

# Prilog razvoju bestrujnoga postupka otvrdnjavanja površine nehrađajućeg čelika

---

**Maretić, Mauro**

**Doctoral thesis / Disertacija**

**2017**

*Degree Grantor / Ustanova koja je dodijelila akademski / stručni stupanj:* **University of Rijeka, Faculty of Engineering / Sveučilište u Rijeci, Tehnički fakultet**

*Permanent link / Trajna poveznica:* <https://um.nsk.hr/um:nbn:hr:190:975147>

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

*Download date / Datum preuzimanja:* **2025-02-24**



*Repository / Repozitorij:*

[Repository of the University of Rijeka, Faculty of Engineering](#)



SVEUČILIŠTE U RIJECI  
TEHNIČKI FAKULTET

Mauro Maretić

**PRILOG RAZVOJU BESTRUJNOGA  
POSTUPKA OTVRDNJAVANJA  
POVRŠINE NEHRĐAJUĆEG ČELIKA**

DOKTORSKA DISERTACIJA

Rijeka, 2017.

SVEUČILIŠTE U RIJECI  
TEHNIČKI FAKULTET

Mauro Maretić

**PRILOG RAZVOJU BESTRUJNOGA  
POSTUPKA OTVRDNJAVANJA  
POVRŠINE NEHRĐAJUĆEG ČELIKA**

DOKTORSKA DISERTACIJA

Mentor: red. prof. dr. sc. Božo Smoljan

Komentor: doc.dr.sc. Dario Iljkić

Rijeka, 2017.

UNIVERSITY OF RIJEKA  
FACULTY OF ENGINEERING

Mauro Maretić

**CONTRIBUTION TO THE DEVELOPMENT  
OF ELECTROLESS PROCESS OF  
HARDENING STAINLESS STEEL SURFACE**

DOCTORAL THESIS

Rijeka, 2017.

Mentor rada: Prof. dr. sc. Božo Smoljan

Komentor rada: Doc. dr. sc. Dario Iljkić

Doktorski rad obranjen je dana \_\_\_\_\_ na  
Tehničkom fakultetu Sveučilišta u Rijeci, pred povjerenstvom u sastavu:

1. Doc .dr. sc. Sunčana Smokvina Hanza – predsjednica
2. Prof. dr. sc. Božo Smoljan – član, mentor
3. Izv. prof. dr. sc. Vojteh Leskovšek – član (IMT Ljubljana)



## **Zahvale**

Veliku zahvalnost na vođenju istraživanja tijekom doktorskog studija te ukazanoj pomoći i savjetima tijekom izrade doktorskog rada dugujem mentoru profesoru Boži Smoljanu. Zahvaljujem se docentu Dariju Iljkiću, profesorici Loreti Pomenić i profesoru Vojtuhu Leskovšeku na savjetima i pomoći koju su mi pružali tijekom studija i tijekom izrade rada. Zahvaljujem se profesoru Bojanu Podgorniku s Inštituta za kovinske materiale in tehnologije, Ljubljana što mi je pružio veliku pomoć pri analizi uzoraka. Posebnu zahvalnost na pomoći i strpljenju dugujem Vedrani Grozdanić, Tei Zubin, Josipi Bilić, Davoru Mandiću iz Centra za istraživanje materijala Istarske županije METRIS. Zahvaljujem se Mateju Fonoviću sa Max Planck Institute for Intelligent Systems. Veliku zahvalnost dugujem djelatnicima Galvanizacije Lovrić iz Pule, posebno Iliji Lovriću i Janezu Dravecu. Zahvaljujem se gospodinu Klemenčiču iz Hidrie Aet Tolmin. U mojoj zahvali nezaobilazni su Sandra Balde iz Tehničke škole Pula i Klaudio Balde. Ovaj rad je sufinancirala Hrvatska zaklada za znanost projektom 5371, pod nazivom Optimisation and modelling of thermal processes of materials. Ovaj rad je sufinanciralo Sveučilište u Rijeci projektom 13.09.1.1.02., pod nazivom Računalno optimiranje parametara termalnih procesa obrade metala.

## Sažetak

Povećanje tvrdoće površine austenitnog čelika postupkom bestrujnoga nanošenja Ni-P prevlake, uz postizanje adekvatne adhezivnosti prevlake, zahtjevan je zadatak inženjerstva površina. Cilj ovog istraživanja bio je proširenje dosadašnjih spoznaja u području bestrujnoga niklanja te proširenje spoznaja o samoj Ni-P prevlaci, sa svrhom poboljšanja svojstava nanosene prevlake i razvoja postupka bestrujnoga nanošenja Ni-P prevlake na austenitni čelik.

Osnovna razlika postupka bestrujnoga niklanja i ostalih galvanskih postupaka je u tome što se postupak bestrujnoga niklanja izvodi bez korištenja izvora električne struje, uranjanjem supstrata u elektrolit, pri čemu dolazi do disocijacije površinskih atoma supstrata, uz istovremenu disocijaciju elektrolita. Prevlaka se stvara vezivanjem kationa nikla iz elektrolita sa negativno nabijenom površinom supstrata.

Provedena opsežna teorijska i eksperimentalna istraživanja dovela su do novih saznanja koja su omogućila optimizaciju tehnološkog procesa postupka bestrujnoga nanošenja Ni-P prevlake na osnovni materijal – austenitni čelik oznake X5CrNiMo17-12-2 (HRN EN). U ovom radu po prvi puta predložena je aktivacija površine austenitnog čelika dodavanjem aluminijske elektrode u procesu bestrujnoga niklanja austenitnog nehrđajućeg čelika. Na taj način izostavljena je aktivacija površine austenitnog čelika „nickel strike“ postupkom stvaranja tankog sloja nikla na površini, što u dosadašnjoj praksi nije bilo moguće.

Također, utvrđeni su optimalni parametri postupka toplinske obrade, kojima se poboljšava adhezivnost nanosene Ni-P prevlake, dok su analizom mikrostrukture ustanovljene promjene u mikrostrukтури koje poboljšavaju adhezivnost nanosene prevlake.

Uz adekvatna svojstva prevlake, za potrebe industrijske proizvodnje bitna je i cijena tehnološkog postupka nanošenja prevlake. Razvijeni tehnološki proces nanošenja Ni-P prevlake na austenitni čelik aktivacijom površine čelika aluminijskom elektrodom proširio je spektar tehnoloških procesa nanošenja Ni-P prevlake i dao veću mogućnost odabira ekonomičnijeg postupka u procesu proizvodnje, ovisno o vrsti proizvodnje i obliku izradaka, što za posljedicu ima veću konkurentnost proizvođača na tržištu.

Ovim istraživanjima otvoreni su novi horizonti u razvoju postupaka bestrujnoga nanošenja Ni-P prevlaka na austenitni čelik te doneseni zaključci koji mogu utjecati na poboljšanje postupka bestrujnoga nanošenja Ni-P prevlake, kao i na ekonomičniju proizvodnju.



## **Abstract**

Hardening of austenitic stainless steel surface by electroless deposition of Ni-P coating and achieving its adequate adhesion is a demanding task of surface engineering. Widening of the existing knowledge of electroless nickel plating and knowledge regarding Ni-P layer itself, with purpose of improvement of properties of the deposited layer and development of the electroless Ni-P plating process, was the main goal of this research. In comparison to other galvanic processes, electroless nickel plating is performed with no electricity source used, by immersion of material in the electrolyte which causes dissociation of material's surface atoms and electrolyte dissociation at the same time. Coating is created by nickel cations from electrolyte, which are binding to the negatively charged material surface.

By theoretical and experimental research, new findings, which enabled optimization of technological process of electroless Ni-P plating of the base material – X5CrNiMo17-12-2 (HRN EN) austenitic stainless steel, have been found. In this thesis, activation of the surface of the austenitic steel by adding an aluminum electrode in the electroless nickel plating has been proposed for the first time. In this way, activation of the surface by nickel strike method of producing a thin nickel layer on the surface has been left out, which was not possible in practice so far.

Optimal parameters of heat treatment which increase adhesion of deposited Ni-P coating have been determined and by analysis of microstructure, microstructural changes which increase adhesion of the deposited layer have been determined as well.

For the industrial purpose, except adequate mechanical properties of the coating, cost of technological process of deposition is important as well. Developed technological process of deposition of Ni-P coating on the austenitic steel by activation of the steel surface using aluminum electrode has expanded the range of available technological processes of deposition of Ni-P coating, and has given the greater possibility of choosing more economical production procedure, depending on the production type and specimen shape. Consequently, it gives greater competitiveness to manufacturers.

By this research, new horizons in the development of electroless deposition of Ni-P coating on the austenitic steel have been opened. Conclusions of this research improve process and cost effectiveness of production of these coatings.

## **Ključne riječi:**

- bestrujno niklanje
- Ni-P prevlaka
- tvrdoća
- adhezija
- austenitni čelik
- kemijska analiza
- supstrat

## **Keywords:**

- electroless nickel
- Ni-P coating
- hardness
- adhesion
- austenitic steel
- chemical analysis
- substrate

# Sadržaj

1.	UVOD.....	1
1.1.	Predmet, svrha i ciljevi istraživanja.....	1
1.2.	Znanstvena hipoteza i metodologija rješenja.....	3
1.3.	Očekivani znanstveni doprinos i primjena rezultata istraživanja .....	4
1.4.	Struktura doktorske disertacije .....	4
2.	PREGLED STANJA ZNANJA I POSTOJEĆIH ISTRAŽIVANJA .....	6
2.1.	Postupak bestrujnoga nanošenja Ni-P prevlake.....	6
2.2.	Legirana prevlaka nikla i fosfora (Ni-P prevlaka).....	9
2.2.1.	Struktura Ni-P prevlaka.....	9
2.2.2.	Mehanička svojstva Ni-P prevlaka.....	11
2.2.3.	Fizikalna svojstva Ni-P prevlaka .....	23
3.	NANOŠENJE Ni-P PREVLAKE NA AUSTENITNI ČELIK .....	26
3.1.	Priprema uzoraka .....	26
3.2.	Čimbenici koji utječu na nastajanje Ni-P prevlake.....	28
3.3.	Ujednačenost prevlake .....	30
3.4.	Otpornost Ni-P prevlake na koroziju .....	31
3.5.	Primjena bestrujnoga niklanja za potrebe stvaranja višeslojnih prevlaka .....	34
4.	OPTIMIZACIJA BESTRUJNOGA POSTUPKA NANOŠENJA Ni-P PREVLAKE NA NEHRĐAJUĆI ČELIK .....	39
4.1.	Metode ispitivanja.....	39
4.2.	Uzorak za istraživanje bestrujno nanese Ni-P prevlake.....	41
4.3.	Kemijska analiza supstrata.....	42
4.4.	Postupci bestrujnoga niklanja supstrata od austenitnog čelika X5CrNiMo17-12-2. 45	
4.5.	Bestrujno niklanje uranjanjem uzorka .....	47
4.6.	Bestrujno niklanje uzorka nehrđajućeg čelika X5CrNiMo17-12-2 sa kratkotrajnom inicijacijom .....	48
4.6.1.	Rezultati analize Ni-P prevlake toplinski neobrađenog uzorka .....	50
4.6.2.	Rezultati analize Ni-P prevlake toplinski obrađenog uzorka pri 400 °C .....	60
4.6.3.	Rezultati analize Ni-P prevlake uzorka toplinski obrađenog pri 500 °C .....	68
4.7.	Bestrujno niklanje uzorka nehrđajućeg čelika X5CrNiMo17-12-2 sa dugotrajnom inicijacijom .....	79
4.7.1.	Rezultati analize Ni-P prevlake toplinski neobrađenog uzorka .....	80

4.7.2.	Rezultati analize Ni-P prevlake toplinski obrađenog uzorka pri 100 °C .....	88
4.7.3.	Rezultati analize Ni-P prevlake toplinski obrađenog uzorka pri 200 °C .....	96
4.7.4.	Rezultati analize Ni-P prevlake toplinski obrađenog uzorka pri 300 °C .....	104
4.7.5.	Rezultati analize Ni-P prevlake toplinski obrađenog uzorka pri 400 °C .....	112
4.7.6.	Rezultati analize Ni-P prevlake toplinski obrađenog uzorka pri 500 °C .....	121
5.	DISKUSIJA REZULTATA .....	129
6.	ZAKLJUČAK.....	136
	Popis literature.....	138
	Popis slika .....	142
	Popis tablica .....	149
	Popis oznaka i simbola .....	151
	Životopis.....	152
	Popis objavljenih radova .....	153

## 1. UVOD

### 1.1. Predmet, svrha i ciljevi istraživanja

Povećanje tvrdoće površine austenitnog čelika HRN EN X5CrNiMo17-12-2 (AISI 316) postupkom bestrujnoga nanošenja Ni-P prevlaka zahtjevan je zadatak inženjerstva površina. Pojednostavljenje tehnološkog postupka bestrujnoga nanošenja Ni-P prevlaka predstavlja veliki izazov industrijske proizvodnje u cilju jeftinije proizvodnje, a time i veće konkurentnosti. Zbog brojnih nepoznanica koje su još uvijek prisutne u teoriji postupka bestrujnoga nanošenja prevlaka, svaki novi doprinos u stjecanju novih saznanja je dragocjen. Cilj ovog istraživanja je proširenje dosadašnjih spoznaja u području bestrujnoga niklanja te proširenje spoznaja o samoj Ni-P prevlaci, sa svrhom poboljšanja svojstava nanese prevlake. Istraživanje će se odvijati u sljedećim smjerovima:

- mijenjanje uvjeta kojima se uzorci uranjaju u kupelj,
- primjena toplinske obrade nakon nanošenja prevlake,
- ispitivanje mikrostrukture i svojstava prevlaka.

