim običnog postupka poboljšanja (lijevo), režim poboljšanja u toploj kupki (desno) [12]

Režim običnog postupka poboljšanja:

1. Hlađenje na zraku ili peći za čelike, koji su otporni prema krtosti popuštanja
2. Hlađenje u vodi ili ulju za čelike, koji su skloni krtosti popuštanja

Režim poboljšanja u toploj kupki:

1. Hlađenje na zraku ili u peći za čelike, koji su otporni prema krtosti popuštanja
2. Hlađenje u vodi ili ulju za čelike koji su skloni krtosti popuštanja [12]

Tom se postupku podvrgavaju samo podeutektoidni čelici sadržaja ugljika od 0,3 % do 0,6 %. U praksi se taj postupak naziva još i oplemenjivanje.

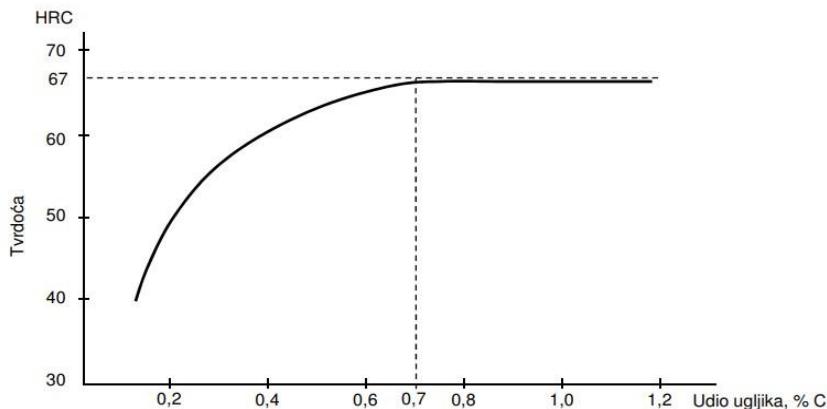
Cilj poboljšavanja je da se, raspadanjem prinudnog rastvora (martenzita) ili prezasićenog rastvora (austenita), izdvoje što sitnija zrnca karbida koji imaju svojstvo ojačanja ograničavanjem kretanja dislokacija, što dovodi do povećanja čvrstoće i tvrdoće, uz odgovarajuće sniženje žilavosti.

Potpuni efekt ovakvog ojačanja nastati će ako je čelik kaljen na najveću tvrdoću koja odgovara sadržaju ugljika, uz ispravno popuštanje, ili ako je prije pothlađivanja na izotermnu transformaciju izvršena potpuna austenitizacija.

Poboljšavanje se u strojarstvu prvenstveno vrši iz razloga da bi se nakon procesa obrade, koji štetno utječe na strukturu i osobine (lijevanje, plastično deformiranje, obrada rezanjem itd.), osobine znatno popravile i uskladile sa uvjetima primjene strojnih dijelova. Poboljšane osobine mogu se u određenim granicama precizno regulirati što je vrlo važno radi uzajamnog ponašanja dvije najbitnije osobine čelika: čvrstoće i žilavosti. [4]

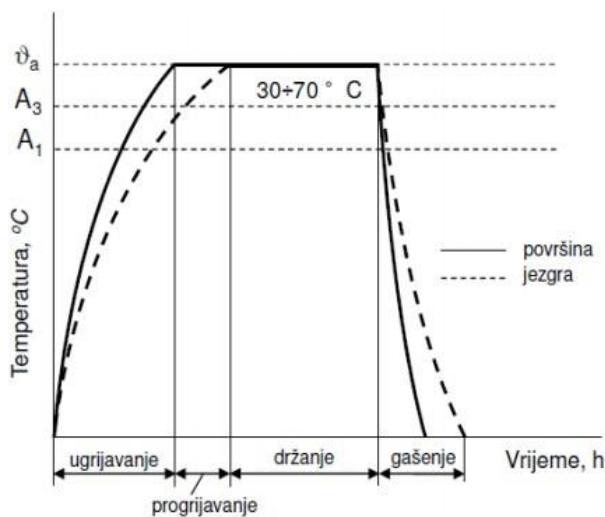
#### 4.1.1. Kaljenje čelika

Temeljna je svrha kaljena čelika postizanje maksimalno moguće tvrdoće ovisno o udjelu ugljika u čeliku (Burnsov dijagram), postizanje što jednoličnijeg prokaljenja (tj. što jednoličnije tvrdoće po poprečnom presjeku).



Slika 15. Burnsov dijagram [13]

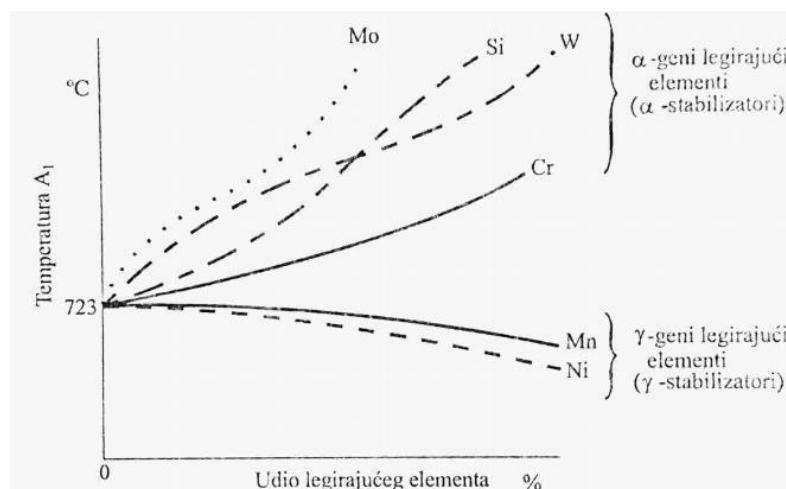
Postupak kaljenja sastoji se od ugrijavanja na temperaturu austenitizacije (u svrhu otapanja ugljika i legirajućih elemenata u austenitu) i gašenja (u svrhu postizanja martenzitne mikrostrukture). Slika 14. prikazuje kvalitativno postupak kaljenja nekog podeutektoidnog čelika.



Slika 16. Dijagram postupka kaljenja nekog podeutektoidnog čelika [11]

### Izbor temperature austenitizacije:

- za ugljične(nelegirane) čelike iz dijagrama Fe-Fe<sub>3</sub>C
- za čelike legirane α-genim legirajućim elementima, temperatura austenitizacije se u odnosu na nelegirane čelike povisuje približno za iznos povišenja temperaturna A<sub>1</sub> (odnosno A<sub>3</sub>); slika 5
- za čelike legirane γ-genim legirajućim elementima, temperatura austenitizacije se snizuje u odnosu na odgovarajuće nelegirane čelike otprilike za iznos sniženja temperaturna A<sub>1</sub> (odnosno A<sub>3</sub>): slika 5



Slika 17. Utjecaj legirnih elemenata na temperaturu pretvorbe austenita u ferit [11]

Temperatura austenitizacije legiranih čelika utvrđuje se iz pseudobinarnog dijagrama analogno određivanju temperature austenitizacije nelegiranih čelika iz dijagrama Fe-Fe<sub>3</sub>C. U praksi se temperatura austenitizacije određuje na osnovi podataka proizvođača čelika i eksperimentalnom provjerom.

### Svrha držanja pri temperaturi austenitizacije:

U slučaju realno brzog ugrijavanja eutektoidni se karbidi ne stignu svi rastvoriti pri temperaturi A<sub>1</sub>, pa čak ni u intervalu A<sub>1</sub> – A<sub>3</sub>. Prema tome pri temperaturi A<sub>3</sub>, čelik sadrži još uvijek neraspadnute karbide, što znači da mu austenit u tom trenutku sadrži niži udio ugljika nego što je onaj na koji se računa. Kako bi se dalo vremena austenitu da primi u čvrstu otopinu ugljik iz tih karbida, treba čelični predmet držati neko vrijeme pri temperaturi austenitizacije. Tek ako se austenitu da dovoljno vremena da otopi

željezni udio ugljika, može se računati da će se on pri gašenju ponašati onako kako to proizlazi iz odgovarajućeg TTT – dijagrama odnosno Burnsova dijagrama.

### Izbor sredstava za gašenje

Izbor sredstava za gašenje slijedi iz iznosa gornje kritične brzine gašenja. Ona se izračunava iz odgovarajućeg TTT – dijagrama prema izrazu:

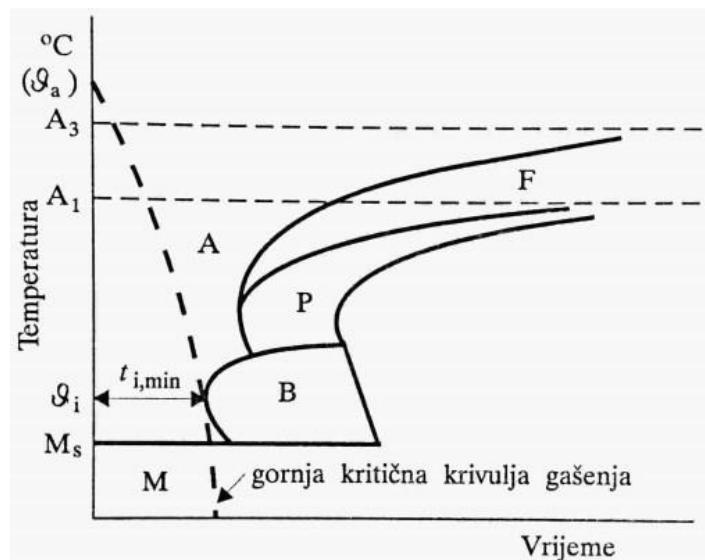
$$v_{kg} = \vartheta_{ti,a,min} - \vartheta_i, \text{ } ^\circ\text{C/s}$$

$v_{kg}$ -gornja kritična brzina gašenja

$\vartheta_a$  – temperatURA austenitizacije  $\vartheta_i$  –

temperatura inkubacije  $t_{i,min}$  –

minimalno trajanje inkubacije



Slika 18: Utvrđivanje gornje kritične brzine gašenja [11]

Za praksu vrijede sljedeća pravila:

- $v_{kg} > 150^\circ\text{C/s}$  – čelik treba gasiti u vodi
- $150 > v_{kg} > 5^\circ\text{C/s}$  – čelik treba gasiti u ulju ili u uljnoj emulziji, odnosno u toploj kupki
- $v_{kg} < 5^\circ\text{C/s}$  – čelik se smije hladiti na zraku ili bolje u inertnom plinu (npr. dušiku).

Navedeni podaci samo su grubo orijentacijski, a osim toga odnose se na brzo gašenje tankih uzoraka, kako bi se smjelo pretpostaviti da po presjeku epruvete praktički nema temperaturne razlike. U realnom se slučaju sredstvo za gašenje mora birati i u ovisnosti o dimenzijama predmeta koji se želi zakaliti i prokaliti, pa je nužno postići gornje kritično gašenje i u jezgri predmeta.

### **Kontrola kaljenja**

U praksi se kontrola kvalitete zakaljenog predmeta izvodi u pravilu mjerenjem tvrdoće nakon gašenja te usporedbom postignute tvrdoće s Burnsovim dijagramom. U slučaju proizvodnje strojnih dijelova i alata u većim serijama, postupci kontrole obuhvatit će i mikroografska, ultrazvučna, rentgenska i druga ispitivanje.

### **Ostali postupci kaljenja čelika**

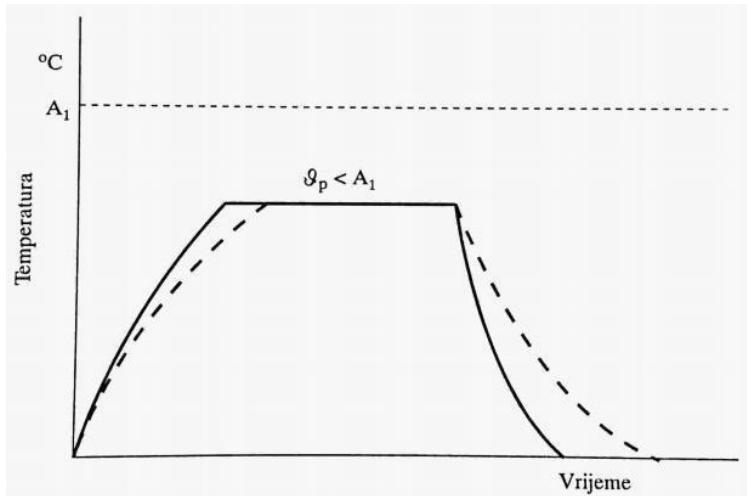
Osim kaljenja cijele mase strojnog dijela, u praksi se primjenjuje i postupak lokalnog (površinskog) kaljenja. Pri tim se postupcima ugrijavaju samo neki dijelovi volumena proizvoda koje treba kaljenjem otvrđnuti.

Primjenjuju se izvori topline velike gustoće energije: plinski plamenici, inducirana električna energija, a u novije vrijeme laserski snop i snop elektrona.[11]

#### **4.1.2. Popuštanje čelika**

Popuštanje je postupak ugrijavanja kaljenog čelika na neku temperaturu ispod temperature  $A_1$  u svrhu: povišenja žilavosti martenzita postignutog kaljenjem, sniženja (redukcije) vlastitih zaostalih naprezanja („napetosti“) martenzita, postizanja dimenzijske postojanosti (kod visokolegiranih alatnih čelika pretvorbom zaostalog austenita u martenzit i karbid popuštanja).

Popuštanjem se redovno i smanjuje tvrdoća postignuta kaljenjem, no to sniženje nikako nije cilj, nego samo nužna posljedica popuštanja. Slika 19. prikazuje opći dijagram postupka popuštanja čelika.



**Slika 19.** Dijagram postupka popuštanja čelika [11]

Prema visini temperature popuštanja ( $\vartheta_p$ ) postupci se popuštanja dijele na:

- Niskotemperaturno popuštanje ( $\vartheta_p < 220^\circ\text{C}$ )
- Srednjetemperaturno popuštanje ( $220^\circ\text{C} < \vartheta_p < 400^\circ\text{C}$ )
- Visokotemperaturno popuštanje ( $400^\circ\text{C} < \vartheta_p < A_1$ )

Ugrijavanje martenzita na neku temperaturu popuštanja omogućava već izvjesnu difuziju atoma ugljika pri niskim temperaturama popuštanja, a difuziju atoma ugljika, željeza i legirajućih elemenata pri visokim temperaturama popuštanja. Kada se čelik nalazi u gašenom (zakaljenom) stanju on ima rešetku martenzita koja je karakterizirana visokim stupnjem tetragonalnosti.

Pri popuštanju, a zbog difuzije atoma ugljika, u nekim jediničnim čelijama kristalne rešetke dolazi do sniženja stupnja tetragonalnosti u odnosu na gašeno stanje (jer se atom ugljika smjestio na povoljnije mjesto), a u drugim jediničnim čelijama stupanj je tetragonalnost poprimio vrijednost 1 (jer je atom ugljika izašao iz rešetke).

Sniženje stupnja tetragonalnosti ( $c/a$ ) nekih jediničnih čelija na vrijednost nižu od one nakon kaljenja (ali još uvijek višu od 1), a preostalih jediničnih čelija na vrijednost  $c/a=1$  ima za posljedicu:

- povišenje žilavosti popuštenog martenzita,
- sniženje zaostalih naprezanja popuštenog martenzita,
- sniženje tvrdoće (što je nepoželjno, ali i neizbjegljivo).

Procesi pri popuštanju čelika odvijaju se u tzv. stadijima popuštanja koje karakteriziraju mikrostrukturne promjene. Broj tih stadija i područje temperatura u kojima se odvijaju ovisit će o vrsti čelika i strukturnom stanju nakon gašenja. Tako se u prvom stadiju popuštanja (koji se odvija pri temperaturama od oko 70 do 200°C), zbog difuzije ugljikovih atoma iz martenzitne rešetke, oni atomi ugljika koji su potpuno izišli iz martenzitne rešetke spajaju sa željezom, najprije u tzv. prelazni  $\epsilon$ -karbid ( $Fe_{2,4}C$ ), a pri temperaturama iznad 250°C (u trećem stadiju popuštanja) u  $Fe_3C$ . u drugom pak stadiju popuštanja (popuštanjem pri temperaturama od oko 200 do 300°C) doći će do pretvorbe nelegiranog i niskolegiranog zaostalog austenita u bainit. Visokolegirani zaostali austenit transformirat će se tek popuštanjem pri visokim temperaturama, iznad 500°C, kako je to opisano kasnije.

Prema tome, pri popuštanju čelika (ovisno o parametrima postupka) dolazi do:

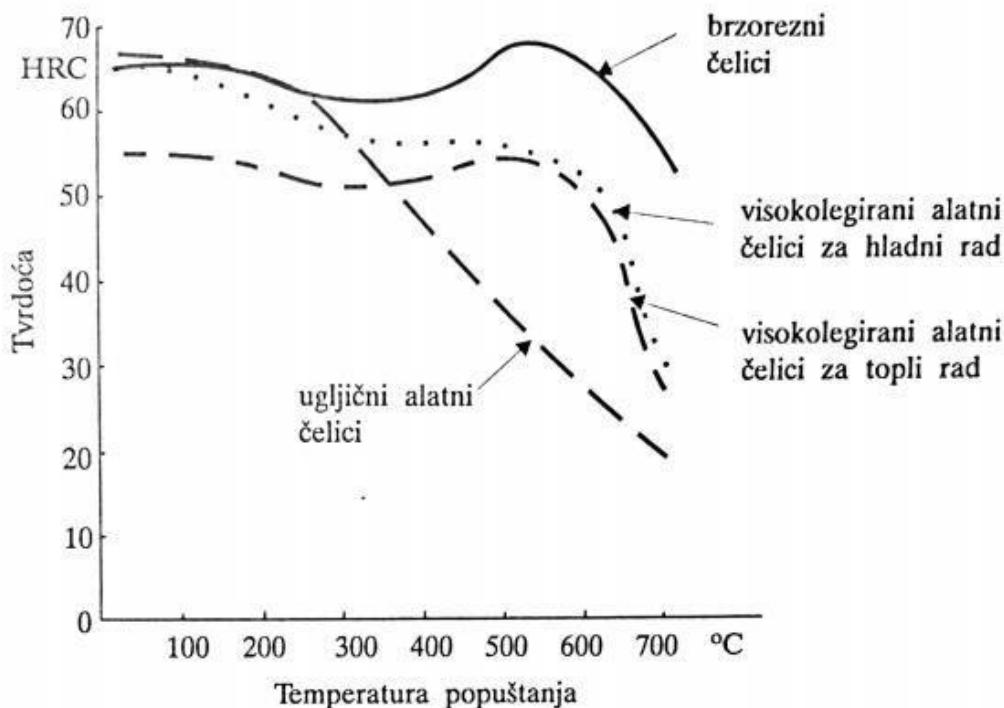
- sniženja prosječnog udjela ugljika u martenzitu na oko 0,25%C i manje,
- stvaranja karbida koji su nastali popuštanjem martenzita, □ pretvorbe zaostalog austenita u martenzit.

Slijedi konačno da je struktura popuštenog ugljičnog čelika:

- popušteni martenzit i karbid popuštanja ( $M_p + K_p$ ) (ugljični čelici s < 0,6%C)
- popušteni martenzit, karbid popuštanja (eventualno zaostali austenit) ( $M_p + K_p + (A_z)$ ... (ugljični čelici s 0,6 do 0,8%C))
- popušteni martenzit, karbid popuštanja, sekundarni karbid (eventualno zaostali austenit) ( $M_p + K_p + K'' + (A_z)$ ... (ugljični čelici s 0,8 do 2% C)).

Kod legiranih se čelika pri popuštanju u IV. Stadiju izlučuju posebni karbidi popuštanja vrste i sastava koji ovise o legirajućim elementima u čeliku. Tako se i procesi popuštanja zakaljenih čelika međusobno razlikuju. Neki legirajući elementi u kaljenim čelicima povećavaju otpornost popuštanja (npr.: W, Mo, V, ...) tako da tvrdoča čelika ne opada tako intenzivno s porastom temperature popuštanja kao što je to slučaj kod ugljičnih (nelegiranih) čelika, slika 9. To svojstvo otpornosti na popuštanje važno je za dijelove namijenjene za rad pri povišenim temperaturama.

Kod nekih visokolegiranih čelika koji osim određenih legirajućih elemenata (W, Mo, V,...) imaju i povišeni sadržaj ugljika (alatni čelici) pri visokotemperaturnom popuštanju ( $\approx 550^{\circ}\text{C}$ ) odvija se proces pretvorbe zaostalog austenita u karbide popuštanja i sekundarni martenzit. Pri temperaturi popuštanja oko  $550^{\circ}\text{C}$  iz legiranog zaostalog austenita izlučuju se karbidi popuštanja ( $K_p$ ), a pri tome se u zaostalom austenitu, snizuje udio ugljika i legirajućih elemenata. To ima kao posljedicu povišenje temperature početka pretvorbe u martenzit ( $M_s$ ) i završetka pretvorbe ( $M_f$ ). Zbog toga se hlađenjem s temperature popuštanja zaostali austenit pretvara u martenzit koji nazivamo „sekundarni martenzit“ ( $M''$ ). Iz relativno mekane faze (austenita) nastaju dvije bitno tvrde faze (karbid popuštanja i sekundarni martenzit) što ima za posljedicu povišenje tvrdoće nakon takvog popuštanja. Tvrdoća je u tom slučaju čak i nešto viša od tvrdoće kaljenog (još nepopuštenog) čelika. Ova pojava naziva se „**sekundarno otvrdnuće**“. Slika x prikazuje krivulje popuštanja nekih karakterističnih vrsta čelika.[11]



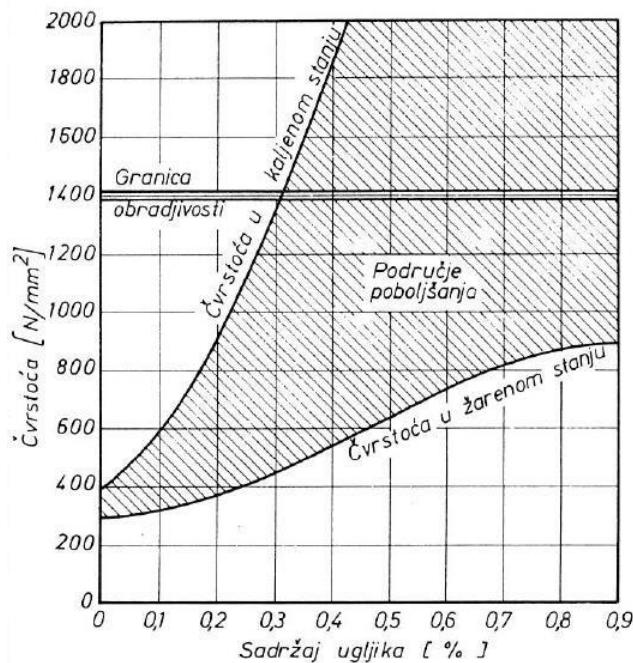
Slika 20. Dijagrami popuštanja različitih vrsta čelika [11]

## 4.2. Mehanička svojstva poboljšanog čelika

Utjecaj poboljšanja na mehanička svojstva čelika ocjenjuje se na osnovu mehaničkih ispitivanja (određivanje čvrstoće i granice razvlačenja, izduženja i kontrakcije, žilavosti, određivanje mehaničkih svojstava na povišenim visokim temperaturama, određivanje trajne čvrstoće, određivanje mehaničkih svojstava kod dinamičkih opterećenja itd.) poboljšanjem se mogu mijenjati mehanička svojstva čelika u vrlo širokim granicama.

