

Postupak nitriranja u ioniziranom plinu

Bermanec, Franjo

Undergraduate thesis / Završni rad

2015

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

Permanent link / Trajna poveznica: <https://um.nsk.hr/um:nbn:hr:128:323985>

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

Download date / Datum preuzimanja: **2024-12-21**



VELEUČILIŠTE U KARLOVCU
Karlovac University of Applied Sciences

Repository / Repozitorij:

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



zir.nsk.hr



DIGITALNI AKADEMSKI ARHIVI I REPOZITORIJI

VELEUČILIŠTE U KARLOVCU
STROJARSKI ODJEL
Stručni studij Strojarsva

Franjo Bermanec

**POSTUPAK NITRIRANJA U
IONIZIRANOM PLINU**

Završni rad

Karlovac, 2015. godina.

VELEUČILIŠTE U KARLOVCU
STROJARSKI ODJEL
Stručni studij Strojарstva

Franjo Bermanec

**POSTUPAK NITRIRANJA U
IONIZIRANOM PLINU**

ZAVRŠNI RAD

Marijan Brozović, dipl.ing, v.p.

Karlovac, 2015. godina.

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

Franjo Bermanec



VELEUČILIŠTE U KARLOVCU

Stručni / specijalistički studij: STROJARSTVA
(označiti)

Usmjerenje: Proizvodno strojarstvo

Karlovac, 10.12.2014.

ZADATAK ZAVRŠNOG RADA

Student: Franjo Bermanec..... Matični broj: 0110613116...

Naslov: **POSTUPAK NITRIRANJA U IONIZIRANOM PLINU**

Opis zadatka:

- Opisati termo-kemijski postupak nitriranja kojim se površinski sloj čelika ili željeznih ljevova difuzijski obogaćuje dušikom.
- Navesti rezultate termo-kemijskog postupaka nitriranja.
- Opisati od kojih se zona sastoji nitrirani sloj
- Opisati postupak nitriranja.
- Opisati `Predsjednik Ispitnog povjerenstva:

Zadatak izraditi i opremiti sukladno Pravilniku o Završnom ispitu VUK-a.

Zadatak zadan:

Rok predaje rada:

Predviđeni datum obrane:

10.12.2014.

16.03.2015.

31.03.2015.

Mentor:

Predsjednik Ispitnog povjerenstva:

Marijan Brozović dipl.ing. v.p.

Dr.sc. Srđan Medić

SADRŽAJ

SADRŽAJ	I
POPIS SLIKA	II
POPIS TABLICA.....	III
SAŽETAK.....	IV
1. UVOD	1
2. IONSKO NITRIRANJE–IONONITRIRANJE.....	2
3. REAKCIJE NA POVRŠINI MATERIJALA.....	4
3.1. Difuzija dušika.....	4
3.2. Promjena volumena	5
3.3. Vitoperenje / krivljenje / izvijanje.....	6
3.4. Otpornost na koroziju.....	7
4. POSTROJENJE ZA IONSKO NITRIRANJE	8
5. NITRIRANJE U PROCESU PROIZVODNJE.....	10
6. OPIS POSTUPKA IONSKOG NITRIRANJA	12
7. PLINOVI KOJE MOŽEMO KORISTITI KOD IONSKOG NITRIRANJA.....	14
8. VRSTE NTRIDA I SLOJEVA NAKON NITRIRANJA	16
9. IONSKO NITROKARBURIRANJE.....	18
10. UTJECAJNI (PARAMETRI PROCESA)	19
10.1. Napon i gustoća struje.....	19
10.2. Tlak procesa.....	20
10.3. Korišteni plinovi	20
10.4. Temperatura procesa.....	21
10.5. Vrijeme trajanja procesa	22
11. EFEKT NITRIRANJA NA RAZNIM MATERIJALIMA	26
12. ISPITIVANJE NITRIRANIH SLOJEVA.....	29
13. KRITERJ ZA IZBOR POSTUPAKA NITRIRANJA	31
13.1. Primjer usporedbe postupaka nitiranja	33
14. MOGUĆE PRIMJENE IONSKOG NITRIRANJA	38
15. OSIGURANJE KALITETE IONSKOG NITRIRANJA	39
15.1. Planiranje kvalitete.....	39
15.2. Kontrolna oprema	40
15.3. Zapisnik o provedenoj kontroli.....	40
16. RAD	41
17. ZAKLJUČAK	45
PRILOZI.....	46
LITERATURA.....	47

POPIS SLIKA

Slika 1. Prikaz procesa ionskog nitriranja	2
Slika 2. Shematski prikaz postrojenja za ionsko nitriranje	8
Slika 3. Redoslijed operacija kod ionskog nitriranja.....	10
Slika 4. Zona spojeva ovisna o mješavini plina	15
Slika 5. Zone spojeva[1].....	16
Slika 6. Dijagram stanja željezo-dušik (Fe-N) [4]	17
Slika 7. Izotermički presjek dijagrama stanja Fe-C-N [1]	18
Slika 8. Strujno-naponska karakteristika[5] (karakteristika električnog pražnjenja (Leskovšek)	19
Slika 9. Profil tvrdoća u ovisnosti o temperaturi procesa [1].....	21
Slika 10. Maksimalne debljine zone spojeva [2].....	23
Slika 11. Primjer debljine zone spojeva na čeliku En 19 [17]	24
Slika 12. Maseni udio dušika u zoni spojeva s trajanjem procesa	25
Slika 13. Profil mikrotvrdoće u ovisnosti od uzoraka 1-7 [9].....	35
Slika 14. Izgled uzorka prije nitriranja 1	41
Slika 15. Primjer šaržiranja	41
Slika 16. Izgled uzorka nakon nitriranja	42
Slika 17. Dijelovi mjernog uređaja	43
Slika 18. Interna provjera ispravnosti mjernog uređaja	43
Slika 19. Primjer postavljanja uzorka na postolje mjernog uređaja	44
Slika 20. Prikaz rezultata mjerenja.....	44

POPIS TABLICA

Tablica 1. Postignute tvrdoće u zavisnosti o različitim čelicima i ljevovima [6]	26
Tablica 2. Prikaz toškova za pojedine postupke nitriranja []	33
Tablica 3. Mikrotvrdoća u ovisnosti od uzoraka 1-7 [9].....	36
Tablica 4. Rezultati tribuloškog ispitivanja [9].....	37
Tablica 5. Primjena i dijelovi koji se mogu nitrirati [10].....	38

SAŽETAK

U ovom završnom radu obrađeno je nitriranje kao termo-kemijski postupak kojim se površinski sloj čelika ili željeznih ljevova difuzijski obogaćuje dušikom. Navedena toplinska obrada ima za rezultat veliku otpornost na trošenje, antikorozivnost, postojanost prema povišenim temperaturama, povećanu dinamičku izdržljivost, visoku površinsku tvrdoću te još niz drugih prednosti. Postupak koji će biti razmatran u ovom radu je postupak nitriranja u ioniziranom plinu tzv. ionsko nitriranje. U samom radu iznešena su neka osobna zapažanja koja su rezultat 15-to godišnjeg rada na procesu ionskog nitriranja.

SUMMARY

In this final thesis main topic is nitration as thermo-chemical process by which the surface layer of steel or cast iron is enriched with nitrogen through diffusion. This heat treatment results in a high wear resistance, anti-corrosiveness, resistance to elevated temperatures, increased fatigue strength, high surface hardness along with variety of other benefits. The process that will be discussed in this paper is the process of nitration in the ionized gas, called ion nitriding. In this thesis the main focus is on some personal observations that are the result of 15 years of work on the process of ion nitriding.

1. UVOD

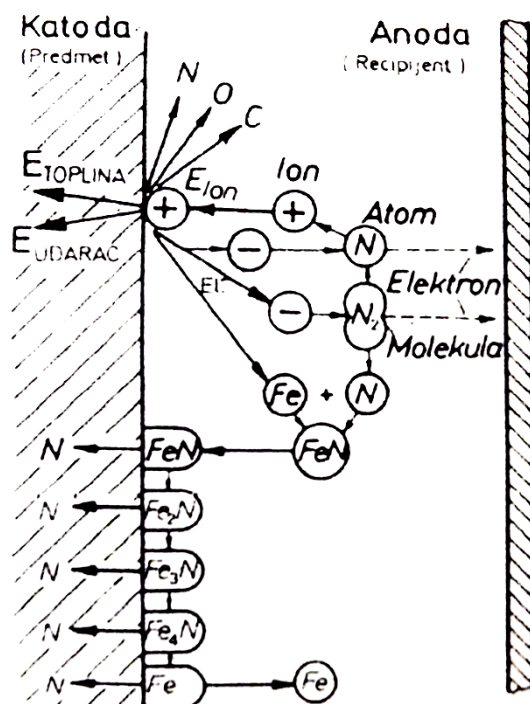
Nitriranje je termo-kemijski postupak kojim se površinski sloj čelika ili željeznih ljevova difuzijski obogaćuje dušikom. Navedena toplinska obrada ima za rezultat veliku otpornost na trošenje, antikoroziivnost, postojanost prema povišenim temperaturama, povećanu dinamičku izdržljivost, visoku površinsku tvrdoću te još niz drugih prednosti. Nitirani sloj sastoji se od zone spojeva i zone difuzije. Postoji nekoliko postupaka nitiranja npr; nitiranje u plinu, solnoj kupki, nitiranje pomoću praha-kruto sredstvo te ionsko nitiranje sa svojim modifikacijama. Za sve te postupke je zajedničko da se odvijaju ispod 600°C tj. ispod temperature pretvorbe A1, tako da struktura u jezgri ne doživljava nikakvu pretvorbu α/γ . Postupak koji će biti razmatran u ovom radu je postupak nitiranja u ioniziranom plinu tzv. ionsko nitiranje. U samom radu iznešena su neka osobna zapažanja koja su rezultat 15-to godišnjeg rada na procesu ionskog nitiranja.

Tehnologija ionskog nitiranja izumljena je 1939 godine u Njemačkoj izumitelj je Dr. Bernhard Berghaus. Sve do 80-tih godina 20. stoljeća tehnologija ionskog nitiranja malo se koristila, dok danas ima sve veću primjenu.

2. IONSKO NITRIRANJE–IONONITRIRANJE

Ionsko nitriranje ili plazma nitriranje termokemijski je postupak koji je moguće primijeniti za nitriranje svih vrsta čelika i željeznih ljevova. Osnovu ionitiranja čini jako strujno tinjajuće pražnjenje koje nastaje kod podpritiska u evakuiranoj posudi (recipijentu) između katode i anode kada se između njih uspostavi napon od nekoliko stotina volti. Uređaj za nitriranje tj. sam spremnik (recipijent) priključi se kao pozitivan pol katoda, a obradak koji želimo nitrirati kao negativan pol anoda. U vakuumiranu posudu pustimo određeni plin, dušik, koji postane ioniziran, zbog čega elektroni bivaju ubrzani u smjeru anode tj. stjenke recipijenta, a pozitivni ioni dušika u smjeru katode tj. u smjeru obradaka. Ioni dušika udaraju velikom energijom u površinu metalnih dijelova te „otprašuju“ atome željeza sa površine tih metalnih dijelova. Ti otprašeni atomi željeza vežu se u plazmi s visoko reaktivnim atomima dušika u dušikom bogatom željeznom nitridu FeN.

Ti nitridi, kao neutralne čestice, kondenziraju se na površini metalnih dijelova (obratka) i tamo se razlažu na druge tipove željeznih nitrida koji sve su siromašniji dušikom. Kod tog razlaganja jedan dio dušika ostaje u amatomnom stanju slobodan i difundira u površinski sloj predmeta te vrši nitriranje.



Slika 1. Prikaz procesa ionskog nitriranja

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

Određenom kontrolom parametara moguće je dobiti različite strukturne faze u zoni spojeva. Ionitriranje je jedini postupak pri kojem je moguće dobiti monofaznu zonu γ -zonu spojeva debljine oko $8\mu\text{m}$. Također je moguće dobiti monofaznu ε - zonu spojeva debljine do $50\mu\text{m}$.

Kod ionitriranja možemo dobiti zonu spojeva bez poroznosti.

Kod ionitriranja dijelovi se ne zagrijevaju nikakvom izvana dovedenom energijom, nego se površina obradka zagrijava zbog bombardiranja ionima.

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.

Posuda je evakuirana pomoću vakuum crpke da se ukloni zrak i druge „nečistoče“, kao što su absorbirano ulje te razni ugljikovodici, koji mogu imati utjecaj na sam ishod nitriranja. Recipijent bi trebao biti izrađen od nehrđajućeg čelika.