Tema ove doktorske disertacije vrlo je aktualna i pogodna za istraživanje.

Optimizacijom tehnološkog procesa postupka bestrujnoga nanošenja prevlake optimizira se i sama Ni-P prevlaka. Optimizacijom Ni-P prevlake povećat će se njezina tvrdoća, kao i adhezija između prevlake i supstrata od austenitnog čelika. Povećanje adhezije između bestrujno nanese Ni-P prevlake i austenitnog čelika je osnova za povećanje tvrdoće prevlake.

Uzimajući u obzir dosadašnje spoznaje o tehnološkom procesu bestrujnoga niklanja površine austenitnog čelika, uočena je potreba za novim istraživanjima u pogledu pojednostavljenja tehnološkog procesa.

Istraživanje će se odvijati u tri dijela. U prvom dijelu rada istraživanje će se temeljiti na znanstvenim istraživanjima te analizi dosadašnjih spoznaja vezanih za dobivanje tvrdih Ni-P slojeva. U drugom dijelu, istraživanje će se temeljiti na optimizaciji tehnološkog procesa nanošenja Ni-P prevlaka te parametara toplinske obrade. U trećem dijelu rada ispitivat će se mehanička svojstva i analizirati kemijski sastav Ni-P prevlaka.

Kod bestrujnoga nanošenja Ni-P prevlake pripremi površine supstrata pridaje se velika pažnja. Kvalitetna priprema površine temelj je kvalitetne adhezije između supstrata i Ni-P prevlake (Baudrand, 1994). Da bi se postigla dobra adhezija, površinska hrapavost mora biti što manja. Stoga je elektropoliranje bolje od mehaničkog poliranja, jer se elektropoliranjem površinska

hrapavost smanji više nego mehaničkim poliranjem te nema trenja kojim se može oštetiti struktura na površini supstrata. Elektropoliranje nehrđajućih čelika odvija se u kupelji od fosforne kiseline, gdje je nehrđajući čelik anoda, a bakar katoda. Proces se odvija pod naponom od 12 V istosmjernje struje (Davis J.R., 1994).

Površine legura željeza pripremaju se alkalijskim odmašćivanjem, elektroodmašćivanjem i aktivacijom površine (Baudrand, 1994). Cilj pripreme je odstranjivanje štetnih sadržaja sa površine supstrata, npr. soli, nečistoća, korozivskih produkata, oksida, itd. Alkalijskim odmašćivanjem mogu se ukloniti ostaci prethodnih obrada i rukovanja (Qi, 2013). Maksimalna temperatura koja je preporučena za alkalijsko odmašćivanje iznosi od 60°C do 80°C (Baudrand, 1994). Elektroodmašćivanjem uklanjaju se nečistoće koje se nisu uspjele ukloniti alkalijskim čišćenjem, kao što su ostaci ulja, otisaka prstiju, ostaci soli koji su pod pritiskom otisnuti u površinu i nečistoće koje se nalaze u poroznim mjestima na površini supstrata. Elektroodmašćivanje je postupak u kojem je supstrat uronjen u kupelj. Elektroodmašćivanje može biti anodno, katodno i periodički reverzibilno. Kod anodnog odmašćivanja, kada je supstrat spojen na pozitivni izvor električne struje, površina supstrata se vrlo uspješno oslobađa soli. Kod katodnog elektroodmašćivanja supstrat je spojen na negativni izvor električne struje, no ovaj postupak nema širu primjenu jer se na površini supstrata taloži prljavština i oslobađa vodik. Kod periodički reverzibilnog elektroodmašćivanja koristi se kombinacija anodnog i katodnog elektroodmašćivanja, naizmjeničnom promjenom polariteta supstrata (Nabil Zaki, 2009). Za austenitne čelike preporučuje se periodički reverzibilno elektroodmašćivanje sa barem tri promjene smjera (katoda/anoda), s time da se proces završi kada je supstrat spojen kao anoda. Preporučuje se napon od 6 V i gustoća struje 3-5 A/dm<sup>2</sup> u trajanju od 60-120 s. Aktivacija površine odvija se neposredno prije nanošenja Ni-P prevlake, a služi za skidanje površinskog sloja oksida. Preporučuje se uranjanje supstrata u 30 %-tnu klorovodičku kiselinu u trajanju od 60 s (Baudrand, 1994).

Kod pojedinih materijala, kao što su ugljični čelici, kako bi se ostvarila kvalitetna adhezija između supstrata i Ni-P prevlake, dovoljno je kvalitetno odmastiti i aktivirati površinu. Međutim, nehrđajući austenitni čelici takvom pripremom ne uspijevaju ostvariti kvalitetnu adheziju između supstrata i Ni-P prevlake. Da bi se uspjela nanijeti Ni-P prevlaka, nakon aktivacije površine provodi se postupak „nickel strike“, kojim se na površinu supstrata nanosi tanki sloj nikla, na koji se kvalitetno veže bestrujno nanosena Ni-P prevlaka. „Nickel strike“ je postupak elektrodepozicijskog nanošenja tankog sloja nikla. Postupak se odvija u kupelji u kojoj je austenitni čelik katoda, a nikal anoda (Baudrand, 1994; Hajdu, 1990). Preporučene

kupelji jesu „woods nickel strike“ i „nickel sulfamate strike“. „Woods nickel strike“ je kupelj koja sadrži 240 g/l niklovog klorida i 250 ml/l klorovodične kiseline. Gustoća struje iznosi 2-10 A/dm<sup>2</sup>, a vrijeme nanošenja 30-120 s, na sobnoj temperaturi. „Nickel sulfamate strike“ je kupelj koja sadrži 165-325 g/l niklovog sulfamata, 35-75 g/l nikla, 30-34 g/l borne kiseline, 20 g/l sulfaminske kiseline pH vrijednosti 1 do 1,5 i 12 ml/l klorovodične kiseline. Gustoća struje iznosi 1-10 A/dm<sup>2</sup>, vrijeme nanošenja 30-60 s, a pH kupelji 0,8-1,5, na sobnoj temperaturi. „Nickel strike“ se preporučuje prilikom pripreme za bestrujno nanošenje Ni-P prevlake kod čelika koji sadrže više od 1,5 % kroma ili nikla, kod cementiranih i nitriranih čelika, kod nehrđajućih čelika (Baudrand, 1994) te kod legura nikla (Hajdu, 1990).

## 1.2. Znanstvena hipoteza i metodologija rješenja

Iz dosadašnjih spoznaja jasno je da je adhezija između bestrujno nanosene Ni-P prevlake i supstrata od austenitnog čelika osnovni problem bestrujnoga nanošenja Ni-P prevlake. Nadalje, neophodno je i pojednostavljenje tehnološkog procesa u svrhu smanjenja cijene proizvodnje, a time i povećanja konkurentnosti na tržištu. Uspješnim povećanjem adhezije i smanjenja troškova proizvodnje, moguće je povećati interes za tehnologiju bestrujnoga nanošenja Ni-P prevlake na austenitni čelik, čime bi i profitabilnost te tehnologije bila veća.

U svakom postupku inženjerstva površina pravilnim odmašćivanjem i aktivacijom površine značajno se utječe na kvalitetu površinskih slojeva. Uz to, u dosadašnjim postupcima bestrujnoga nanošenja Ni-P prevlake na austenitni čelik, postupak „nickel strike“ predstavlja nezaobilazan korak prije bestrujnoga niklanja. Iz ovog proizlazi i hipoteza rada da se aktivacijom površine dodavanjem aluminijske elektrode u procesu bestrujnoga niklanja austenitnog nehrđajućeg čelika može postići Ni-P prevlaka dobre adhezivnosti te izostaviti „nickel strike“ postupak elektrodepozicijskog nanošenja nikla na površinu austenitnog čelika. Adhezivnost nanosene Ni-P prevlake dodatno se može poboljšati adekvatnim postupkom toplinske obrade.

Pri bestrujnome postupku otvrdnjavanja površine nehrđajućeg čelika, nakon odmašćivanja i aktivacije površine, austenitni čelik će se uranjati u kupelj za bestrujno niklanje, gdje će biti u kontaktu s aluminijskom elektrodom. Na taj će se način izbjeći „nickel strike“ operacija. Nakon toga, uzorci će se dodatno toplinski obrađivati pri različitim temperaturama.

Mikrostruktura, tvrdoća, adhezija i kemijski sastav nanesenih Ni-P prevlaka na supstratu od nehrđajućeg čelika ispitat će se eksperimentalnim metodama, pomoću svjetlosnog mikroskopa, elektronskog pretražnog mikroskopa, rendgenskom difrakcijom te tvrdomjerom.

Usporedbom i analizom dobivenih rezultata zaključit će se o kvaliteti Ni-P prevlaka i o parametrima toplinske obrade kojima se postižu najbolja svojstva Ni-P prevlake.

### **1.3. Očekivani znanstveni doprinos i primjena rezultata istraživanja**

Bolje razumijevanje adhezije Ni-P prevlaka predstavljao bi značajan znanstveni doprinos u području inženjerstva površina. Direktnim nanošenjem Ni-P prevlake na površinu austenitnog čelika mogle bi se proširiti spoznaje o adheziji, a time i otvoriti nove mogućnosti daljnjih istraživanja o nanošenju Ni-P prevlake na površinu austenitnog čelika. Nadalje, rezultati istraživanja mogli bi utjecati na rezultate istraživanja nanošenja Ni-P prevlake na površine drugih materijala, kao i na rezultate bestrujnoga nanošenja ostalih prevlaka, npr. zlatnih i bakrenih prevlaka.

Budući da su se provedenim istraživanjem ispitivali uvjeti uranjanja austenitnog čelika u kupelj, istraživanje bi se moglo proširiti na istraživanja same kupelji. Moguće bi bilo razvijati kemijski sastav kupelji, koji bi omogućavao direktno nanošenje Ni-P prevlake na površinu austenitnog čelika.

Postupak bestrujnoga niklanja ima veliku mogućnost primjene u proizvodnji strojnih dijelova složenog oblika jer se tim postupkom na supstratu od nehrđajućeg čelika dobiva Ni-P prevlaka ujednačene debljine. Također, bilo da se radi o pojedinačnoj, maloserijskoj ili serijskoj proizvodnji, postupkom bestrujnoga niklanja preskače se „nickel strike“ operacija što značajno smanjuje vrijeme i troškove proizvodnje.

### **1.4. Struktura doktorske disertacije**

Doktorska disertacija sastoji se od šest poglavlja.

U prvom poglavlju prikazani su predmet, svrha i ciljevi istraživanja. Nadalje postavljena je znanstvena hipoteza i metodologija rješenja. Prikazani su očekivani znanstveni doprinos i primjena rezultata istraživanja te struktura doktorske disertacije.

