

MIKROSTRUKTURA I SVOJSTVA DUPLEX (C + N) SLOJEVA

Radojka Marković, Andrijana Milinović

Prethodno priopćenje

U ovom radu provedeno je istraživanje otpornosti na trošenje duplex termodifuzijskih (C + N) slojeva u uvjetima erozijsko-korozijskog djelovanja. Za kombinirano otvrdnuće površine ugljikom i dušikom odabrana su dva niskougljična čelika za cementaciju C15E (Č1221) i 16MnCr5 (Č4320). Analizirana su svojstva termodifuzijskih slojeva: mikrostruktura, mikrotvrdoća, te erozijsko-korozijska postojanost. Da bi se mogla izvršiti kvantifikacija dobivenih duplex slojeva ispitivanje je provedeno i na cementiranim (C) i nitriranim (N) slojevima za obje vrste čelika. Istraživanje je pokazalo da otpornost na trošenje duplex (C + N) slojeva u 5 % otopini NaCl sa suspendiranim česticama SiO₂ nije bitno veća nego kod nitriranih slojeva, ali je u odnosu na cementirane slojeve znatno veća.

Ključne riječi: Duplex slojevi, cementacija, nitriranje, erozijsko-korozijsko trošenje

Microstructure and properties of duplex (C + N) layers

Preliminary notes

This paper presents an examination of the wear resistance of a duplex thermomdiffusion (C+N) layer in the erosion–corrosion conditions. Two low-carbon steels for carburizing C15E (Č1221) and 16MnCr5 (Č4320) have been selected for a combined surface hardening treatment with carbon and nitrogen. The microstructure, the microhardness and the erosion–corrosion wear resistance of the diffusion layers have been analyzed. In order to quantify the obtained duplex layer, the carburized (C) and nitrided layers on both steels have also been examined. The results of this examination have shown that the wear resistance of the duplex (C + N) layers in 5 % NaCl solution with suspended particles of SiO₂ is not significantly greater than the one of nitrided layers, but in comparison to carburized layers it is much greater.

Keywords: Duplex layers, carburizing, nitriding, erosion-corrosion wear resistance

1

Uvod

Introduction

Smanjenje trenja i trošenja putem modifikacije površina trenutno je jedno od glavnih pravaca triboloških istraživanja u svijetu. Tehnologije modifikacije površina intenzivno se razvijaju, ali su njihovo vrednovanje i racionalna primjena nemogući bez poznavanja kemijskih, strukturnih i triboloških karakteristika površinskih slojeva.

Termodifuzijska obrada je takva obrada pri kojoj se toplinskim i kemijskim djelovanjem mijenjaju kemijski sastav i struktura materijala, a time i poboljšavaju neka uporabna svojstva.

Tehnologija dvostrukih "duplex" površinskih slojeva obuhvaća primjenu dvaju termodifuzijskih postupaka za modifikaciju površinskog sloja, jednog koji osigurava dovoljno čvrstu "noseću" podlogu i drugog, koji daje dovoljno tvrd površinski sloj za smanjenje trošenja [1]. Kombinacijom različitih termokemijskih postupaka moguće je postići duplex slojeve koji će imati karakteristike obaju postupaka. Takvi slojevi mogu zadovoljiti kombinirane zahtjeve za poboljšanjem cijelog niza svojstava materijala, od mehaničkih do elektrokemijskih [2, 3, 4, 6].

Svrha je istraživanja bila istražiti mogućnost primjene površinskih duplex (C + N) slojeva, tj. cementiranih (C) + nitriranih (N) slojeva u uvjetima korozijsko-erozijskog djelovanja. Za ispitivanje su odabrane dvije vrste čelika za cementaciju: C15E (Č1221) i 16MnCr5 (Č4320).

2

Eksperimentalna istraživanja

Experimental researches

Eksperimentalna istraživanja duplex slojeva provedena

su na termodifuzijskim postupcima: cementacija (C) + nitriranje (N). Duplex postupci provedeni su na uzorcima dimenzija $\varnothing 16 \times 30$ mm na dvije vrste čelika za cementaciju: C15E i 16MnCr5. Kako kemijski sastav ima značajan utjecaj na kinetiku stvaranja duplex slojeva, za ovo istraživanje odabrani su ugljični i niskolegirani čelik za cementaciju. Kemijski sastav čelika naveden je u tablici 1.