3. REAKCIJE NA POVRŠINI MATERIJALA

Na slici 1. prikazane su i reakcije koje se dešavaju ispred te na samoj površini materijala. Ispred same radne površine dolazi do pada napona tzv. katodnog pada napona što rezultira ubrzanjem iona, a intenzitet ionskog udara ovisan je i o razmaku između radnog dijela i zida posude tj. recipijenta. Iz toga nastaje izjednačeno tinjajuće pražnjenje koje ima vrlo važnu ulogu u tehničkim procesima. Katodno naponski ubrzani ioni koji su nekoliko milimetara od radne površine udaraju u površinu sa visokom kinetičkom energijom. Udarina snaga ovisi i o postavljenom naponu, postojećoj slobodnoj putanji iona, o gustoći iona, tj. o pritisku obradka, ionske mase i brojnosti iona. Kod ionskog niskog pritiska i visokog napona je ionska energija najveća, a iznosi maksimalno 2000eV. Gotovo 90% te energije najčešće se pretvara u toplinu za direktno zagrijavanje radnog dijela. Atomarna granična energija ispuštanja željeza i njegovih legiranih elemenata iznosi manje od 100eV pa je udarna energija iona za atomarno ispuštanje dovoljna. To vrijedi za jedno normalno tinjajuće pražnjenje niske gustoće djelovanja i napona od nekoliko stotina volti. Pri tome se događa niska pretvorba masa na graničnoj površini rubnog dijela, tako da su tehnički isplative pretvorbe masa u energijom bogatom tinjajućem pražnjenju. Jedan manji dio energije iona služi za ispuštanje elektrona, koji su ubrzani u katodnom padu napona odgovarajući njegovu negativnu naboj u smjeru anode. Atomi koji su otprašeni sa radne površine spajaju se u plazmi sa visoko reaktivnim atomima dušika u dušikom bogat željezni nitrid. Treba napomenuti da i ostali legirajući elementi čelika stvaraju s dušikom nitride, ali zbog njihovog malog masenog udjela to ovdje nije razmatrano.

3.1. Difuzija dušika

Početak procesa započinje difuzijom dušika, tj. sa raspadanjem FeN faze koja je bogata sa dušikom te uslijed tog raspada oslobađa se dušik koji difundira u dubinu radnog dijela.

Do raspada postavljenih nitrida, koji se nalaze na radnoj površini, dolazi uslijed slijedećih reakcija:

1. Nitridi nisu u ravnoteži sa ispod stojećim α -Fe radnog materijala, tako da kod nitridnih temperatura dušik difundira u α -Fe te se događa raspad nitrida na samoj površini.

2. Nema termo-kemijske ravnoteže između nitridne plazme i radne površine. Tako da nitridi u vakuumu i nitridno termičkim uvjetima koji vladaju na radnom dijelu nisu stabilni. Dušik difundira kod konstantnog nitridnog raspadanja natrag u plazmu
3. Tijekom konstantnog ionskog bombardiranja iz radne površine izbijaju se atomi željeznog materijala pri čemu se dušik iz površine jednostavnije otpušta nego željezo, a time su nitridne veze na površini vrlo nestabilne.

Za razliku od plinskog nitriranja, gdje se koncentracija dušika na rubovima polagano izgrađuje (α ili γ faza sve do γ' - ϵ faze) kod ionskog nitriranja već na početku procesa imamo vrlo bogatu dušičnu fazu koja je u kontaktu sa α -Fe. Takva vrlo visoka ponuda dušika dovodi do vrlo brzog zasićenja α -Fe sa dušikom te već za nekoliko minuta te dvije površine su u ravnoteži. Tek nakon 10 sati i dužih vremena obrade, dubina difuzije dušika ne raste tako brzo kao kod plinskog nitriranja. Sa izgradnjom povezujućih nitridnih faza kod plinskog nitriranja (nakon 1-2 sata), izjednačuje se koncentracijski gradijent kod oba dva postupka jer je tada postignuta koncentracija zasićenosti α -Fe. Vrlo važni faktor za difuziju dušika koja ovisi o temperaturi i difuzijskim mehanizmima je brzina difuzije dušika u željezo. Difuzija dušika u prvom stadiju procesa plinskog nitriranja obično odvija uzduž granica zrna. Kod interkristalne difuzije dolazi dušik u dodir sa karbidnim fazama na granicama zrna.

Dolaskom dušika u karbid dolazi do stvaranja karbonitrida te on počinje jako rasti.

Transkristalna difuzija dušika (naznačena pri rastu u feritu postojećih fino raspoređenih karbida), dolazi do plinskog nitriranja dosta kasnije. Na početku procesa ionskog nitriranja na većom dijelu dušik transkristalno difundira. To je moguće zbog izjednačene kondenzacije Fe-nitrida iz plazme na cjelokupnu površinu.

3.2. Promjena volumena

Difuzija dušika pri nitriranju dovodi do povećanja volumena u nitriranom sloju, što rezultira i povećanjem volumena obradka koji nitriramo. Povećanje (bubrenje) obratka ovisi o količini uskladištenog dušika. Visokolegirani čelik uzima više dušika od niskolegiraniog čelika.

Povećanje volumena karakteristično je za svaki proces nitriranja.

Kod ionskog nitriranja zbog efekta „otprašivanja“ djelića materijala s površine, može se regulacijom parametara postupak nitriranja voditi tako da nema nikakvih povećanja

volumena. Povećanje kod ionskog nitriranja iznosi nekoliko μm i u većini slučajeva u praksi ne stvara probleme.

Teoretski do smanjenja volumena tokom postupka plazme može doći samo kod martezitnog čelika.

3.3. Vitoperenje / krivljenje / izvijanje

Pošto se obrada predmeta prilikom postupka ionskog nitriranja vrši pod vakuumom, do krivljenja dovode općenito samo vlastita naprezanja koji potječu od termičkih i mehaničkih predobrada. Stoga bi predmeti u obradi pred postupak plazmom trebali biti malih unutarnjih napetosti.

Temperatura smanjenog žarenja (žarenja radi uklanjanja unutarnjih naprezanja) mora biti najmanje 50°C iznad temperature samog postupka ionskog nitriranja. Trajanje otpuštanja mora biti u skladu s zahjevima predmeta.

Polagano hlađenje nakon žarenja (rashlađivanje u peći) je isto bitno kao i pravilno šaržiranje. Ako se radi o znatnim krivljenjima obratka nakon grubog otpuštanja i žarenja, preporuča se i drugo smanjenje žarenja. Tek tada je sigurno da nakon nitriranja neće doći do krivljenja.

Ako bi se čvrstoća jezgre smanjila kroz sam postupak žarenja i bila premalena prema postavljenim zahtjevima, onda se mora promijeniti čelik koji ima traženu čvrstoću kod danog poprečnog presjeka nakon termičke obrade.

Dijelovi strojeva iz gusnatih materijala se moraju prvi puta popuštati nakon lijevanja, a drugi puta nakon grubog obrađivanja (skidanje strugotina).

Isto vrijedi i za kovane dijelove: npr. radilice koje se prvi puta popuštaju nakon kovanja, a drugi puta nakon grubog obrađivanja.

Kod vrlo tankih predmeta obrade sa stjenkom debljine ispod 5 mm može, ovisno o geometriji predmeta, doći do krivljenja što nastaje zbog velike napetosti nitriranog sloja tj. zbog nagomilanog dušika na površinu predmeta.

Limovi se nikad ne daju u postupak plazme jednostrano, već uvijek obostrano.

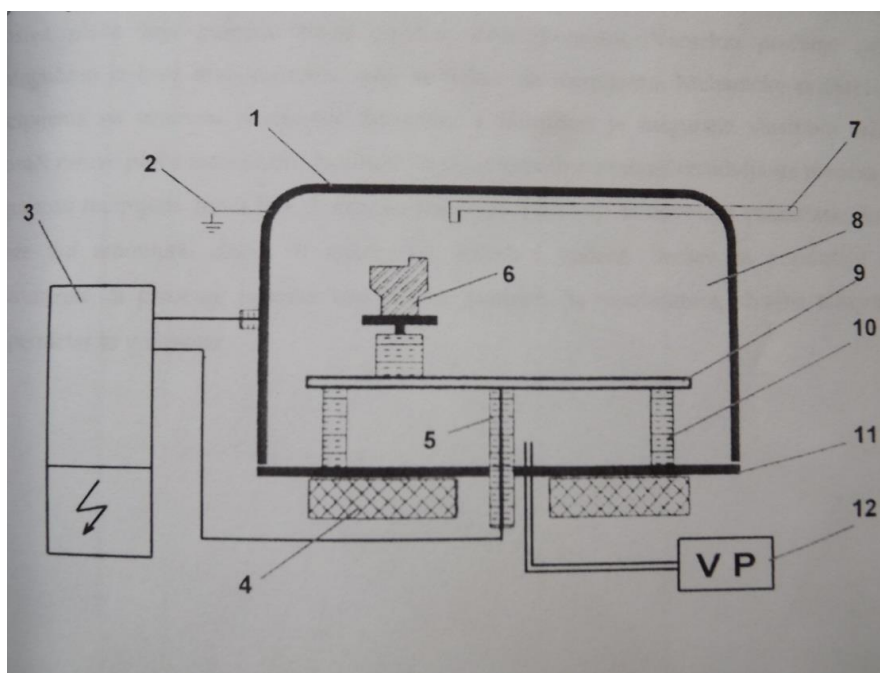
Listovi pile će se najbolje podvrći postupku plazme vezani, tako da čeona ploha ostane mekana a zupci tvrdi.

3.4. Otpornost na koroziju

Kad je riječ o ionitiranju otpornost na koroziju nije od primarnog značenja. No, ako se u zahtjevu traži i povećana otpornost na koroziju potrebno je postići što deblju neporoznu zonu spojeva. Nitiranjem se postiže povećanje otpornosti na koroziju kod svih vrsta čelika, osim kod antikorozivnih. Kod njih se nakon nitiranja otpornost na koroziju smanjuje iz razloga što je tijekom samog procesa nitiranja došlo do vezivanja jednog dijela kroma u nitride čime je došlo do osiromašenja kroma na površini samog materijala. U novije vrijeme sve veći su zahtjevi, pogotovo u auto industriji, za povećanjem otpornosti na koroziju te se sve više koristi tzv. „postupak postoksidacije“. To je postupak koji se nakon završetka nitiranja i smanjenja temperature u recipient pusti određena količina vodene pare te na površini materijala dolazi do oksidacije čime se dobije oksidni sloj debljine nekoliko mikrona. Taj oksidni sloj odličan je nosioc otpornosti na koroziju.

4. POSTROJENJE ZA IONSKO NITRIRANJE

Postolje za ionsko nitriranje prikazano je slikom 4. Pritom su navedeni osnovni dijelovi postrojenja.



Slika 2. Shematski prikaz postrojenja za ionsko nitriranje

1. Recipijent (posuda)
2. Uzemljenje
3. Uređaj za upravljanje
4. Postolje
5. Izoliran vodič (keramikom)
6. Obradak
7. Dovod plina
8. Vakuumska komora
9. Nosiva ploča
10. Izolirani nosači (keramikom)
11. Osnovna ploča
12. Vakuumska crpka

Tijekom procesa nitiranja obradak se nalazi u vakumskoj komori pod tlakom od 0,5 do 10 mbar-a. Za postizanje tog podtlaka koristi se vakumska crpka.

Recipijent može biti različite visine ali vanjski promjer recipijenta mora odgovarati promjeru osnovne ploče.

Sami recipijenti mogu se slagati jedan na drugoga čime možemo dobiti željene visine, (recipijenti i peći). Recipijenti se postavljaju na osnovu ploču pomoći dizalice, a nosiva ploča ima gumenu brtvu po vanjskom promjeru.

Moguće je i vizualno praćenje procesa kroz mali prozorčić koji se nalazi na samom recipijetu, novija postrojenja imaju i mogućnost nadgledanja samog procesa preko kamera. Neko posebno mehaničko pričvršćenje recipijenta na osnovnu ploču nije potrebno a stabilnost je osigurana vlastitom težinom i podtlakom.

Nosači nosive ploče obavezno moraju biti izolirani, najčešće su izrađeni od keramike, jer u protivnom bi došlo do kratkog spoja i odvijanje procesa ne bi bilo moguće.