U drugom poglavlju opisan je princip bestrujnog nanošenja nikla te su opisane kupelji u kojima se postupak provodi. Kao i svaki postupak, tako i ovaj ima svoje nedostatke poput skupih



kemikalija, krtosti prevlaka i dugotrajnosti postupka. Osnovna razlika postupka bestrujnog niklanja i ostalih galvanskih postupaka je u tome što se postupak bestrujnog niklanja izvodi bez korištenja izvora električne struje. Postupak se odvija tako da se materijal uroni u elektrolit, zbog čega dolazi do disocijacije površinskih atoma, gdje pozitivni ioni odlaze u elektrolit, a elektroni koji ostaju postaju nosioci negativnog naboja na materijalu. Istovremeno dolazi i do disocijacije elektrolita te se pozitivni ioni nikla vežu za negativno nabijenu površinu materijala i tako stvaraju prevlaku. Ioni iz elektrolita nanose se na supstrat. Postupkom bestrujnog nanošenja prevlaka mogu se nanositi nikal, bakar, zlato i pojedine legure, uglavnom na bazi nikla. Bakrene i zlatne prevlake koriste se u elektrotehničkoj industriji, a Ni-P prevlake u elektrotehničkoj i metaloprerađivačkoj industriji. Nadalje u ovom poglavlju prikazane su dosadašnje spoznaje o Ni-P prevlaci. Prikazane su sljedeće osnovne karakteristike Ni-P prevlaka: otpornost na trošenje, velika tvrdoća i mali koeficijent trenja. Opisana su mehanička i fizikalna svojstva Ni-P prevlake. Opisana je i struktura Ni-P prevlaka, koja može biti kristalna, amorfna ili amorfno-kristalna. Poznato je da se Ni-P prevlaci mehanička svojstva poboljšavaju toplinskom obradom, a uzrok tome je prelazak amorfne u kristalnu strukturu te formiranje Ni<sub>3</sub>P precipitata. Također je prikazana primjena Ni-P prevlake kao međuprevlake između supstrata i druge prevlake.

U trećem poglavlju objašnjeno je nanošenje Ni-P prevlake na austenitni čelik. Preduvjet bestrujnog niklanja je pravilna predobrada, koja se sastoji od poliranja, odmašćivanja i aktivacije površine. Nehrđajući čelici spadaju u materijale na koje se prevlaka nikla ne može nanijeti jednostavnim uranjanjem u kupelj. Dosad prihvaćeni postupak je primjena tzv. „nickel strike“ postupka nakon predobrade. Taj se postupak sastoji od elektrodepozicijskog nanošenja nikla na površinu nehrđajućeg čelika, čime se stvara tanki sloj nikla na površini, na koji se uranjanjem može dobiti bestrujno nanosena Ni-P prevlaka. U tom je poglavlju također opisan i tehnološki proces dobivanja Ni-P prevlake na austenitnim čelicima s opisom svake operacije. Nadalje, u ovom poglavlju opisana su otpornost na koroziju, jednoličnost nanosene Ni-P prevlake te njena primjena za potrebe stvaranja višeslojnih prevlaka.

U četvrtom poglavlju opisan je uzorak koji je korišten u ovom radu kao i eksperimentalne metode, metode ispitivanja i sva korištena oprema. Na kraju su prikazani i rezultati ispitivanja. U petom poglavlju dana je diskusija s usporedbama dobivenih rezultata, dok šesto poglavlje predstavlja zaključak cijelog rada i iznosi najvažnije rezultate znanstvenih istraživanja. Nakon šestog poglavlja, doktorska disertacija sadrži popis literature, popis slika i tablica te popise oznaka i simbola.

## 2. PREGLED STANJA ZNANJA I POSTOJEĆIH ISTRAŽIVANJA

### 2.1. Postupak bestrujnoga nanošenja Ni-P prevlake

Počeci postupka bestrujnoga nanošenja prevlaka vezani su za četrdesete godine 19. stoljeća kada je Wurtz otkrio da je hipofosfit redukcijski agens za nikal. Roux je 1916. godine pomoću alkalnog hipofosfita uspješno nanio sloj nikla. Četrdesetih godina 20. stoljeća Schlessinger nanosi nikal pomoću natrijeva bor hidrida kao redukcijskog agensa. Prvi primjenjivi postupak bestrujnoga nanošenja prevlake učinili su Brenner i Ridell 1946. godine (Mayer, 1993). Sloj nikla i volframa nanijeli su pomoću natrijeva hipofosfita kao redukcijskog agensa. Primjena natrijeva hipofosfita je praktičnija jer je jeftiniji, bolja je kontrola postupka nanošenja i pruža sigurniju zaštitu od korozije (Baudrand, 1994). Godine 1955. bestrujno nanosena prevlaka korištena je u spremniku za prijevoz natrijevog hidroksida (Piazza, 2006). To je prvi slučaj korištenja bestrujno nanosene prevlake. Koriste se dva redukcijska agensa: natrijev hipofosfit za dobivanje Ni-P (nikal-fosfor) prevlake i natrijev bor hidrid za dobivanje Ni-B (nikal-bor) prevlake.

Bestrujni postupak nanošenja prevlaka primjenjuje se u automobilskoj industriji:

- u proizvodnji hladnjaka,
- u proizvodnji dijelova karburatora,
- u proizvodnji injektora goriva,
- u proizvodnji dijelova za zračni jastuk,
- u proizvodnji dijelova pumpe za vodu,
- u proizvodnji dijelova pumpe za gorivo te
- u proizvodnji dijelova za dekoraciju na aluminijskim kotačima.

Primjena bestrujnih postupaka u kemijskoj i naftnoj industriji vrlo je prisutna, zbog stvaranja antikorozivnog sloja otpornog na trošenje, odnosno kod izrade:

- tlačnih posuda,
- reaktora,
- lopatica turbina i
- ventila.

Primjena bestrujnih postupaka u avionskoj industriji je u izradi:

- dijelova kompresora i statora avionskog motora te

- dijelova podvozja.

Bestrujni postupak primjenjuje se u prehrambenoj industriji u izradi:

- pneumatskih strojeva za konzerviranje te
- posuda za pečenje. (Baudrand, 1994).

Od cjelokupne primjene nikla u postupcima galvanizacije, 7 % nikla primjenjuje se kod bestrujnoga postupka nanošenja Ni-P prevlaka, a ostatak se primjenjuje za elektrodepozicijsko nanošenje niklenih prevlaka, koje se nanose:

- 70 % na željezne legure,
- 20 % na aluminij i njegove legure,
- 6 % na specijalne i nehrđajuće čelike,
- 4 % na keramiku i plastiku (Piazza, 2006).

Postupak bestrujnoga nanošenja prevlaka je postupak nanošenja Ni-P prevlake na supstrat, ali bez korištenja vanjskog izvora struje. Nanošenje prevlaka na taj način često se naziva i bestrujnim postupkom (eng. *electroless*). Postupak bestrujnog nanošenja se odvija na način da se materijal uroni u elektrolit te se ioni iz elektrolita autokatalitičkom kemijskom redukcijom nanose na supstrat bez korištenja vanjskog izvora struje (Baudrand, 1994). Kod ostalih se galvanskih (elektrodepozicijskih) postupaka koristi vanjski izvor struje.

Postupak bestrujnoga nanošenja prevlake može se primjenjivati na autokatalitičkim materijalima, kao što su: čelici, aluminij i nemetali (npr. plastika). Za razliku od ostalih čelika, nehrđajući čelici nemaju autokatalitičku površinu (Baudrand, 1994). Uz autokatalitičnost, priprema površine je jednako bitna kao i sam proces nanošenja prevlake. Da bi se ostvarila dobra povezanost supstrata i prevlake, površina supstrata mora prethodno biti dobro pripremljena. Priprema površine supstrata sastoji se od čišćenja površine supstrata i njezine aktivacije prije nanošenja prevlake (Baudrand, 1994).

Za bestrujno nanošenje Ni-P prevlaka koriste se alkalijske ili kisele kupelji. Kisele kupelji pokazale su se puno boljima od alkalijskih jer omogućuju veću brzinu nanošenja prevlake, lakšu kontrolu procesa te poboljšanje korozijske otpornosti prevlake (Baudrand, 1994). Iz tog se razloga za bestrujno niklanje najčešće koristi kiselu kupelj. Proces bestrujnoga niklanja traje sve dok je izradak u kupelji, odnosno dok se ne iscrpe ioni nikla (Agarwala i Agarwala, 2003). Uz kemijski sastav kupelji, u procesu bestrujnoga niklanja presudan je i utjecaj sljedećih uvjeta pod kojima se proces odvija (Taheri, 2002):

- temperatura,
- pH vrijednost,

- sastav kupelji i
- punjenje.

U literaturi nema preciznog odgovora koji se mehanizam procesa odvija u kupelji tijekom bestrujnoga niklanja (Baudrand, 1994; Taheri, 2002).

Dosadašnji razvoj bestrujnoga nanošenja prevlaka odvijao se u sljedeća tri smjera:

- nanošenje metalnih prevlaka,
- nanošenje legiranih prevlaka i
- nanošenje kompozitnih prevlaka.

Nanošenje metalnih prevlaka svodi se na bakrene prevlake i primjenjuje se u elektrotehničkoj industriji. Legirane i kompozitne prevlake imaju čestu primjenu u strojarstvu zbog izuzetnih mehaničkih i antikorozivnih svojstava (Baudrand, 1994; Taheri, 2002).

Već prvi primjenjivi znanstveni rad (Brenner i Ridell, 1946) predstavljao je nanošenje legirane Ni-P prevlake na čeličnim supstratima. Glavni pravac razvoja legiranih prevlaka bio je u smjeru pronalaženja što boljeg omjera sadržaja elemenata u prevlaci i što boljeg kemijskog sastava legure. Ovisno o dobivenom kemijskom sastavu, prevlake se prema svojstvima mogu podijeliti na:

- Ni-Cu-P (nikal-bakar-fosfor) prevlake, koje se koriste u svrhu antikorozivne zaštite za potrebe kemijske industrije te se nanose na nemetalne supstrate za stvaranje elektrovodljive površine (Huang i dr., 2006),
- Ni-Re-P (nikal-renij-fosfor) prevlake, koje se nanose većom brzinom i imaju veću specifičnu električnu otpornost, koja se povećava porastom sadržaja renija (Man Kim i dr., 2001),
- Ni-W-P (nikal-volfram-fosfor) prevlake, kod kojih se povećava otpornost na abrazivno trošenje, poboljšava adhezija sa velikim brojem supstrata i antikorozivnost na djelovanje agresivnih kemikalija (Chen i dr., 2008),
- Ni-Co-P (nikal-kobalt-fosfor) prevlake, kod kojih se povećava zaostali magnetizam (Sankara Narayanan i dr., 2003),
- bestrujno nanosen sloj nikla sa dodanim česticama politetrafluoretilena (PTFE), čime se povećava otpornost na trošenje te se poboljšavaju tribološka svojstva (Burnell-Gray i Datta, 1996; Qi, 2013).

Kod legiranih prevlaka najviše su izražena električna i kemijska svojstva.

Kompozitne prevlake su Ni-P legirane prevlake kojima se dodaju tvrde keramičke čestice sa svrhom dobivanja tvrdih slojeva. Kompozitne prevlake i njihova svojstva su:

- Ni-P-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (nikal-fosfor-aluminijev oksid) prevlake, čija tvrdoća iznosi 700 HV<sub>0,05</sub>, a kod toplinski obrađenih prevlaka 1050 HV<sub>0,05</sub> (Alirezaei i dr., 2007),
- Ni-P-SiC (nikal-fosfor-silicijev karbid) prevlake, čija tvrdoća iznosi 600 HV, a ako je toplinski obrađena 1100 HV (Long i dr., 2007),
- Ni-P-B<sub>4</sub>C (nikal-fosfor-bor karbid) prevlake, koje povećavaju tvrdoću i tribološka svojstva osnovnog materijala (Pompei i dr., 2007),
- Ni-P-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> (nikal-fosfor-silicijev nitrid) prevlake, koje povećavaju tvrdoću osnovnog materijala (Balaraju i Rajam, 2007),
- Ni-P-TiO<sub>2</sub> (nikal-fosfor-titanijev dioksid) prevlake, koje povećavaju tvrdoću i otpornost osnovnog materijala na koroziju (Novakovic i dr., 2006),
- Ni-P-C (nikal-fosfor-ugljik) prevlake, koje povećavaju tvrdoću i tribološka svojstva osnovnog materijala (Reddy i dr., 2000; Gramm GmbH, 2010).