Za konstruktoare vrlo je važna granica razvlačenja. Odnos granice razvlačenja i čvrstoće čelika razlikuje se za pojedine vrste čelika i pojedine šarže. Istovremeno ovaj odnos zavisi od dimenzije i poboljšanja po presjeku.

Slika 21. prikazuje čvrstoću nelegiranog ugljičnog čelika malih dimenzija u žarenom i u kaljenom stanju u zavisnosti od sadržaja ugljika u čeliku. Između ova dva ograničenja rasprostire se čitavo područje u kojem se mogu postići čvrstoće čelika pri poboljšanju kod različitih kombinacija kaljenja i popuštanja pri raznim sadržajima ugljika u čeliku.[12]



Slika 21. Mehaničke osobine nelegiranih čelika u funkciji postotka ugljika [2]

## **5. ČELICI ZA POBOLJŠANJE**

Čelici za poboljšanje upotrebljavaju se za izradu konstrukcijskih dijelova, koji su za vrijeme rada izloženi velikim i složenim naprezanjima.

Naročito je važno i karakteristično što poboljšani čelici imaju visoku granicu razvlačenja i dobru čvrstoću i žilavost. To povoljno utječe na granicu zamaranja, takvi čelici se ne zamaraju brzo, a osim toga veoma su otporni protiv dinamičkih naprezanja, osobito naizmjeničnih naprezanja i udara.[5]

### **5.1 Vrste čelika**

Čelici za poboljšanje izrađuju se kao nelegirani (ugljični) i legirani čelici. Nelegirani čelici mogu biti kvalitetni i plemeniti, koji se od navedenih kvalitetnih čelika razlikuju po većoj jednolikosti, čistoći te višoj kontrakciji (suženju) koja je također pokazatelj žilavosti.

Legirani čelici su svi plemeniti čelici. Kao glavni sastojci za legiranje dolaze u obzir mangan, silicij, krom, molibden, vanadij i nikal. Legirane čelike treba upotrebljavati samo u poboljšanom stanju, inače njihova upotreba u žarenom stanju nije svrsishodna.

Čelici za poboljšanje podijeljeni su u dvije grupe:

- čelici kod kojih je ograničena samo gornja granica sadržaja sumpora(slika kemijski sastav)
- čelici kod kojih je u cilju bolje obradivosti skidanjem strugotine ograničena gornja i donja granica sadržaja sumpora [14]

## **5.2 Karakteristike čelika za poboljšanje**

### **Nelegirani čelici**

Kod ugljičnih čelika ove vrste povećava se čvrstoća sa sadržajem ugljika i mangana. Ovi čelici zbog male prokaljivosti upotrebljavaju se za strojne dijelove presjeka do 100 mm. Kod većih presjeka nisu osigurana mehanička svojstva jer nije moguće prokaliti jezgru.

Opće karakteristike nelegiranih (ugljičnih) čelika za poboljšanje su:

- mala sklonost prema stvaranju pukotina pri zagrijavanju i hlađenju, čak i neovisno o načinu hlađenja
- slaba obradivost skidanjem strugotine u meko žarenom stanju, poboljšanje obradivosti postiže se normalizacijom
- nemaju sklonost prema krhkosti kod popuštanja
- otpornost prema habanju raste sa sadržajem ugljika, a posebno se povisuje površinskim kaljenjem
- osjetljivost na zarez raste sa sadržajem ugljika (kritično kod čelika Č.1730,Č.1731)
- neotporni su prema koroziji, ta neotpornost raste također s porastom sadržaja ugljika

### **5.3 Legirani čelici za poboljšanje**

Primjer manganskih čelika su Č.3130 i Č3135. Kod manganskih čelika sadržaj mangana povisuje čvrstoću i to kako u meko žarenom tako i u normaliziranom i poboljšanom stanju. Mangan povoljno utječe na jednolikost poboljšanja po presjeku u slučaju malih dimenzija. Kod mehaničkih svojstava mangan djeluje tek toliko što povisuje čvrstoću kod sobne temperature. Njegovo djelovanje na otpornost martenzita prema poboljšanju jedva se i primjećuje.

Dvije posebno loše strane ovih čelika su:

- naginju prema pogrubljenju zrna na temperaturi austenitizacije što općenito snizuje žilavost kako normaliziranog tako i poboljšanog strojnog dijela
- naginju pojavi krtosti popuštanja

Primjeri krom čelika su: Č.4130, Č.4131, Č.4132; Č.4180, Č.4181, Č.4184.

Žilavost kod krom čelika raste dodatkom kroma, a i prelazne temperature pada žilavosti potiskuju se u niža temperaturna područja. Kod čelika za poboljšanje krom umjерeno povisuje prokaljivost. Sadržaj kroma djeluje u smislu usitnjenja zrna pa se može očekivati relativno dobra žilavost.

Krom- mangan – vanadij čelik, primjer Č.4830. Nedostatci jednostruko legiranog krom čelika djelomično se otklanjaju nešto povišenim dodatkom mangana. No kako bi dodatak samo mangana izazvao jak efekt porasta zrna dodaje se još nešto vanadija da se taj porast sprječi. Glavni je zadatak mangana da poveća prokaljivost i omogući uporabu većih dimenzija nego kod manganskih čelika, dok vanadij sprječava porast zrna i tako indirektno djeluje na žilavost.

Primjeri krom – molibdenskih čelika su: Č.4730, Č.4731, Č.4732, Č.4733. Molibden povisuje čvrstoću ferita, pojačava jednolikost poboljšanja po presjeku, snizuje puzanje na povišenim temperaturama i povisuje otpornost prema popuštanju. Utjecaj molibdena na svojstva poboljšanih dijelova na sniženim temperaturama je vrlo povoljan, ali treba primijetiti da na to ponašanje utječe način kaljenja (ulje, voda) tako i čvrstoća poboljšanja. Prijelazna temperatura je pomaknuta u područje nižih temperatura pa se čelik sa sigurnošću može upotrijebiti barem na temperaturi na 50°C.

Primjer krom – molibden – vanadij čelika je čelik Č.4734. Djelovanje vanadija u principu svodi se na povišenje čvrstoće feritnog mješanca. Važnije je međutim djelovanje vanadija na usitnjenje zrna uslijed vrlo fine disperzije vrlo finih karbidnih čestica. Vanadij povisuje otpornost prema popuštanju ako su temperature kaljenja bile visoke pa je veći dio vanadija ili sam vanadij prešao u otopinu. Istodobno pada žilavost, djelomično zbog pogrubljenog zrna, a djelomično zbog izlučivanja posebnih vanadij karbida. Zbog visokog afiniteta vanadija prema dušiku ovaj je čelik sposoban za nitriranje koje osobito povisuje otpornost prema trošenju. U pogledu ponašanja na niskim temperaturama vanadij djeluje tek toliko što usitnjuje zrno pa tako indirektno povisuje žilavost. Zbog relativno slabog djelovanja vanadija na prokaljivanje treba kod dijelova većih dimenzija očekivati nejednakost svojstava po presjeku pri poboljšanju.

Primjer nikal – krom – molibden čelika su: Č.5430, Č.5431, Č.5432. Dodatak nikla snizuje kritičnu brzinu hlađenja pa se povećanim dodatkom nikla može povisiti jednolikost poboljšanja presjeka sve do najvećih dimenzija. Nikal ne uzrokuje pad žilavosti u poprečnom smjeru. Nikal i krom zajedno stabiliziraju austenit pa je vjerojatno da će nakon kaljenja ovih čelika redovito zaostati nešto austenita.

Mnogobrojnost raznih zahtjeva koji se mogu postaviti pred čelike za poboljšanje je ujedno i glavni razlog što se razvio velik broj ovih čelika. Potpuno prokaljeno stanje čelika nužan je uvjet za postizanje neke zadovoljavajuće žilavosti pa će se na primjer nelegirani čelici moći upotrijebiti samo za strojne dijelove malih dimenzija. Zahtjevi za najboljom žilavošću strojnih dijelova većih presjeka moći će se ispuniti samo biranjem legirnih čelika i to tim jače legiranih, što su dimenzije veće i osnovni zahtjevi oštiri.[14]

## **6. EKPERIMENTALNI DIO ZAVRŠNOG RADA**

Eksperimentalni dio rada baziran je na principu ispitivanja ispitnih epruveta. Ispitivanje se izvršilo na Veleučilištu u Karlovcu, u laboratoriju za ispitivanje materijala. Testne epruvete dobivene su tehnološkim postupcima odrezivanja sirovaca, CNC tokarenjem sirovaca u testne epruvete i nitriranje testnih epruveta, dok je jedan dio epruveta obrađen prije nitriranja toplinskom obradom poboljšavanja.

Cilj eksperimentalnog rada je utvrditi da li epruvete različitog materijala nakon procesa nitriranja, a jedan dio testnih epruveta nakon poboljšanja i nitriranja utječu na vlačnu čvrstoću testnih epruveta.

### ***6.1. Plan pokusa***

Pošto se radi o dvije vrste materijala i dva različita postupka određen je slijed kojim će se ispitivati epruvete. Epruvete su izrađene od sirovaca čelika Č.4732 i Č.4734 dimenzija Ø27x110 mm. Epruvete od materijala Č.4732 su označene brojevima od 1 do 13 i radi se o epruvetama koje će se obraditi procesom poboljšanja, a zatim će ih se nitrirati.

Epruvete od čelika Č.4734 koje su označene brojevima od 1 do 9 će biti obrađene procesom poboljšanja te će ih se nakon toga nitrirati.

Epruvete od čelika Č.4734 su označene slovima od A do K biti će nitrirane bez procesa poboljšanja, a poslužit će za usporebdu s prethodno spomenutim epruvetama označene od 1 do 9 koje će se prethodno toplinski obraditi te nitrirati.

Epruvete označene od 1 do 3 će se kaliti na 880°C te ugasiti u ulju koje je zagrijano na 70°C. Nakon toga će biti podvrgnute visokotemperaturnom popuštanju na temperaturu od 600°C. Epruvete označene od 4 do 6 će također biti zakaljene kao i prethodne, ali će ih se visokotemperaturno popustiti na 560°C. I konačno, epruvete označene od 7 do 9 će se zakaliti po prethodnim uvjetima, ali će ih se visokotemperaturno popustiti na 650°C.

Informacije vezane za čelik Č.4732 u „sirovom“ stanju uzet će se iz Završnog rada Franje Rudmana koji je svoja ispitivanja objavio u Završnom radu „Utjecaj

rezultata procesa poboljšavanja na efektivnu dubinu nitriranja“. Jedan dio eksperimentalnog dijela u tom Završnom radu bilo je i ispitivanje epruveta od čelika Č.4732 u početnom, „sirovom“ stanju, a takva informacija će se iskoristiti i u ovom radu.

Prije toga, izvršit će se analiza kemijskog sastava materijala sirovih probnih epruveta zbog sigurnosti da se radi o željenim materijalima Č.4732 i Č.4734.

Probne epruvete koje su prodvrgnute toplinskoj obradi, nakon toplinske obrade ispitat će se Brinellovom metodom (HB30) zbog provjere vrijednosti tvrdoće koje će se dobiti i na taj način saznati otprilike o kojim čvrstoćama se radi.

Poslije nitriranja sve epruvete biti će podvrgnute ispitivanju na statički vlačni pokus i tada će se dobiti rezultati čvrstoća nakon nitriranja.

Za kraj, napraviti će se analiza i zaključak gdje će se konstatirati ima li nitriranje utjecaja na vlačnu čvrstoću materijala.

## **6.2. Čelik Č.4732 ( VCMo 140 )**

Radi se o krom-molibdenskom čeliku za poboljšanje, kemijskog sastava:

**Tablica 2.** Kemijski sastav čelika Č.4732 [14]

Kemijski sastav u %: (JUS C.B9.021/74)						
C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo
0,38-0,45	0,15-0,4	0,5-0,8	max. 0,035	max. 0,035	0,9-1,2	0,15-0,3

### **Prokaljivost**

Pri Jominy-evom pokusu s čeono kaljenom probom postiže se kod ovog čelika u prosjeku tvrdoća od 57 HRC. Na osnovi višeg sadržaja ugljika, kod inače jednakih sadržaja kroma i molibdena, prokaljivost ovog čelika je veća nego kod čelika Č.4731.

### **Sklonost prema pukotinama pri kaljenju**

Ovaj čelik je osjetljiv kod kaljenja u vodi. Zbog toga treba primjenjivati, kod komplikiranih oblika, kaljenje u ulju.

### **Obradivost skidanjem strugotine**

Vrijeme trajanja alata kod grube obrade je najveće kad je čelik u meko žarenom stanju (feritna osnovna masa s uležištenim zrnatim cementitom). Za postizanje dobre kvalitete površine kod fine obrade, većinom je korisna veća čvrstoća čelika i viša brzina rezanja.

### **Zavarljivost**

Prikladan je, uvezši u obzir oprezno predgrijavanje i ohlađivanje, samo za tupo zavarivanje. Po mogućnosti ne treba ovaj čelik upotrebljavati za svrhe varenja.

### **Krhkoća nakon popuštanja**

Ne nadinje krhkoći poslije popuštanja pri uobičajenim temperaturama i trajanju popuštanja. U tom smislu nije potrebno poštivati bilo kakve posebne mjere pri određivanju načina ohlađivanja, odnosno sredstava za ohlađivanje poslije popuštanja.

## **Postojanost prema popuštanju**

Utjecaj temperature popuštanja na mehanička svojstva nakon kaljenja vidljiv je iz dijagrama orientacijskih vrijednosti utjecaja temperatura popuštanja na mehanička svojstva.

## **Krškoća pri niskim temperaturama**

Pokazuje kod sobne temperature izvanredna svojstva žilavosti, koje on zadržava i kod niskih temperatura.

## **Otpornost prema trošenju**

Otpornost prema trošenju je osobito povoljan u kaljenom odnosno površinski kaljenom stanju (plameno kaljenje, induksijsko kaljenje). Ona može također biti povećana nitriranjem u solnoj kupki.

## **Osjetljivost prema zareznom djelovanju**

Osjetljivost prema zareznom djelovanju kod dinamičkog naprezanja raste s rastućom vlačnom čvrstoćom. Kod visokih vlačnih čvrstoća treba osjetljivost na zarezno djelovanje svakako uzeti u obzir kod konstrukcije i kod prerade (veliki prijelazni radijusi, izbjegavanje mesta velike promjene smjera sile itd.). Pjeskarenjem ili obradom pomoći čelične sačme, hladnim valjanjem i sl. smanjuje se osjetljivost na zarezno djelovanje.

## **Upotreba**

Za statički i dinamički opterećene dijelove vozila, motora i strojeva, naročito za veće presjeke s visokom čvrstoćom za:

- zupčanike
- poluosovine automobila
- cilindre motora
- kardanske osovine i druge

## Mehanička svojstva u poboljšanom stanju

Tablica 3. Mehanička svojstva čelika Č.4732 u poboljšanom stanju [14]

Mehanička svojstva u poboljšanom stanju: (JUS C.B9.021/74)					
Promjer [mm]	Granica razvlačenja Re [N/mm <sup>2</sup> ] min.	Vlačna čvrstoća Rm [N/mm <sup>2</sup> ]	Izduženje A [%] min.	Kontrakcija Z [%] min.	Žilavost [J] min
do 16	885	1080 ÷ 1280	10	40	34
od 16 do 40	765	980 ÷ 1180	11	45	41
od 40 do 100	635	880 ÷ 1080	12	50	41
od 100 do 160	560	780 ÷ 930	13	55	41
od 160 do 250	510	740 ÷ 890	14	55	41

## Mehanička svojstva kod trajnih titrajnih naprezanja

Tablica 4. Mehanička svojstva čelika Č.4732 kod trajnih titrajnih naprezanja [14]

Vlačna čvrstoća [N/mm <sup>2</sup> ]	Dinamička izdržljivost na savijanje [N/mm <sup>2</sup> ]	Dinamička izdržljivost na tlak-vlak [N/mm <sup>2</sup> ]	Dinamička izdržljivost na torziju [N/mm <sup>2</sup> ]
1180	530	420	325
980	470	375	285
880	430	345	255
760	380	305	225

Navedene vrijednosti vrijede za toplinski obrađene, poboljšane, glatke, polirane probne štapove promjera 5 do 10mm. Utjecaj dimenzija, svojstva površine i oblika (zarezno djelovanje i forma presjeka) moraju se dodatno obuhvatiti konstrukcijskom proračunu.

## Vrijednosti za tvrdoću s obzirom na stanje toplinske obrade

**Tablica 5.** Vrijednosti za tvrdoću s obzirom na stanje toplinske obrade za čelik Č.4732 [14]

Tvrdoća		
Meko žareno HB max.	Obrada na određenu vlačnu čvrstoću HB max.	Obrada na najbolju obradivost HB max.
217	---	241

## Fizikalna svojstva (orientacijske vrijednosti)

**Tablica 6.** Fizikalna svojstva čelika Č.4732 [14]

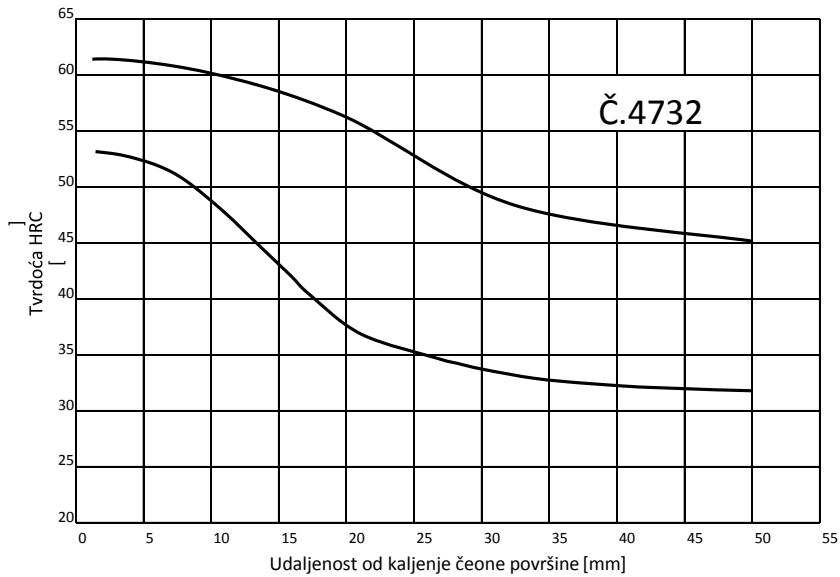
Svojstva		kod temperature 0°C			
		+20	+100	+200	+300
Modul elastičnosti	N/mm <sup>2</sup>	210000	205000	195000	185000
Modul smika	N/mm <sup>2</sup>	81000	79000	75000	71000
Gustoća	kg/dm <sup>3</sup>	7,85	---	---	---
Toplinska vodljivost	W/mK	41,9	---	---	---
Specifična toplina	J/kgK	460,5	---	---	---
Specifični električni otpor	Ωcm10 <sup>4</sup>	0,19	---	---	---

## Prokaljivost

**Tablica 7.** Prokaljivost čelika Č.4732 [14]

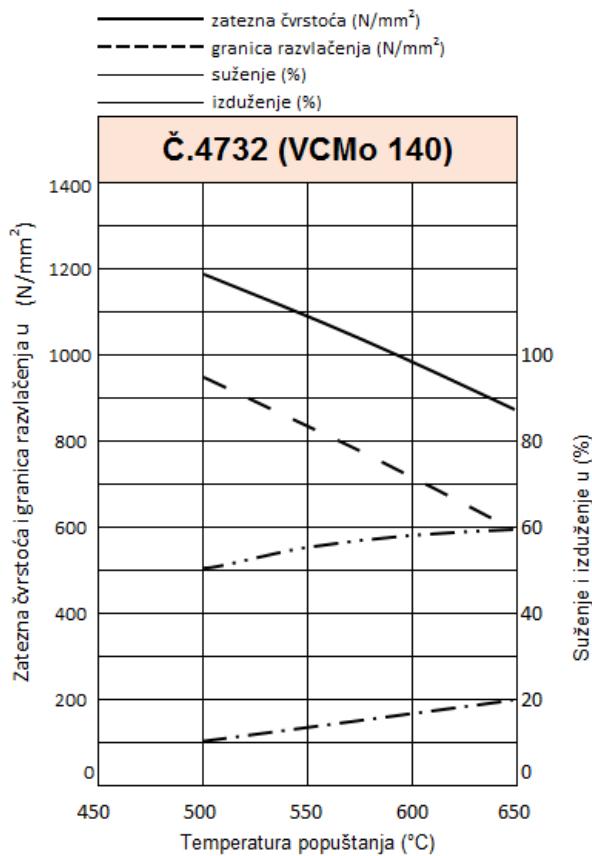
Orientacijske vrijednosti; Norma: JUS C.B9.021/74															
Udaljenosti	Tvrdoća u HRC na udaljenosti od kaljene čeone površine (mm)														
	1,5	3	5	7	9	11	13	15	20	25	30	35	40	45	50
max	61	61	61	60	60	59	59	58	56	53	51	48	47	46	45
min	53	53	52	51	50	48	45	43	38	35	34	33	32	32	32

## Pojas garantirane prokaljivosti



Slika 22. Pojas garantirane prokaljivosti čelika Č.4732 [14]

## Vrijednosti utjecaja temperatura popuštanja na mehanička svojstva



Slika 23. Vrijednosti utjecaja temperature popuštanja na mehanička svojstva čelika Č.4732 [14]

### **6.3. Čelik Č.4734 ( VCMo 230 )**

Radi se o krom-molibden-vanadijskom čeliku za poboljšanje, kemijskog sastava:

**Tablica 8.** Kemijski sastav čelika Č.4734 [14]

Kemijski sastav u %: (JUS C.B9.021/74)							
C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	V
0,26-0,34	0,15-0,4	0,4-0,7	max. 0,035	max. 0,035	2,3-2,7	0,15-0,25	0,10-0,20

#### **Karakteristike i osnovna svojstva:**

Pri Jominy-evom pokusu s čeono kaljenom probom postiže se kod ovog čelika u prosjeku tvrdoća od 52 HRC. Ovaj čelik posjeduje dobru prokaljivost.