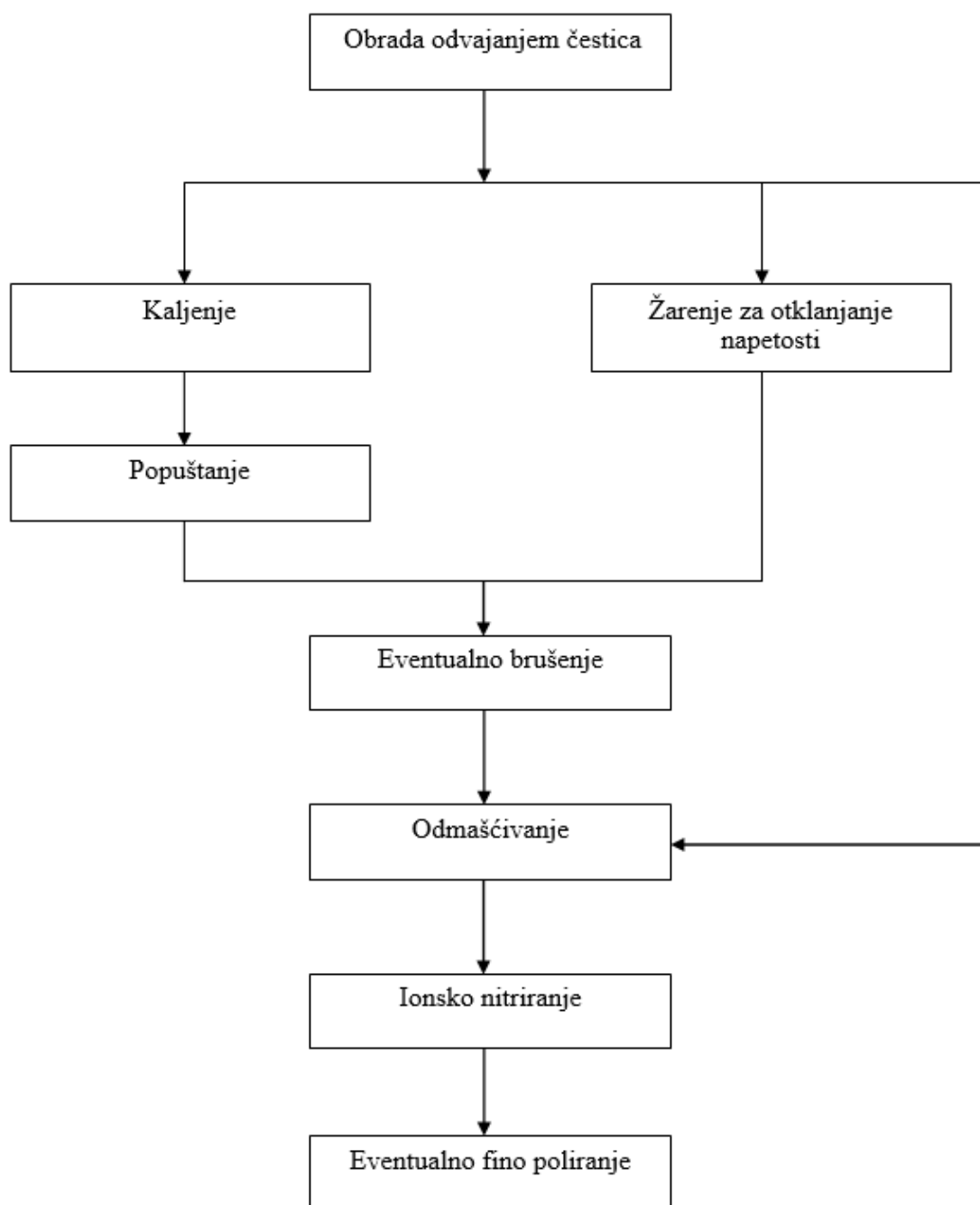
Zbog sigurnosti kompletno postrojenje obavezno mora biti uzemljeno.

Plin koji se dovodi u vakumsku komoru može biti amonijak, dušik ili mješavine dušika i vodika.

Sustav za regulaciju procesa sadrži instrumente za praćenje procesa kao što su: postavljena temperatura, stvarana temperatura, ampermetar, voltmetar, vakumetar i vrijeme trajanja procesa.

5. NITRIRANJE U PROCESU PROIZVODNJE

Na slici 3. prikazan je redoslijed kod primjene postupka ionskog nitriranja. Iz slike je vidljivo da je polazna osnova prije bilo kakve toplinske obrade postupak obrade odvajanjem čestica.



Slika 3. Redoslijed operacija kod ionskog nitriranja

Prema slici 3. strojna obrada je na prvome mjestu jer bi u suprotnome uništili efekt toplinske obrade. Poznato je da nakon obrade odvajanjem čestica u obradku ostaju napetosti. Te napetosti trebale bi se ukloniti da ne bi došlo do promjene dimenzija obradka.

Nakon strojne obrade imamo tri mogućnosti:

1. Kaljenje i nakon toga popuštanje
2. Žarenje radi smanjenja unutarnjih napetosti
3. Odmašćivanje

Ukoliko se na materijalu zahtijeva određena čvrstoća u jezgri, prvo se provodi kaljenje, a nakon toga popuštanje.

Temperatura popuštanja obavezno mora biti viša za minimalno 50°C od temperature ionskog nitriranja. Na čelicima na kojima nije bilo provedeno kaljenje preporuča se poslije strojne obrade provesti postupak žarenja radi uklanjanja zaostalih vlastitih napetosti. U protivnom može doći do deformiranja (vitoperenja) obradka. Žarenje radi uklanjanja napetosti, kao i popuštanje, mora biti provedeno na temperaturi višoj od temperature ionskog nitriranja. Ukoliko bi temperatura ionskog nitriranja bila veća od temperature žarenja došlo bi do promjena dimenzija, te bi nakon nitriranja trebali provesti naknadno brušenje što bi rezultiralo uništenjem zone spojeva. Znamo da je zona spojeva vrlo tanka.

Ako se radi o dijelovima koji, imaju široko polje tolerancije ili mjere uopće nisu ograničene tolerancijama, nije potrebno žarenje za otklanjanje napetosti. Eventualno nisko brušenje provodi se kod predmeta koji bi imali veće odstupanje od dimenzija (finomehanika), ali se dobrom regulacijom otprašivanja ove promjene dimenzija mogu praktički svesti na nulu. Također brušenje se provodi za skidanje bijelog sloja, a to se može izbjeći korištenjem odgovarajućih mješavina plinova.

Prije nego se provodi ionsko nitriranje obradak se odmašćuje pomoću sredstva za odmašćivanje te vrućom vodom koja je pod pritiskom, te naknadnim sušenjem u struji prirodnog zraka. Poliranje se provodi zadnje na površinama koje nemaju funkcionalnu upotrebu.

6. OPIS POSTUPKA IONSKOG NITRIRANJA

Prije samog postupka ionskog nitriranja dijelove (obradke), kao što je već prije bilo napomenuto, je potrebno odmastiti i osušiti. Nakon toga postupak ionskog nitriranja podijeljen je u nekoliko operacija:

1. Postavljanje šarže
2. Vakuumiranje
3. Uključivanje struje te plina
4. Grijanje na odgovarajuću temperaturu
5. Držanje na odgovarajućoj temperaturi
6. Završetak procesa
7. Hlađenje
8. Odvakuumiranje (puštanje zraka u komoru)
9. Podizanje poklopca i uzimanje obrađenih dijelova

Prva operacija, nakon što se obradak očisti i pripremi za nitriranje, je postavljanje šarže. Predmeti koje nitriramo ni u kome slučaju ne smiju biti u dodiru s drugim predmetom jer u protivnom dodirne površine ne bi bile nitrirane.

Preporučeni minimalni razmak između pojedinih dijelova je 25 mm. Nakon što se postavi šarža slijedi vakumiranje na željeni tlak 0,5 do 10 mbar-a. Kad se postigne željeni tlak uključi se struja, napon i dovod plina.

Uključivanjem struje započinje grijanje do željene temperature. Vrijeme zagrijavanje na željenu temperaturu obrade traje ovisno o težini obradka, može trajati i do 24 sata. Difuzija dušika počinje negdje oko 350°C, pa se već i na toj temperaturi može odvijati proces ionskog nitriranja, ali samo za određene vrste materijala. Kada se postigne temperatura procesa obradak se drži na toj temperaturi određeno vrijeme, ovisno o materijalu koji se ionitrira te o traženoj debljini pojedinih slojeva.

Nakon što proces završi gasi se peč i slijedi hlađenje u vakuumu. Vrijeme hlađenja ovisi o težini nitriranih dijelova i može trajati čak do 24 sata.

Kad temperatura padne ispod 180°C otvara se čep i pušta se zrak u vakumsku komoru, te se tlak u vakumskoj komori izjednačava sa okolnim. Nakon izjednačavanja tlaka slijedi otvaranje peći, tj. podizanje recipijenta i ohlađivanje obradka na temperaturu okoline, te vađenje obradka.

7. PLINOVI KOJE MOŽEMO KORISTITI KOD IONSKOG NITRIRANJA

Prilikom postupka nitriranja mogu se koristiti različiti plinovi te njihove mješavine. Konkretno iz vlastitog iskustva i firmi u kojoj obavljam i vodim poslove ionitriranja koristi se amonijak (NH_3). Uz amonijak mogu se još i koristiti :

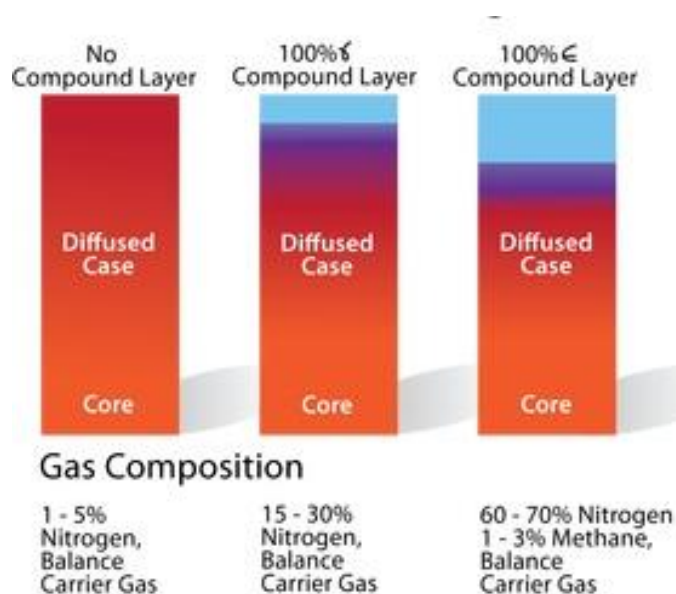
1. dušik
2. mješavina dušika i vodika
3. amonijak + inertni plin
4. dušik +(metan ili propan)

Kod korištenja prva tri navedena plina radi se o ionskom nitriranju dok se kod posljednjeg radi o ionskom karbonitriranju. Kod karbonitriranja istovremeno se vrši difuzija dušika i ugljika. Prilikom korištenja plinskih mješavina dušika i vodika nastaju neporozne zone spojeva, dok se korištenjem amonijaka mogu dobiti i porozne zone spojeva. Porozni slojevi mogu biti prikladni za samopodmazivajuće površine. Kod ionskog nitriranja također možemo dodati i argon u malim količinama. Argon je inertni plin velike atomske težine koji udara u površinu obradka te iz nje izbija nečistoće i služi za otprašivanje. S obzirom na zahtjevane vrste nitrida (gama, epsilon) mogu se koristiti i slijedeće mješavine plinova:

1. Mješavina od 5% dušika, a ostatak čini inertni plin. Za inertni plin najčešće se upotrebljava argon ili vodik. Upotrebljavanjem ove mješavine plina, tijekom postupka nitriranja ne dolazi do nastajanja zone spojeva. Obradena površina se sastoji od nitridovih precipitata s legiranim elementima (krom, molibden, vanadij, aluminij, titan). Ova plinska mješavina najčešće se koristi za nitiranje alatnih čelika.
2. Mješavina od 15 do 30% dušika, a ostatak čini inertni plin (vodik ili argon). Upotrebljavanjem ove mješavine plina tijekom postupka nitriranja stvara se tanka zona spojeva. Ta zona spojeva pretežno se sastoji od gama kristalne rešetke (Fe_4N) i stvara se u vrlo kratkom vremenu procesa. Duži vremenski proces nitiranja rezultiraju s debljom zonom difuzije, a više temperature procesa nešto malo, neznatno, debljom

zonom spojeva. Ova plinska mješavina najčešće su koristi kod za nitriranje čelika za nitriranje.

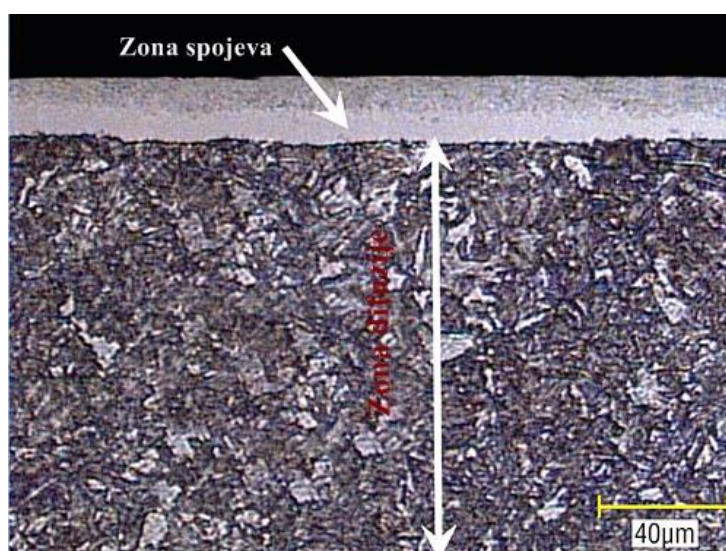
- Mješavina od približno 60 do 70% dušika, 1 do 3 % metana, a ostatak čini inertni plin (argon ili vodik). Ovakva plinska mješavina pretežno tvori monofaznu epsilon kristalnu rešetku ($Fe_{2-3}N$). Što je dulje obradak u recipijentu stvara se deblja zona spojeva. Obično se dobiju zone spojeva od 10 do 12 μm , ali u mnogo slučajeva je debljina od 2 do 6 μm dovoljna za dobru otpornost prema trošenju. Viša temperatura procesa rezultirat će malo, neznatno, debljom zonom spojeva. Ova plinska mješavina najčešće se koristi za nitriranje nelegiranih čelika.