Tablica 1 Kemijski sastav čelika
Table 1 Chemical composition of steels

Materijal	% C	% Si	% Mn	% Cr	% P	% S
C15E	0,13	0,18	0,43	-	0,018	0,016
16MnCr5	0,17	0,24	1,05	0,94	0,030	0,022

2.1

Cementirani slojevi

Carburized layers

Cementirani sloj postiže se pougličanjem površinskih slojeva, kaljenjem i niskotemperaturnim popuštanjem. Cementirani sloj karakterizira martenzitna mikrostruktura maksimalne tvrdoće 65 HRC, odnosno 800 HV [4]. Odavde slijedi povišena otpornost na trošenje površinskog sloja.

U ovom eksperimentu pougličanje je provedeno u krutom sredstvu za pougličanje KG6 proizvođača "Houghton". Uzorci $\varnothing 16 \times 30$ mm pakovani su u kutije načinjene od vatrootpornog lima. Parametri postupka cementacije biraju se prema kemijskom sastavu čelika. Poslije kaljenja cementiranih uzoraka provedeno je niskotemperaturno popuštanje na 160 °C s ciljem smanjenja zaostalih napetosti i povećanja žilavosti.

Za obje vrste čelika pougličanje je provedeno na temperaturi 920 °C u trajanju od 8 h.

Ostali parametri cementiranja prikazani su u tablici 2.

Tablica 2 Parametri postupka cementiranja
Table 2 Parameters of carburizing treatment

Materijal	Pougljičenje	Kaljenje	Popuštanje
C15E	920 °C / 8 sati	880 °C / 30 min / voda	160 °C / 60 min
16MnCr5	920 °C / 8 sati	820 °C / 30 min / voda	180 °C / 60 min

Tablica 3 Parametri postupka nitriranja
Table 3 Parameters of nitriding treatment

Materijal	Nitriranje TENIFER
C15E	580 °C / 4 sata / hlađenje u vodi
16MnCr5	580 °C / 4 sata / hlađenje u vodi

2.2

Nitrirani slojevi

Nitrided layers

Nitrirani slojevi postižu se na temperaturama između 500-600 °C u sredstvu koje otpušta dušik (N). Pri nitriranju nema strukturnih pretvorbi, pa su i zaostale napetosti i deformacije manje nego pri cementiranju. Nitriranje ima primjenu kod dijelova kompliciranog oblika zbog izbjegavanja deformacija, a od kojih se očekuje veća otpornost na trošenje i koroziju [4].

Tvrdoća zone spojeva, koja se pretežno sastoji od nitrida, postiže se vrijednost između 700 HV (nelegirani čelici) i 1200 HV (legirani čelici) [5]. U ovom istraživanju uzorci su nitrirani postupkom solnog nitriranja tj. TENIFER postupkom nitriranja koji je proveden uz dodatak

regeneratora REG 1 i TF 1 kao osnovne soli. Nitriranje je provedeno prema parametrima navedenim u tablici 3.

2.3

Duplex slojevi

Duplex layers

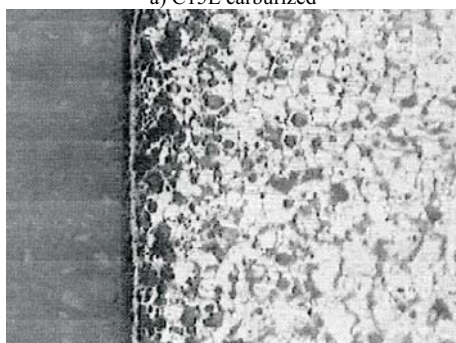
Za dobivanje duplex slojeva provedena su dva termodifuzijska postupka u nizu i to cementacija (C) + nitriranje (N). Parametri duplex postupka identični su parametrima pojedinačnih postupaka, a prikazani su u tablici 4.