#### **Sklonost prema pukotinama pri kaljenju**

Kod ovog čelika ne postoji osobita osjetljivost prema vrsti hlađenja s temperature kaljenja. Prema obliku i veličini konkretnog predmeta u pojedinom slučaju može se primjeniti hlađenje u ulju ili u vodi.

#### **Obradivost skidanjem strugotine**

Vrijeme trajanja alata kod grube obrade je najveće kad je čelik u meko žarenom stanju (feritna osnovna masa s uležištenim zrnatim cementitom). Za postizanje dobre kvalitete površine kod fine obrade, većinom je korisna veća čvrstoća čelika i viša brzina rezanja.

#### **Zavarljivost**

Prikladan je samo za tupo zavarivanje. Također i kod ovog načina mora biti oprezno predgrijan i hlađen.

#### **Krhkoća nakon popuštanja**

Ne nadinje krhkoći poslije popuštanja kod uobičajenih temperatura popuštanja i trajanja popuštanja. U tom smislu nije potrebno poštivati bilo kakve posebne mjere pri određivanju načina ohlađivanja, odnosno sredstava za ohlađivanje poslije popuštanja.

## **Postojanost prema popuštanju**

Utjecaj temperature popuštanja na mehanička svojstva nakon kaljenja vidljiv je iz dijagrama orijentacijskih vrijednosti utjecaja temperatura popuštanja na mehanička svojstva.

## **Krheroća pri niskim temperaturama**

Pokazuje kod sobne temperature dobra svojstva žilavosti, koje on zadržava i kod niskih temperatura.

## **Otpornost prema trošenju**

Može se nitrirati. Otpornost prema trošenju je najpovoljnija nakon nitriranja. Nitriranje se izvodi nakon poboljšanja čelika.

## **Upotreba**

Za visoko dinamički opterećene dijelove vozila, motora i strojeva, naročito kada se traži visoka čvstoća i žilavost. Osim toga upotreba ovog čelika dolazi naročito u obzir za:

- matrice za preradu plastičnih masa
- dijelove preša za ekstruziju
- bregaste osovine (nitrirano)

## **Tipizacija**

Prioritetno tipiziran

## Mehanička svojstva u poboljšanom stanju

Tablica 9. Mehanička svojstva čelika Č.4734 u poboljšanom stanju [14]

Mehanička svojstva u poboljšanom stanju: (JUS C.B9.021/74)					
Promjer [mm]	Granica razvlačenja Re [N/mm <sup>2</sup> ] min.	Vlačna čvrstoća Rm [N/mm <sup>2</sup> ]	Izduženje A [%] min.	Kontrakcija Z [%] min.	Žilavost [J] min
do 16	1030	1230 ÷ 1430	9	35	34
od 16 do 40	1030	1230 ÷ 1430	9	35	34
od 40 do 100	885	1080 ÷ 1280	10	40	41
od 100 do 160	785	980 ÷ 1180	11	45	48
od 160 do 250	685	880 ÷ 1180	12	50	48

## Mehanička svojstva kod trajnih titrajnih naprezanja

Tablica 10. Mehanička svojstva čelika Č.4734 kod trajnih titrajnih naprezanja [14]

Vlačna čvrstoća [N/mm <sup>2</sup> ]	Dinamička izdržljivost na savijanje [N/mm <sup>2</sup> ]	Dinamička izdržljivost na tlak-vlak [N/mm <sup>2</sup> ]	Dinamička izdržljivost na torziju [N/mm <sup>2</sup> ]
1370	580	460	355
1180	530	420	325
980	470	375	285

Navedene vrijednosti vrijede za toplinski obrađene, poboljšane, glatke, polirane probne štapove promjera 5 do 10mm. Utjecaj dimenzija, svojstva površine i oblika (zarezno djelovanje i forma presjeka) moraju se dodatno obuhvatiti konstrukcijskom proračunu.

## Vrijednosti za tvrdoću s obzirom na stanje toplinske obrade

**Tablica 11.** Vrijednosti za tvrdoću s obzirom na stanje toplinske obrade za čelik Č.4734 [14]

Tvrdoća		
Meko žareno HB max.	Obrada na određenu vlačnu čvrstoću HB max.	Obrada na najbolju obradivost HB max.
248	---	248

## Fizikalna svojstva (orientacijske vrijednosti)

**Tablica 12.** Fizikalna svojstva čelika Č.4734 [14]

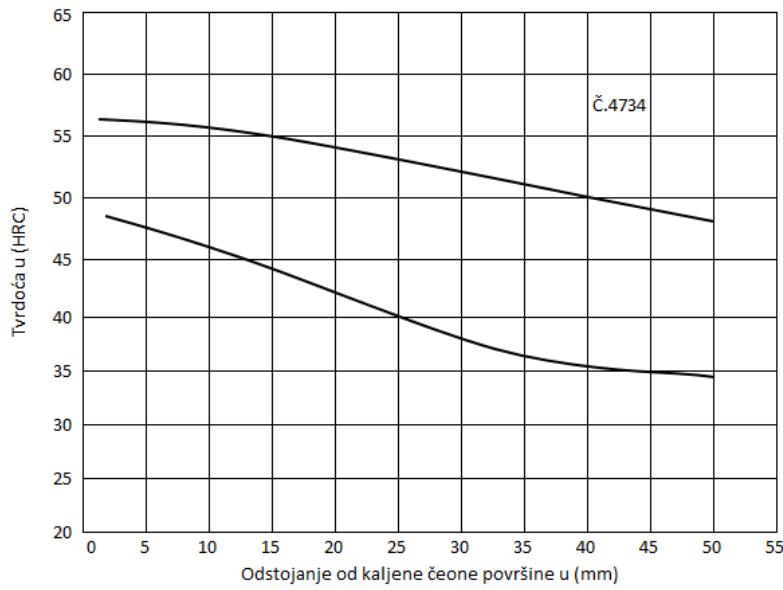
Svojstva		kod temperature 0°C			
		+20	+100	+200	+300
Modul elastičnosti	N/mm <sup>2</sup>	210000	195000	185000	175000
Modul smika	N/mm <sup>2</sup>	81000	75000	71000	67000
Gustoća	kg/dm <sup>3</sup>	7,85	---	---	---
Toplinska vodljivost	W/mK	50,2	---	---	---
Specifična toplina	J/kgK	460,5	---	---	---
Specifični električni otpor	Ωcm10 <sup>4</sup>	---	---	---	---

## Prokaljivost

**Tablica 13.** Prokaljivost čelika Č.4734 [14]

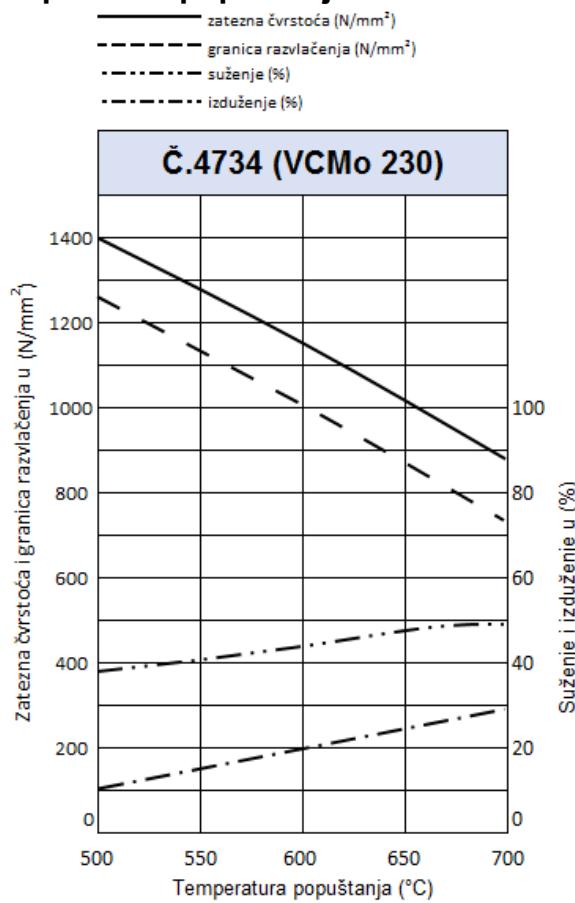
Orientacijske vrijednosti; Norma: JUS C.B9.021/74															
Udaljenosti	Tvrdoća u HRC na udaljenosti od kaljene čeone površine (mm)														
	1,5	3	5	7	9	11	13	15	20	25	30	35	40	45	50
max	56	56	56	56	56	56	55	55	54	53	52	51	50	49	48
min	48	48	47	47	46	46	45	44	41	39	38	37	36	35	34

## Pojas garantirane prokaljivosti



Slika 24. Pojas garantirane prokaljivosti čelika Č.4734 [14]

## Vrijednosti utjecaja temperatura popuštanja na mehanička svojstva



Slika 25. Vrijednosti utjecaja temperatura popuštanja na mehanička svojstva za Č.4734 [14]

#### 6.4. Kemijski sastav materijala ispitnih epruveta

Kemijski sastav materijala određen je takozvanim spektroskop uređajem. Proizvođač uređaja je ARUN technology, model je Poly Spek (slika 24).



Slika 26. Uređaj za analizu kemijskog sastava materijala

Analizom je obrađen kemijski sastav tvari odnosno utvrđeno je od kojih je kemijskih elemenata sastavljen materijal, također utvrđuje se koja količina ili međusobni omjer pojedinih sastavnih dijelova tvari se nalazi u materijalu.

Teorijske vrijednosti kemijskih elemenata, po standardu, za čelik Č.4732 i Č.4734 dobivene analizom nalaze se u tablicama 14. i 15. Analiza kemijskog sastava provedena je zbog dokaza da se radi o navedenim čelicima Č.4732 i Č.4734.

Tablica 14. Kemijski sastav čelika Č.4732 dobiven analizom u laboratoriju

Kemijski sastav čelika Č.4732 u %: dobiveno analizom u laboratoriju							
	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo
Zahtjevano	0,38 - 0,45	0,15 - 0,40	0,50 - 0,80	max. 0,035	max. 0,035	0,90 - 1,20	0,15 - 0,30
Utvrđeno	0,388	0,223	0,795	<0,002	<0,002	1,1	0,183

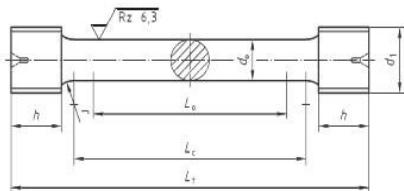
**Tablica 15.** Kemijski sastav čelika Č.4734 dobiven analizom u laboratoriju

Kemijski sastav čelika Č.4734 u %: dobiveno analizom u laboratoriju								
	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	V
<b>Zahtjevano</b>	0,26 - 0,34	0,15 - 0,40	0,40 - 0,70	max. 0,035	max. 0,035	2,30 - 2,70	0,15 - 0,25	0,10 - 0,20
<b>Utvrđeno</b>	0,3	0,26	0,45	0,018	0,022	2,45	0,18	0,12

## 6.5. Ispitne epruvete Č.4732 i Č.4734

Ispitne epruvete izrađene su od čelika za poboljšanje oznake Č.4732 (42CrMo4) i Č.4734 (30CrMoV9). Izrađene su strojnom obradom na CNC tokarilici, dakle tokarenje navedenog materijala iz cilindričnih dijela dimenzije Ø27x110 mm. Standard po kojem su izrađene epruvete je DIN 50125 (slika 22).

4.3 Type B test pieces



Key

$d_0$	test piece diameter	$L_0$	original gauge length ( $L_0 = 5 d_0$ )
$d_1$	diameter of ISO metric thread	$L_c$	parallel length ( $L_c \geq L_0 + d_0$ )
$h$	length of gripped ends	$L_t$	total length of test piece

Figure 2 — Type B test piece, of circular cross section, with threaded ends

Designation of a type B test piece with a diameter  $d_0 = 14$  mm and original gauge length  $L_0 = 70$  mm:

Tensile test piece DIN 50125 – B 14 x 70

Table 3 — Examples of dimensions for type B test pieces

Dimensions in millimetres

$d_0$	$L_0$	$d_1$	$r$ min.	$h$ min.	$L_c$ min.	$L_t$ min.
4	20	M6	3	6	24	41
5	25	M8	4	7	30	51
6	30	M10	5	8	36	60
8	40	M12	6	10	48	77
10	50	M16	8	12	60	97
12	60	M18	9	15	72	116
14	70	M20	11	17	84	134
16	80	M24	12	20	96	154
18	90	M27	14	22	108	173
20	100	M30	15	24	120	191
25	125	M33	20	30	150	234

**Slika 27.** Standard DIN 50125 za izradu epruvete [2]

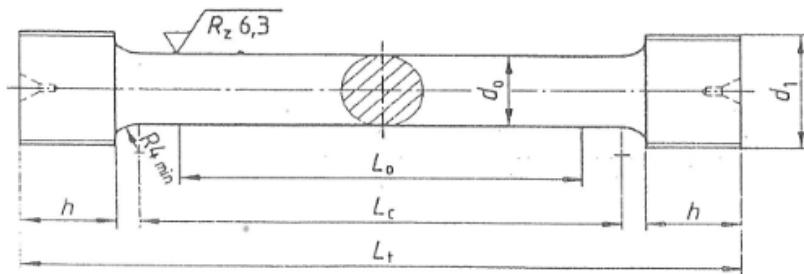
Prije same izrade epruveta izabrane su njene dimenzije po standardu, epruveta je softverski modelirana i napisan je program izrade za epruvete na CNC obradnom stroju.

### STATIČKI VLAČNI POKUS

#### Ispitivanje metalnih materijala – vlačne probe – DIN 50 125

##### 1 – Vlačna proba – oblik B

Okrugle epruvete s navojnim glavama



$d_0$  - promjer epruvete, mm

$d_1$  - metrički navoj – ISO

$h$  - visina glave epruvete, mm

$L_0$  - početna mjerna duljina epruvete ( $L_0 = 5 d_0$ ), mm

$L_c$  - ispitna duljina epruvete ( $L_c \geq L_0 + d_0$ ), mm

$L_t$  - ukupna duljina epruvete, mm

Primjer označivanja vlačne epruvete oblik B s promjerom epruvete  $d_0 = 14$  mm i početnom mjerom duljinom epruvete  $L_0 = 70$  mm:

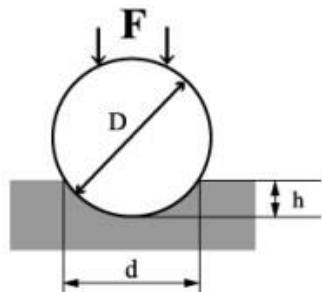
**VLAČNA EPRUVETA DIN 50 125 – B 14 x 70**

**Slika 28.** Nacrt i model izrađenih epruveta

#### 6.5.1 Mjerenje tvrdoće Brinellovom metodom

Tvrdoća je otpornost materijala prema prodiranju drugog, znatno tvrđeg tijela. Osnovni princip mjerjenja kod većine metoda je mjerjenje veličine ili dubine otiska što ga penetrator, opterećen nekom silom, načini u ispitivanom materijalu. Te su metode pogodne za ispitivanje tvrdoće metalnih materijala kod kojih je moguća neka plastična deformacija. Penetratori ili indentori oblika su kuglice, stošca ili piramide, a izrađeni su od tvrdih materijala (kaljeni čelik, tvrdi metal ili dijamant).

Kod Brinellove metode penetrator je kuglica od kaljenog čelika (rjeđe od tvrdog metala), promjera D koja se utiskuje silom F u površinske slojeve materijala



**Slika 29.** Mjerenje tvrdoće po Brinellu [11]

Na taj način nastaje u ispitivanom materijalu otisak u obliku kugline kalote promjera baze „d“ i dubine „h“. Tvrdoća po Brinellu je, po definiciji, omjer primjenjene sile i površine otiska:

$$HB = \frac{F \cdot 0,102}{S}$$

Gdje je F, [N] sila, a S, [ $\text{mm}^2$ ] ploština kugline kalote koja se izračunava izrazom:

$$S = \pi \cdot D \cdot h \ [\text{mm}^2]$$

D, [mm], je promjer kuglice, a h [mm] dubina prodiranja kuglice nakon rasterećenja. Budući da se ovom metodom ne mjeri dubina prodiranja kuglice h nego promjer otiska d,[mm], dobiva se izraz za tvrdoću po Brinellu:

$$HB = \frac{F \cdot 0,204}{\pi \cdot D \left[ D - (D^2 - d^2)^{\frac{1}{2}} \right]}$$

Normirani promjeri kuglice D su 10; 5; 2,5; 2 i 1 mm. Mjerenje je valjano ako promjer osnovice otisnuća d iznosi od 0,25 do 0,5 D pa, u ovisnosti o tvrdoći materijala, treba varirati i silu F.

Stoga je uveden i stupanj opterećenja X:

$$X = \frac{F \cdot 0,1020}{D^2}$$

Gdje je F, [N], sila, a D, [mm], promjer kuglice. Iznos stupnja opterećenja za pojedine grupe metalnih materijala nalazi se u tablici 9.

**Tablica 16.** Vrijednost stupnja opterećenja za pojedine grupe metalnih materijala [15]

stupanj opterećenja	30	10	5	2,5	1,25
materijal	Fe-C-legure Ti-legure Ni-Co-legure	Cu-legure Ni-legure	Al-legure Mg-legure Zn-legure	ležajni materijali	Pb Sn bijela kovina

Iz iznosa stupnja opterećenja za odabrani se promjer kuglice D utvrđuje potrebna sila F. Trajanje utiskivanja kuglice u materijal kreće se od 10 do 15 sekundi za Fe-C legure, a do 180 sekundi za najmekše materijale (npr. bijelu kovinu).

Brinellova tvrdoča je bezdimenzionalna veličina, a uz iznos tvrdoče izmjerene ovom metodom navodi se dimenzija kuglice, primjenjena sila, te trajanja utiskivanja;

Npr. 128 HB 5/250/15, pri čemu je:

128 - iznos tvrdoče

5 - promjer kuglice D, [mm]

250 - sila utiskivanja F, [N] pomnožena s 0,102

15 - vrijeme utiskivanja t, [s]

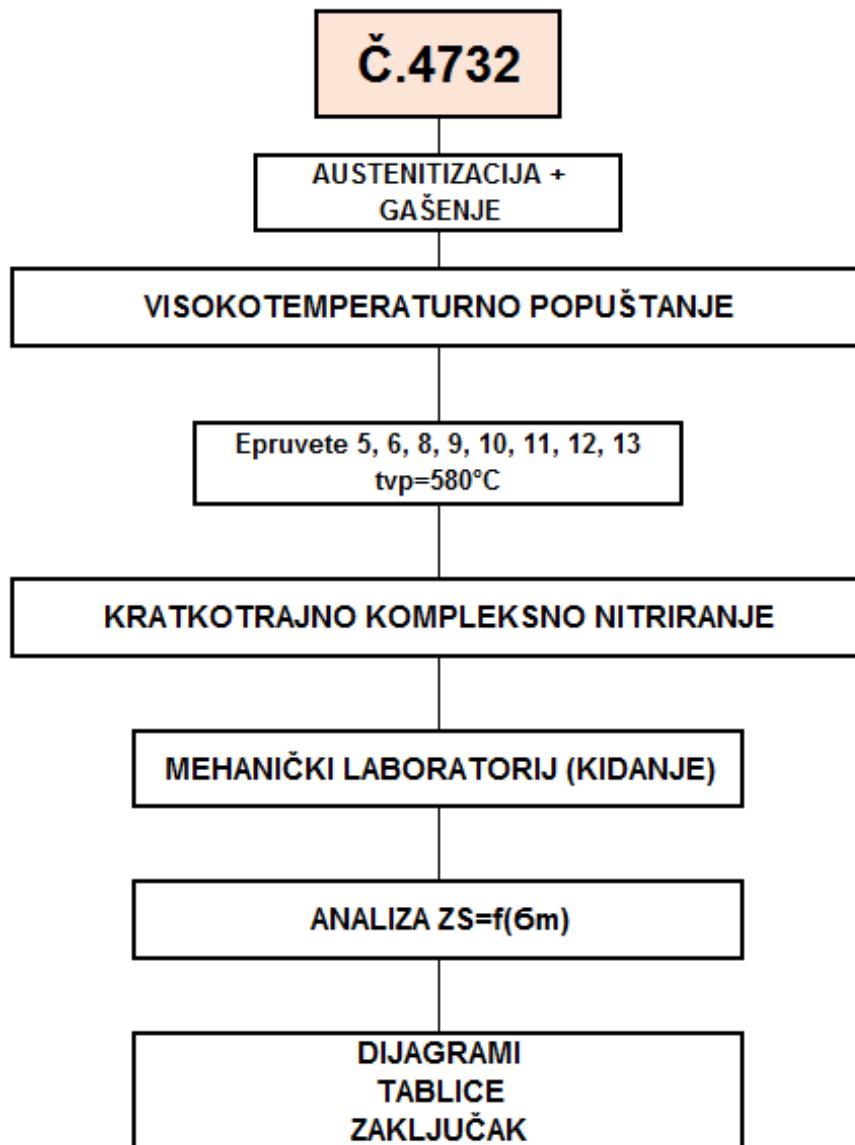
Brinellovom se metodom s kuglicom od kaljenog čelika smiju mjeriti tvrdoče do 450 HB. Kod viših tvrdoča došlo bi do opterećenja kuglice pa je obvezna primjena kuglice od tvrdog metala. Za pravilno mjerjenje potrebna je debljina uzorka  $S \geq 8 \cdot h$ , gdje je h dubina prodiranja kuglice D i iznosi:

$$h = \frac{F \cdot 0,102}{\pi \cdot D \cdot HB} [mm]$$

Pri čemu je F [N] sila, D [mm] promjer kuglice, a HB približno očekivana tvrdoča.[10]

### 6.5.2. Plan ispitivanja za čelik Č.4732 ( poboljšanje i nitriranje)

U nastavku se nalazi skicirani plan ispitivanja za čelik Č.4732.