Slika 4. Zona spojeva ovisna o mješavini plina

8. VRSTE NITRIDA I SLOJEVA NAKON NITRIRANJA

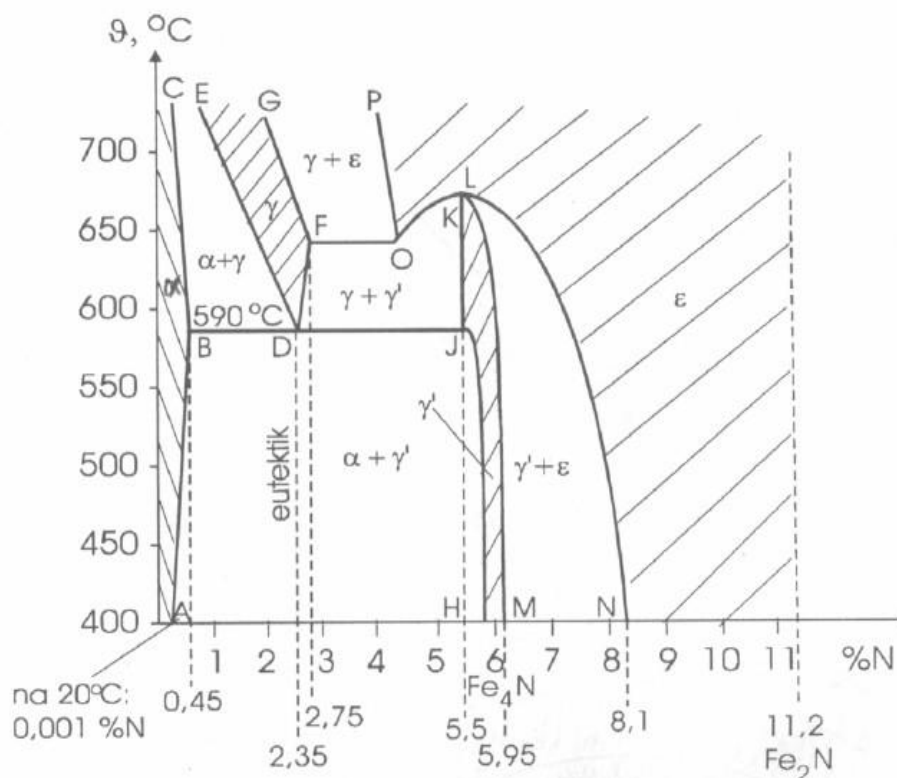
Za nitridni sloj karakteristične su dvije zone, tj. nitridni sloj sastoji se od dvije zone i to; od zone spojeva i zone difuzije. Zona spojeva nalazi se na samoj površini nitridnog obratka, dok se zona difuzije nalazi ispod zone spojeva. Debljina zone difuzije mjeri se od površine, relativno je male debljine 8-20 μm i obično sadrži 6-10% dušika. Karakteristika zone spojeva, osim što je male debljine, je i velika otpornost prema trošenju (adhezijskom).



Slika 5. Zona spojeva[1]

Zona spojeva može imati i porozni dio, a to ovisi o korištenom plinu, tj. o korištenoj mješavini plinova. Kod samog postupka nitriranja prvo nastaje neporozni dio, a na njega se formira porozni dio zone spojeva. Debljina zone difuzije može iznositi i do 1mm.

Kod zone difuzije karakteristično je to da ona ima povećanu dinamičku izdržljivost i otpornost na pritisak. Debljine zone spojeva i zone difuzije najviše ovise o trajanju procesa i temperaturi procesa. Dužim trajanjem procesa i višom temperaturom dobit će se deblje zone. Nitridni sloj ima smanjeni koeficijent trenja, a samim time se smanjuje sklonost stvaranja mikrozavara (adhezijsko trošenje). S obzirom na dobivene faze slikom 6. prikazan je dijagram stanja željezo-dušik (Fe-N).



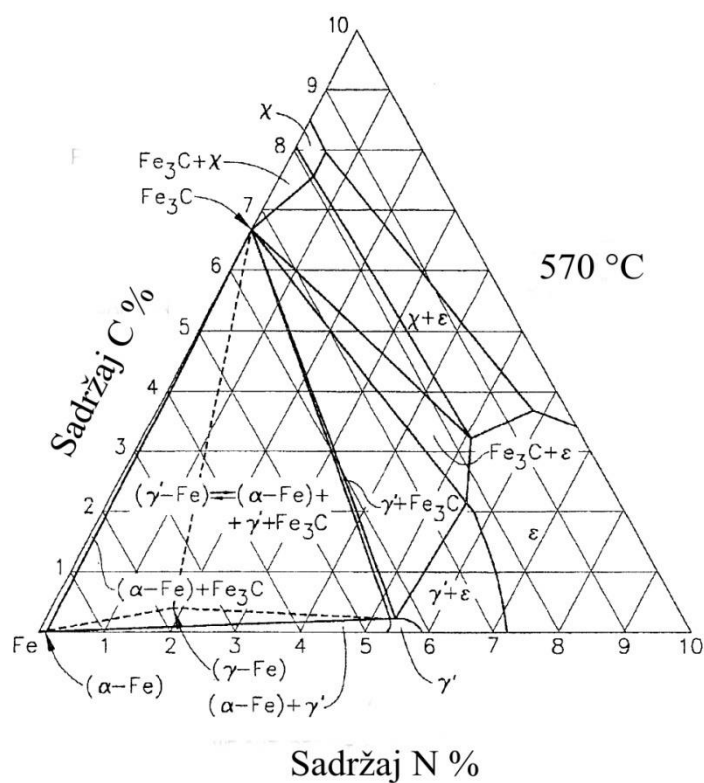
Slika 6. Dijagram stanja željezo-dušik (Fe-N) [4]

Korištene temperature kod nitriranja niže su od temperature linije pretvorbe A_1 tako da se ne događa nikakva pretvorba α/γ . Atomi dušika, koji iz plina ili mješavine plinova, difundiraju u površinu mogu sa željezom stvoriti slijedeće vrste željeznih nitrida:

1. α -željezo sa intersticijski otopljenim atomima dušika
2. γ -željezni nitrid Fe_4N (kubna plošno centrirana rešetka) udio dušika iznosi od 5.7 do 6.1%.
3. ϵ -željezni nitrid $Fe_{2,3}N$ (heksagonalna rešetka) udio dušika iznosi od 7.8% kao Fe_3N pa do 11.3% kao Fe_2N
4. ζ -željezni nitridi Fe_2N (ortorombska rešetka) vrlo se rijetko javlja jer je za nju potrebna vrlo visoka koncentracija dušika. U praksi se rijetko primjenjuje i traži zbog vrlo krhke zone spojeva.

9. IONSKO NITROKARBURIRANJE

Koristeći mješavine plinova npr. amonijak i metan, tj. plinove koji su nosioci ugljika dolazi do nastajanja ϵ karbonitridne faze $\text{Fe}_{2-3}\text{C}_x\text{N}_y$. Slikom 7. prikazan je presjek Fe-C-N dijagrama stanja.



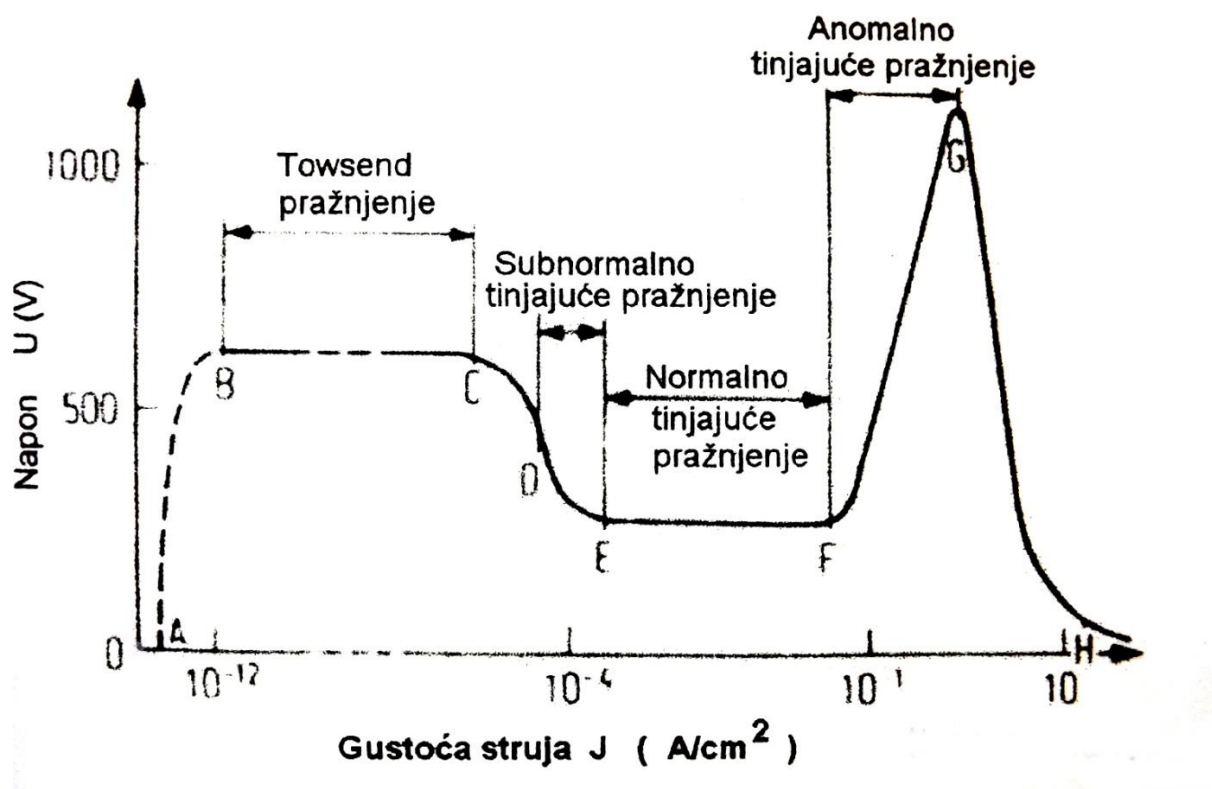
Slika 7. Izotermički presjek dijagrama stanja Fe-C-N [1]

10. UTJECAJNI PARAMETRI PROCESA

Za razliku od ostalih postupaka nitriranja gdje uglavnom mogu varirati parametri procesa, vrijeme, temperatura i sastav plina, kod ionskog nitriranja mogući parametri variranja mogu biti i podpritisak (vakum), katodni pad i gustoća struje.

10.1. Napon i gustoća struje

Tinjajuće izbijanje nastaje na temelju fizikalnih zakonitosti kod sudaranja između nosioca naboja u električnom polju. Na taj način se kod ionizacije atoma plina i molekula u tijeku nastaju novi nosioci naboja koji dovode do kontinuiranog izbijanja struje između anode i katode. Slikom 8. prikazana je strujno-naponska krivulja za različite načine pražnjenja.



Slika 8. Strujno-naponska karakteristika[5] (karakteristika električnog pražnjenja (Leskovšek)

Vrlo slabo strujno područje nalazi se od A do B (područje Geiger-ovog brojača) i područje od B do C (Townsend izbijanje). Ova nam područja za naša razmtranja nisu zanimljiva. Normalno tehničko iskorišteno tinjajuće pražnjenje koje koristimo kod ih tinjajućih lampi i svjetlećih cijevi pokreću se relativno niskom energijom i malim strujama stoga rade u području normalnog stabilnog i strujno slabog tinjajućeg pražnjenja (E do F). Nitridni postupci događaju se u području jake struje tj. u području anomalno nestabilnog i strujno jakog tinjajućeg pražnjenja. Glavna pretpostavka ionskog nitriranja je upravljanje i vladanje tim anomalnim tinjajućim pražnjenjem. Mogućnost iskorištavanja ovog procesa je jedna od temeljnih zasluga Bernhard Berghaus-a koji je kroz ciljan razvoj riješio ovaj problem.

10.2. Tlak procesa

Kao što je već prije bilo navedeno tlak kod ionskog nitriranja može iznositi između 1 i 10 mbar-a što se ostvaruje pomoću vakum pumpe. Koristeći niske tlakove vjerojatnost sudara iona je niža, a time i slobodna dužina puta od katodno otpuštenih atoma duža i mogućnost povratne difuzije je smanjena.

Kod povratne difuzije dio otprašenih atoma željeza povezuje se neposredno ispred radne površine sa aktivnim dušikom te dolazi do nastajanja dušikom bogatih željeznih nitrida. Ti nitridi se slažu nakon absorpcije djelomično na radnu površinu. U vezi sa tim otprašenim željeznih atoma radi se o postupku obrnute difuzije sa stalnim kruženjem željeza. Ta povratna difuzija regulira se preko pritiska. Kod visokog pritiska je povratna difuzija velika. To se koristi za stvaranje debljih zona spojeva.