## 2.2. Legirana prevlaka nikla i fosfora (Ni-P prevlaka)

### 2.2.1. Struktura Ni-P prevlaka

Prednosti Ni-P prevlaka su (Baudrand, 1994; Parkinson, 1997):

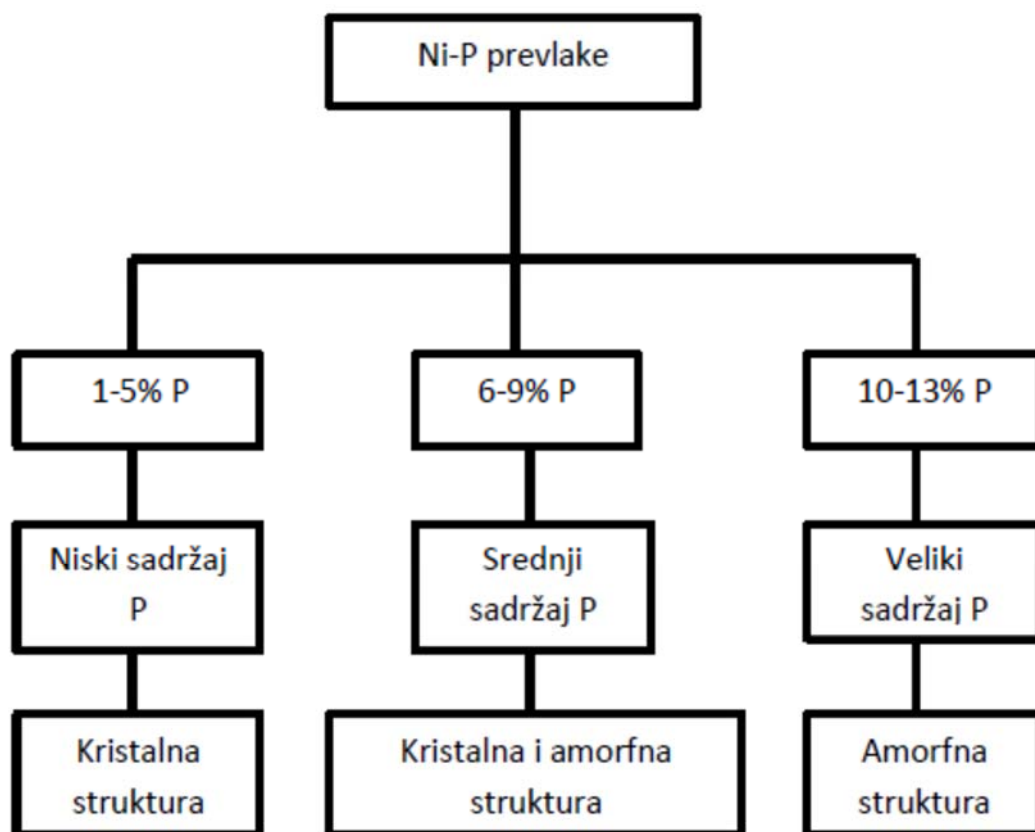
- otpornost na koroziju,
- otpornost na trošenje,
- velika tvrdoća,
- mali koeficijent trenja i
- jednoliko nanošenje po cijeloj površini podloge.

Nedostaci Ni-P prevlaka su (Baudrand, 1994):

- skupe kemikalije,
- krhkost,
- dugotrajnost postupka.

U upotrebi su Ni-P prevlake koje sadrže od 6 do 12 % fosfora otopljenog u niklu i 0,25 % ostalih elemenata (Baudrand, 1994). U osnovi, Ni-P prevlake se dijele na prevlake kristalne strukture, na prevlake gdje se miješaju kristalna i amorfna struktura te na prevlake amorfne strukture. Prevlake kristalne strukture sadrže od 1 do 5 % fosfora, prevlake kod kojih se miješa kristalna i amorfna struktura sadrže od 6 do 9 % fosfora, dok prevlake amorfne strukture sadrže od 10 do 13 % fosfora (slika 2.1) (Taheri, 2002).

Struktura Ni-P prevlake ovisi o sadržaju fosfora u prevlaci (slika 2.1). Ni-P prevlaka kristalne strukture se naziva  $\beta$ -faza, dok se ona amorfne strukture naziva  $\gamma$ -faza. Između  $\beta$ -faze i  $\gamma$ -faze miješaju se amorfna i kristalna struktura.  $\alpha$ -faza sastoji se od kristalne rešetke nikla, koja je kruta otopina 0,17 % fosfora u niklu. Na višim temperaturama nalazi se područje  $\text{Ni}_3\text{P} + \alpha$ . Prilikom zagrijavanja prevlake s 1,5 % fosfora, na temperaturi od 200 °C uočena je samo FCC rešetka nikla, veličine zrna od 10 nm. Na temperaturi od 400 °C pojavili su se prvi precipitati BCT  $\text{Ni}_3\text{P}$  rešetke (Taheri, 2002). Amorfna struktura nastaje povećanjem sadržaja fosfora. Ako je sadržaj intersticijskih atoma fosfora u kristalnoj rešetki nikla malen, nedovoljan je da deformira rešetku. U trenutku kad je broj atoma dovoljno velik, kristalna se rešetka deformira i postaje amorfna. Grijanjem prevlake sa sadržajem fosfora od 10,8 % na temperaturi od 200 °C do 300 °C u trajanju od četiri sata, može se primijetiti postojanje faze nikla te faza  $\text{Ni}_3\text{P}$  i  $\text{Ni}_{12}\text{P}_5$ . Na temperaturama od 400 °C do 600 °C ostaju samo nikal i  $\text{Ni}_3\text{P}$ . Kod amorfne strukture sa sadržajem 14,3 % fosfora, na temperaturama od 250 °C do 350 °C pojavljuju se  $\text{Ni}_5\text{P}_4$  i  $\text{Ni}_2\text{P}$  faza (Agarwala i Agarwala, 2003).

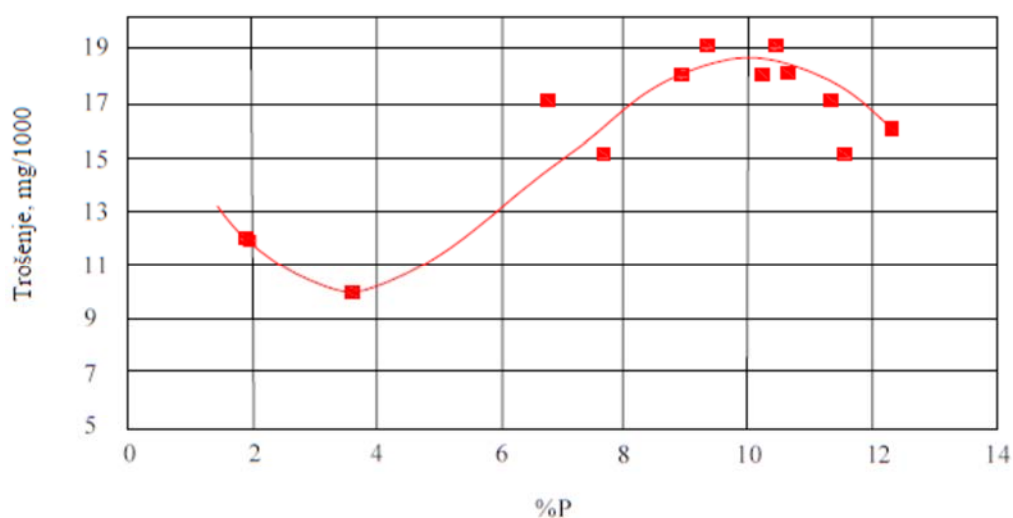


Slika 2.1. Prikaz strukture Ni-P prevlake u ovisnosti o sadržaju fosfora

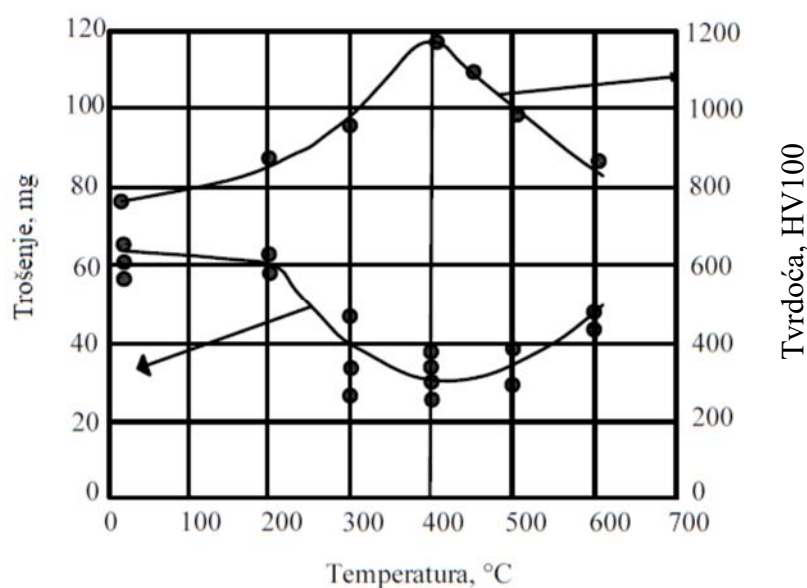
### 2.2.2. Mehanička svojstva Ni-P prevlaka

Mehanička svojstva zbog kojih se Ni-P prevlaka primjenjuje su visoka tvrdoća zbog koje Ni-P prevlaka također ima i veliku otpornost na abrazivno trošenje. Otpornost Ni-P prevlake na trošenje ovisi o sadržaju fosfora u prevlaci (slika 2.2.) (Taheri, 2002).

Na slici 2.2. može se uočiti da je pri sadržaju fosfora od 4 % trošenje prevlake najmanje. U tom se slučaju prevlaka sastoji od  $\beta$ -faze. Pojavom  $\gamma$ -faze otpornost na trošenje počinje opadati. Trošenje također ovisi i o toplinskoj obradi jer se toplinskom obradom smanjuje trošenje prevlake (slika 2.3) (Taheri, 2002). Na slici 2.3 vidljivo je da se povećanjem temperature toplinske obrade povećavaju tvrdoća i otpornost prevlake na trošenje.

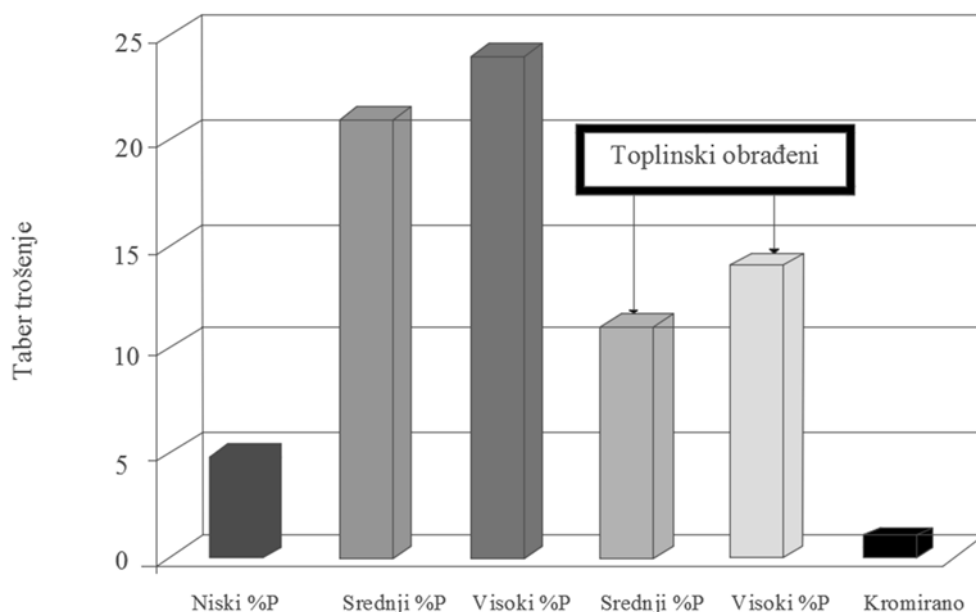


Slika 2.2. Utjecaj sadržaja fosfora na otpornost na trošenje prevlake (Taheri, 2002)