Slika 30. Plan ispitivanja za čelik Č.4732 (poboljšanje i nitriranje)

Izrađeno je 13 epruveta od čelika Č.4732, no epruvete 1, 2, 3 i 4 nisu imale adekvatno narezan navoj ( greška u strojnoj izradi ), a epruveta 7 nije imala adekvatne dimenzije te se kao takva nije mogla iskoristiti za ispitivanje jer bi dala netočne rezultate.

Epruvete od čelika Č.4732 oznake 5, 6, 8, 9, 10, 11, 12, 13 su dimenzijski odgovarajuće izrađene, toplinski obrađene i nakon toga nitrirane te će poslužiti kao orijentir u odnosu na čelik Č.4734.

U tablici 17. nalaze se podaci prije ispitivanja:

Tablica 17. Oznake, količina i temperatura visokotemperaturnog popuštanja za čelik Č.4732

<b>Epruvete izrađene od čelika Č.4732</b>		
<i>Utisnute oznake</i>	<i>Količina</i>	<i>Temperatura visokotemperaturnog popuštanja</i>
5	1	580°C
6	1	580°C
8	1	580°C
9	1	580°C
10	1	580°C
11	1	580°C
12	1	580°C
13	1	580°C

### 6.5.3 Mjerenje tvrdoće Brinellovim postupkom za čelik Č.4732

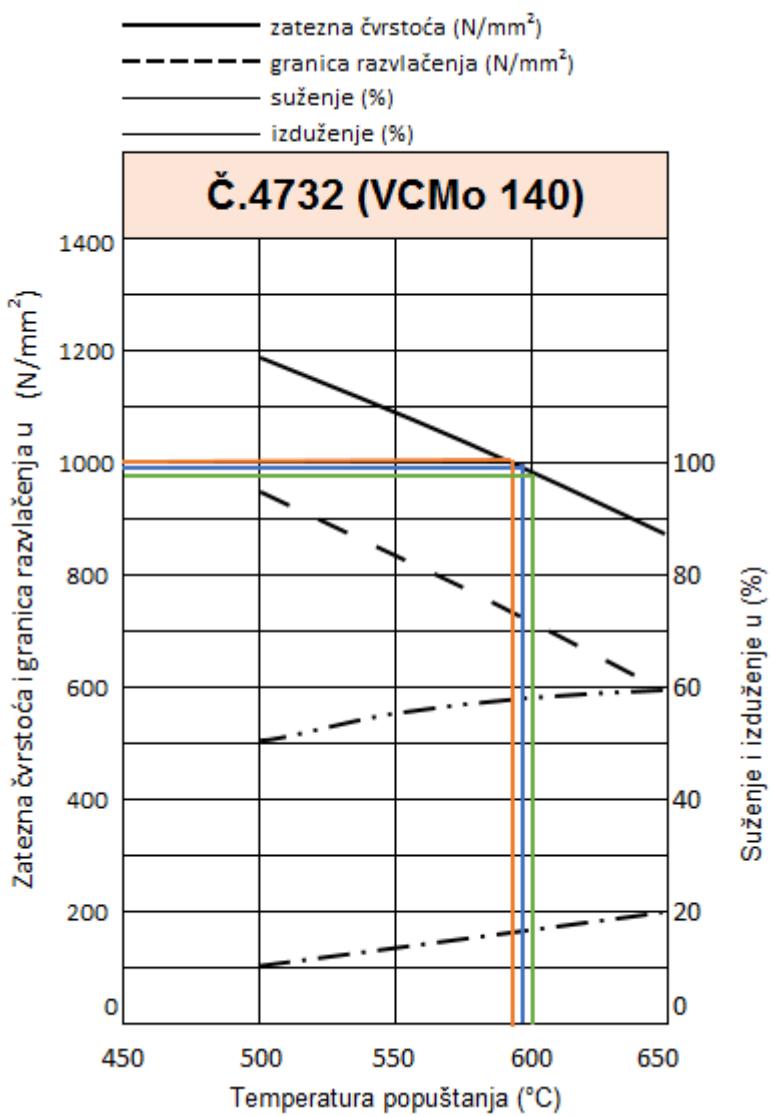
Poslije toplinske obrade poboljšavanja, probne epruvete ispitane su na tvrdoću Brinellovom metodom na uređaju proizvođača VEB Werkstoffprüfmaschinen „Fritz Heckert“. Tvrdomjer može raditi u dvije mjerne metode (Brinell, Vickers). Svih 8 epruveta izmjereno je pomoću Brinellove metode HB<sub>30</sub> prije nitriranja.

Pomoću formule za izračun vlačne čvrstoće dobivene su teoretske vrijednosti vlačne čvrstoće za čelik Č.4732. Dobiveni podaci nalaze se u tablici 18.

**Tablica 18.** Vrijednosti tvrdoća po Brinellovoj metodi i izračun vlačne čvrstoće

<i>Utinute oznake</i>	<i>Količina</i>	<i>Vrijednosti tvrdoća po Brinellovoj metodi; srednja vrijednost [HB]</i>	<i>Operacija</i>	<i>Vlačna čvrstoća izračunata formulom <math>\delta_m \approx HB \cdot 10/3</math> [N/mm<sup>2</sup>]</i>
5	1	295,4	kaljeno na 880°C-890°C i popušteno na 580°C	985
6	1	308,6	kaljeno na 880°C-890°C i popušteno na 580°C	1.029
8	1	305,8	kaljeno na 880°C-890°C i popušteno na 580°C	1.019
9	1	297,2	kaljeno na 880°C-890°C i popušteno na 580°C	991
10	1	310,6	kaljeno na 880°C-890°C i popušteno na 580°C	1.035
11	1	266,1	kaljeno na 880°C-890°C i popušteno na 580°C	887
12	1	272,6	kaljeno na 880°C-890°C i popušteno na 580°C	909
13	1	263,8	kaljeno na 880°C-890°C i popušteno na 580°C	879

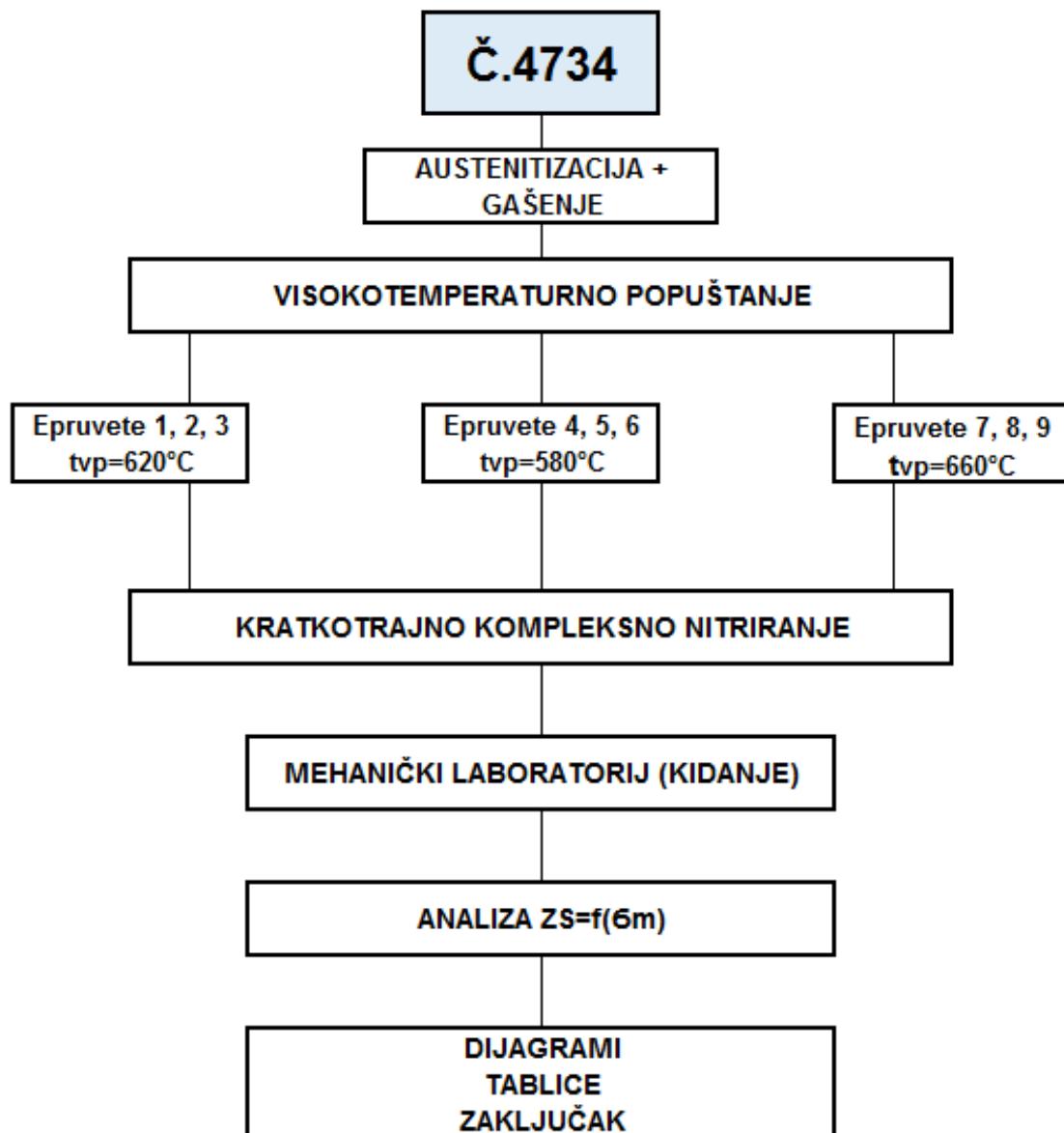
Rezultatima prikazanim tablicom može se zaključiti da je toplinska obrada uspješno odradžena jer dobivene vrijednosti vlačne čvrstoće približno odgovaraju teoretskim vrijednostima koje su dobivene formulom.



**Slika 31.** Dijagram čelika Č.4732 s primjerima teoretski dobivenih izračuna

#### 6.5.4 Plan ispitivanja za čelik Č.4734 (poboljšanje i nitriranje)

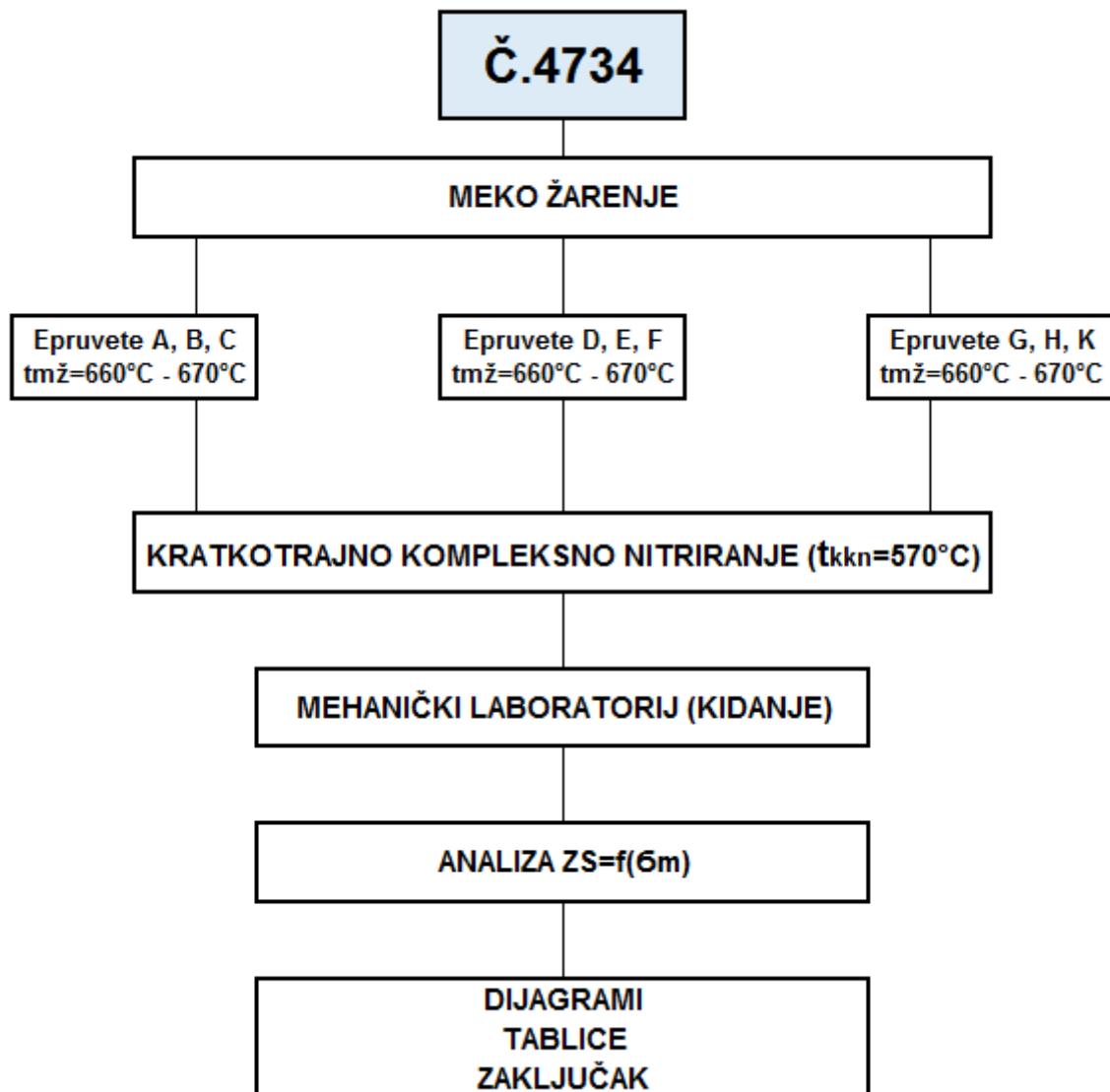
U nastavku se nalazi skicirani plan ispitivanja za čelik Č.4734 podvrgnut procesu poboljšanja i nitriranja.



Slika 32. Plan ispitivanja za čelik Č.4734 (poboljšanje i nitriranje)

### 6.5.5. Plan ispitivanja za čelik Č.4734 (meko žareno stanje i nitriranje)

U nastavku se nalazi skicirani plan ispitivanja za čelik Č.4734 podvrgnut procesu mekog žarenja i nitriranja.



Slika 33. Plan ispitivanja za čelik Č.4734 (meko žareno stanje i nitriranje)

Izrađeno je 18 epruveta od čelika Č.4734 od kojih je 9 komada označeno brojevima od 1 do 9, a ostalih 9 epruveta slovnim oznakama od A do K.

Epruvete označene slovima od A do K nisu toplinski obrađene već su meko žarene ( 660°C – 670°C ) i nitrirane ( na 570°C ). One će poslužiti kao orijentir za epruvete označene od 1 do 9 koje su poboljšane i nitrirane.

U tablici 19. nalaze se podaci prije ispitivanja:

**Tablica 19.** Oznake, količina epruveta i izvršene operacije za čelik Č.4734

<i>Epruvete izrađene od čelika Č.4734</i>		
<i>Utisnute oznake</i>	<i>Količina</i>	<i>Temperatura visokotemperaturnog popuštanja</i>
1	1	600 °C
2	1	600 °C
3	1	600 °C
4	1	560°C
5	1	560°C
6	1	560°C
7	1	650°C
8	1	650°C
9	1	650°C
A	1	Meko žareno i nitrirano
B	1	Meko žareno i nitrirano
C	1	Meko žareno i nitrirano
D	1	Meko žareno i nitrirano
E	1	Meko žareno i nitrirano
F	1	Meko žareno i nitrirano
G	1	Meko žareno i nitrirano
H	1	Meko žareno i nitrirano
K	1	Meko žareno i nitrirano

#### **6.5.6. Mjerenje tvrdoće ispitnih epruveta Brinellovom metodom**

Poslije toplinske obrade poboljšanja, ispitne epruvete ispitane su na tvrdoću. Brinellovom metodom na uređaju proizvođača VEB Werkstoffprüfmaschinen „Fritz Heckert“. Tvrdomjer može raditi u dvije mjerne metode (Brinell, Vickers).

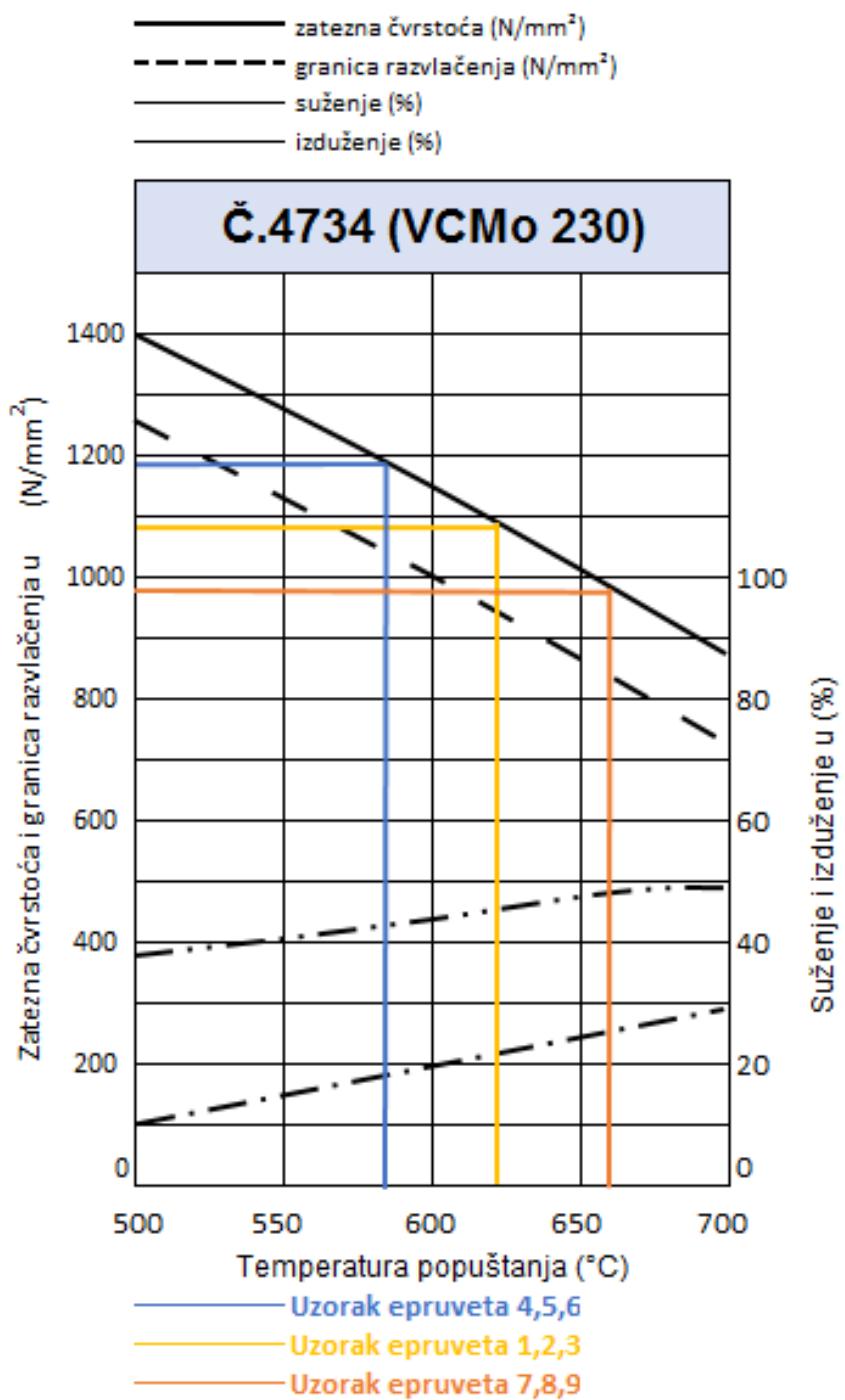
Epruvete označene od 1 do 9 su podvrgnute toplinskoj obradi poboljšanja, a epruvete od A do K su ostavljene u sirovom stanju. Svih 18 epruveta izmjereno je pomoću Brinellove metode HB<sub>30</sub> prije nitriranja.

Pomoću formule za izračun vlačne čvrstoće dobivena je teoretska vrijednost vlačne čvrstoće za čelik Č.4734 i svi dobiveni podaci stavljeni su u tablicu 20.

**Tablica 20.** Oznake, količina epruveta, izmerena vrijednost HB<sub>30</sub> i teoretska vlačna čvrstoća izračunata formulom za čelik Č.4734

Utišnute oznake	Količina	Vrijednosti tvrdoća po Brinelllovoj metodi; srednja vrijednost [HB]	Operacija	Vlačna čvrstoća izračunata formulom $\delta_m = HB \cdot 10/3$ [N/mm <sup>2</sup> ]
A	1	187,9	meko žarenje 660°C-670°C	626
B	1	181	meko žarenje 660°C-670°C	603
C	1	182,8	meko žarenje 660°C-670°C	609
D	1	186,8	meko žarenje 660°C-670°C	623
E	1	188,7	meko žarenje 660°C-670°C	629
F	1	187,6	meko žarenje 660°C-670°C	625
G	1	179,8	meko žarenje 660°C-670°C	599
H	1	184,3	meko žarenje 660°C-670°C	614
K	1	189	meko žarenje 660°C-670°C	630
1	1	317	kaljeno na 880°C-890°C i popušteno na 620°C	1.057
2	1	336,6	kaljeno na 880°C-890°C i popušteno na 620°C	1.122
3	1	341,4	kaljeno na 880°C-890°C i popušteno na 620°C	1.138
4	1	348,8	kaljeno na 880°C-890°C i popušteno na 580°C	1.163
5	1	345,1	kaljeno na 880°C-890°C i popušteno na 580°C	1.150
6	1	361,3	kaljeno na 880°C-890°C i popušteno na 580°C	1.204
7	1	298,3	kaljeno na 880°C-890°C i popušteno na 660°C	994
8	1	286,8	kaljeno na 880°C-890°C i popušteno na 660°C	956
9	1	296	kaljeno na 880°C-890°C i popušteno na 660°C	987

Rezultati prikazani u tablici može se zaključiti se da je toplinska obrada uspješno odrađena jer dobivene vrijednosti vlačne čvrstoće približno odgovaraju teoretskim vrijednostima koje su dobivene formulom.