10.3. Korišteni plinovi

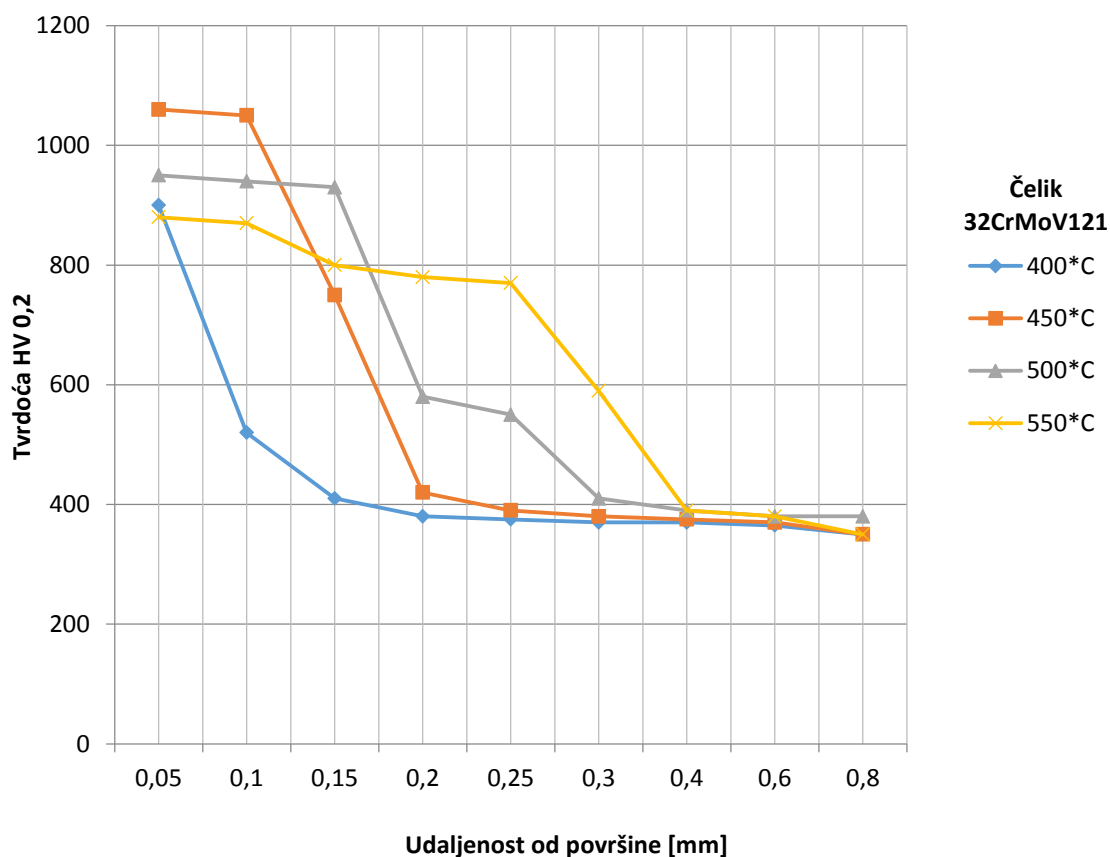
Koristeći razne plinove ili njihove mješavine mogu se dobiti različite zone spojeva.

Bolja mehanička svojstva postižu se monofaznim zonama spojeva i to po mogućnosti bez pora. Koristeći mješavinu plinova koja sadrži metan (nosioc ugljika) rezultat će postupkom ionskog nitrokarburiranja.

10.4. Temperatura procesa

Kod ionskog nitriranja temperatura procesa je niža nego kod plinskog nitriranja te su time više očuvane granica tečenja pa su deformacije obradka manje.

Slikom 9. prikazane su tvrdoće po presjeku obradka u ovisnosti o temperaturi procesa.



Slika 9. Profil tvrdoća u ovisnosti o temperaturi procesa [1]

Uzorak je čelik 32CrMoV1210, a proces je trajao 16 sati. Variranje temperature procesa dobile su različite tvrdoće. Maksimalne vrijednosti postignute su kod 450°C.

Razlog zašto su na toj temperaturi procesa postignute najbolje vrijednosti leži u temperaturnoj ovisnosti disperzivnog otvrdnjivanja, tj. u ovisnosti raspodjele nitrida (legirajućih elemenata) u feritu.

Zbog toga se ovi rezultati mogu očekivati kod svih nisko, srednje i visoko legiranih čelika.

Ako se primjenjuje visoke temperature procesa rezultat je povećana debljina zone spojeva za isto vrijeme nitriranja. Debljina zone difuzije je također primjenom viših temperatura veća.

Primjenom niskih temperatura (od 350 do 500°C) mogu se postići slijedeće prednosti:

1. Budući da temperatura nitriranja mora biti barem 50°C biti niža od temperature popuštanja, mogu se nitrirati dijelovi koji su prethodno bili kaljeni i popušteni na relativno visoke temperature popuštanja. Na taj način može se zadržati visoka tvrdoća u jezgri koja je dobra nosiva podloga za nitrirani sloj.
2. Održavanje točnosti mjera. Pri nižim temperaturama nitriranja ostaje sačuvana viša vrijednost granice tečenja što bitno utječe na uvjete deformacije.
3. Veća tvrdoća nitriranog sloja. Pri nižim temperaturama postiže se veća tvrdoća nitriranog sloja. Niske temperature odabiru se za vrlo tanke ZS pri srednjim dubinama difuzione zone.

Primjenom visokih temperatura (od 580 do 630°C) mogu se postići slijedeće prednosti:

1. Povećanje debljine zone spojeva.
2. Povećanje debljine zone difuzije

10.5. Vrijeme trajanja procesa

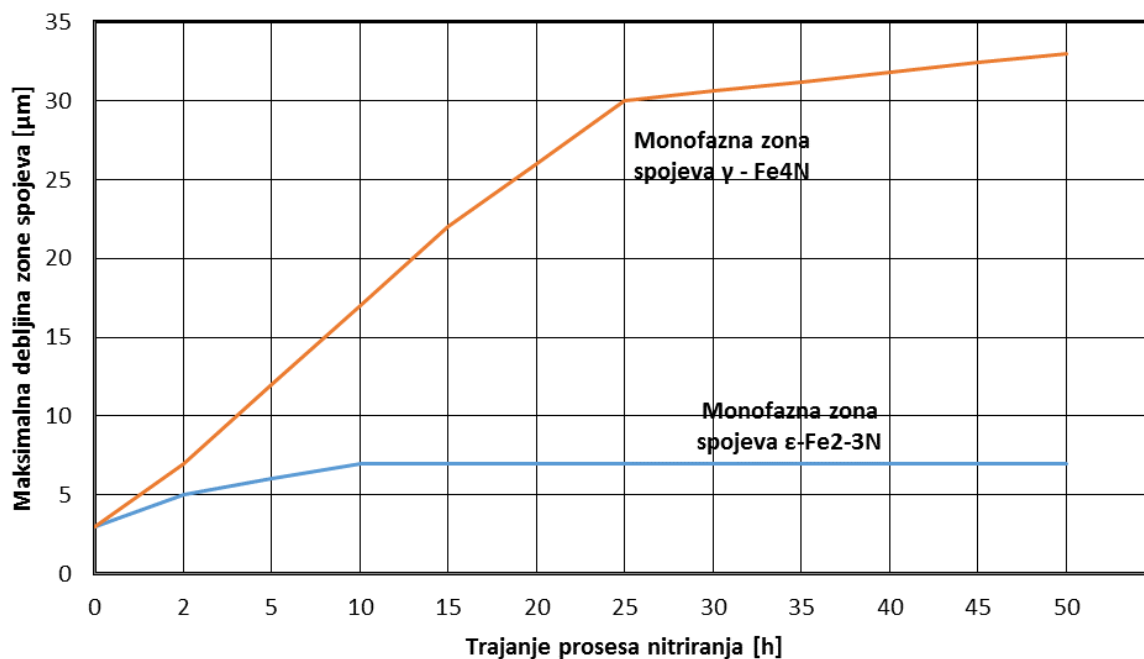
Ovisno o trajanju procesa nitriranja utječemo na dobivene rezultate kao što je i prije bilo rečeno. Slikom 10. prikazan je utjecaj trajanja procesa nitriranja na postignute debljine zone spojeva. Materijal je čelik 31CrMoV9.

Prema slici 10. vidljivo je da se maksimalna debljina monofazne γ -Fe₄N zone spojeva postiže već nakon nekoliko sati nitriranja i iznosi 8 μ m.

Razlog za to se može tražiti u uskom koncentracijskom području nitrida od 0,4%N zbog čega slijedi koncentracijski gradijent za rast debljina preko 8 μ m.

To vrijedi tim više uslijed konstantne nestabilnosti uvjeta otprašivanja na površini (debljina ne može više porasti).

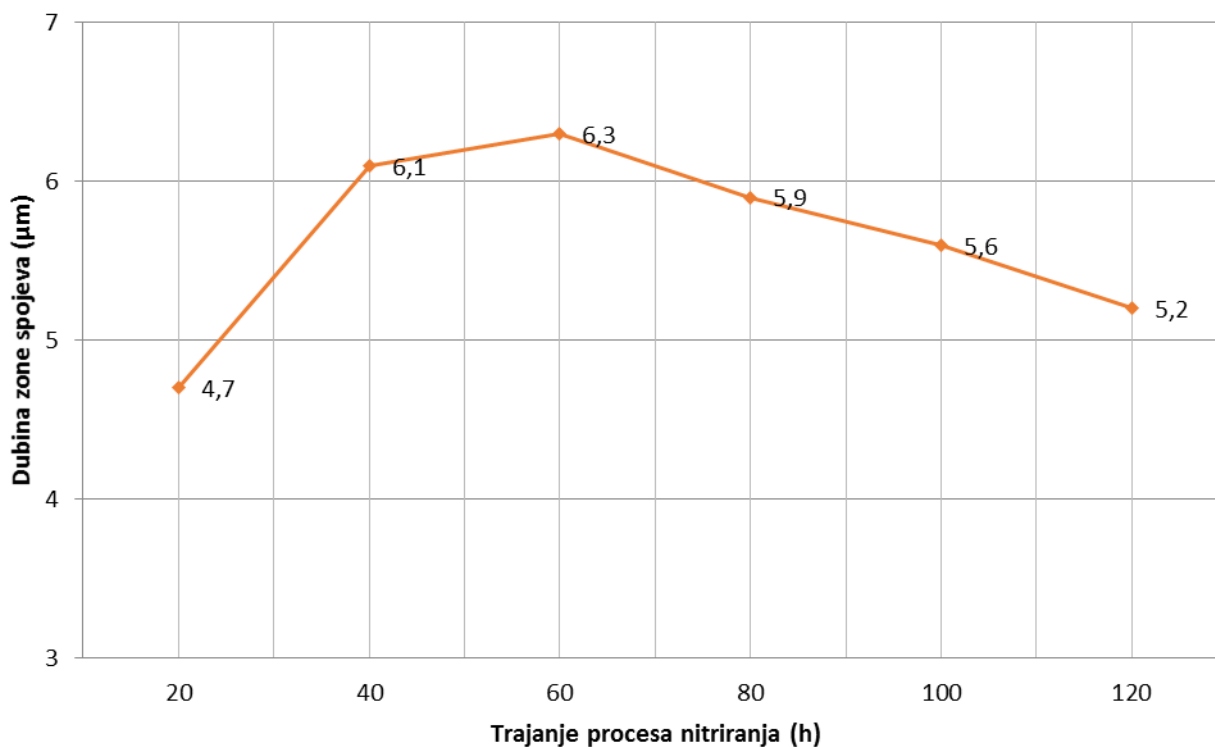
Debljina monofazne ϵ -Fe₂-3N zone spojeva se povećava sa trajanjem procesa obrade. Apsolutna granica postignute debljine ove zone spojeva leži oko 50 μ m.