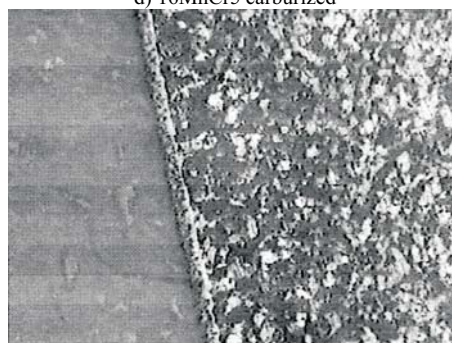
a) C15E cementiran
a) C15E carburized



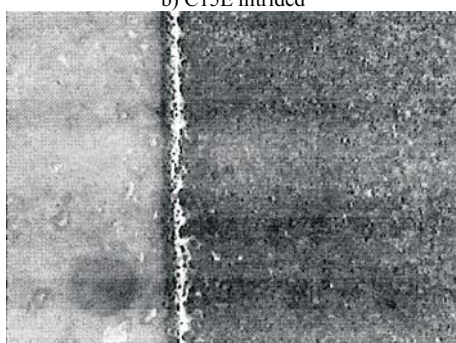
d) 16MnCr5 cementiran
d) 16MnCr5 carburized



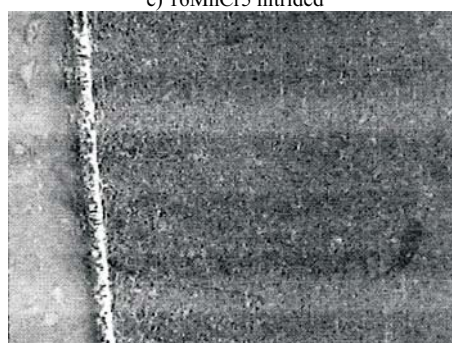
b) C15E nitriran
b) C15E nitrided



e) 16MnCr5 nitriran
e) 16MnCr5 nitrided



c) C15E cementiran i nitriran
c) C15E carburized and nitrided



f) 16MnCr5 cementiran i nitriran
f) 16MnCr5 carburized and nitrided

Slika 1 Mikrostrukture slojeva, povećanje 100 ×
Figure 1 Microstructure of layers, 100 × magnification

Tablica 4 Parametri duplex postupka
Table 4 Parameters of duplex treatment

C15E		16MnCr5	
CEMENTACIJA Pougljičenje 920 °C / 8 sati Kaljenje 880 °C / 30 min / hlađenje u vodi Popuštanje 160 °C / 60 min	NITRIRANJE 580 °C / 4 sata / hlađenje u vodi	CEMENTACIJA Pougljičenje 920 °C / 8 sati Kaljenje 820 °C / 30 min / hlađenje u vodi Popuštanje 180 °C / 60 min	NITRIRANJE 580 °C / 4 sata / hlađenje u vodi

3

Rezultati ispitivanja i analiza rezultata

Results of research and analysis of results

3.1

Mikrostruktura slojeva

Microstructure of layers

Nakon provedenih termodifuzijskih postupaka izvršena je metalografska analiza uzoraka, a mikrostrukture postignutih za materijale C15E i 16MnCr5, povećane 100 puta prikazne su na slici 1 (a - C15E cementiran, b - C15E nitriran, c - C15E cementiran i nitriran, d - 16MnCr5 cementiran, e - 16MnCr5 nitriran te f - 16MnCr5 cementiran i nitriran).

3.2

Ispitivanje mikrotvrdoće

Microhardness testing

Mikrotvrdoća termodifuzijskih slojeva mjerena je na tvrdomjeru Durimet, metodom Vickers s opterećenjem 0,2 × 9.81 N (HV 0,2). Rezultati izmjerenih tvrdoća prikazani su dijagramima na slici 2.

Mjerenjem mikrotvrdoća na poprečno prerezanim uzorcima određene su debljine postignutih slojeva. Cementiranjem je na obje vrste čelika dobiven sloj debljine 80 - 110 μm. Nitriranjem TENIFER postupkom na uzorcima dobiven je tanki jednoliki nitrirani sloj prosječne debljine 5 μm. Nakon provedenog duplex postupka ukupna debljina sloja iznosila je 85 - 125 μm.