**Slika 34.** Dijagram očitanja približnih teoretskih vrijednosti vlačne čvrstoće

## 6.6. Priprema za proces kratkotrajnog kompleksnog nitriranja

Ispitne epruvete potrebno je pripremiti za proces nitriranja. Navoje na ispitnim epruvetama potrebno je zaštititi maticama M16 i/ili pastom na bazi nikla. Ovo je nužno napraviti jer bi u procesu nitriranja navoj postao krhak i pri ispitivanju statičkog vlačnog ispitivanja epruveta navoj bi pucao i ispitivanje ne bi bilo uspješno. (slika 35).

Proces klasičnog nitriranja uspješno je realiziran.



Slika 35. Priprema epruveta za proces nitriranja



Slika 36. Priprema epruveta za proces nitriranja (epruvete oznake 1 do 9 )

## 6.7. Statički vlačni pokus

Elastično i plastično ponašanje materijala u uvjetima jednoosnog statičkog vlačnog naprezanja ispituje se statičkim vlačnim pokusom. Ovim ispitivanjem utvrđuju se ujedno osnovna mehanička svojstva materijala koja karakteriziraju njihova mehanička svojstva, kao što su granica razvlačenja, vlačna čvrstoća itd.

Ispitivanje se provodi uređajima koji se nazivaju kidalice ili univerzalne ispitivalice, na kojima se epruvete kontinuirano vlačno opterećuju do loma. Pri ispitivanju se kontinuirano mjeri sile i produljene epruvete, te se pisačem grafički registrira dijagram „sila – produljenje.“ Opterećenje se kod kidalice ostvaruje hidraulički ili mehanički.

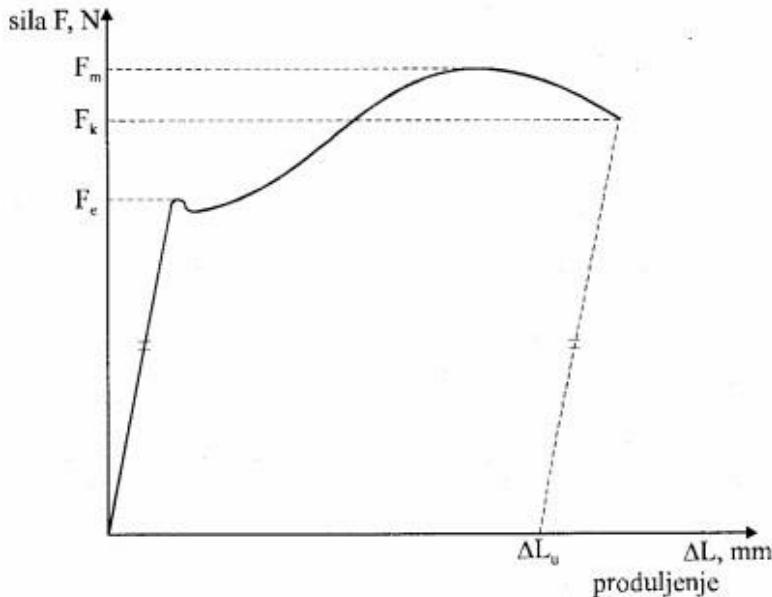
Statički vlačni pokus provodi se, ovisno o obliku poluproizvoda odnosno debljini stjenke, s epruvetama okruglog ili četvrtastog poprečnog presjeka. Kod epruveta okruglog presjeka početna mjerna duljina  $L_0$  treba, prema dogovoru, biti jednaka peterostrukom ili deseterostrukom početnom promjeru  $d_0$ .

Epruveta se na mjestima zadebljanja („glava“ epruvete) učvršćuje u čeljusti kidalice. Prirast naprezanja u jedinici vremena pri statičkom vlačnom pokusu propisan je normom, a ovisi o modulu elastičnosti materijala koji se ispituje.

**Tablica 21.** Propisani prirast naprezanja pri statičkom vlačnom pokusu [15]

$E$ N/mm <sup>2</sup>	Prirast naprezanja u jedinici vremena N/mm <sup>2</sup> s	
	min	max
< 150000	1	10
≤ 150000	3	30

Na pisaču kidalice se za vrijeme statičkog vlačnog pokusa crta dijagram sila  $F$  – produljenje  $\Delta L$  koji za konstrukcijski čelika u normaliziranom stanju ima oblik prikazan na slici 37.



**Slika 37.** Dijagram sila F- produljenje  $\Delta L$  za konstrukcijski čelik [15]

U prvom dijelu dijagrama F -  $\Delta L$  linearna je ovisnost sile i produljenja. Takva linearna ovisnost sve do dostizanja  $F_e$  – sile razvlačenja ili tečenja. Nakon dostizanja te sile epruveta se nastavlja produljivati uz čak mali pad sile. Za daljnje rastezanje materijala potrebno je opet povećanje sile. U tom dijelu statičkog vlačnog pokusa više ne postoji linearna ovisnost između prirasta sile i produljenja.

Opterećenje se povećava sve do dostignuća  $F_m$  – maksimalne sile, nakon koje se epruveta nastavlja produljivati uz smanjenje potrebne sile zbog lokaliziranog intenzivnog smanjenja površine poprečnog presjeka. Konačno pri vrijednosti  $F_k$  – konačne sile dolazi do loma epruvete.

Sastavimo li puknutu epruvetu te izmjerimo razmak točaka koji je prije ispitivanja iznosio  $L_0$  (početna mjerna duljina), dobit ćemo konačnu mjernu duljinu  $L_u$ .  
Produljenje nakon kidanja  $\Delta L$  iznosi:

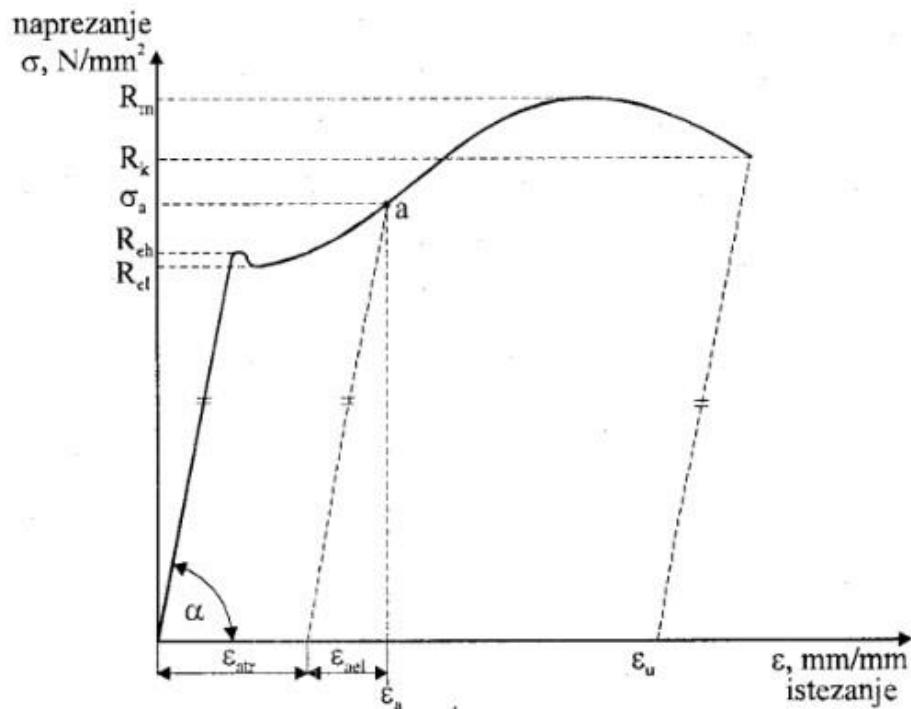
$$\Delta L = L_u - L_0, \text{mm}$$

Iznosi sila pri statičkom vlačnom pokusu ne daju pravi uvid u mehaničku otpornost materijala ukoliko se ne uzme u obzir površina poprečnog presjeka epruvete, odnosno ukoliko se umjesto sile F ne uvede naprezanje  $\delta$ , koje se određuje izrazom:

$$\delta = \frac{F}{S_0}, N/mm^2$$

Gdje je sila F izražena u Newtonima, a  $S_0$  površina početnog presjeka epruvete u  $mm^2$ . Osim jedinice naprezanja  $N/mm^2$ , naprezanje se izražava i u paskalima ( $Pa=N/m^2$ ).

Na slici 38. nalazi se dijagrama naprezanje  $\delta$  – istezanje  $\varepsilon$  za neki konstrukcijski čelik u normaliziranom stanju.



**Slika 38.** Hookov dijagram [15]

Granica razvlačenja  $R_e$  utvrđuje se izrazom:

$$R_e = \frac{F_e}{S_0}, N/mm^2$$

[N] – sila tečenja

$S_0$  [ $mm^2$ ] – površina početnog presjeka

Narezanje kod maksimalne sile naziva se vlačna ili rastezna čvrstoća  $R_m$ :

$$R_m = \frac{F_m}{S_0}, N/mm^2$$

$F_m$  [N] – maksimalna sila

$S_0$  [mm<sup>2</sup>] – površina početnog presjeka

Nakon dostignutog rezanja  $R_m$ , deformacija epruvete nije više jednolika po čitavom ispitnom dijelu već se lokalizira na jednom mjestu. Naprezanje kod kojeg dolazi do loma epruvete zove se konačno rezanje  $R_k$ :

$$R_k = \frac{F_k}{S_0}, N/mm^2$$

$F_k$  [N] – konačna sila

$S_0$  [mm<sup>2</sup>] – površina početnog presjeka

Istezljivost A definirana je sljedećim izrazom:

$$A = \frac{L_u - L_0}{L_0} \cdot 100, \%$$

$L_0$  [mm] – početna mjerna duljina epruvete

$L_u$  [mm] – konačna mjerna duljina epruvete

A [%] – relativno produljenje materijala

Kontrakcija Z definirana je sljedećim izrazom:

$$Z = \frac{S_0 - S_u}{S_0} \cdot 100, \%$$

$S_0$  [mm<sup>2</sup>] – površina početnog presjeka epruvete

$S_u$  [mm<sup>2</sup>] – površina presjeka epruvete na mjestu loma

Z [%] – relativno suženje površine presjeka epruvete u odnosu na površinu početnog presjeka [10]

### **6.7.1. Ispitivanje vlačne čvrstoće ispitnih epruveta**

Nakon što su ispitne epruvete obrađene postupkom kratkotrajnog kompleksnog nitriranja, epruvete su izvrgnute statičkom vlačnom ispitivanju gdje će se saznati koje su stvarne vrijednosti vlačne čvrstoće ispitnih epruveta.

Ispitivanje se provodilo u laboratoriju za testiranje mehaničkih svojstava materijala na Veleučilištu u Karlovcu. Kidalica koja je korištena je od proizvođača Otto Wolpert Werke, iz 1963. godine. Kidalica ima dva mjerna područja : od 0 do 300 kN i od 0 do 600 kN. Tijekom ispitivanja korišteno je mjerno područje od 0 do 300 kN, opterećenja 200 kN.

Na slici 30. prikazana je kidalica i stegnuta ispitna epruveta u čeljusti kidalice, spremna za ispitivanje.



Slika 30: Kidalica proizvođača Otto Wolpert Werke

## 6.7.2. Rezultati ispitivanja ispitnih epruveta od čelika Č.4732

Dobivene vrijednosti nalaze se u tablici 22., a ujedno u tablici se nalaze i vrijednosti od samog početka ispitivanja radi lakše usporedbe.

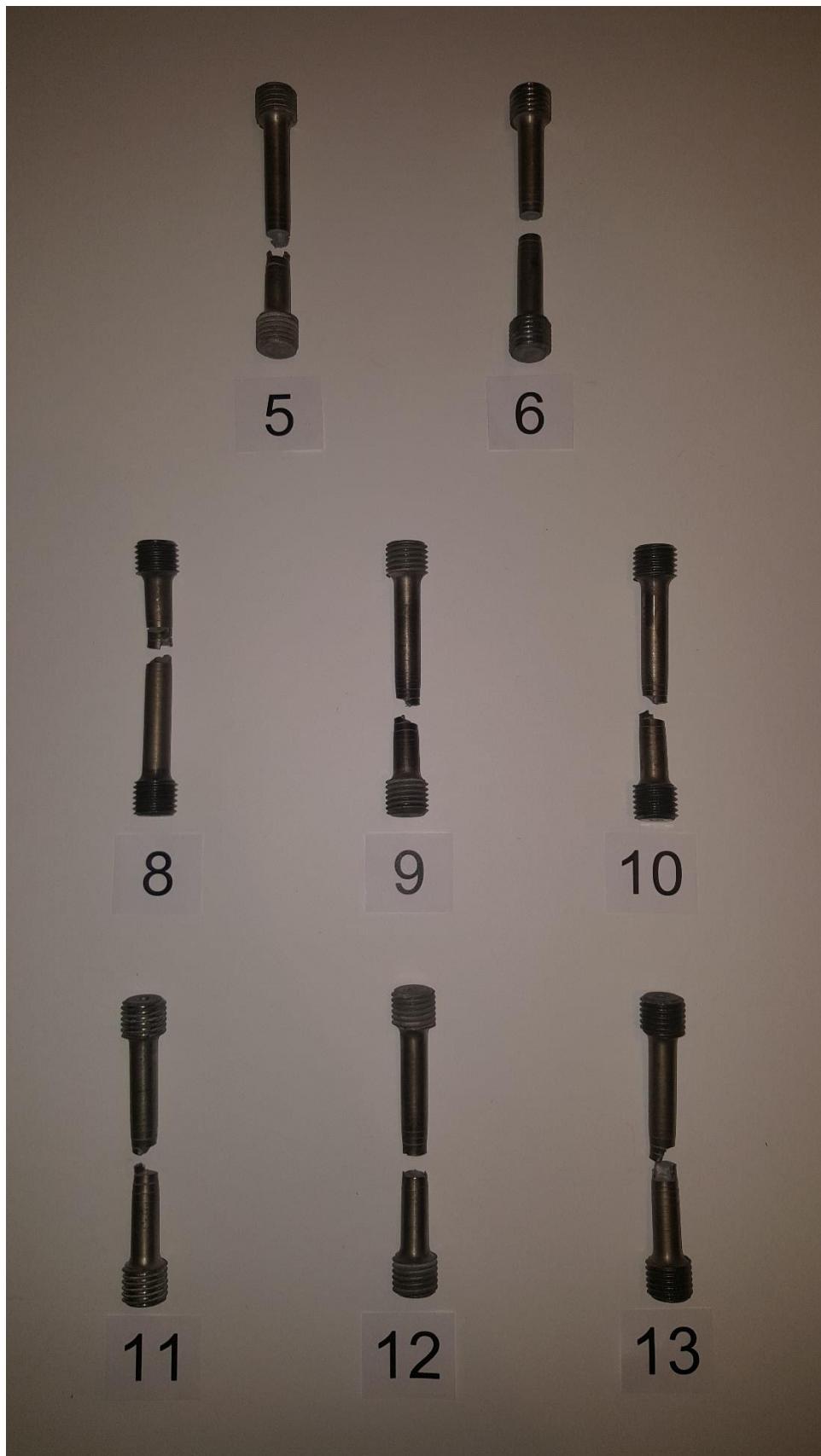
**Tablica 22.** Oznake, količina epruveta, izmjerena vrijednost HB<sub>30</sub>, teoretska vlačna čvrstoća izračunata formulom i realno izmjerena čvrstoća za čelik Č.4732

Utisnute oznake	Količina	Vrijednosti tvrdoća po Brinellovoj metodi; srednja vrijednost [HB]	Operacija	Vlačna čvrstoća izračunata formulom $\delta_m \approx HB \cdot 10/3$ [N/mm <sup>2</sup> ]	Vlačna čvrstoća dobivena ispitivanjem u laboratoriju - realna vrijednost
5	1	295,4	kaljeno na 880°C-890°C i popušteno na 580°C	985	987
6	1	308,6	kaljeno na 880°C-890°C i popušteno na 580°C	1.029	1034
8	1	305,8	kaljeno na 880°C-890°C i popušteno na 580°C	1.019	1025
9	1	297,2	kaljeno na 880°C-890°C i popušteno na 580°C	991	984
10	1	310,6	kaljeno na 880°C-890°C i popušteno na 580°C	1.035	1031
11	1	266,1	kaljeno na 880°C-890°C i popušteno na 580°C	887	881
12	1	272,6	kaljeno na 880°C-890°C i popušteno na 580°C	909	912
13	1	263,8	kaljeno na 880°C-890°C i popušteno na 580°C	879	884

Vrijednosti vlačne čvrstoće nakon vlačnog ispitivanja gotovo su iste kao i pretpostavljene vrijednosti izračunate preko vrijednosti tvrdoća. Epruvete su pucale krhko, što je bilo za očekivati, ali istovremeno nitrirani površinski sloj popucao je uslijed naprezanja po čitavoj površini epruveta. ( slika 40 ).



**Slika 40.** Vlačno ispitane ispitne epruvete od Č.4732



**Slika 41.** Epruvete od čelika Č.4732 nakon ispitivanja vlačne čvrstoće

### 6.7.3. Rezultati Ispitivanja ispitnih epruveta od čelika Č.4734

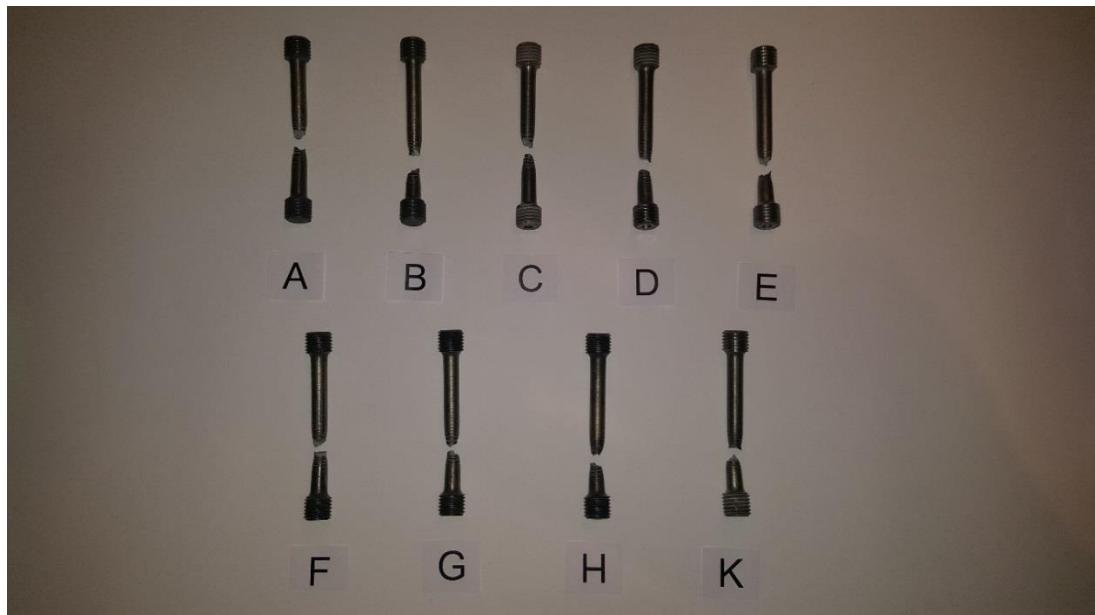
Dobivene vrijednosti nalaze se u tablici 23., a ujedno se u tablici nalaze i vrijednosti od samog početka ispitivanja radi lakše usporedbe.

**Tablica 23.** Oznake, količina epruveta, izmjerena vrijednost HB<sub>30</sub> i teoretska vlačna čvrstoća izračunata formulom i realno izmjerena čvrstoća za čelik Č.4734

Utinute oznake	Količina	Vrijednosti tvrdoća po Brinellovoj metodi; srednja vrijednost [HB]	Operacija	Vlačna čvrstoća izračunata formulom $\delta m = HB \cdot 10/3 [N/mm^2]$	Vlačna čvrstoća dobivena ispitivanjem u laboratoriju - realna
A	1	187,9	meko žarenje 660°C-670°C	626	596
B	1	181	meko žarenje 660°C-670°C	603	609
C	1	182,8	meko žarenje 660°C-670°C	609	596
D	1	186,8	meko žarenje 660°C-670°C	623	605
E	1	188,7	meko žarenje 660°C-670°C	629	604
F	1	187,6	meko žarenje 660°C-670°C	625	598
G	1	179,8	meko žarenje 660°C-670°C	599	597
H	1	184,3	meko žarenje 660°C-670°C	614	595
K	1	189	meko žarenje 660°C-670°C	630	598
1	1	317,7	kaljeno na 880°C-890°C i popušteno na 620°C	1.059	1078
2	1	336,6	kaljeno na 880°C-890°C i popušteno na 620°C	1.122	1082
3	1	326,6	kaljeno na 880°C-890°C i popušteno na 620°C	1.089	1093
4	1	356,1	kaljeno na 880°C-890°C i popušteno na 580°C	1.187	1040 <small>(isključena novčeva)</small>
5	1	345,1	kaljeno na 880°C-890°C i popušteno na 580°C	1.150	1126
6	1	361,3	kaljeno na 880°C-890°C i popušteno na 580°C	1.204	1137
7	1	298,3	kaljeno na 880°C-890°C i popušteno na 660°C	994	993
8	1	286,8	kaljeno na 880°C-890°C i popušteno na 660°C	956	980
9	1	299	kaljeno na 880°C-890°C i popušteno na 660°C	997	987

Vrijednosti vlačne čvrstoće nakon vlačnog ispitivanja gotovo su iste kao i pretpostavljene vrijednosti izračunate preko vrijednosti tvrdoća. Epruvete su pucale krhko, što je bilo za očekivati, ali istovremeno nitrirani površinski sloj popucao je uslijed naprezanja po čitavoj površini epruveta. ( slika 42. )

Epruveta 4 je bila pri vrhu navoja oštećena i zato je dala krivu vrijednost. Na slici vlačno pokidanih epruveta vidi se oštar rez i nedostatak prstenova na tijelu epruvete što dokazuje da je epruveta pretrpila oštećenje prije vlačnog ispitivanja. ( slika 43. )



Slika 42. Ispitne epruvete nakon vlačnog ispitivanja; epruvete označene od A do K



Slika 43. Ispitne epruvete od 1 do 9 nakon ispitivanja; epruveta 4 označena zbog netipičnog reza

#### **6.7.4. Priprema ispitnih epruveta za metalografski snimak**

Nakon što su epruvete prethodno ispitane te su dobivene vrijednosti vlačne čvrstoće, iste epruvete iskoristit će se za pripremu uzoraka za metalografski snimak. Epruvete su rezane uz obilno hlađenje na rezačici proizvođača Struers, modela Labotom-3, koja postiže 2845 o/min ( slika 44. ). Obilno hlađenje je potrebno da ne bi došlo do promjene tvrdoće uzoraka i njihove mikrostrukture.