Slika 10. Maksimalne debljine zone spojeva [2]

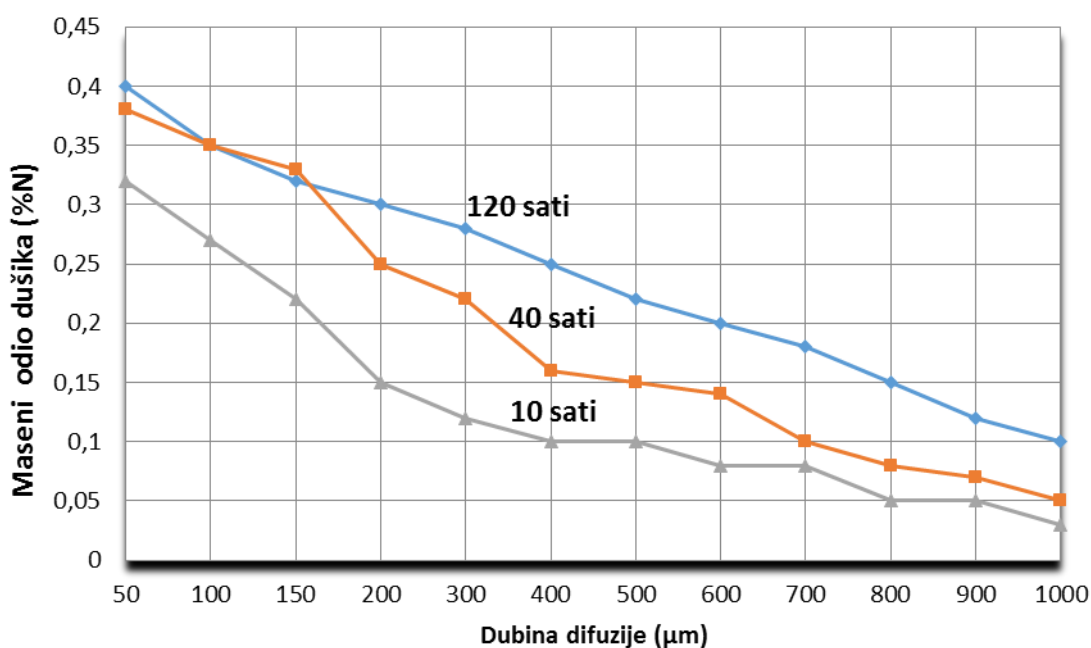
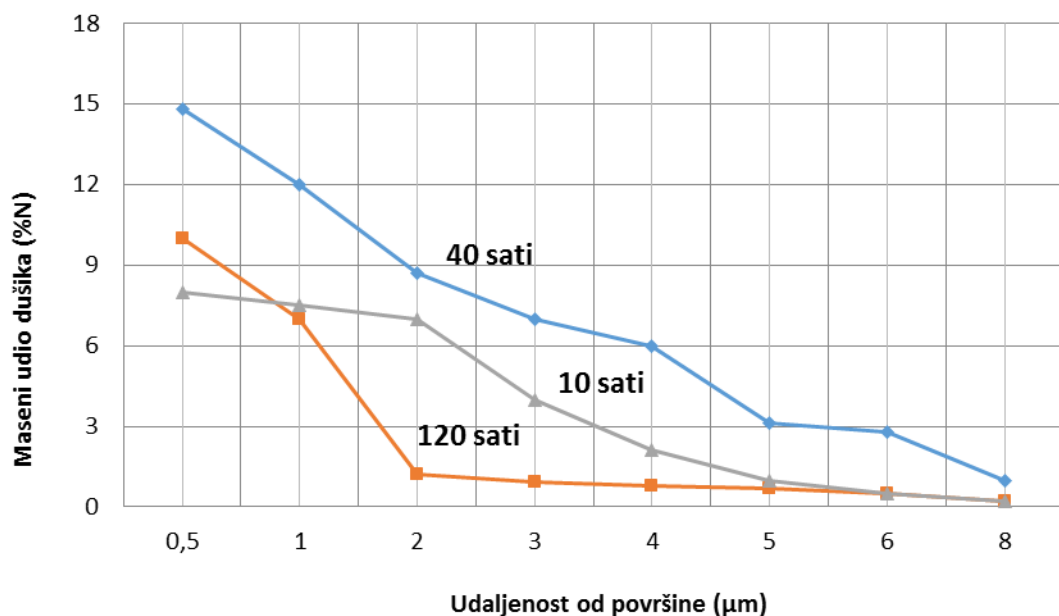
Također utjecaj trajanja procesa prikazan je slijedećim ispitivanjem. Materijal uzorka je čelik EN19 (1Cm-Mo). Temperatura procesa nitiranja iznosila je 500°C, sa mješavinom plinova 25N₂-75H₂ uz tlak procesa od 5 mbar-a. Trajanje procesa nitiranja je variralo od 10 sati (jako kratko), 40 sati (srednje trajanje procesa) do 120 sati (ekstremno dugo).

Slikom 11. prikazane su postignute debljine zone spojeva u ovisnosti o trajanju procesa sa težinskim udjelom dušika.



Slika 11. Primjer debljine zone spojeva na čeliku En 19 [17]

Dobivene zone spojeva sastoje se iz γ -Fe₄N i ϵ -Fe₂₋₃N željeznih nitrida. Iz slike 11 vidljivo je da je debljina zone spojeva rasla od 4.7 µm do nekih 6.3 µm (40 sati), a da bi nakon dužih vremena procesa debljina zone spojeva pala na 5.2 µm (120 sati).



Slika 12. Maseni udio dušika u zoni spojeva s trajanjem procesa

Na slici 12. vidi se da je udio dušika rastao sa trajanjem procesa od 10 do 40 sati, a da bi nakon dugih vremena procesa došlo do opadanja koncentracije dušika u površinskom sloju. Distribucija dušika u zoni difuzije ima svoj logički slijed tj. Ona je rasla sa trajanjem procesa. Postavlja se pitanje zašto je padala koncentracija dušika u zoni spojeva kod dugih vremena obrade. Vjerojatni razlog leži u disocijaciji nitrida u zonu spojeva prilikom dugog trajanja procesa.

11. EFEKT NITRIRANJA NA RAZNIM MATERIJALIMA

Već je bilo prije navedeno da se nitriani sloj sastoji od zone spojeva te od zone difuzije. O karakteristikama ta dva sloja nam ovise sve prednosti ionskog nitiranja zato što moraju biti optimizirani da bi polučili maksimalni efekt. U tablici 1. date su vrijednosti temperatura za razne vrste materijala, te dobivene tvrdoće sa postignutim debljinama zona.

Tablica 1. Postignute tvrdoće u zavisnosti o različitim čelicima i ljevovima [6]

Vrsta čelika	Oznaka čelika	Temperatura procesa	Trdoća HV_1	Dubina nitiranja Nht (mm)	Debljina zone spojeva (μm)
Čelici za nitiranje					
34CrAl6	1.8504	450-470	900 - 1200	0.4 - 0.5	6 - 10
34CrAlMo5	1.8507	450 - 470	900 - 1200	0.4 - 0.5	6 - 10
41CrAlMo7	1.8509	450 - 470	900 - 1200	0.4 - 0.5	6 - 10
31CrMo9	1.8519	450 - 470	900 - 1200	0.4 - 0.8	6 - 10
34CrAlNi7	1.8550	450 - 470	900 - 1200	0.4 - 0.8	6 - 10
32CrMoV1210	1.7765	450 - 470	700 - 1100	0.4 - 0.6	4 - 8
Konstrukcioni čelici					
CK 15	1.1141	450 - 470	250 - 450	0.4 - 0.5	8 - 12
14NiCr14	1.5752	450 - 470	500 - 650	0.4 - 0.5	4 - 8
16MnCr5	1.7131	450 - 470	600 - 750	0.4 - 0.5	4 - 8
21MnCr5	1.2162	450 - 470	600 - 750	0.4 - 0.5	4 - 8
CK45	1.1191	450 - 470	300 - 550	0.4 - 0.5	8 - 12
CK60	1.1221	470	300 - 450	0.4 - 0.5	8 - 12
ETG100		440	400 - 650	0.4 - 0.5	4 - 8
40CrMnMo7	1.2311	450 - 470	700 - 850	0.4 - 0.5	6 - 8
40CrMnMoS 86	1.2312	450 - 470	700 - 850	0.4 - 0.5	6 - 8
45NiCr6	1.2710	450 - 470	600 - 800	0.4 - 0.5	6 - 8
34CrNiMo6	1.6582	450 - 470	600 - 800	0.4 - 0.5	3 - 6

X2NiCoMo18	1.6359	440	1000 - 1200	0.4 - 0.5	1 - 2
Alatni čelici za rad u vrućem stanju					
X38CrMoV5 1	1.2343	460 - 500	900 - 1250	0.2 - 0.4	4 - 6
X40CrMoV5 1	1.2344	460 - 500	900 - 1250	0.2 - 0.4	4 - 6
X32CrMo V3 3	1.2365	460 - 500	800 - 1000	0.3 - 0.5	4 - 6
X37CrMoW51	1.2606	460 - 500	900 -1250	0.1 - 0.3	2 - 6
Brzorezni čelici					
S 10-4-3-10	1.3207	440 - 460	1000 - 1400	0.05 - 0.25	do 2
S 6 - 5 - 2	1.3343	440 - 460	1000 - 1400	0.05 - 0.25	do2
S 12 -1- 4	1.3302	440 - 460	1000 - 1400	0.05 -0.25	
Temperaturno otporni čelici					
X15CrNiSi 25 20	1.4841	340 - 470	800 – 1100	0.1	
X12CrNi 25 21	1.4845	340 - 470	800 - 1100	0.1	
Nehrđajući čelici					
X20Cr13	1.4021	340 – 470	1000 - 1200	0.15	
X40Cr13	1.4034	340 – 470	1000 - 1200	0.15	
X90CrMoV18	1.4112	340 – 470	900 - 1100	0.15	
X35CrMo17	1.4022	340 – 470	800 - 1200	0.15	
X12CrNi 18 9	1.4300	340 – 470	800 - 1200	0.15	
X5CrNi 18 9	1.4301	340 - 470	800 - 1200	0.15	
X5CrNiMo1810	1.4401	340 - 470	800 - 1200	0.15	
X2CrNiMo 18 12	1.4435	340 - 470	800 - 1200	0.15	
X10CrNiMoTi 18 10	1.4571	340 - 470	800 - 1200	0.15	
Čelici za kuglične ležajeve					
100Cr6	1.3505	450	600 - 800	0.2 – 0.3	do 4
100MnCrW4	1.2510	450	500 - 700	0.2 – 0.3	do 4
Čelici za kuglične ležajeve					
500CrV	1.8159	450	450 - 600	0.4	4 - 8
58CrV4	1.8161	450	450 - 600	0.4	4 – 8
Sivi lijevovi					
GG18		470	300 - 450	0.3 – 0.4	8 - 10

GG25		470	350 - 500	0.3 – 0.5	8 - 10
Nodularni lijevovi					
GGG42		470	400 – 600	0.3 – 0.5	8 - 10
GGG60		470	500 – 700	0.3 – 0.6	8 - 10
GGG70		470	500 - 700	0.3 – 0.6	8 - 10

Iz tablice 1. vidljivo je da temperature nitriranja iznose od 440-470°C, a jedino za nehrđajuće te vatrootporne čelike su niže i to teoretski 340°C. Efektivna dubina nitriranja N_{ht} prema DIN-u 50190 je ona okomita udaljenost od površine obratka do mjesta gdje je tvrdoća površine veća od tvrdoće jezgre za 50 HV. Dakle, na dubini gdje je tvrdoća obratka za + 50HV-a veća od tvrdoće samog materijala smatra se da je to nitrirani sloj.

12. ISPITIVANJE NITRIRANIH SLOJEVA

Kod nitriranja najčešći zahtjevi koji se postavljaju su površinska tvrdoća te odgovarajuća dubina nitriranja. Kod toga treba imati na umu da otpornost na trošenje ne ovisi samo o tvrdoći nego i o sklonosti o hladnom zavarivanju, koeficijentu trenja te sklonost površine da reagira sa graničnim slojem protukomada. Kod određivanja navedenih vrijednosti koristimo se slijedećim ispitivanjima:

- a) Pogonsko ispitivanje
- b) Ispitivanje površinske tvrdoće
- c) Metalografska ispitivanja
- d) Rengenska difrakcija
- e) Tribološka ispitivanja

a) Pogonsko ispitivanje. Postupak kod kojeg se može ustanoviti da li je neki predmet nitriran ili nije nitriran. Sam postupak se provodi tako da se na predmet ispitivanja nakapa nekoliko kapi 10%-tne otopine bakrenog amonij klorida. Ukoliko predmet ispitivanja nije nitriran na površini predmeta doći će do izlučivanja bakra te će se pojaviti crvena mrlja na površini predmeta. Ukoliko je predmet nitriran neće doći do izlučivanja bakra.

b) Ispitivanje tvrdoće. Tvrdoća se mjeri na samoj površini nitriranog predmeta.

Primjenjuju se dvije metode: Rockwell-ova i Vickers-ova metoda.

Rockwell-ova metoda se zbog jednostavnosti koristi u pogonima, a najveća mana njoj je nešto slabija selektivnost te mogućnost nepreciznosti.

Vickers-ova metoda se koristi u znanstveno-istraživačke svrhe te daje kvalitetnije rezultate od Rockwell metode. Kod Vickers-ove metode koriste se mala opterećenja od $HV_{0,1}$ do HV_1 tj. od 0.981 N do 9.81 N.

- c) Metalografska ispitivanja. Kod navedenog ispitivanja uzorak se mora prethodno obraditi (polirati te se jetkanjem razvije mikrostruktura). Za razvijanje mikrostrukture koristi se 3%-tna otopina HNO_3 u alkoholu. Tada se uz pomoć mikroskopa može odrediti debljina zone spojeva, eventualna poroznost zone spojeva, te debljina zone difuzije.
- d) Rengenska difrakcija. Postupak renegetske disfrakcije koristimo kada želimo ustanoviti od kojih tipova nitrira se sastoji zona spojeva npr. ($Fe_{2-3}N$, Fe_4N)
- e) Tribološka ispitivanja. Ispituje se kompatibilnost materijala na kliznom kontaktu „tri valjčića / stožac“. Tri valjčića fiksirana su u držaču, a na njih se naslanja stožac koji rotira. Nakon ispitivanja mjeri se dimenzija oštećenja d i unosi se u dijagram „ $d-F$ “. Opterećenje se povećava sve dok ne dođe do međusobnog zavarivanja, a opterećenje kod kojeg se to dogodi naziva se točka zaribavanja i to je mjera za kompatibilnost.