3.3

Ispitivanje erozijsko-korozivne postojanosti

Erosion-corrosion resistance testing

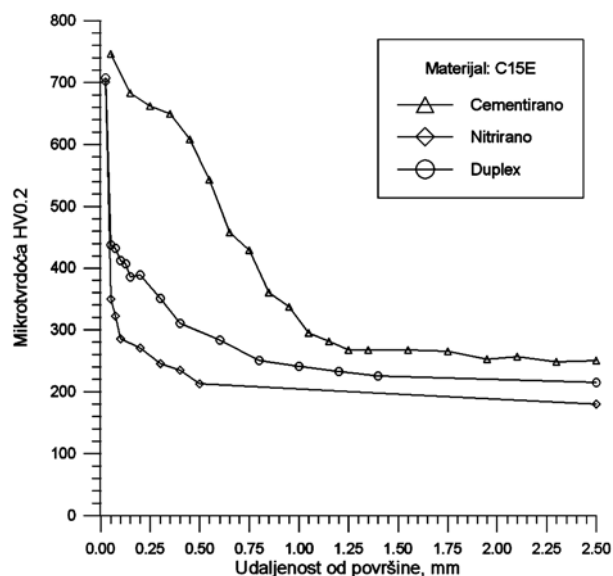
Ispitivanje erozijsko-korozivne postojanosti provedeno je na uređaju koji je izrađen prema normama za ovakvu vrstu ispitivanja [7]. Posuda je izrađena od polietilena visoke gustoće. U posudu je smještena vertikalna osovinica s četiri kraka koji na krajevima imaju držače uzoraka.

Osovinica je preko prijenosnog mehanizma spojena s elektromotorom nazivne snage 2,2 kW koji je pokreće.

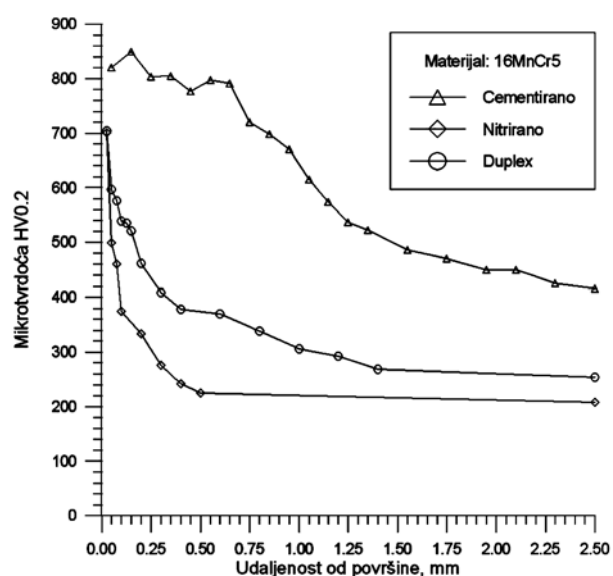
Mješač se nalazi na donjem kraju osovine i osigurava homogenost pri miješanju erozijsko-korozivnog medija. Erozijsko-korozivni medij u kojem je provedeno ispitivanje sastojao se od 3 litre destilirane vode, 150 grama NaCl i 250 grama kremenog pijeska (SiO₂) granulacije do 0,8 mm.

Uzorci za ispitivanje bili su dimenzija Ø16 × 30 mm.

Prije stavljanja u komoru uzorcima su izmjerene njihove početne mase. Mase su mjerene analitičkom vagom Mettler H3 11 točnosti 10⁻⁴ g.



a) Na čeliku C15E
a) On steel C15E



b) Na čeliku 16MnCr5
b) On steel 16MnCr5

Slika 2 Mikrotvrdoće termodifuzijskih slojeva
Figure 2 Microhardnesses of thermodiffusion layers

Ispitivanje je provedeno u tri ciklusa po 24 sata uz čišćenje i mjerenje mase uzoraka nakon svakog ciklusa [7].

Na osnovu mjerenja masa uzoraka, prema izrazu (1) su izračunate prosječne brzine trošenja nakon sva tri ciklusa. Dobiveni rezultati prikazani su u tablici 5.

$$v_t = \frac{m_1 - m_2}{S \cdot (t_2 - t_1)} = \frac{\Delta m}{S \cdot \Delta t} \quad (1)$$

gdje je:

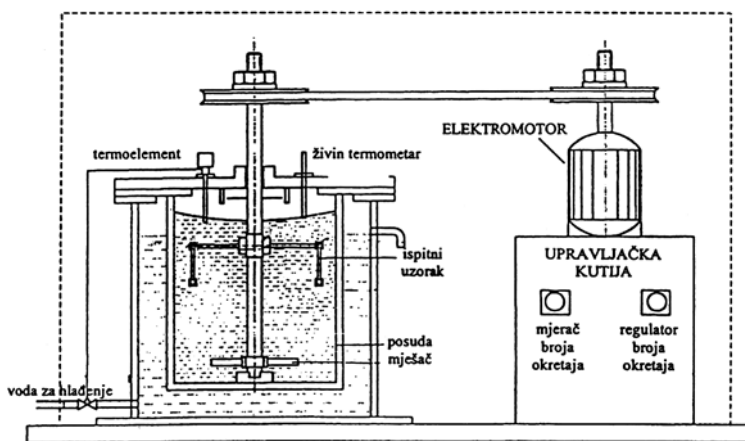
v_t – prosječna brzina trošenja, mg/(cm²·d)

m_1 – masa uzorka prije ispitivanja, g

m_2 – masa uzorka nakon ispitivanja i čišćenja, g

$t = t_2 - t_1$, trajanje ispitivanja, dan (d)