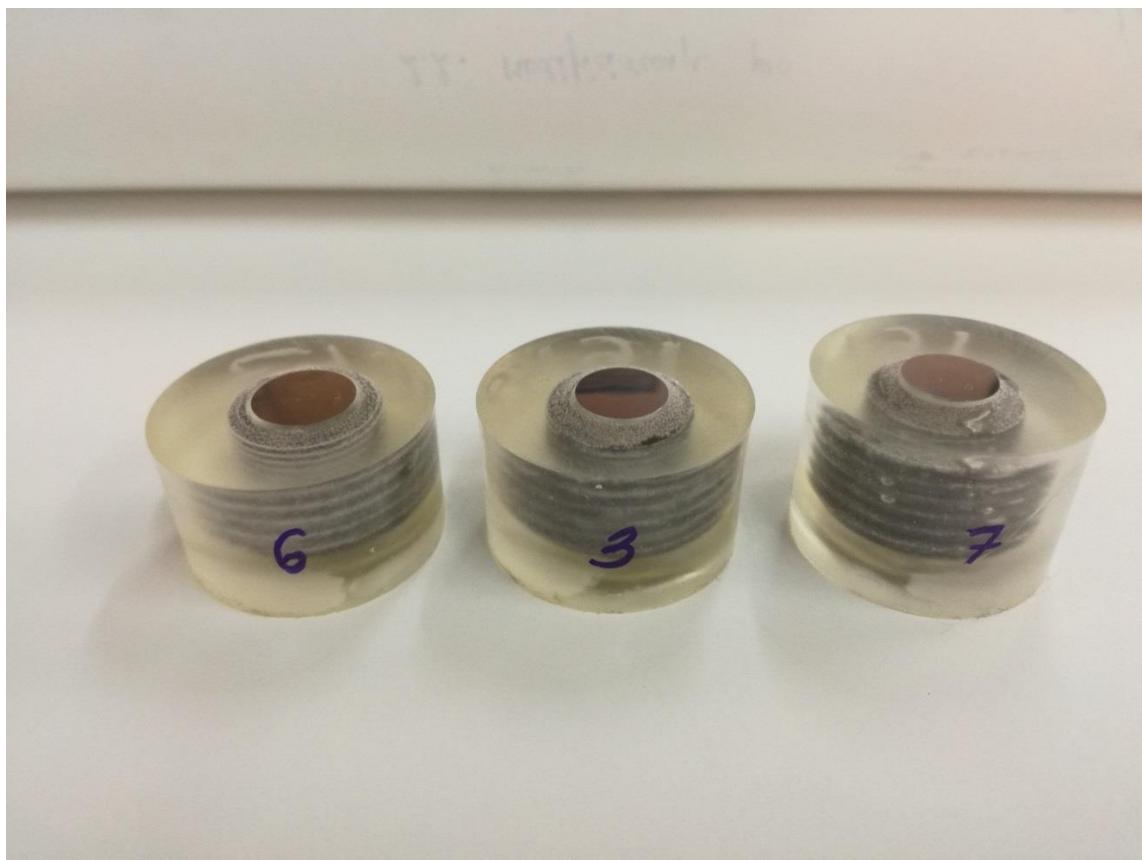
**Slika 44.** Rezanje epruvete na rezačici Labotom-3

Sljedeći korak je zalijevanje uzorka plastičnom masom. Kad plastična masa postane kruta, uzorci se vade iz kalupa i slijedi brušenje i poliranje (slika 45). Kod postupka brušenja i poliranja također mora biti obilno hlađenje uzorka da bi površina koju obrađujemo ostala iste tvrdoće i iste mikrostrukture. Poliranje uzorka izvodilo se na uređaju proizvođača Struers, modela LoboPol-5. Maksimalnog broja okretaja 500 o/min.



**Slika 45.** Uredaj za poliranje Struers, modela LoboPol-5

Nakon ispitivanja uzorci su spremni za metalografski snimak. Uzorci su odrezani, brušeni, zaliveni u masu, polirani i označeni.

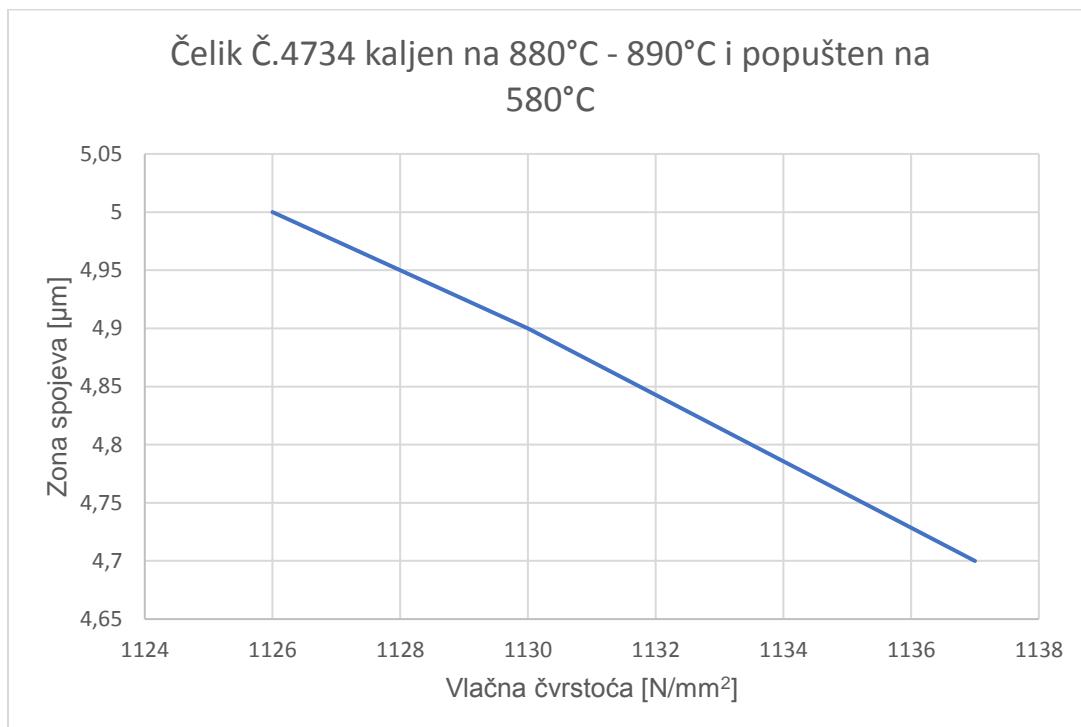


**Slika 46.** Uzorci pripremljeni za metalografski snimak (uzorci 3, 6 i 7)

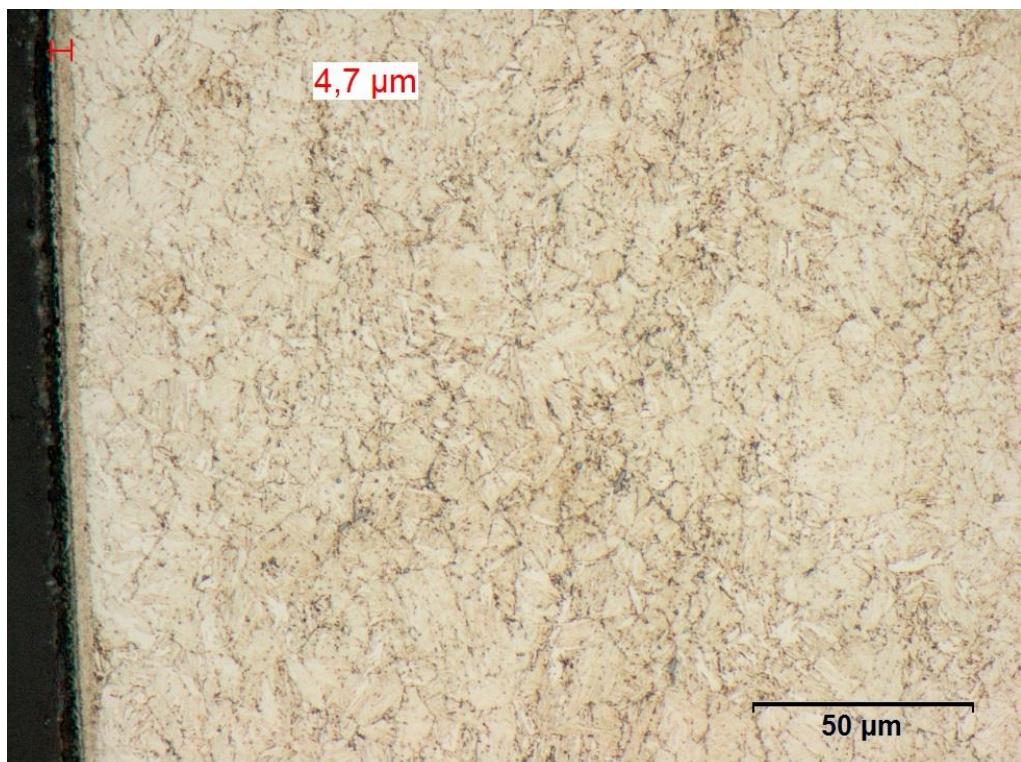
## 7. ANALIZA REZULTATA

Rezultati ispitivanja prikazani su tabličnim zapisom vrijednosti i dijagramima koji sadrže krivulje odnosa zone spojeva nitriranog sloja i čvrstoće.

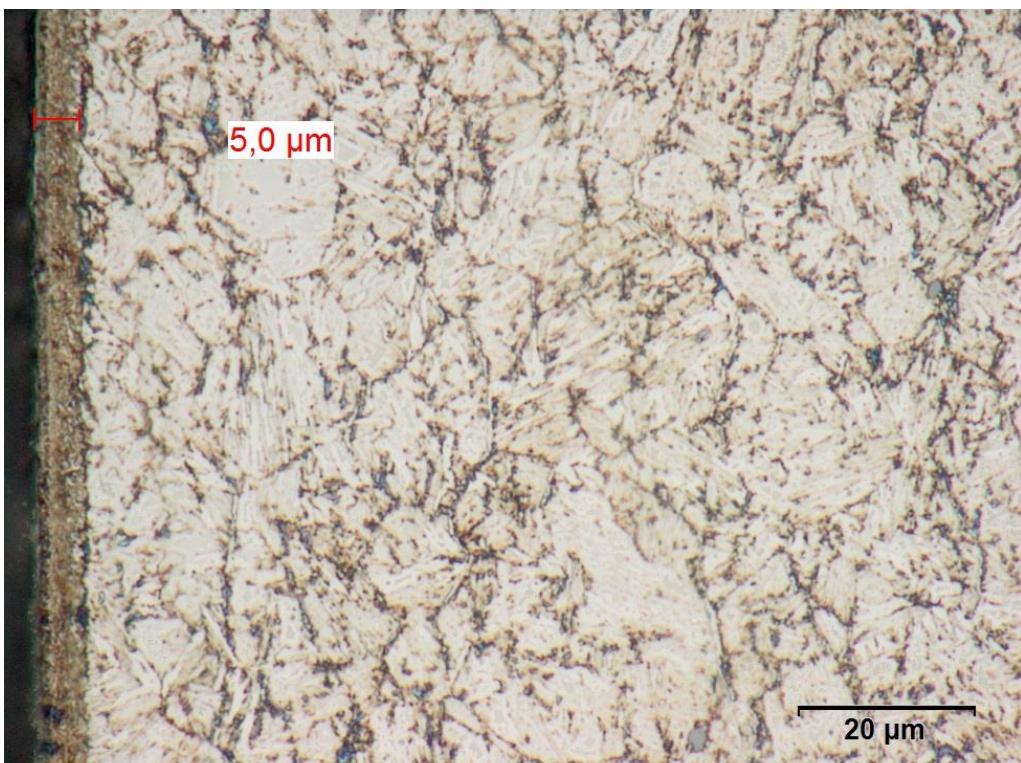
Zona spojeva [ $\mu\text{m}$ ]	Vlačna čvrstoća [ $\text{N/mm}^2$ ]
5,0	1126
4,9	1130
4,7	1137



**Slika 47.** Dijagram i tablični prikaz vrijednosti za čelik Č.4734 kaljen na  $880^\circ\text{C}$  –  $890^\circ\text{C}$  i popušten na temperaturu  $580^\circ\text{C}$

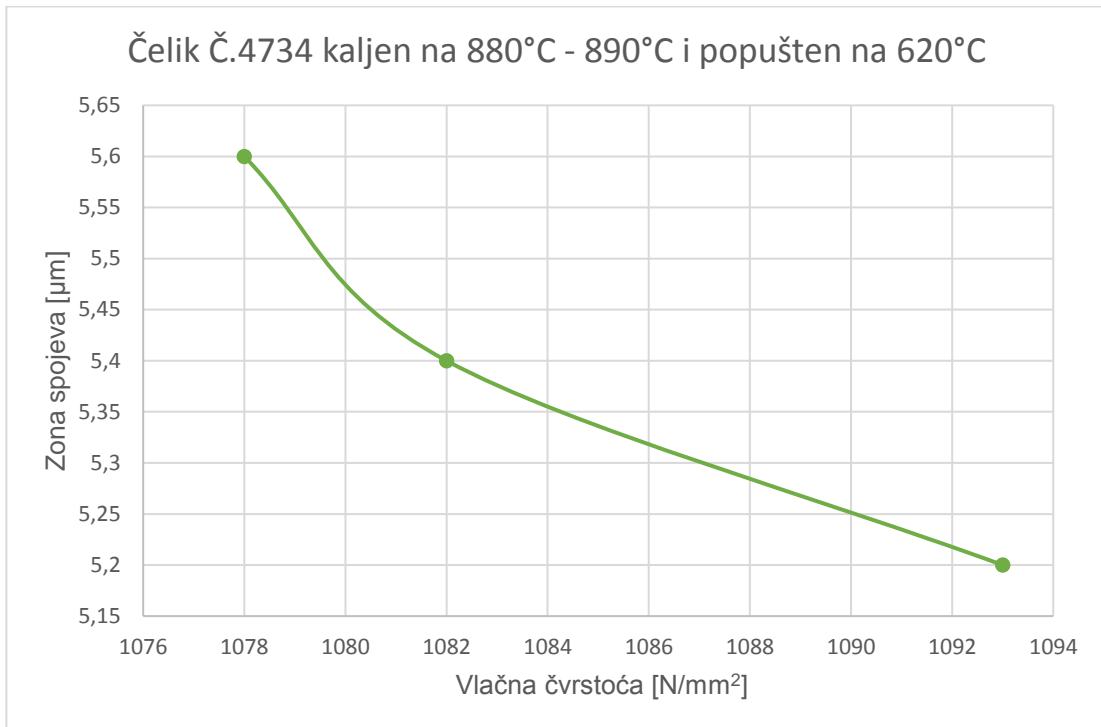


**Slika 48.** Metalografski snimak uzorka čelika Č.4734 kaljen na 880°C – 890°C i popušten na temperaturu 580°C (Uzorak br. 6, nagrizanje Nitalom, povećanje 500x)

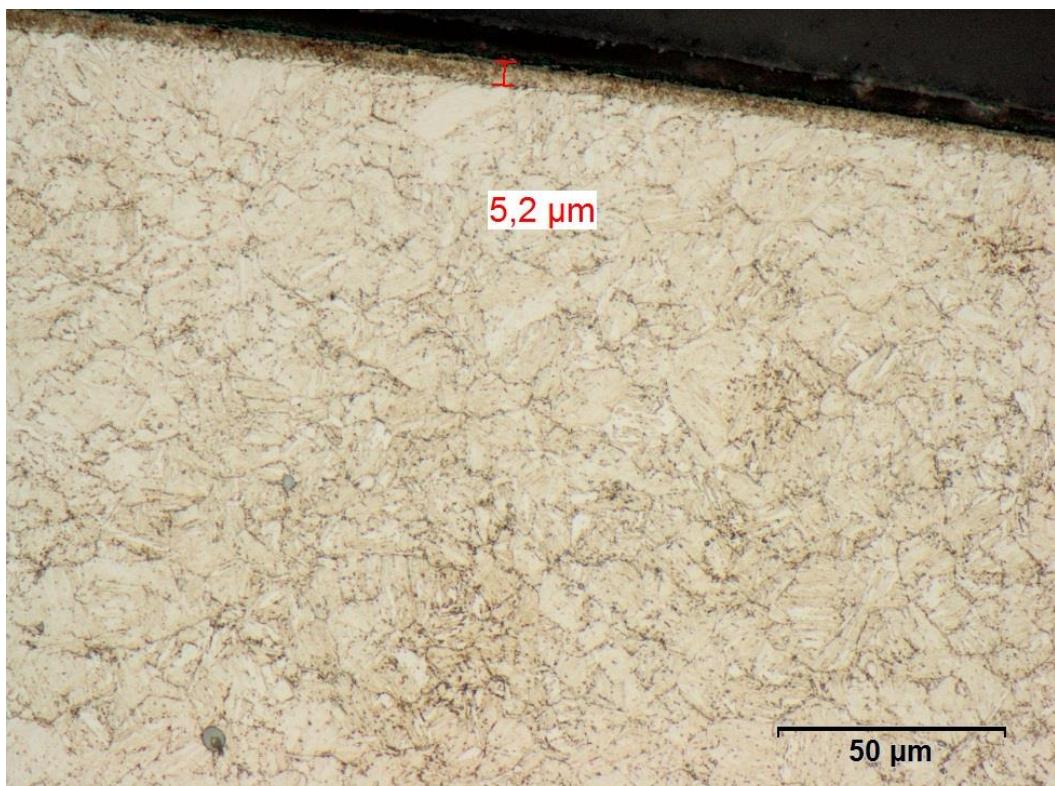


**Slika 49.** Metalografski snimak uzorka čelika Č.4734 kaljen na 880°C – 890°C i popušten na temperaturu 580°C (Uzorak br. 5, nagrizanje Nitalom, povećanje 1000x)

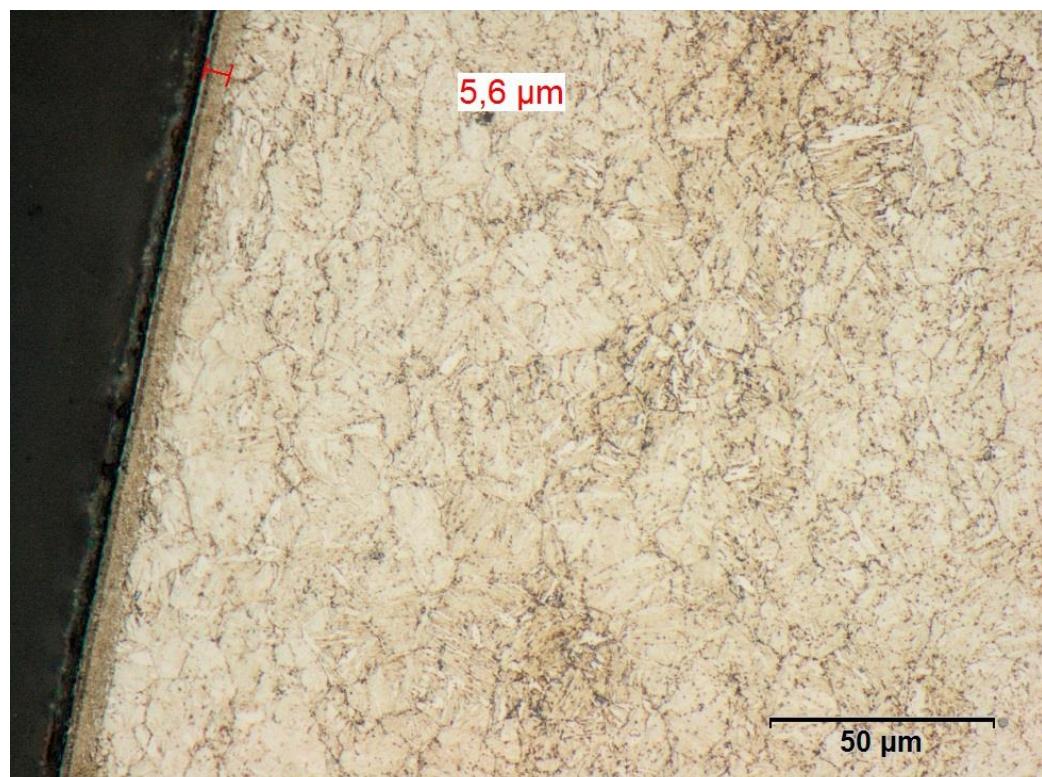
Zona spojeva [ $\mu\text{m}$ ]	Vlačna čvrstoća [ $\text{N/mm}^2$ ]
5,6	1078
5,4	1082
5,2	1093



**Slika 50.** Dijagram i tablični prikaz vrijednosti za čelik Č.4734 kaljen na  $880^\circ\text{C} - 890^\circ\text{C}$  i popušten na temperaturu  $620^\circ\text{C}$

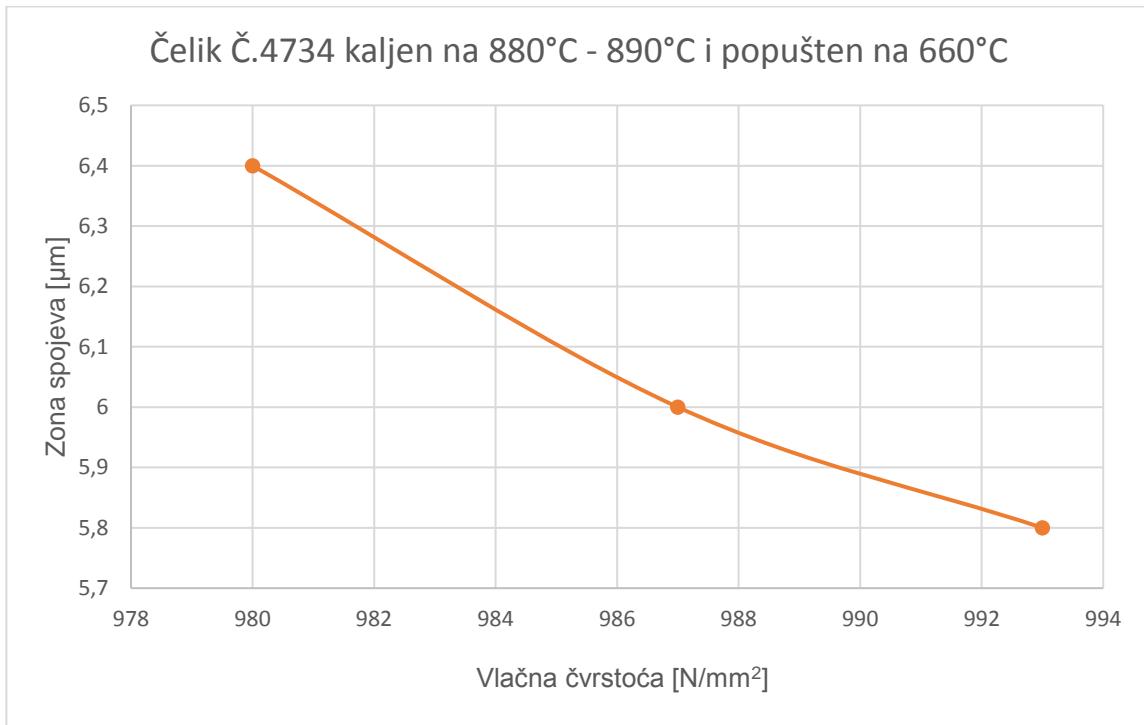


**Slika 51.** Metalografski snimak uzorka čelika Č.4734 kaljen na 880°C – 890°C i popušten na temperaturu 620°C (Uzorak br. 3, nagrizanje Nitalom, povećanje 500x)