13. KRITERIJ ZA IZBOR POSTUPAKA NITRIRANJA

Postoji više vrsta postupaka nitiranja: ionsko nitiranje, plinsko nitiranje, nitiranje u solnoj kupci te nitiranje u prahu. Kod odabira navedenih postupaka nitiranja trebalo bi uzeti u obzir slijedeće kriterije:

- a) Dobivena mehanička svojstva
- b) Priprema dijelova i rukovanje
- c) Mogućnost djelomičnog nitiranja
- d) Deformacije i promjene mjera obradka
- e) Utjecaj na okolinu
- f) Troškovi obrade

a) Dobivena mehanička svojstva. Dobivene vrijednosti tvrdoće, otpornost na trošenje, povećane dinamičke izdržljivosti te antikoroziivnost (prvenstveno kod nelegiranih čelika) ovise o dobivenim zonama spojeva i njihovim debljinama. S obzirom na postupak nitiranja dobit će se različite navedene vrijednosti. Kod ionskog nitiranja mogu se postići debljine zona spojeva do 12 μ m i debljine zone difuzije 0.9 mm. Što se tiče poroznosti zone spojeva ona se može u potpunosti izbjeći kod ionskog nitiranja. Također kod ionskog nitiranja možemo dobiti površinu bez „bijelog sloja“ koji je krhak koji se nekad odstranjuje pa se samim time smanjuje i zona spojeva.

b) Priprema dijelova i rukovanje. Priprema dijelova (šaržiranje) za nitiranje razlikuje se od postupka do postupka. Kod nitiranja u prahu-kruto sredstvo, obradci se spremaju u sanduke (nešto slično kao kod cementiranja u krutom sredstvu). Kod ionskog nitiranja dijelovi koje nitiramo trebaju se slagati tako da se nitirane površine međusobno ne dodiruju jer u suprotnome dodirne površine ne bi bile nitirane. Razni prsteni slažu se jedan na drugoga pomoću malih nosača. Kod takvih se slučajeva kao dodirne površine koriste one koje nemaju funkcionalnu vrijednost. Kod svih postupaka nitiranja vrlo je važno da sve površine budu čiste, bez tragova korozije, okujina i obavezno moraju biti odmašćene.

- c) Mogućnost djelomičnog nitriranja. Kod nitriranja u plinu i prahu moguće je dijelove koje ne želimo nitrirati zaštititi odgovarajućom pastom. Kod ionskog nitriranja to se može izvesti još i s mehaničkom zaštitom (odgovarajućim limovima i sl.) ili sa samim načinom šaržiranja. Kod solnih kupki nije moguća djelomična zaštita.
- d) Deformacije i promjene mjera obradka. Svaki od navedenih postupaka nitriranja izaziva povećanje specifičnog volumena zbog čega dolazi do povećanja vanjskih dimenzija. To povećanje može varirati od nekoliko μm do nekoliko stotinki mm. Jedino kod ionskog nitriranja zbog efekta otprašivanja, dijelića materijala sa površine koji reguliramo, ne mora doći do promjena dimenzija. Najveći porast dimenzija možemo očekivati kod nitriranja u solnim kupkama.
- e) Utjecaj na okolinu. S obzirom na današnje doba, kada se svakim danom sve više pridodaje važnost utjecaja na okolinu. Ionsko nitriranje predstavlja postupak koji nema štetnog djelovanja na okolinu, to je takozvani ekološko-prijateljski postupak. S druge strane imamo zagađenje kod nitriranja u solnim kupkama, jer kod njih postoji opasnost trovanja cijanidima. Zato je potrebno neutralizirati te otpadne soli što predstavlja dodatni trošak.
- f) Troškovi obrade. Za izračunavanje troškova obrade moramo uzeti u obzir investicijske troškove (oprema i prostor), troškove energije, potrošni materijal, osobni dohoci radnika, te troškove održavanja. Investicijski troškovi su povećani kod plinskog i ionskog nitriranja. Svi daljnji troškovi što se tiče ionskog nitriranja su minimalni u odnosu na ostale postupke nitriranja.

Tablica 2. Prikaz toškova za pojedine postupke nitriranja []

Postupak nitriranja	Investicijski troškovi	Troškovi energije	Potrošni materijal	Troškovi održavanja
Klasični postupak (NH ₃)	+++	++++	++	+
Nitriranje u solnoj kupki (TENIFER)	++	++	++++	++
Ionitiranje	+++	+	+	++
Nitriranje u prahu (Pulniranje)	+	++(+)	+	+
Kratkotrajno nitriranje(NH ₃ +C)	++++	+++	+++	++

S obzirom na navedene parametre danas sa sve više koristi postupak ionskog nitriranja te postupak nitriranja u plinu. Ova dva postupka omogućuju dobivanje vrlo kvalitetnih rezultata nitriranja.

U današnje vrijeme nitriranje ima sve veći udio na tržištu. Nitriranje u plazmi tj. ionsko nitriranje zauzima još relativno mali udio tržišta, ali sa tendencijom povećanja tog udjela. Jedan od razloga leži i u tome što postupak ionskog nitriranja zahtijeva velika investicijska ulaganja. Također vidljivo je da klasični postupak pougljičavanja u krutom sredstvu već potpuno potisnut ostalim postupcima otvrdnjavanja površine.

13.1. Primjer usporedbe postupaka nitriranja

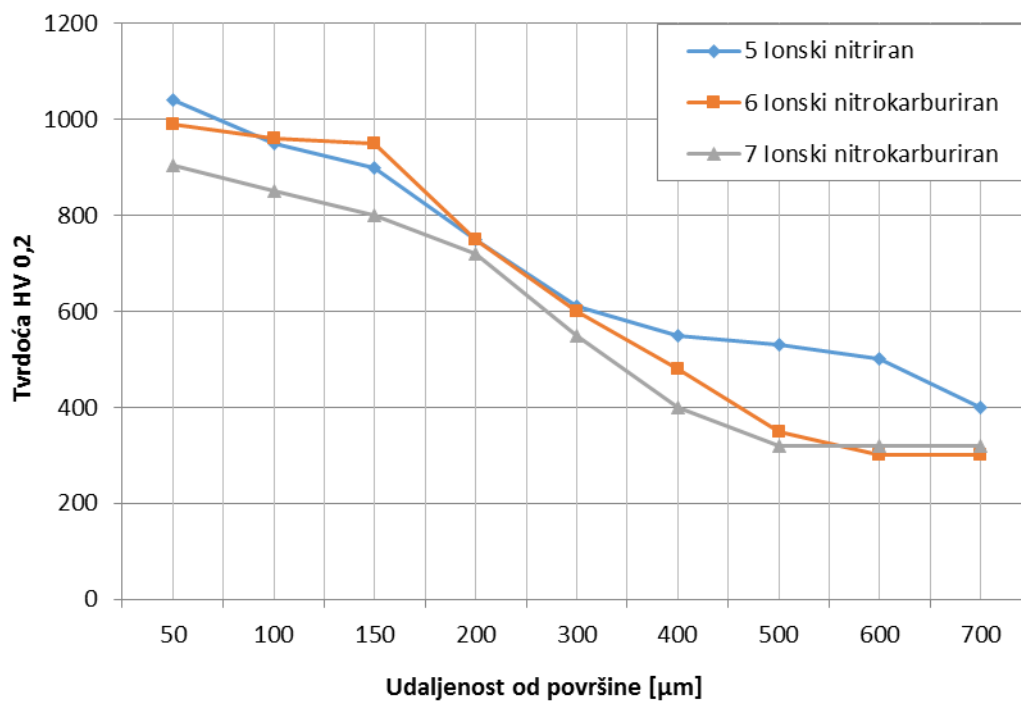
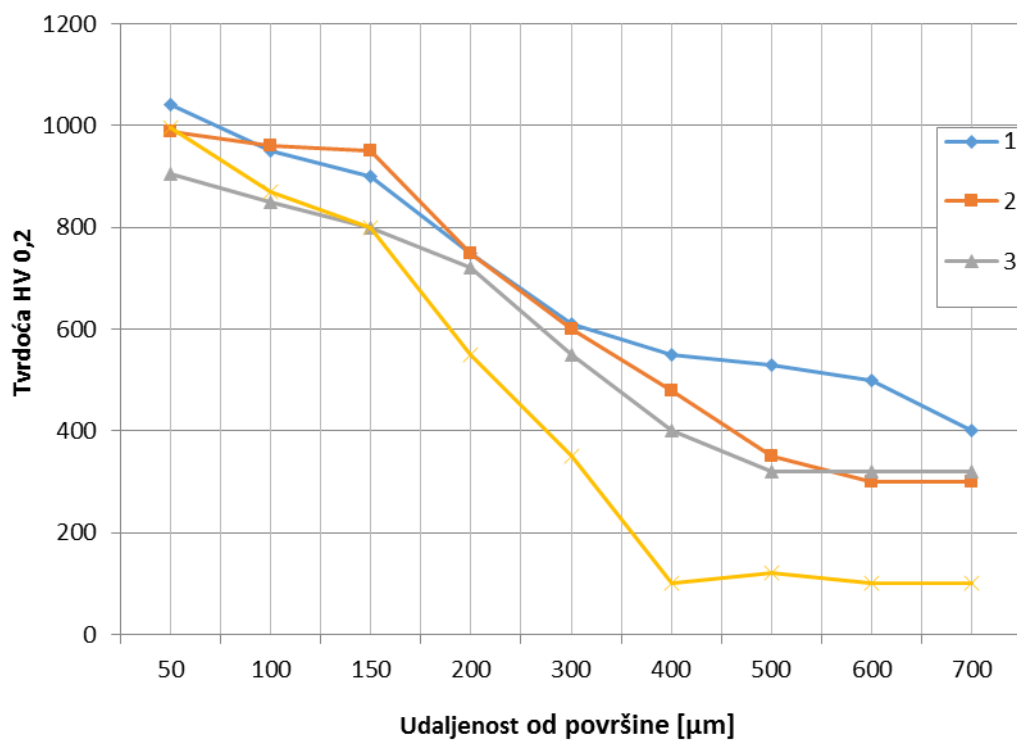
Kao što je već i prije navedeno postoje nekoliko postupaka nitriranja. U ovom poglavlju razmatrat ćemo slijedeće postupke nitriranja:

1. Plinsko nitriranje
2. Ionsko nitriranje
3. Ionsko nitrokarburiranje

Navedeni postupci provedeni su na čeliku 42CrAlMo7 sa slijedećim parametrima:

- Plinsko nitriranje je provedeno u dva koraka: prvo 30 sati na temperaturi od 515°C sa nastavkom procesa u trajanju od 40 sati na temperaturi od 540°C. Korištena su bila četiri različita potencijala dušika u mješavini od $\text{NH}_3\text{-H}_2\text{N}_2$. Potencijal dušika je padao od 3 (uzorak1) na 2 (uzorak2), 1,5(uzorak 3) i 1,2 (uzorak4).
- Ionsko nitriranje te ionsko nitrokarburiranje također je provedeno u dva koraka i to : 15 sati na temperaturi 515°C sa nastavkom procesa nitriranja od 35 sati na temperaturi 535°C. Pritom su bile korištene slijedeće plinske mješavine $70\text{H}_2\text{-}30\text{N}_2$ (uzorak 5), $83\text{H}_2\text{-}13\text{N}_2\text{-}4\text{CH}_4$ (uzorak 6) te $88\text{H}_2\text{-}8\text{N}_2\text{-}4\text{CH}_4$ (uzorak 7).

S obzirom na navedene plinske mješavine kod ionskog nitriranja/nitrokarburiranja vidljivo je da je pao udio dušika kod uzorka 5 pa do uzorka 7. Mjerena je bila mikrotvrdoća i to $HV_{0.02}$ te tribološki test koristeći Amsler tribotester (disk na disk geometrija). Slikom 13 dat je profil mikrotvrdoća u ovisnosti sa navedenim uzorcima. Uzorci 1,2,3,4 plinsko nitrirani, uzorak 5 ionsko nitriran te uzorci 6,7 ionsko nitrokarburirani.



Slika 13. Profil mikrotvrdoće u ovisnosti od uzoraka 1-7 [9]

Sa prikazanih dijagrama uočljivo je da uzorak 7 jedini ima značajna odstupanja u profilu mikrotvrdoće. Tablicom 3. dati su parametri d_{550HV} μm te $HV_{50\mu\text{m}}$ (mikrotvrdoća na udaljenosti 50 μm od površine).