S – površina uzorka izložena erozijsko-korozivnom djelovanju, cm²

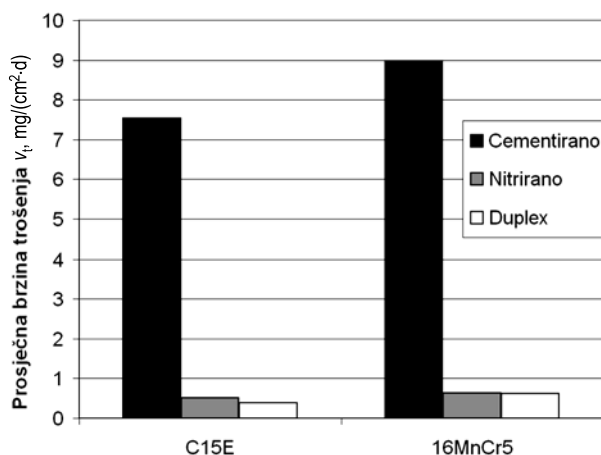


Slika 3 Shema uređaja za erozijsko-korozijsko ispitivanje [7]

Figure 3 Scheme of erosion – corrosion testing device [7]

Tablica 5 Prosječne brzine trošenja nakon tri ciklusa
Table 5 Average wear values after three cycles

Materijal	Termokemijski postupak	Prosječna brzina trošenja v_t , mg/(cm ² ·d)
C15E	Cementiranje	7,5351
	Nitriranje	0,5079
	Cementiranje + nitriranje	0,3860
16MnCr5	Cementiranje	8,9755
	Nitriranje	0,6368
	Cementiranje + nitriranje	0,6132



Slika 4 Histogramski prikaz prosječnih brzina trošenja nakon tri ciklusa
Figure 4 Bar chart of average wear values after three cycles

Prosječne brzine trošenja nakon sva tri ciklusa histogramski su prikazane na slici 4.

Na slici 4 se može vidjeti da su najveću brzinu trošenja u erozijsko-korozijskim uvjetima imali cementirani slojevi na obje vrste čelika. Pri istim uvjetima trošenja nitrirani i duplex slojevi imali su puno bolju otpornost. Uspoređujući nitrirane i duplex slojeve vidi se da nema bitne razlike u njihovoj otpornosti pa se može zaključiti da u uvjetima erozijsko-korozijskog trošenja u 5 % otopini NaCl sa suspendiranim česticama SiO₂ nema potrebe ići na C + N duplex postupak.

4

Zaključak

Conclusion

Rezultati ispitivanja duplex slojeva uspoređeni su s rezultatima ispitivanja slojeva dobivenih pojedinačnim

toplinskim obradama cementiranja i nitriranja.

Debljina slojeva dobivenih cementiranjem na obje vrste čelika je iznosila 80-110 μm. Tvrdoća cementiranih slojeva iznosila je prosječno oko 800 HV 0,2.

Nitriranjem TENIFER postupkom na uzorcima je dobiven jednoliki tanki nitrirani sloj prosječne debljine 5 μm. Tvrdoće nitriranih slojeva iznosile su oko 700 HV 0,2 na obje vrste čelika.

Analizom nitriranih slojeva dobivenih duplex postupkom (cementiranje + nitriranje) i postupkom nitriranja nisu uočene bitne razlike. Pomoću oba postupka dobiveni su jednoliki nitrirani slojevi približno istih debljina. Razlika nije uočena ni kod mjerenja mikrotvrdoća tih slojeva. Kod uzoraka tretiranih duplex postupkom u području ispod nitriranog sloja uočeno je povećanje mikrotvrdoće zbog prisutnosti pougljičenog sloja.