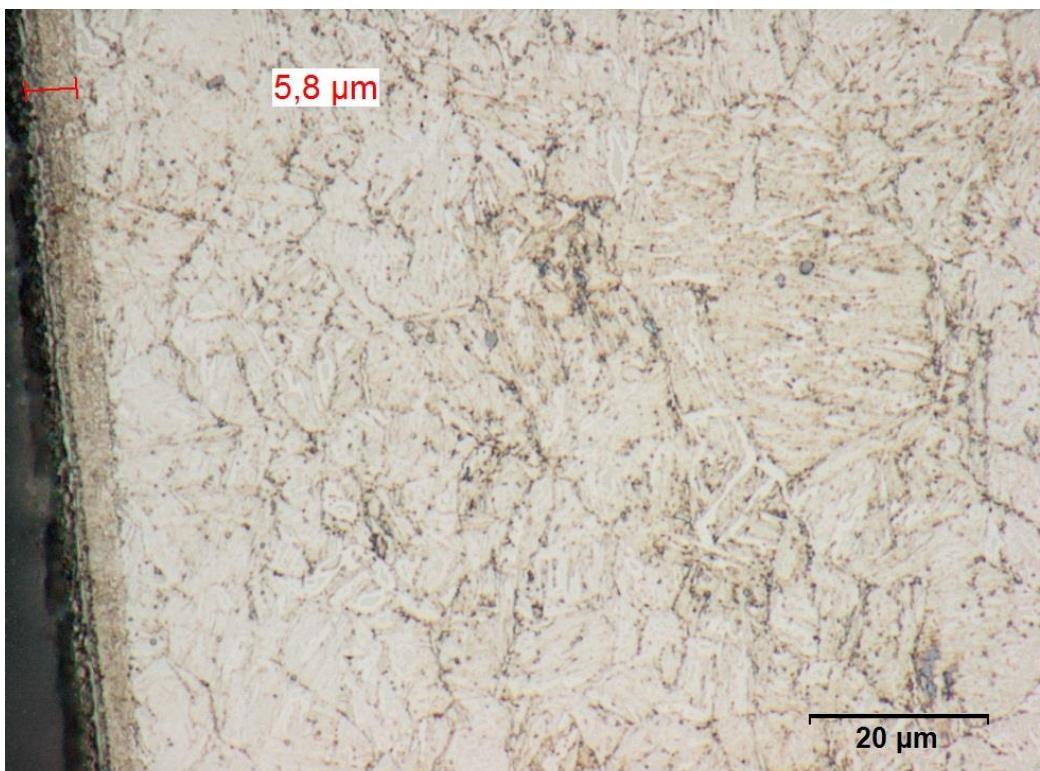


**Slika 52.** Metalografski snimak uzorka čelika Č.4734 kaljen na 880°C – 890°C i popušten na temperaturu 620°C (Uzorak br. 2, nagrizanje Nitalom, povećanje 500x)

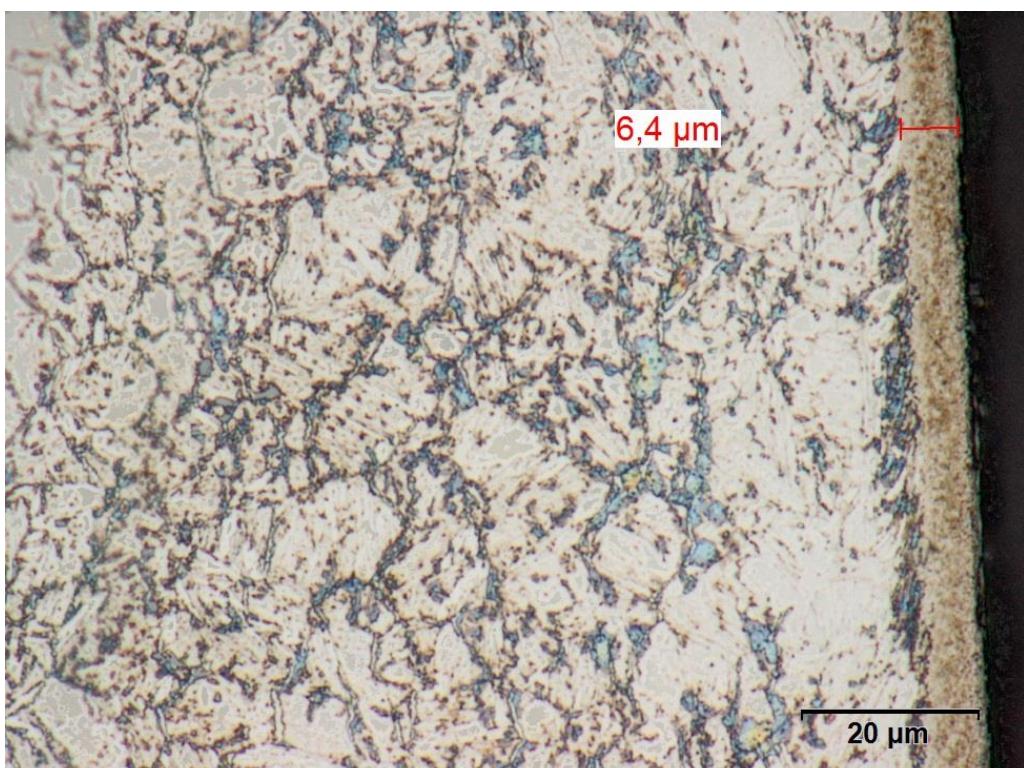
Zona spojeva [ $\mu\text{m}$ ]	Vlačna čvrstoća [ $\text{N/mm}^2$ ]
6,4	980
6,0	987
5,8	993



**Slika 53.** Dijagram i tablični prikaz vrijednosti za čelik Č.4734 kaljen na 880°C – 890°C i popušten na temperaturu 660°C

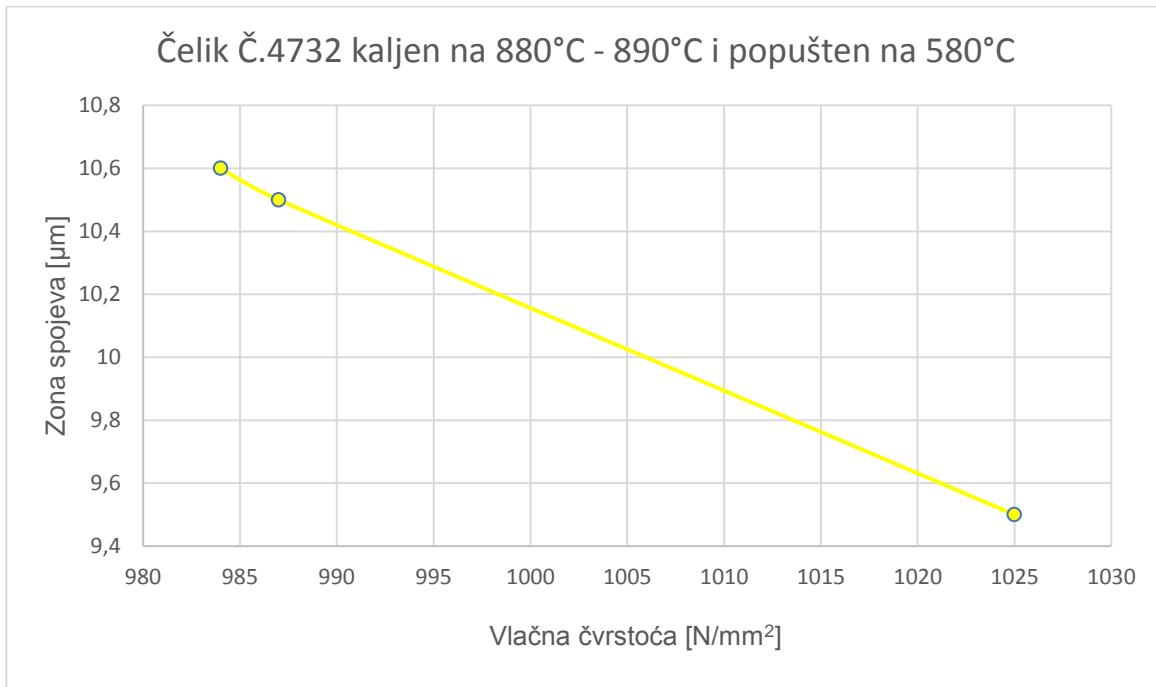


**Slika 54.** Metalografski snimak uzorka čelika Č.4734 kaljen na 880°C – 890°C i popušten na temperaturu 660°C (Uzorak br. 7, nagrizanje Nitalom, povećanje 1000x)

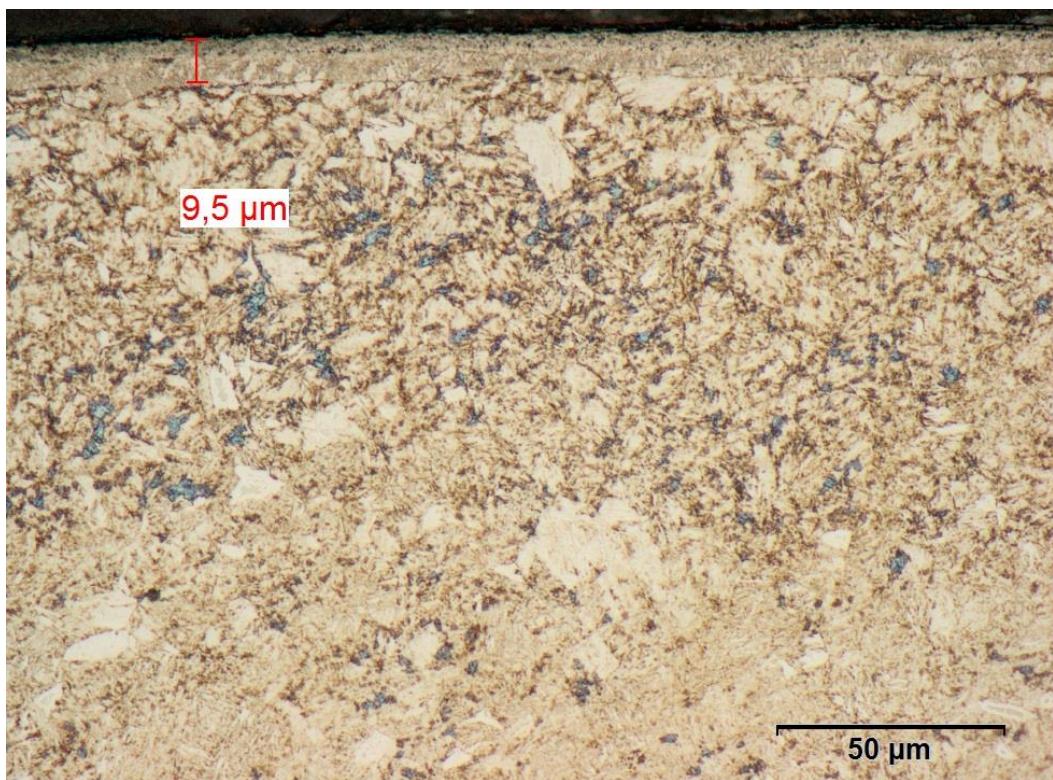


**Slika 55.** Metalografski snimak uzorka čelika Č.4734 kaljen na 880°C – 890°C i popušten na temperaturu 660°C (Uzorak br. 9, nagrizanje Nitalom, povećanje 1000x)

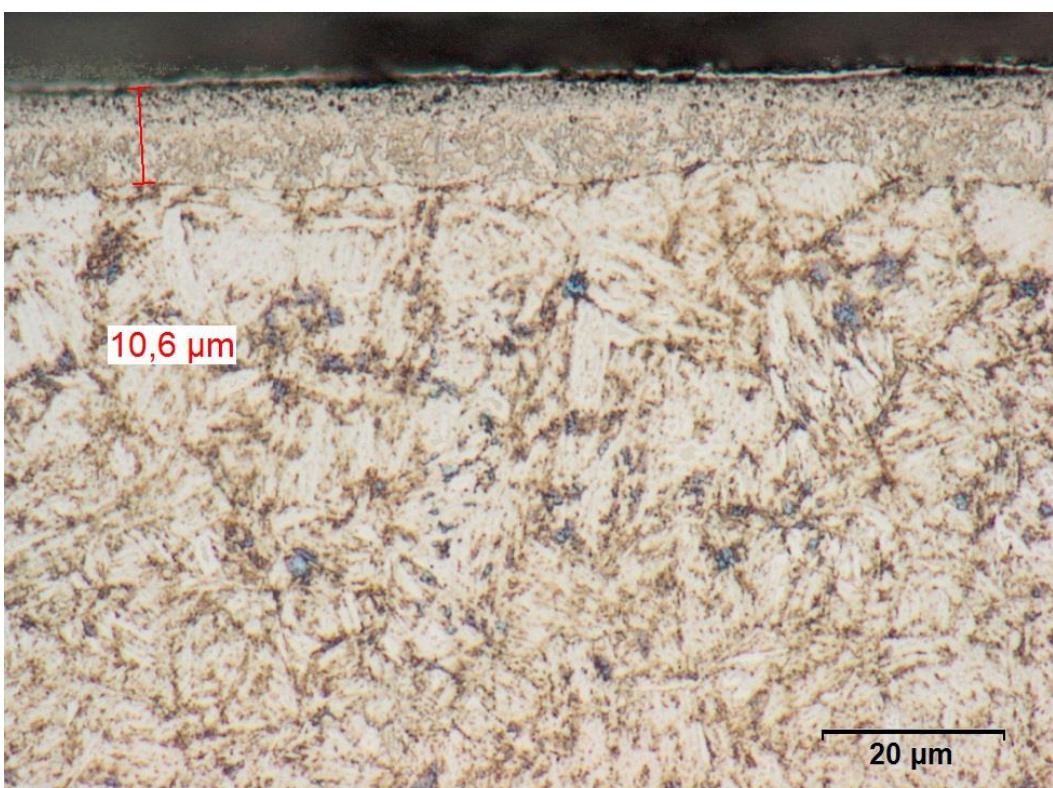
Zona spojeva [μm]	Vlačna čvrstoća [N/mm <sup>2</sup> ]
10,6	984
10,5	987
9,5	1025



**Slika 56.** Dijagram i tablični prikaz vrijednosti za čelik Č.4732 kaljen na 880°C – 890°C i popušten na temperaturu 580°C

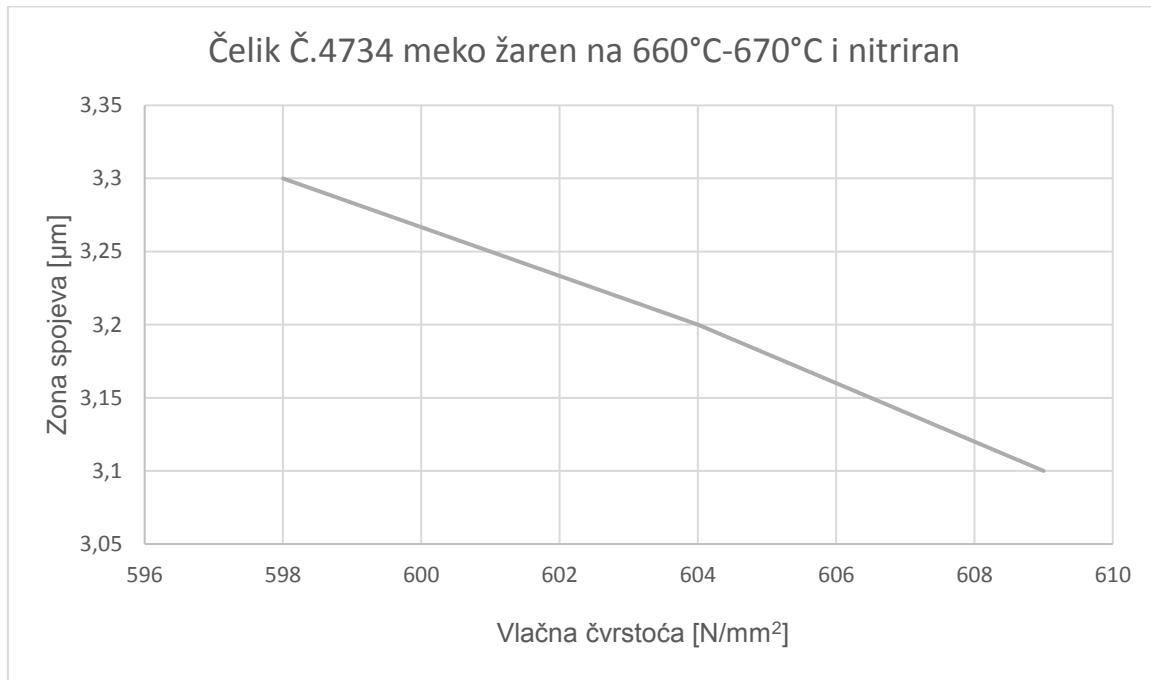


**Slika 57.** Metalografski snimak uzorka čelika Č.4732 kaljen na 880°C – 890°C i popušten na temperaturu 580°C (Uzorak br. 11, nagrizanje Nitalom, povećanje 500x)

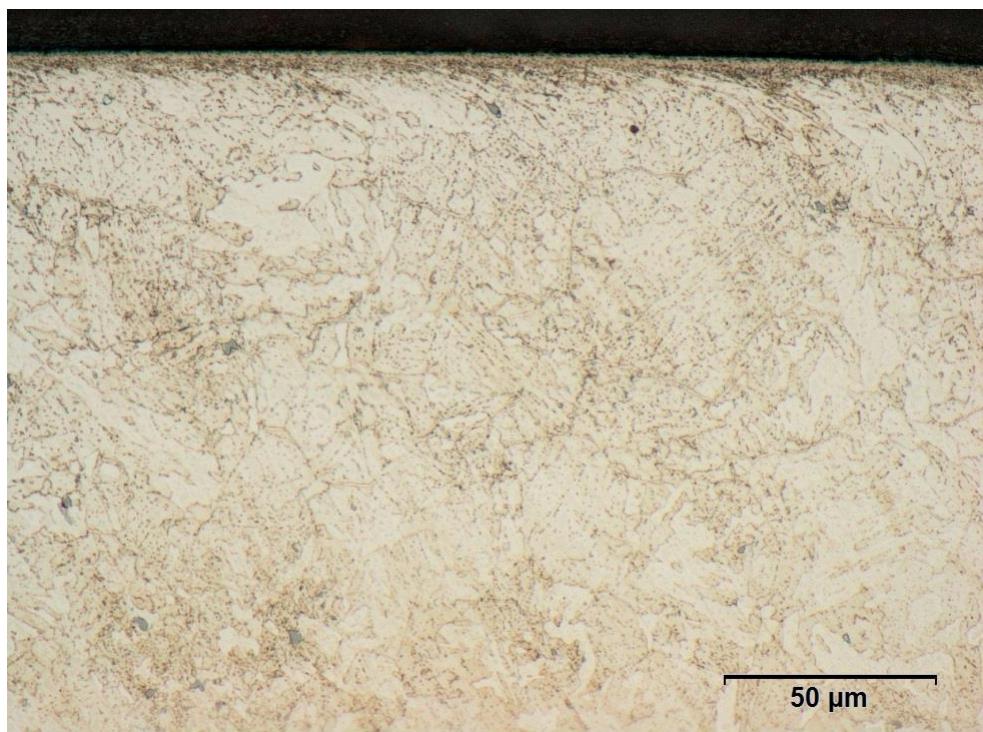


**Slika 58.** Metalografski snimak uzorka čelika Č.4732 kaljen na 880°C – 890°C i popušten na temperaturu 580°C (Uzorak br. 13, nagrizanje Nitalom, povećanje 500x)

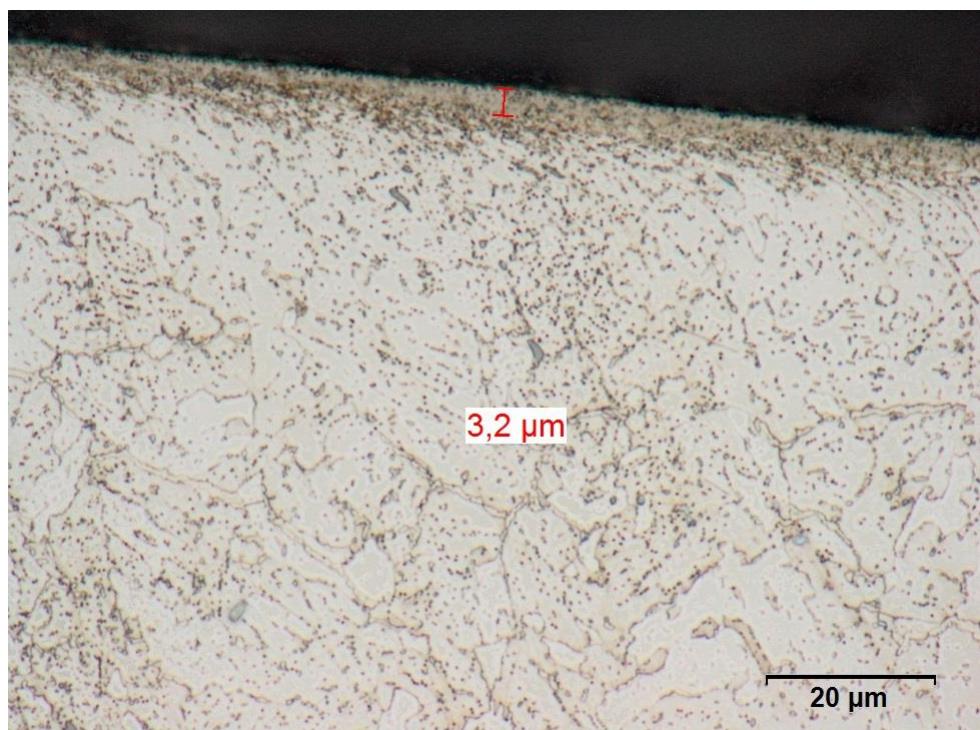
Zona spojeva [ $\mu\text{m}$ ]	Vlačna čvrstoća [ $\text{N/mm}^2$ ]
3,3	598
3,2	604
3,1	609