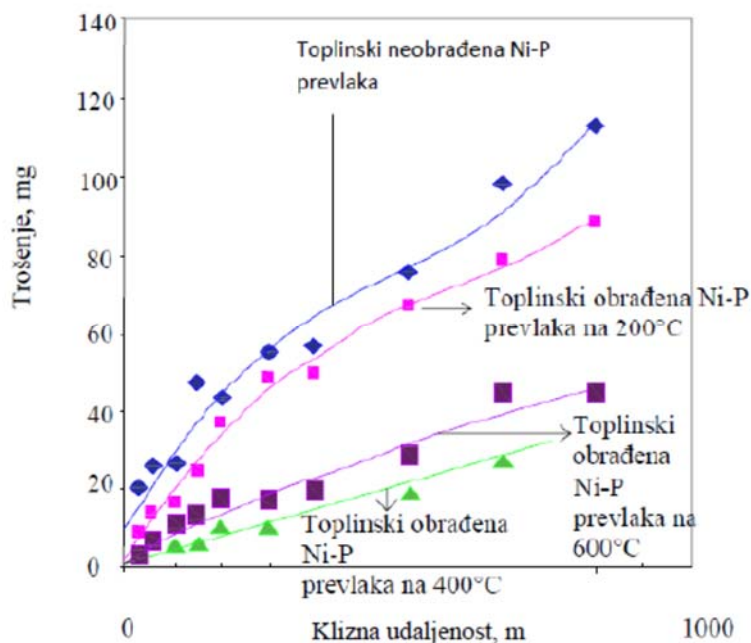
Slika 2.3. Utjecaj toplinske obrade na trošenje prevlake (Taheri, 2002)

Pokazalo se da na trošenje Ni-P prevlake također utječu i sadržaj fosfora i toplinska obrada (slika 2.4) (Shahin, 2009). Iz slike 2.4 je vidljivo da se i toplinski neobrađena prevlaka manjeg sadržaja fosfora manje troši od toplinski obrađene prevlake većeg sadržaja fosfora. Najveća otpornost na trošenje pojavljuje se pri toplinskoj obradi prevlake na temperaturi od 400 °C (slika 2.5) (Alirezai i dr., 2007).



Slika 2.4. Utjecaj sadržaja fosfora i toplinske obrade na trošenje Ni-P prevlake i usporedba s trošenjem prevlake kroma (Shahin, 2009)





Slika 2.5. Povećanje otpornosti Ni-P prevlake na trošenje pod utjecajem toplinske obrade (Alirezai i dr., 2007)

Kod Ni-P prevlaka prosječna izmjerena veličina kristalnog zrna je oko 10 nm (Taheri, 2002; Reddy, 2000). Na temelju veličine zrna, prema jednadžbi Halla i Petcha moguće je procijeniti tvrdoću Ni-P prevlaka (Bunshah, 2001):

$$H = H_0 + kd^{-1/2}, \quad (2.1)$$

gdje je  $H$  tvrdoća,  $H_0$  tvrdoća kristalne rešetke,  $d$  veličina zrna, a  $k$  konstanta koja ovisi o vrsti materijala.

Tvrdoća bestrujno nanosene prevlake nikla ovisi o:

- sadržaju fosfora u prevlaci,
- toplinskoj obradi dobivene prevlake,
- sastavu legiranih elemenata u prevlaci.

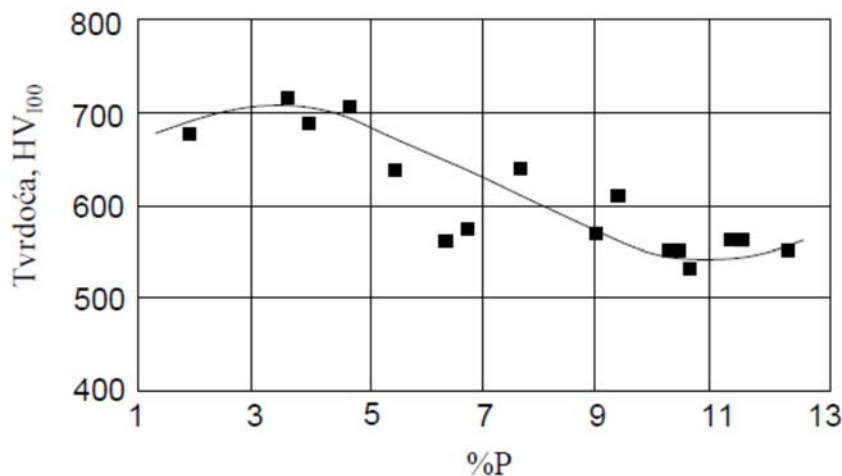
U osnovi, sadržaj fosfora u kristalnoj rešetki nikla određuje hoće li mikrostruktura prevlake biti kristalnog ili amorfno oblika. Amorfni oblik smanjuje se tvrdoća prevlake. Osnovna podjela prevlaka s obzirom na sadržaj fosfora i tvrdoću prikazana je u tablici 2.1 (Ploof, 2008).

Tablica 2.1. Osnovna podjela prevlaka s obzirom na sadržaj fosfora i tvrdoću (Ploof, 2008)

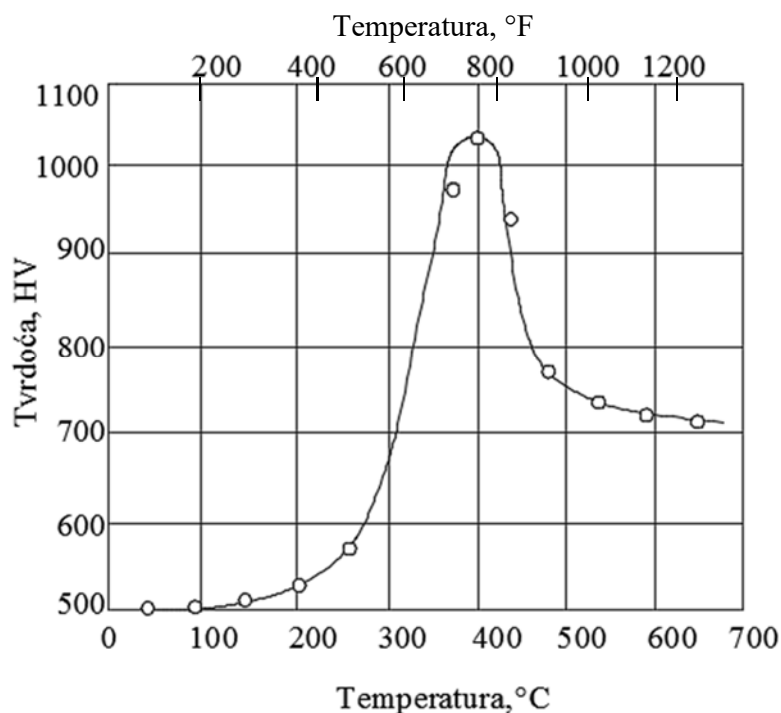
Vrste prevlake	Sadržaj fosfora / %	Tvrdoća HRC	Struktura
Niski sadržaj	1 – 4	53 – 63	Kristalna
Srednji sadržaj	4 – 10	44 – 49	Kristalna
Visoki sadržaj	10,5 – 14	42 – 48	Amorfna

Ovisnost tvrdoće Ni-P prevlake o sadržaju fosfora prikazana je na slici 2.6 iz koje se može vidjeti da se najveća tvrdoća Ni-P prevlake dobiva kod sadržaja fosfora u prevlaci 3 – 4 %P, a najmanja kod sadržaja fosfora 10 – 11 %P (Taheri, 2002). U samoj prevlaci pri povišenim temperaturama dolazi do strukturnih promjena koje ovise o sadržaju fosfora u prevlaci. Nakon toplinske obrade, prevlake sa manje od 4,5 %P i više od 11 %P (faze  $\beta$  i  $\gamma$ ) prelaze u  $\text{Ni}_3\text{P}$  fazu. Kod prevlaka koje sadrže između 4,5 %P i 11 %P,  $\beta$ -faza prelazi u  $\alpha$ -fazu. Toplinskom obradom prevlake, tvrdoća poraste na 950 do 1050 HV. Istraživanja su pokazala da se najveća tvrdoća prevlake može postići nakon zagrijavanja na temperaturi od 400 °C, u trajanju od jednog sata (slika 2.7) (Taheri, 2002).

Ispitivane su tvrdoće Ni-P prevlaka u odnosu na sadržaj fosfora te toplinskih obrada tih prevlaka. Rezultati ispitivanja prikazani su u tablici 2.2 (Agarwala i Agarwala, 2003).



Slika 2.6. Ovisnost tvrdoće o sadržaju fosfora (Taheri, 2002)



Slika 2.7. Zagrijavanje Ni-P prevlake s 10,5 % fosfora u jednom satu (Taheri, 2002)

Tablica 2.2. Utjecaj sadržaja fosfora na tvrdoću toplinski neobrađene i obrađene prevlake (Agarwala i Agarwala, 2003).

Sadržaj fosfora/%	Tvrdoća toplinski neobrađene prevlake HK100	Tvrdoća toplinski obrađene prevlake HK100
2 – 3	700	1000
6 – 9	550	920
10 – 12	510	880

Iz tablice 2.2 vidljivo je da je tvrdoća toplinski obrađene i toplinski neobrađene Ni-P prevlake ovisna o sadržaju fosfora. S porastom sadržaja fosfora smanjuje se tvrdoća Ni-P prevlake. Nadalje, ispitivane su i tvrdoće na Ni-P / Ni-B duplex prevlaci. Mjerena je tvrdoća s obzirom na debljine sloja i toplinsku obradu. Veća tvrdoća dobiva se kod dvoslojnih prevlaka, neovisno o tome jesu li toplinski obrađene. Najveća se tvrdoća može dobiti kod dvoslojnih toplinski obrađenih prevlaka (Sankara Narayanan i dr., 2003).

Adhezija se može definirati kao privlačna sila koja djeluje između molekula različitih tijela koja se tijesno dodiruju. Adhezijske sile ovise o osnovnoj čvrstoći atomskih veza podloge (supstrata)

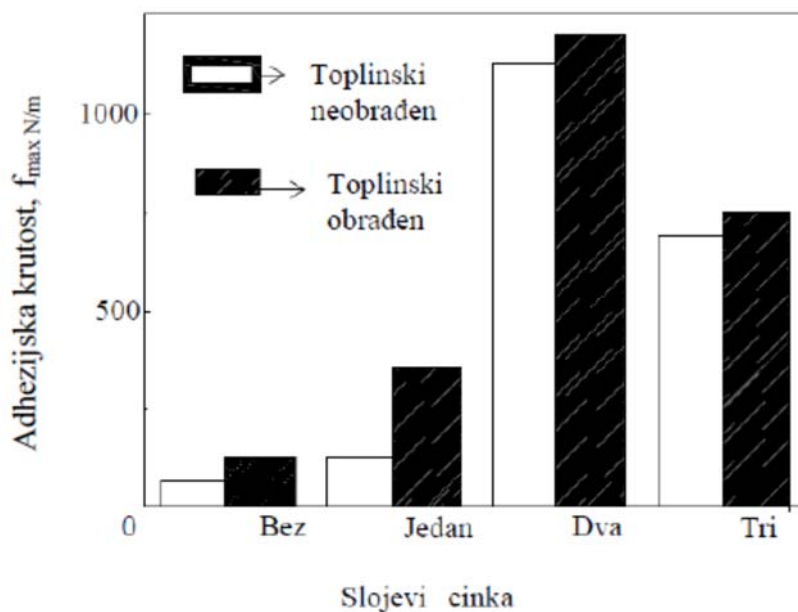
i mikrostrukture prevlake. Zbog složenog odnosa između prevlake i podloge, još nisu poznati svi faktori koji djeluju na adheziju niti je poznat prihvatljiv način mjerenja adhezije.

Poznato je da se adhezija između prevlake i supstrata može povećavati eliminiranjem svih nečistoća sa supstrata prije nanošenja prevlake. Organska onečišćenja se uklanjaju na visokoj temperaturi (CVD postupak) (Bunshah, 2001). Osim toga, s površine supstrata moraju biti eliminirani i svi ostaci korozije. Za postizanje zadovoljavajuće adhezije, materijal supstrata mora imati sličnu strukturu zrna ili kristala te sličnu istezljivost kao i materijal prevlake. Iz tog se razloga preporuča elektrolitičko čišćenje ili čišćenje dekapiranjem. Mehaničkim čišćenjem se može izobličiti struktura zrna supstrata čime se otežava adhezija između supstrata i prevlake, stoga se ono ne preporuča. Za dobru adheziju je također potrebno da prevlaka bude koherentna, odnosno da materijal prevlake bude fino zrnat i što čišći (Potter, 1968).