Ispitivanje erozijsko-korozijskog trošenja u 5 % otopini NaCl sa suspendiranim česticama SiO₂ pokazalo je da C + N duplex slojevi imaju veću otpornost na trošenje u odnosu na cementirane slojeve, a približno jednaku nitriranim slojevima. Budući da u ispitivanim uvjetima C + N duplex slojevi nisu pokazali prednost u odnosu na nitrirane slojeve, opći je zaključak da se u takvim uvjetima neće ni primjenjivati.

5

Literatura

References

- [1] Liščić, B. Inženjerstvo površina. // Strojarstvo. 35, 5,6(1993), str. 237-244.
- [2] Gidikova, N. Vanadium boride coatings on steel. // Materials Science and Engineering A. 278, 1(1999), str. 181-186.
- [3] Atik, E.; Yunker, U.; Meriç, C. The effects of conventional heat treatment and boronizing on abrasive and wear corrosion of SAE 1010, SAE 1040, D2 and 304 steels. // Tribology International. 36, 3(2003), str. 155-161.
- [4] Maragoudakis, N. E.; Stergioudis, G.; Omar, H.; Pavlidou, E.; Tsiapas, D. N. Boro-nitriding of steel US 37-1. // Materials Letters. 57, 4(2002), str. 949-952.
- [5] Filetin, T.; Grilec, K. Postupci modificiranja i prevlačenja površina, priručnik za primjenu. Hrvatsko društvo za materijale i tribologiju, Zagreb, 2004., str. 45-60.
- [6] Kulka, M.; Pertek, A. Characterization of complex (B + C + N) diffusion layers formed on chromium and nickel-based low-carbon steel. // Applied Surface Science. 218, 1-4(2003), str. 114-123.
- [7] Aračić, S. Erozijska korozija konstrukcijskih metala u fluidima naftne industrije. Doktorska disertacija, Fakultet

kemijskog inženjerstva i tehnologije, Sveučilište u Zagrebu, Zagreb, 1998.

- [8] Sen, S.; Ozbek, I.; Sen, U.; Bindal, C. Mechanical behavior of borides formed on borided cold work steel. // Surface and Coatings Technology. 135, 2-3(2001), str. 173-177.

Adrese autora

Authors' Addresses

Mr. sc. Radojka Marković

Strojarski fakultet
Trg I. B. Mažuranić 2
HR-35000 Slavonski Brod
www.sfsb.hr
radojka.markovic@sfsb.hr

Andrijana Milinović, dipl. ing. stroj.

Strojarski fakultet
Trg I. B. Mažuranić 2
HR-35000 Slavonski Brod
www.sfsb.hr
andrijana.milinovic@sfsb.hr

Montréal

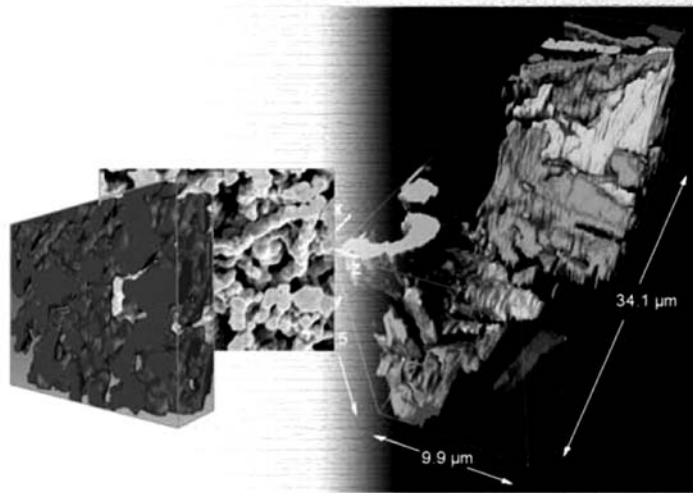
AES - ATEMA' 2009

Sponsored by AES Technical Reviews International Journal Series (ISSN 1915-5409 & ISBN 0-9780479)

Canada

Third International Conference on Advances and Trends in Engineering Materials and their Applications

McGill University Redpath Museum Amphi Theatre
Montréal, Canada
July 6 - 10, 2009



Host and Chair:

Professor Dr. Y. M. Haddad, P. Eng.

Dept. of Mechanical Engineering
University of Ottawa
Ottawa, Canada K1N 6N5
Tel. +1-613-562-5620
yhaddad@uottawa.ca
haddad@genie.uottawa.ca

<http://www.genie.uottawa.ca/~haddad/AES-ATEMA2009-MONTREAL-CANADA.pdf>