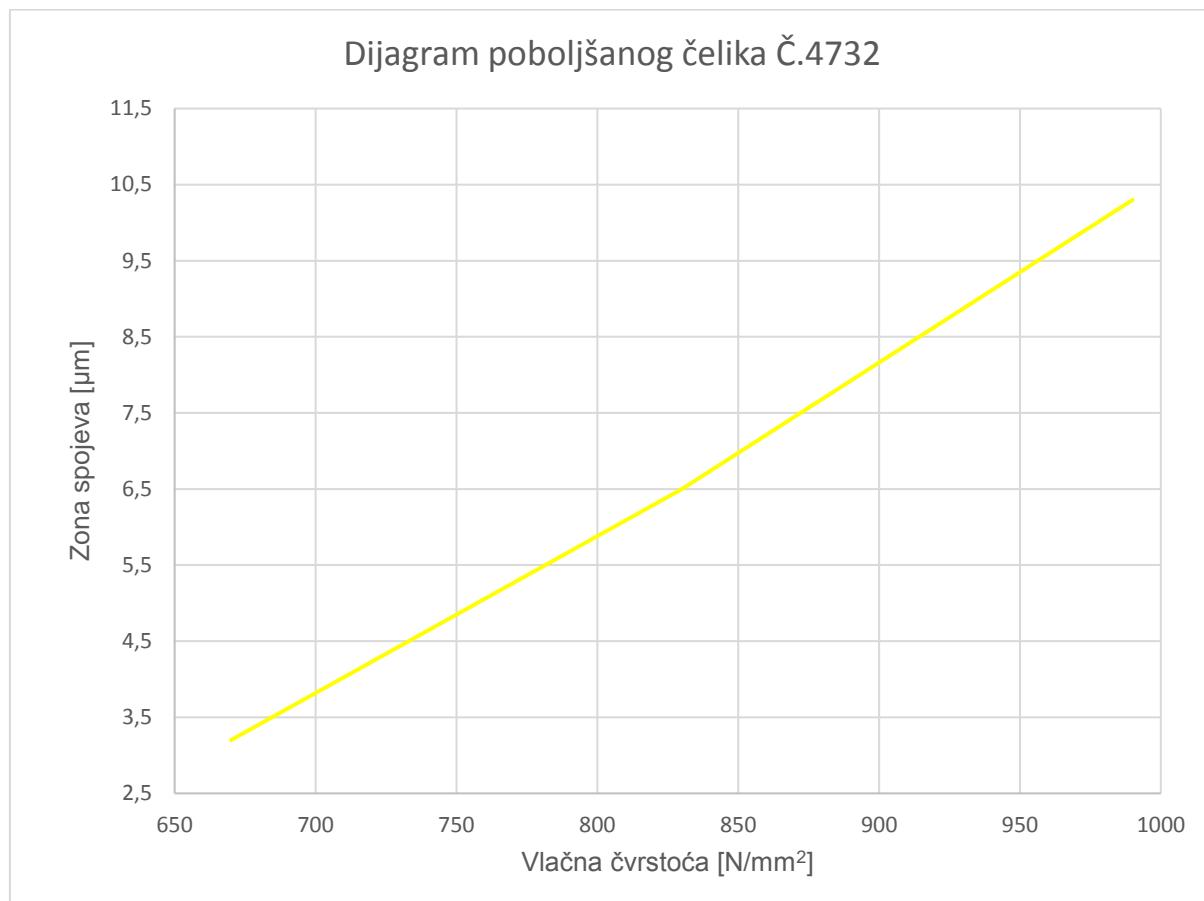
**Slika 59.** Dijagram i tablični prikaz vrijednosti za čelik Č.4734 meko žaren na 660°C – 670°C i nakon toga nitriran



**Slika 60.** Metalografski snimak uzorka čelika Č.4734 meko žaren na 660°C – 670°C nakon toga nitriran (Uzorak D, nagrizanje Nitalom, povećanje 500x)



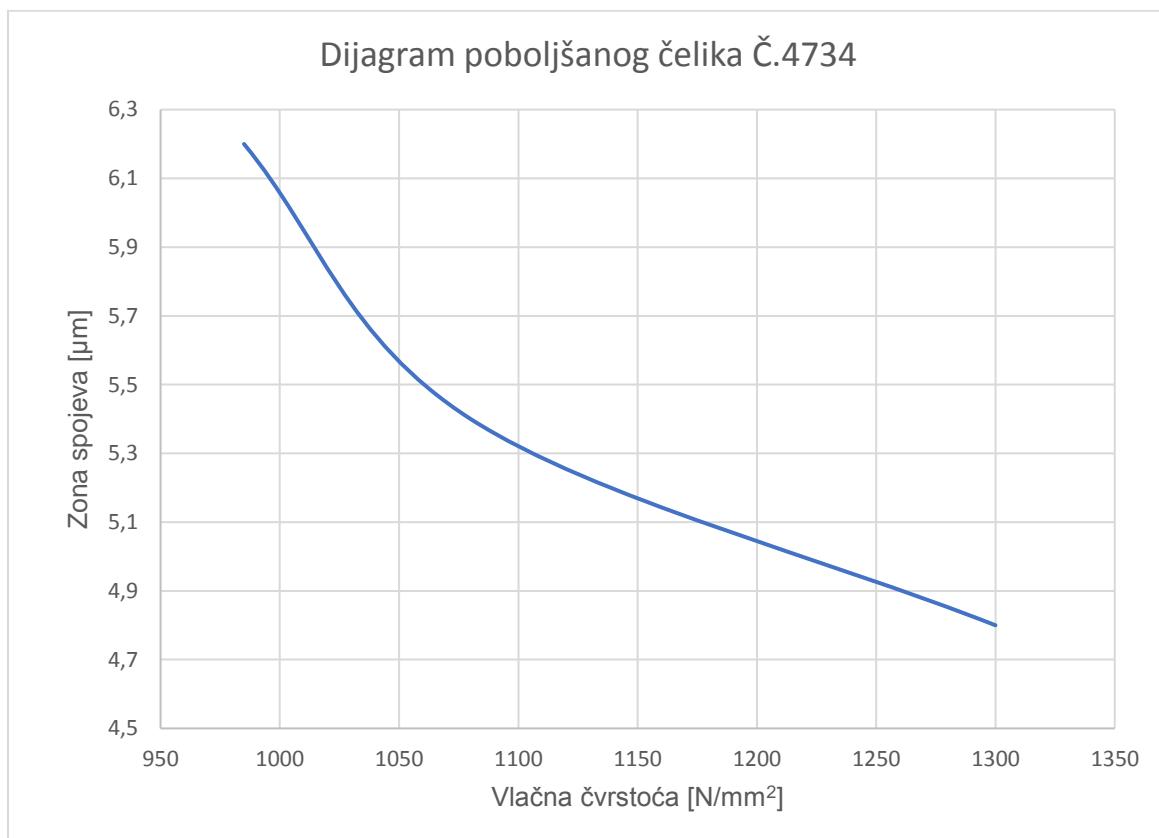
**Slika 61.** Metalografski snimak uzorka čelika Č.4734 meko žaren na 660°C – 670°C nakon toga nitriran (Uzorak E, nagrizanje Nitalom, povećanje 500x)



**Slika 62.** Dijagram utjecaja vlačne čvrstoće na dubinu zone spojeva za čelik Č.4732

Analizom dijagrama dolazi se do zaključka da čelik Č.4732 koji je poboljšan daje do tri puta deblji sloj zone spojeva od meko žarene strukture što znači da za unaprijed definiranu zonu spojeva je svakako potrebno izvršiti poboljšavanje.

Meko žarena struktura morala bi biti podvrgnuta višestruko dulje uvjetima difuzije N+C za istu debljinu zone spojeva koju smo dobili na poboljšanom čeliku.



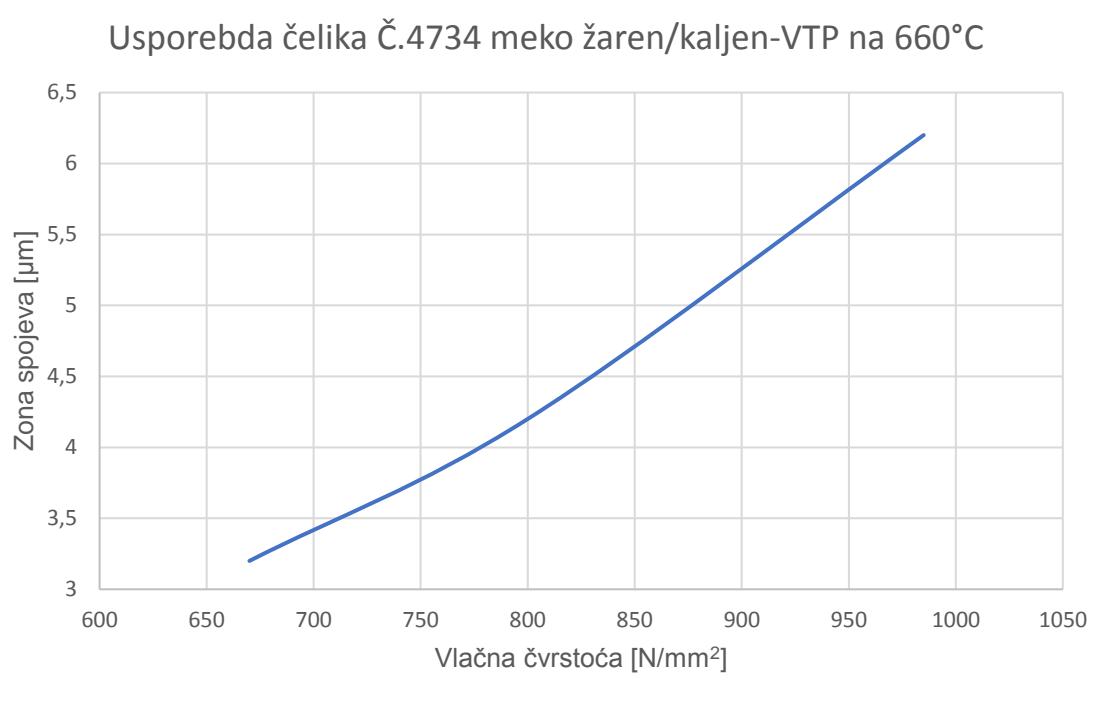
**Slika 63.** Dijagram utjecaja vlačne čvrstoće na dubinu zone spojeva za čelik Č.4734

Analizom rezultata debljina zone spojeva kao funkcija uvjeta visokotemperaturnog popuštanja u fazi poboljšavanja pokazuje da debljine zone spojeva rastu sa smanjenjem vlačne čvrstoće poboljšanog čelika.

Raspon čvrstoća između cca  $1000 \text{ N/mm}^2$  do  $1300 \text{ N/mm}^2$  pokazuju razlike debljina zone spojeva do 40%.

Temeljem dobivene razlike odabirom temperature visokotemperaturnog popuštanja može se znatno utjecati na vremena ovakvog difuzionog procesa.

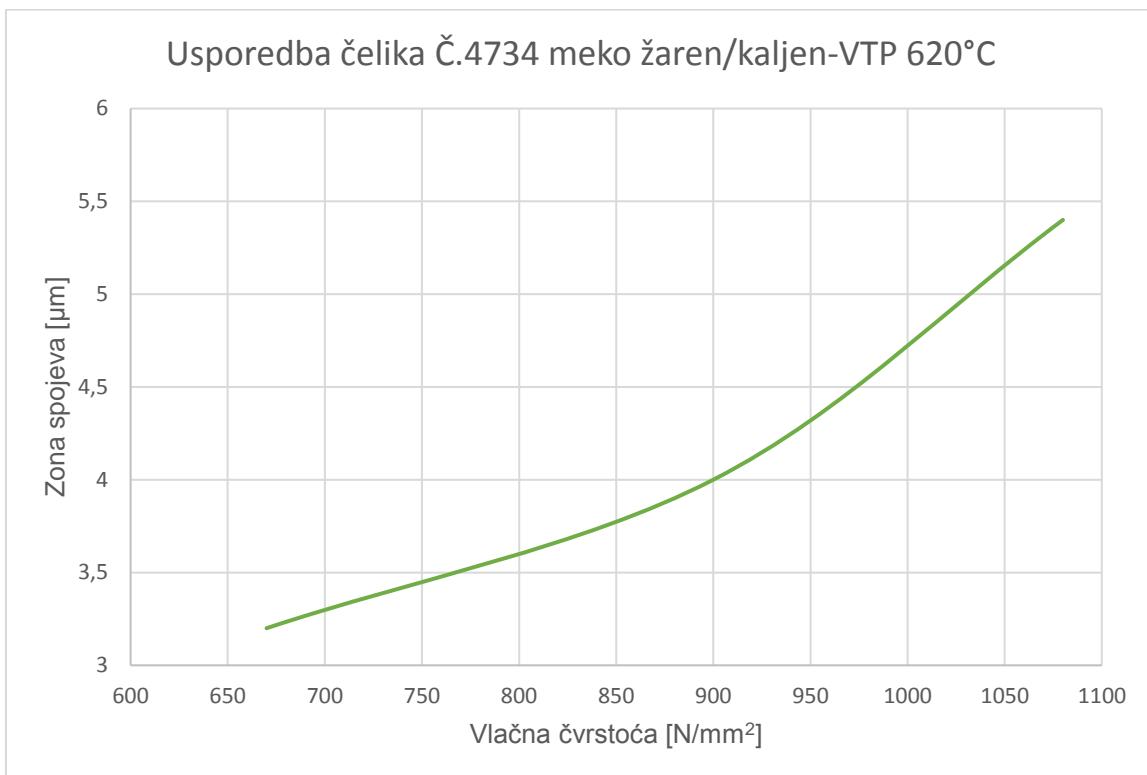
Ukoliko se odabere niža temperatura visokotemperaturnog popuštanja dobit će se uz veću vlačnu čvrstoću tanji sloj zone spojeva. Ukoliko se odabere viša temperatura visokotemperaturnog popuštanja dobit će se niža vlačna čvrstoća, ali i deblji sloj zone spojeva.



**Slika 64.** Dijagram usporedbe čelike Č.4734 meko žarenog i kaljenog te visokotemperaturno popuštenog na 660°C

$$T_{vp} = 660^\circ\text{C} \rightarrow \Delta ZS = 3 \mu\text{m}$$

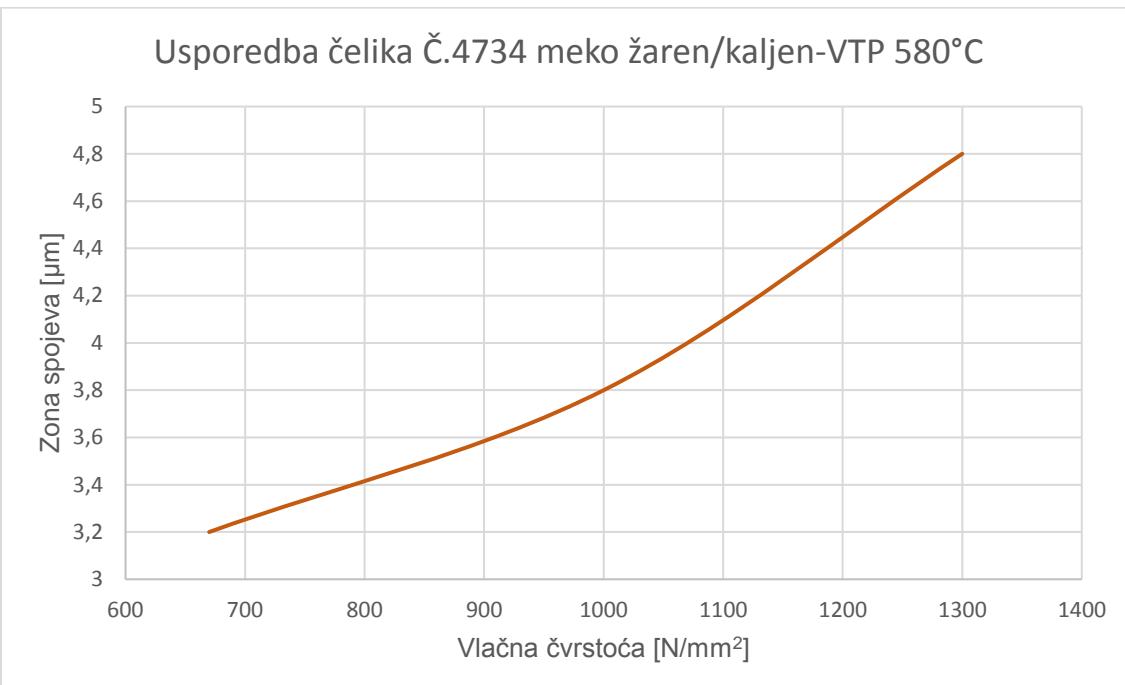
Usporedbom čelika Č.4734 koji je meko žaren nasuprot istog čelika koji je podvrgnut poboljšavanju uz temperaturu popuštanja na 660°C dolazi se do zaključka da je zona spojeva deblja kod poboljšanog čelika koji u ovom slučaju iznosi  $\Delta ZS=3\mu\text{m}$ .



**Slika 65.** Dijagram usporedbe čelika Č.4734 meko žarenog i kaljenog te visokotemperaturno popuštenog na 620°C

$$T_{vp} = 620^\circ\text{C} \rightarrow \Delta ZS = 2.2 \mu\text{m}$$

Usporedbom čelika Č.4734 koji je meko žaren nasuprot istog čelika koji je podvrgnut poboljšavanju uz temperaturu popuštanja na 620°C dolazi se do zaključka da je zona spojeva deblja kod poboljšanog čelika koji u ovom slučaju iznosi  $\Delta ZS=2.2\mu\text{m}$ .



**Slika 66.** Dijagram usporedbe čelika Č.4734 meko žarenog i kaljenog te visokotemperaturno popuštenog na 580°C

$$T_{vp} = 580^\circ\text{C} \rightarrow \Delta ZS = 1.6 \mu\text{m}$$

Usporedbom čelika Č.4734 koji je meko žaren nasuprot istog čelika koji je podvrgnut poboljšavanju uz temperaturu popuštanja na 580°C dolazi se do zaključka da je zona spojeva nešto deblja kod poboljšanog čelika koji u ovom slučaju iznosi  $\Delta ZS=1.6\mu\text{m}$ .

## **8. ZAKLJUČAK**

Provedeni plan ispitivanja na ispitnim epruvetama ukazuje na utjecaj toplinske obrade poboljšavanja, uz različite temperature visokog popuštanja, na debljinu zone spojeva na čelicima Č.4732 i Č.4734.

Ukoliko je temperatura visokog popuštanja viša može se očekivati i deblji sloj zone spojeva, ali i niža vlačna čvrstoća. Ukoliko se odabere niža temperatura popuštanja može se očekivati tanji sloj zone spojeva, ali također i viša vlačna čvrstoća.

Ovim radom je dokazano da se čelici Č.4732 i Č.4734 prije nitriranja moraju podvrgnuti toplinskoj obradi poboljšanja bez obzira o kojoj temperaturi popuštanja se radi. Dokazano je također, da čelik koji je meko žaren pa nitriran, ne može biti ni približno kvalitetan u eksplataciji kao onaj koji je poboljšan i nitriran.

Na primjeru čelika Č.4734 raspon čvrstoća između 1000 N/mm<sup>2</sup> do 1300 N/mm<sup>2</sup> pokazuje razliku debljina zone spojeva do 40% što u ekonomskom pogledu izrade dijelova za eksplataciju jako puno znači. Kao što je već ranije spomenuto, odabirom temperature visokog popuštanja može se znatno utjecati vremena ovakvog difuzionog procesa.

Za potvrdu ovih rezultata i detaljniju analizu potrebno bi bilo dokazati na većem broju uzoraka uz dodatne kontrolne procese, laboratorijska ispitivanja prilikom poboljšanja i nitriranja.

Ovim načinom došli bi do univerzalne funkcije kojom bi se mogli koristiti u praksi jer u literaturama ona ne postoji.

Cilj zadatka završnog rada je ostvaren.

## 9. LITERATURA

- [1] dr.sc. Tanja Matković, dr.sc. Prosper Matković: Fizikalna metalurgija I, 2011
- [2] Liščić, B.: Termokemijski postupci, Metalbiro, Zagreb, 1981.
- [3] Sveučilište u Zagrebu: „Specijalni čelici“ – skripta, 2011.
- [4] D. Krumes: Toplinska obradba, Sveučilište Josipa Juraja Strossmayera u Osijeku, Slavonski Brod, 2000.
- [5] Patrick Weymer, BeaverMatic Inc.: Rockford. III : Principles of Gas Nitriding
- [6] David Pye: Troubleshooting the nitriding process, 2016.
  
- [7] Andres Bernal: Investigation on nitridingwith emphasis in plasma nitriding proces, current tehnology and equipment, 2006.
- [8] Franjo Bermanec: Postupak nitriranja u ioniziranom plinu, 2015..
- [9] Domagoj Augusta: Dupleks postupak aluminiziranja i nitriranja čelika, 2011
- [10] mr. Milorad Banda, dipl. ing.: Uticaj parametara kompleksnog nitriranja na produženje vijeka trajanja strojnih elemenata, 1990.
- [11] Stupnišek, M., Cajner, F.: Osnove toplinske obrade metala. Zagreb: Fakultet strojarstva i brodogradnje, 2001.
- [12] Liščić, B.: Termička obrada čelika, Metalbiro, Zagreb, 1978.
- [13] [https://www.fsb.unizg.hr/usb\\_frontend/files/1329396769-0](https://www.fsb.unizg.hr/usb_frontend/files/1329396769-0)  
prezentacija\_mat\_ii\_to\_pdf\_bez\_teksta.pdf
- [14] Liščić, B.: Čelični materijali – 2, Metalbiro, Zagreb, 1981.
- [15] Franz, M.: Mehanička svojstva materijala, Fakultet strojarstva i brodogradnje Zagreb, Zagreb, 1998