Kod nanošenja prevlake, različiti supstrati s istom prevlakom stvaraju različite adhezijske sile. Kod supstrata s katalitičkim površinama za bestrujno nanošenje nikla, poput većine čelika i aluminijskih legura, adhezija je dobra. Ako se takvi materijali, primjerice aluminij, zagriju na temperaturu 190 – 210 °C u trajanju od 1,5 h, adhezija se povećava (Baudrand, 1994).

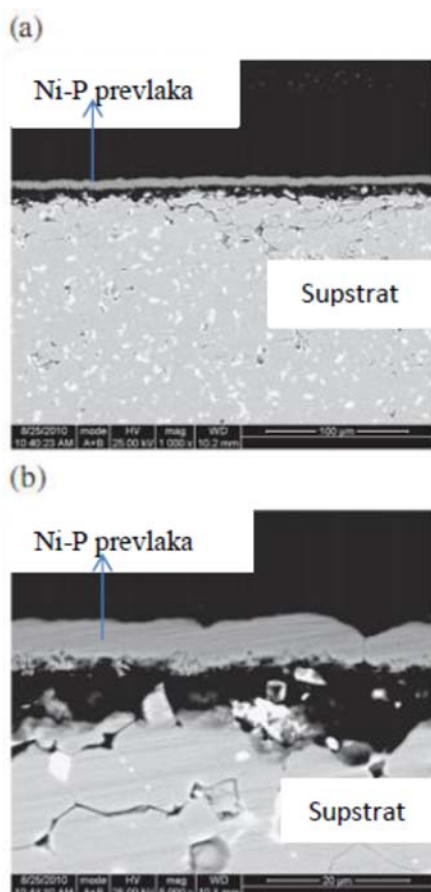
Kod nekatalitičkih površina, kao što su to površine nehrđajućih čelika, adhezija je znatno manja. Kod takvih vrsta prevlaka, adhezija se postiže stvaranjem međuprevlake između Ni-P prevlake i supstrata, koja će imati dobru adheziju sa niklom. Kod legura koje sadrže veće količine olova, kositra, kadmija i cinka, na površinu podloge nanosi se sloj bakra. Taj se postupak najčešće naziva „copper strike“. Adhezija se kod nekatalitičkih materijala povećava dugotrajnom toplinskom obradom jer na taj način fosfor iz područja u blizini supstrata difundira u sam supstrat (The Engineering Properties of Electroless Nickel Coatings, 1980).

Pokazalo se da se adhezija kod pojedinih aluminijskih legura može povećati nanošenjem sloja cinka (Koji Murakami i dr., 2006; Makoto Hino i dr., 2005), dok se sa dva sloja cinka nanosena na isti način adhezijska sila dodatno povećava. Osim nanosenih slojeva cinka, adhezija ovisi i o toplinskoj obradi (slika 2.8) (Makoto Hino i dr., 2005).

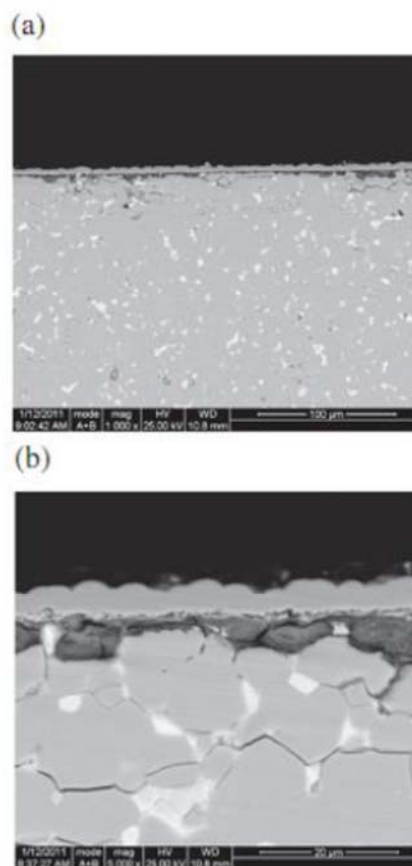


Slika 2.8. Utjecaj toplinske obrade i broja nanesenih slojeva cinka na adheziju Ni-P prevlake i aluminijskog supstrata (Makoto Hino i dr., 2005)

Iz slike 2.8 vidljivo je da se najveća adhezijska sila dobiva dvostrukim pocinčavanjem i toplinskom obradom. Istraživanja su pokazala da se adhezija Ni-P sloja na sinteriranom NdFeB materijalu može povećati i stvaranjem fosfatnog sloja (slike 2.9 i 2.10) (Yao Wang i dr., 2011).



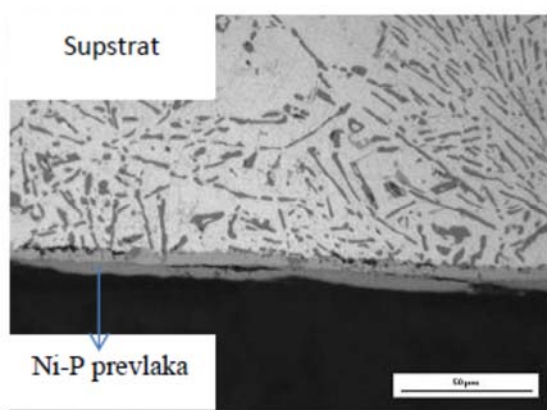
Slika 2.9. Adhezija Ni-P prevlake na sinteriranom NdFeB supstratu bez fosfatnog sloja (Yao Wang i dr., 2011)



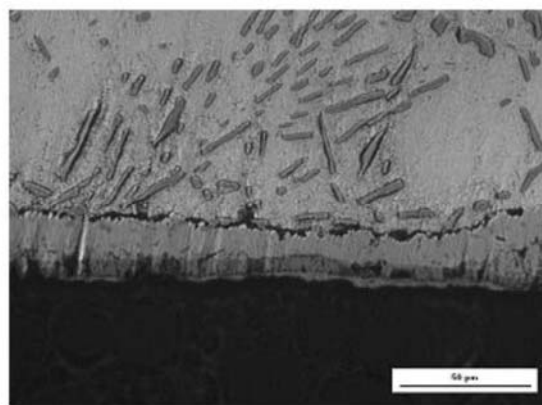
Slika 2.10. Adhezija Ni-P prevlake na sinteriranom NdFeB supstratu sa fosfatnim slojem (Yao Wang i dr., 2011)

Na slikama 2.9. i 2.10. vidljivo je da bez prisutnosti fosfatnog sloja nema povezanosti između prevlake i supstrata. Na slikama sa fosfatnim slojem vidljivo je da je fosfatni sloj dobro povezan i uz supstrat i uz Ni-P prevlaku te na taj način ima funkciju ljepila.

Ispitivani su i utjecaji trajanja toplinske obrade na prevlaku, a dobiveni rezultati prikazani su na slikama 2.11 i 2.12 (Novak i dr., 2009). Iz slike 2.11 vidljivo je da nakon jednog sata grijanja između prevlake i supstrata postoje male pore, a iz slike 2.12 je vidljivo da nakon osam sati grijanja prevlaka i supstrat gotovo uopće nisu povezani.



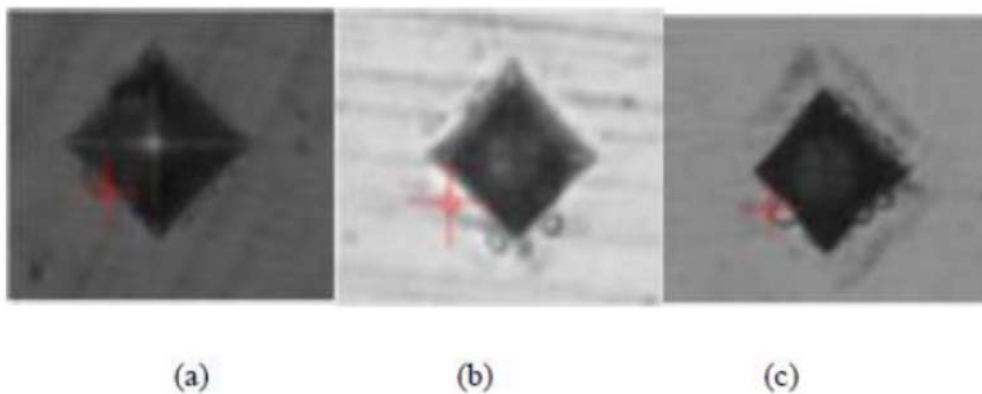
Slika 2.11. Presjek Ni-P prevlake; grijano na temperaturi od 550 °C u trajanju 1 h (Novak i dr., 2009)



Slika 2.12. Presjek Ni-P prevlake; grijano na temperaturi od 550 °C u trajanju 8 h (Novak i dr., 2009)

Već je napomenuto da austenitni čelik nije autokatalitički, stoga je prije nanošenja Ni-P prevlake na takav čelik potrebno nanijeti tanki sloj nikla elektrodepozicijskim putem. U postupku elektrodepozicijskog nanošenja nikla, austenitni čelik predstavlja katodu, a nikal anodu. Takav način nanošenja nikla zove se „nickel strike“. Sloj nikla nanesen na taj način dobro se povezuje s Ni-P prevlakom (Baudrand, 1994). Kod nehrđajućeg čelika u zubarskoj tehnologiji prije bestrujnoga niklanja, elektronskim snopom u parnoj fazi (e-beam evaporation) nanosi se tanki sloj nikla debljine 50 nm te se zagrijava na temperaturu od 400 °C u trajanju od jednog sata (Redlich i dr., 2008). Nadalje, dodatkom volframa u prevlaci (Ni-W-P) omogućuje se bolja adhezija Ni-P / Ni-W-P duplex prevlake na AZ91D magnezijevoj leguri (Chen i dr., 2008). Istraživanjem Ni-Cu-P prevlake nanese bestrujnim postupkom na otvorene ćelije kod nehrđajućeg čelika, zaključeno je da bakar u prevlaci pomaže boljoj povezanosti sa supstratom (Abdel i dr., 2009).

Čvrstoća prevlake može se ispitivati analizom otiska nakon ispitivanja tvrdoće prevlake. Ovisno o uvjetima u kupelji za bestrujno niklanje proučavan je oblik otiska dobiven ispitivanjem tvrdoće Ni-P prevlake. Promatrani otisci prikazani su na slikama 2.13 i 2.14 (Arun i dr., 2013). Iz slike 2.13a moguće je uočiti da dobivena Ni-P prevlaka ima dobru adheziju i tvrdoću 492,13 HV. Iz slike 2.13 b moguće je uočiti da dobivena prevlaka također ima dobru adheziju i tvrdoću 641,52 HV. Slika 2.13c prikazuje primjer prevlake s lošom adhezijom i tvrdoćom 370,43 HV. Lošu adheziju moguće je prepoznati po prisutnosti ljuštenja prevlake, što je najuočljivije na otisku prikazanom na slici 2.13c.