Tablica 3. Mikrotvrdoća u ovisnosti od uzoraka 1-7 [9]

Uzorak	$d_{550HV}, \mu\text{m}$	$HV_{50\mu\text{m}}$
1	342	1040
2	335	989
3	310	905
4	200	996
5	207	1050
6	200	950
7	67	59

Vidljivo je da je d_{550HV} μm najveća kod uzoraka 1 te da je opadala do uzoraka 4 što je bilo i za očekivati pošto smo smanjivali potencijal dušika. Analogija sa $HV_{50\mu\text{m}}$ nije moguća.

Postignuti rezultati su bolji kod plinskog nitriranja u odnosu na ionsko nitriranje/nitrokarburiranje tj. mikrotvrdoćama. O tome je već prije bilo rečeno. Što se tiče homogenosti mikrostrukture ona je padala od uzorka 1 (najviše precipitata) do uzorka 2,3,4,5 i 6 (veoma slični broj precipitata) do uzorka 7 (najmanji broj precipitata). Navedeno se odnosi na zonu difuzije. Zaključak je da povećanje potencijala dušika kod plinskog nitriranja ili koncentracije dušika kod ionskog nitriranja/nitrokarburiranja rezultira pogoršanjem homogenosti mikrostrukture zone difuzije. Bolja homogenost mikrostrukture održana je kod ionskog nitriranja/nitrokarburiranja. Već je prije bilo navedeno da utjecaj mikrostrukture je od značajnog interesa na dobivene rezultate. Tablicom 4. dati su rezultati tribuloškog ispitivanja.

Tablica 4. Rezultati tribuloškog ispitivanja [9]

Uzorak	Rata trošenja, x 10 ⁻⁶ g okr ⁻¹		
	500 N	1000 N	2000 N
1	2.83	5.08	8.19
2	2.64	4.11	6.78
3	2.40	3.69	6.62
4	2.39	3.69	6.55
5	2.28	4.00	6.60
6	2.28	3.45	6.30
7	2.11	3.33	...

Iz tablice 4. vidljivo je da je najmanji gubitak materijala bio kod uzorka 5, 6 i 7, s time da je kod uzorka 7 kada je bio podvrgnut opterećenju od 2000 N došlo do značajnog uništavanja površinskog sloja te taj test nije mogao biti proveden. Može se zaključiti da se ionskim nitriranjem/nitrokarburiranjem mogu dobiti kvalitetniji rezultati nego kod plinskog nitiranja tj. može se postići bolja homogenost mikrostrukture.

Dakle što se tiče zone difuzije utjecaj homogeniteta mikrostrukture prevladava nad profilom mikrotvrdoća. Ponovo se vraćamo na to da smanjenje trošenja ne ovisi samo o postignutim tvrdoćama tj. mikrotvrdoćama.

Što se pak zone spojeva tiče, najbolji rezultati postižu se s monofaznom zonom spojeva koja bi trebala biti bez pora.

14. MOGUĆE PRIMJENE IONSKOG NITRIRANJA

Ionsko nitriranje koristi se za povišenje abrazijske otpornosti dijelova koji su izloženi kliznom trošenju, udarnom trošenju nekada i za povišenje otpornosti na korozivsko i erozivsko trošenje. Kod povišenja otpornosti prema abraziji na alatnim čelicima i difuzijski sloj ima važnu ulogu. Kod kliznog trošenja i za povišenje korozivske otpornosti kod niskolegiranih čelika ϵ – zona spojeva je od najvažnijeg značaja. Za povećanje otpornosti prema udarnom trošenju čelika koji su izloženi povišenim temperaturama preporuča se γ - zona spojeva.

Tablicom 5. prikazana je primjena ionskog nitriranja na tipičnim dijelovima koji se mogu nitrirati.

Tablica 5. Primjena i dijelovi koji se mogu nitrirati [10]

Primjena	Dio koji se može nitrirati
Ležajevi	Puži prijenosnici
Strojevi za oblikovanje plastike	Vijak ekstrudera
Alati za hladni rad	Žigovi, matrice, probojci
Alati za topli rad	Žigovi za toplo kovanje
Ljevački strojevi	Kalupi
Elektrane	Ventili slavina, ventili strojeva

15. OSIGURANJE KALITETE IONSKOG NITRIRANJA

Kod osiguravanja kvalitete ionskog nitriranja treba biti definirana slijedeća dokumentacija:

1. Konstrukcijska dokumentacija (crtež)
2. Tehnološka karta
3. Oprema
4. Kontrolna oprema
5. Kontrola obradka

1. Konstrukcijska dokumentacija. U konstrukcijskoj dokumentaciji treba biti definiran materijal koji se ionitrira, površinska tvrdoća, dubina nitriranog sloja Nht. Primjer konstrukcijske dokumentacije dat je u prilogu 2.
2. Tehnološka - karta. Tehnološka karta za postupak ionskog nitriranja treba sadržavati slijedeće podatke: korišteni plin, temperaturu obrade, jakost struje, napon , tlak pri procesu, trajanje procesa na temperaturi obrade i materijal obrade. U toku procesa trebao bi se zabilježiti protok plina. Primjer tehnološke karte dat je u prilogu 1.
3. Oprema. Oprema koja nam omogućuje provedbu postupaka ionitiranja treba biti redovito održavana, te se moraju provoditi kontrolna mjerenja radi osiguravanja kvalitete procesa.
4. Kontrolna oprema. Kontrolnu opremu za mjerenje površinske tvrdoće.
5. Kontrola obradka. U kontrolu obradaka spada mjerenje površinske tvrdoće, dubine nitriranog sloja Nht, debljine zone spojeva + zone difuzije , te vrstu zone spojeva..

15.1. Planiranje kvalitete

Pružatelj usluge treba odrediti i dokumentirati kako će se zadovoljiti zahtjevi za kvalitetu.

Da bi se ispunili zahtjevi za planiranjem kvalitete potrebno je poduzeti neke od aktivnosti :

- a) Pripremiti plan o kvaliteti
- b) Utvrditi, te provoditi vođenje procesa, brinuti se o opremi, sredstvima i vještinama koje su i koje mogu biti potrebne da bi se postigla željena kvaliteta

- c) Osigurati usklađenost proizvodnog procesa, osigurati servis, osigurati postupke provjere i postupke testiranja.
- d) Obnavljati kontrole kvalitete, tehnike kontroliranja i ispitivanja sa razvojem nove opreme.
- e) Utvrditi, pripremiti, arhivirati sve zapise o kvaliteti.

15.2. Kontrolna oprema

Pružatelj usluge treba uvoditi i održavati dokumentirane postupke zbog kontrole, umjeravanja i održavanja opreme. Postupak kontrole naveden je u nekoliko faza tj. pružatelj usluge treba:

- a) Odrediti mjerenja, točnost te odabrati odgovarajuću kontrolnu opremu koja može zadovoljiti zahtjevnu točnost.
- b) Identificirati svu kontrolnu opremu, umjeravati je te podešavati u propisanim razmacima.
- c) Definirati proces za umjeravanje kontrolne opreme.
- d) Održavati podatke o umjeravanju kontrolne opreme.
- e) Osigurati uvjete za umjeravanje, kontrolu, mjerenja i ispitivanja.
- f) Čuvati opremu za kontrolu, mjerenje od podešavanja koja bi poremetila izvršeno umjeravanje.

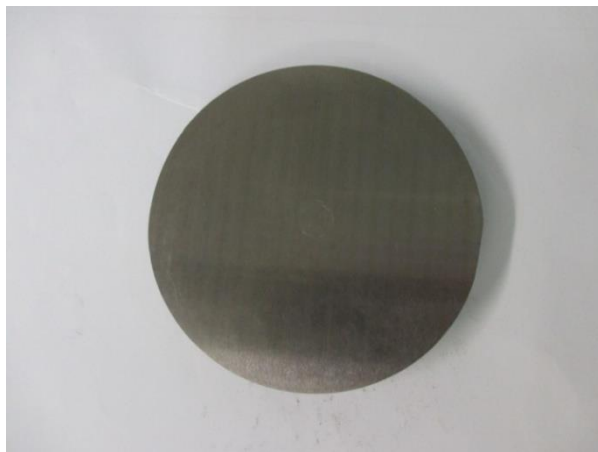
15.3. Zapisnik o provedenoj kontroli

Zapisnik o provedenoj kontroli je temeljni uvjet koji nam omogućava dokazivanje da su provedene odgovarajuće djelatnosti kontrole te da pružena usluga zadovoljava uvjetima koje je postavio kupac. Zapisnik o provedenoj kontroli treba sadržavati slijedeće podatke:

- a) dijelovi koji se ispituju
- b) ispitivane veličine
- c) primjenjeni postupak
- d) rezultati ispitivanja

16. ZADATAK I ANALIZA REZULTATA

Za uzorak smo uzeli materijal Č 4732 promjera \varnothing 80 debljine 20 mm. Zahtjeva se površinska tvrdoća 60 HRC-a (746 HV-a). Prije stavljanja uzoraka u retortu uzorak je opran vrućom vodom, odmašćen i osušen zrakom.



Slika 14. Izgled uzorka prije nitiranja 1

Tijekom procesa uzorak je šaržiran postavljanjem na nosivu ploču.

Proces ionskog nitiranja trajao je 45 sati, na temperaturi 475°C s primjenom amonijaka kao nosioca dušika. Napon je iznosio 650V, a struja 13A.



Slika 15. Primjer šaržiranja



Slika 16. Izgled uzorka nakon nitriranja

Nakon procesa nitriranja uzorak je ohlađen i krenulo se s mjerenjem površinske tvrdoće uzorka.

Za mjerenje tvrdoće korišten je prijenosni uređaj Švicarskog proizvođača Ernst, tip uređaja Computest SC. Uređaj radi na principu mjerenja Rockwell metodom uz predopterećenje od 12N i glavnog opterećenja od 50N. Također ima mogućnost konverzije i očitavanja u drugim skalama poput HV5, HRB, HB.

Uređaj se sastoji od postolja, mjerne glave i jedinice za očitavanje.



Slika 17. Dijelovi mjernog uređaja

Prije samog mjerenja uzorka, pristupilo se provjeri ispravnosti mjernog uređaja tj. internoj kontroli ispravnosti uređaja.

To je rađeno na način da je uzet etalon tvrdoće 61 ± 1 HRC i izmjerenu tvrdoća je uspoređena s tvrdoćom etalona. Izmjerena vrijednost iznosila je 61.2 HRC-a čime smo potvrdili ispravnost uređaja.



Slika 18. Interna provjera ispravnosti mjernog uređaja

Uzorak je postavljen na postolje mjernog uređaja i pričvršćen.



Slika 19. Primjer postavljanja uzorka na postolje mjernog uređaja

Nakon mjerenja površinske tvrdoće izmjerena površinska tvrdoća iznosila je 60 HRC-a (743 HV-a) što je zadovoljilo naša očekivanja i potvrdila ispravnost postupka ionitiranja.



Slika 20. Prikaz rezultata mjerenja

17. ZAKLJUČAK

U današnje vrijeme sve više dolaze do izražaja tehnologije koje omogućuju dobivanje visokih kvaliteta proizvoda, učinkovitosti, ekonomičnosti te utjecaja na okolinu. Postupak ionskog nitriranja zadovoljava sve kriterije i u ovom diplomskom radu on je bio razmatran.

Svrha ovog rada bila je upoznavanje sa tehnologijom ionskog nitriranja.

Treba napomenuti da je ionsko nitriranje nešto „finiji“ postupak u odnosu na plinsko nitriranje i da je to postupak nitriranja sa najvećim brojem utjecajnih parametara, a njihovom regulacijom mogu se postići različite vrijednosti. Ostali postupci nitriranja nemaju toliku mogućnost regulacije i utjecaja na proces nitriranja.

PRILOZI

- I. CD-R disc
- II. Tehnička dokumentacija

LITERATURA

- [1] P.Litić, K. Tucaković: Termokemijski postupci, Metalbiro Zagreb, 1981
- [2] K.Keller: Ionitriren, Steuerbare oberflächenverfeistigung durch Ionitrien, Klockner, Duisburg
- [3] www.elatec.thomasregister.com
- [4] B.lišić, M.Stupnišek, F.Cajner, T.Filetin:Toplinska obrada praktikum, FSB, Zagreb, 1991
- [5] Brošura tvrtke ; Eltro, Njemačka
- [6] Tablica tvrtke Plasma Ionic, Njemačka
- [7] M. Stupnišek, I. Esih, Bilješke s predavanja „Postupci modificiranja i presvlačenja površina“ šk.godina 1997/1998
- [8] M. Šantić: Osiguranje Kvalitete pri toplinskoj obradi metala, Diplomski rad, FSB, Zagreb,1998
- [9] V.Ivušić: Tribologija, FSB, Zagreb,1998

TEHNOLOŠKA KARTA IONSKOG NITRIRANJA

Datum	Broj nacрта:	Broj naloga
Kupac:		
Naziv dijela:		Broj komada:
Vrsta materijala:		
Temperatura procesa:		
Napon:		
Jakost struje:		
Tlak procesa:		
Protok plina:		
Korišten plin / mješavina plina:		
Ostale napomene i zahtjevi:		
Postupak izvršio:		Potpis:

[10]