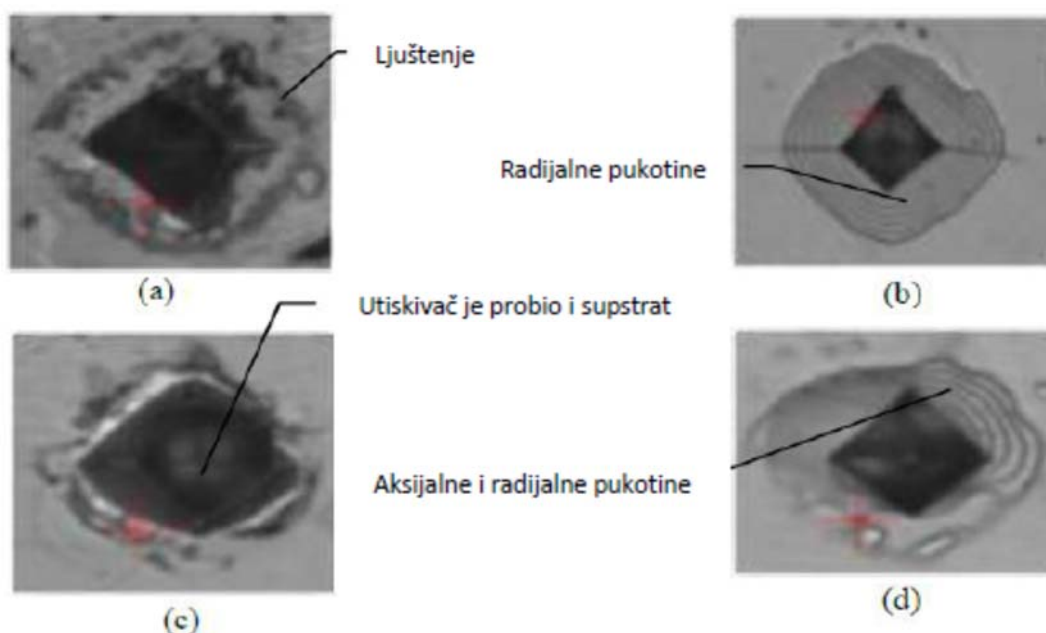
Slika 2.13. Otisak Ni-P prevlake nakon određivanja tvrdoće prema Vickersu, s različitim parametrima kupelji a) pH 8; 80 °C i 10 % fosfora, b) pH 8; 80 °C i 20 % fosfora, c) pH 6; 70 °C i 20 % fosfora (Arun i dr., 2013)

Daljnje promatranje otiska Ni-P prevlake nakon određivanja tvrdoće prema Vickersu, s različitim parametrima kupelji prikazano je na slikama 2.14 (Arun, i dr., 2013). Na slici 2.14a vidljivo je ljuštenje prevlake oko otiska, iz čega se može zaključiti da prevlaka ima lošu adheziju zbog niske temperature kupelji. Izmjerena tvrdoća te prevlake je 332,16 HV. Na slici 2.14b moguće je uočiti radijalne pukotine oko otiska. Takva Ni-P prevlaka je krhka zbog utjecaja temperature i fosfora, a njezina tvrdoća iznosi 413,11 HV. Na slici 2.14c moguće je uočiti da dobivena prevlaka dolazi do supstrata, što se može povezati s porastom temperature i smanjenjem sadržaja fosfora. Izmjerena tvrdoća te prevlake iznosi 384,18 HV. Kod povišene temperature i povišene pH vrijednosti kupelji ioni nikla se brže otapaju te je sloj prevlake tanji. Na slici 2.14d moguće je uočiti aksijalne i radijalne pukotine oko otiska. I u ovom slučaju prevlaka je krhka zbog utjecaja temperature i fosfora, a izmjerena tvrdoća iznosi 543,44 HV (Arun i dr., 2013).

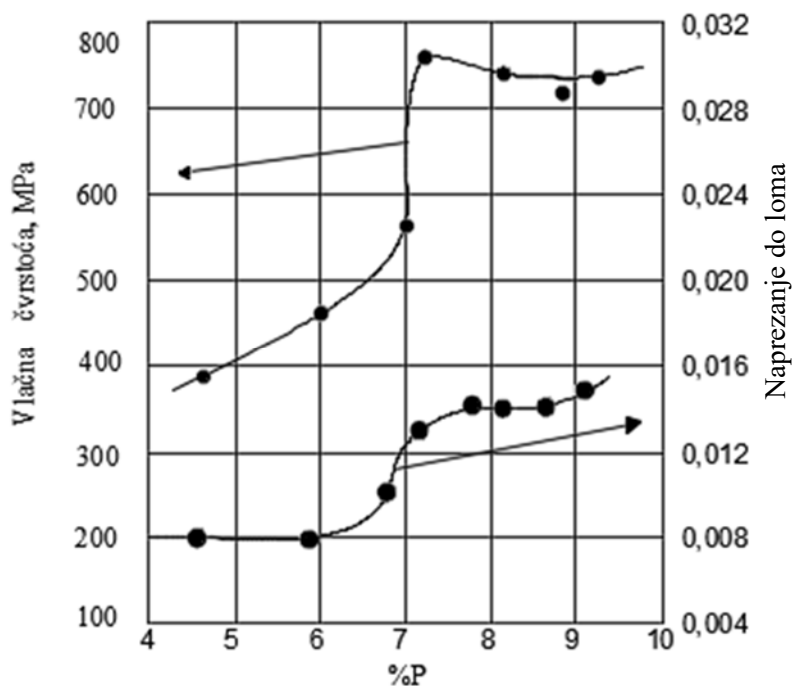
Naprezanje i deformacija pri kojima će doći do loma prevlake ovise o sadržaju fosfora u prevlaci. Većim sadržajem fosfora rastu i naprezanje i deformacija do loma (slika 2.15) (Taheri, 2002). Unutarnja naprezanja također ovise o sadržaju fosfora (slika 2.16) (Taheri, 2002). Iz slike 2.16 vidi se da unutarnje naprezanje Ni-P prevlake ovisi o sadržaju fosfora. Pri sadržaju fosfora manjem od 4 % i većem od 11 % pojavljuju se tlačna naprezanja, a pri sadržaju fosfora između 4 % i 11 % pojavljuju se vlačna naprezanja, što se povezuje sa strukturom prevlake. Ako je struktura sastavljena od samo  $\beta$  ili  $\gamma$  faze, pojavljuje se tlačno naprezanje, a ukoliko je struktura sastavljena od obiju faza pojavljuje se vlačno naprezanje (Taheri, 2002). Nadalje, pojavom ortofosfita i teških metala u prevlaci povećavaju se unutarnja naprezanja. Visokim unutarnjim naprezanjem smanjuje se duktilnost i raste mogućnost pucanja prevlake. Kod



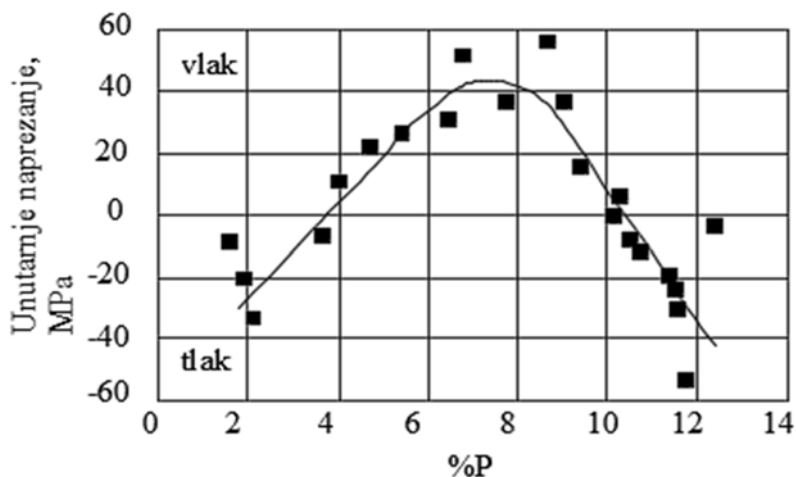
prevlake sa 12 %P, nakon pet nadopuna nikla u kupelji, u Ni-P prevlaci tlačno naprezanje prelazi u vlačno naprezanje (slika 2.16) (Taheri, 2002).



Slika 2.14. Otisak Ni-P prevlake nakon određivanja tvrdoće prema Vickersu, s različitim parametrima kupelji a) pH 8; 70 °C i 10 % fosfora, b) pH 8; 70 °C i 20 % fosfora, c) pH 8; 90 °C i 10 % fosfora c) pH 8; 90 °C i 20 % fosfora (Arun i dr., 2013).

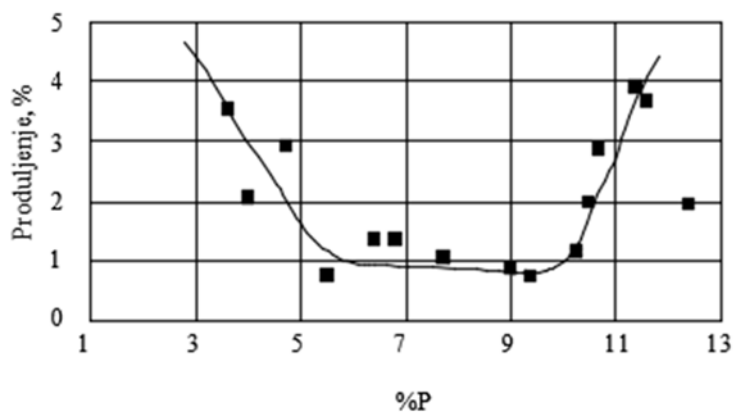


Slika 2.15. Utjecaj sadržaja fosfora na vlačno naprezanje i deformaciju do loma (Taheri, 2002).



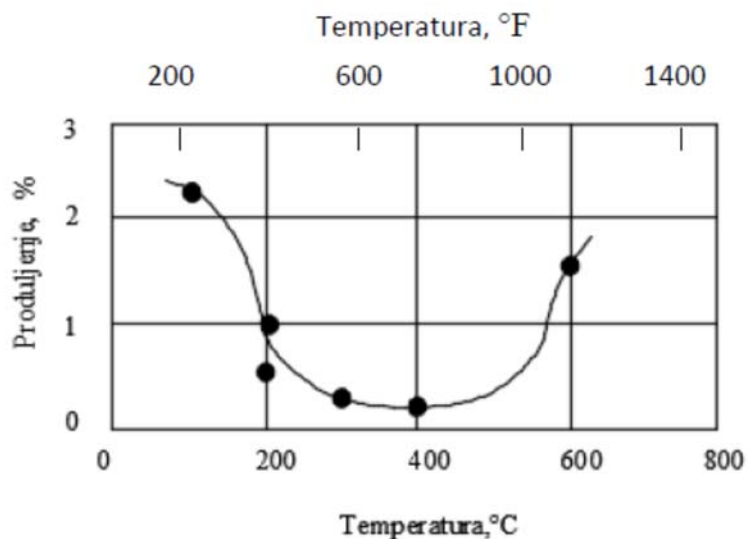
Slika 2.16. Utjecaj sadržaja fosfora u Ni-P prevlaci nanesejoj na čelik na naprezanje u prevlaci (Taheri, 2002)

Duktilnost Ni-P prevlake ovisi o sadržaju fosfora (slika 2.17) (Taheri, 2002). Iz slike 2.17 vidi se da Ni-P prevlaka sa manje od 4 %P i više od 11 %P ima povećanu duktilnost.



Slika 2.17. Utjecaj sadržaja fosfora na duktilnost Ni-P prevlake (Taheri, 2002)

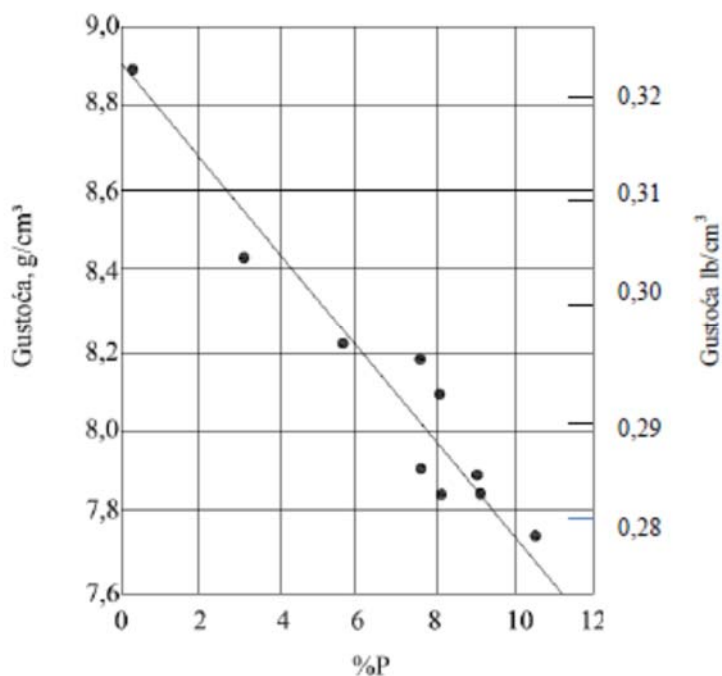
Toplinska obrada također utječe na duktilnost (slika 2.18) (The Engineering Properties of Electroless Nickel Coatings, 1980). Iz slike 2.18 može se primijetiti da je duktilnost Ni-P prevlake najmanja nakon toplinske obrade na 400 °C, dok je na višim i nižim temperaturama toplinske obrade duktilnost veća.



Slika 2.18. Utjecaj toplinske obrade na duktilnost Ni-P prevlake (The Engineering Properties of Electroless Nickel Coatings, 1980).

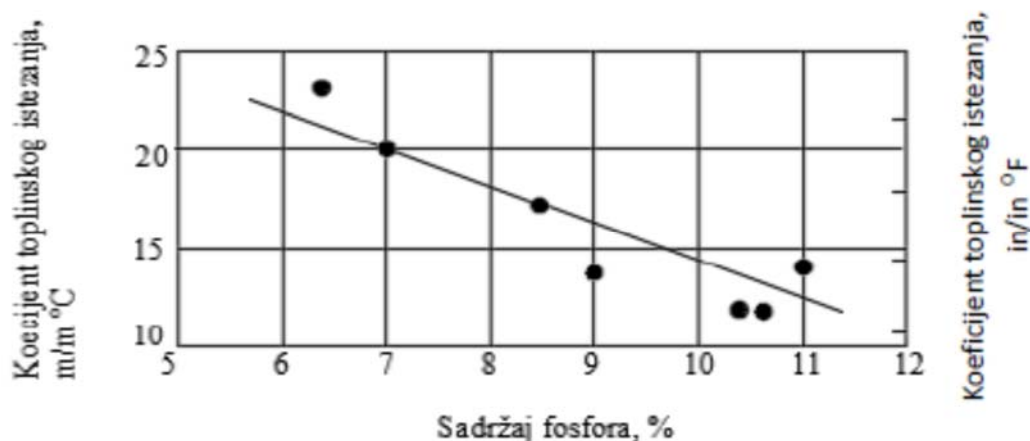
### 2.2.3. Fizikalna svojstva Ni-P prevlaka

Gustoća prevlake ovisi o sadržaju fosfora (slika 2.19) (Baudrand, 1994). Iz slike 2.19. vidljivo je da se porastom sadržaja fosfora smanjuje gustoća Ni-P prevlake.



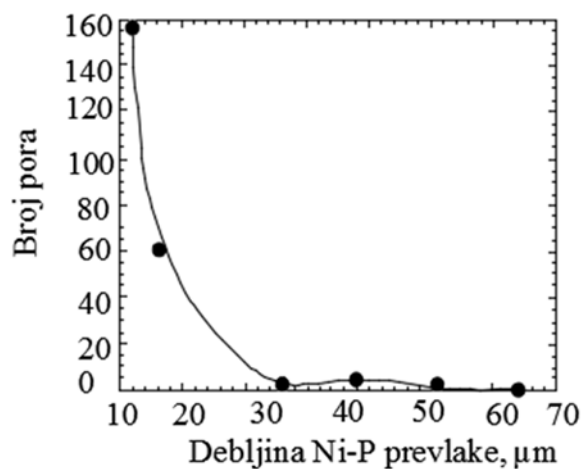
Slika 2.19. Gustoća Ni-P prevlake u ovisnosti o sadržaju fosfora (Baudrand, 1994)

Koeficijent toplinskog istežanja prevlake također ovisi o sadržaju fosfora (slika 2.20) (The Engineering Properties of Electroless Nickel Coatings, 1980). Iz slike 2.20 vidljivo je da se koeficijent linearnog istežanja smanjuje povećanjem sadržaja fosfora.

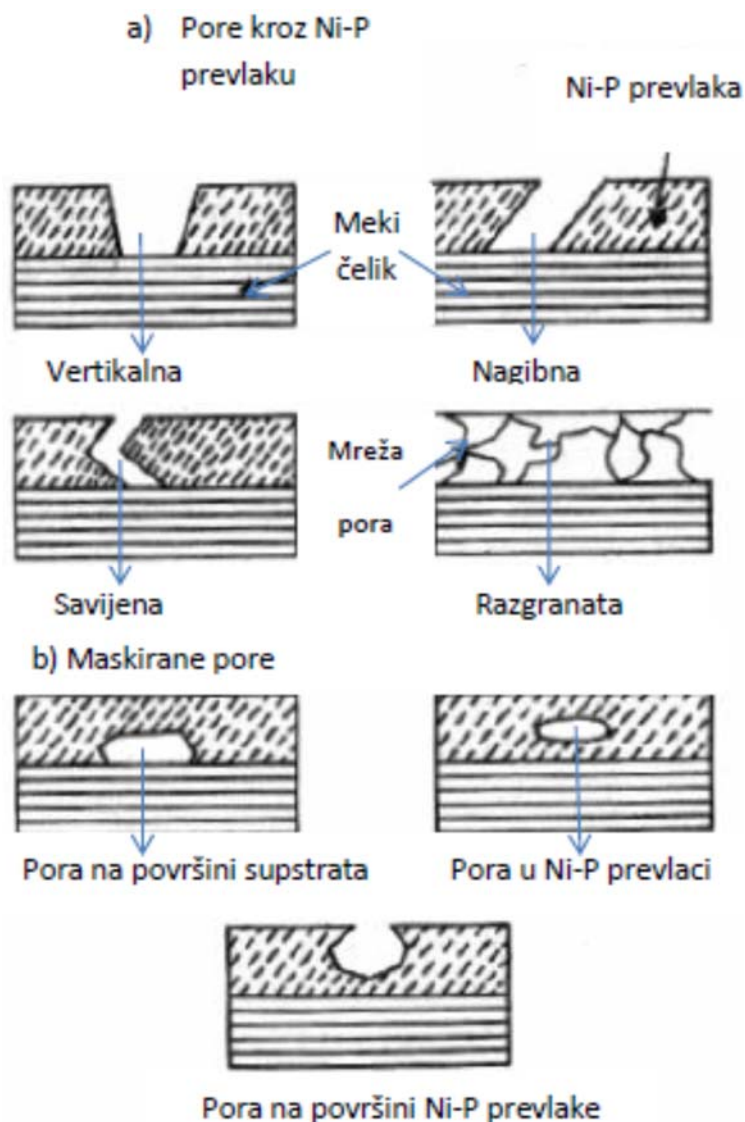


Slika 2.20. Koeficijent toplinskog istežanja Ni-P prevlake u ovisnosti o sadržaju fosfora (The Engineering Properties of Electroless Nickel Coatings, 1980).

Poroznost prevlake ovisi o hrapavosti površine, morfologiji površine, predobradi površine te o debljini prevlake (slika 2.21) (Taheri, 2002). Iz slike 2.21 može se uočiti da se broj pora povećava sa smanjenjem debljine Ni-P prevlake. Pojava pora na Ni-P prevlaci prikazana je na slici 2.22 (Taheri, 2002).



Slika 2.21. Utjecaj debljine prevlake na broj pora (Taheri, 2002)



Slika 2.22. Pojava pora u Ni-P prevlaci (Taheri, 2002).

Istraživanja su pokazala da otvorene pore na površini prevlake uzrokuju nastajanje galvanskog članka. Površina prevlake je katoda, a pora anoda, čime se unutar Ni-P prevlake stvara razlika potencijala zbog koje se javlja korozija (Taheri, 2002).

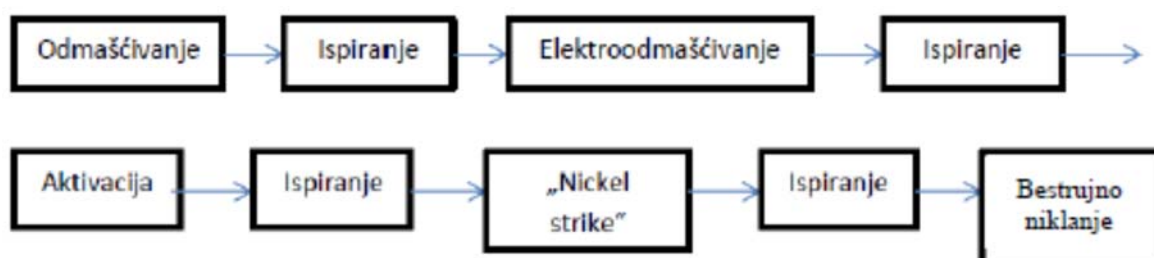
Također, o sadržaju fosfora u prevlaci ovisi i temperatura tališta Ni-P prevlake. Ona linearno pada od 1455 °C za čisti nikal do 880 °C za Ni-P prevlaku sa sadržajem fosfora od 11 % (Parkinson, 1997).

### 3. NANOŠENJE Ni-P PREVLAKE NA AUSTENITNI ČELIK

#### 3.1. Priprema uzoraka

U poglavlju 2.2.2. već je spomenuto kako nehrđajući čelici nisu pogodni za nanošenje Ni-P prevlake. Nehrđajući čelici se ne mogu kvalitetno izravno niklati, već je prije bestrujnoga niklanja, na supstrat austenitnog čelika potrebno elektrodepozicijski nanijeti nikal („nickel strike“). Tek kad se stvori sloj nikla nanesen elektrodepozicijskim postupkom, bestrujnim se postupkom može nanositi Ni-P prevlaka. Na taj način omogućena je kvalitetna adhezija između prevlake i podloge (slika 3.1.) (Baudrand, 1994; Hajdu, 1990).

Na slici 3.1. prikazan je proces prolaska uzorka kroz kupelji. Da bi se na uzorak bestrujnim postupkom uspješno mogla nanijeti prevlaka nikla, površinu uzorka je potrebno pripremiti.

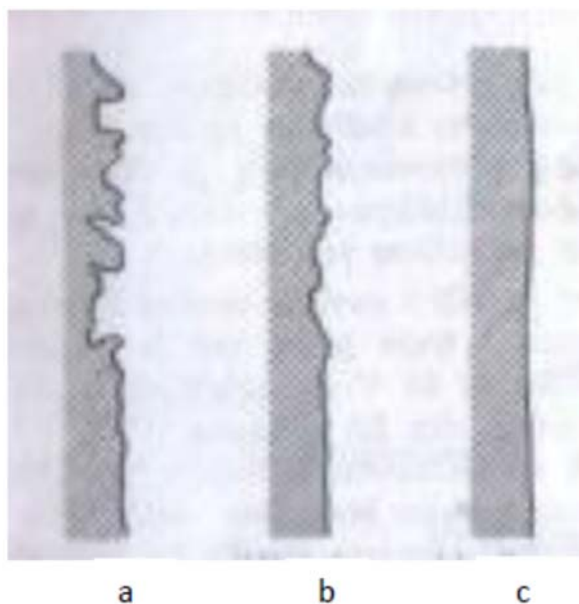


Slika 3.1. Preporučeni postupak pripreme uzorka i postupka bestrujnoga niklanja

Poliranje uzorka mora biti što kvalitetnije obavljeno. Mehaničkim poliranjem zbog trenja oslobađa se toplina te dolazi do površinskog izobličenja strukture. Čak i ako se uspije postići površina bez ogrebotina, postoji opasnost da se uslijed trenja i visoke temperature, izobličiti struktura na površini i odmah ispod nje te se stvori amorfni sloj. Elektropoliranjem se te opasnosti izbjegavaju. Osim toga, elektropoliranjem se lakše uočavaju pukotine i praznine. Kod mehaničkog poliranja one se mogu ispuniti metalom, prahom za poliranje ili drugim krhotinama.

Elektropoliranjem se postiže vrlo glatka površina, a obrada se odvija u dvije faze. U prvoj fazi površinu je potrebno izgladiti, a u drugoj je fazi površinu potrebno ispolirati (slika 3.2.) (Potter, 1968). Na slici 3.2. prikazan je proces uklanjanja površinske hrapavosti sa površine uzorka.

Površina se izgladuje bez ostavljanja ikakvih tragova. Čista površina je osnova za dobru adheziju. Najčešće prljavštine na površini čelika su ostaci prethodnih obrada i rukovanja. Takve nečistoće se relativno jednostavno mogu ukloniti. Odmašćivanja mogu biti: alkalna, kisela, emulzijom, parom, ultrazvučna i otopinama (Chalk, 1994).



Slika 3.2. Faze elektropoliranja površine uzorka: a) gruba površina, b) izgladena površina, c) polirana površina (Potter, 1968)

Elektropoliranje i elektroodmašćivanje su zapravo isti procesi, a razlikuju se jedino u tome što je elektropoliranje dugotrajnije. Ovim postupkom dobiva se veoma glatka, čista, svijetla i korozijski otpornija površina (Davis, 1994).

Nadalje, prije nanošenja bilo koje vrste prevlake, površinu uzorka potrebno je aktivirati. Aktivacijom površine naziva se uklanjanje sloja oksida sa površine metala. Nanošenje prevlake moguće je samo na prethodno aktiviranu površinu (Baudrand, 1994).

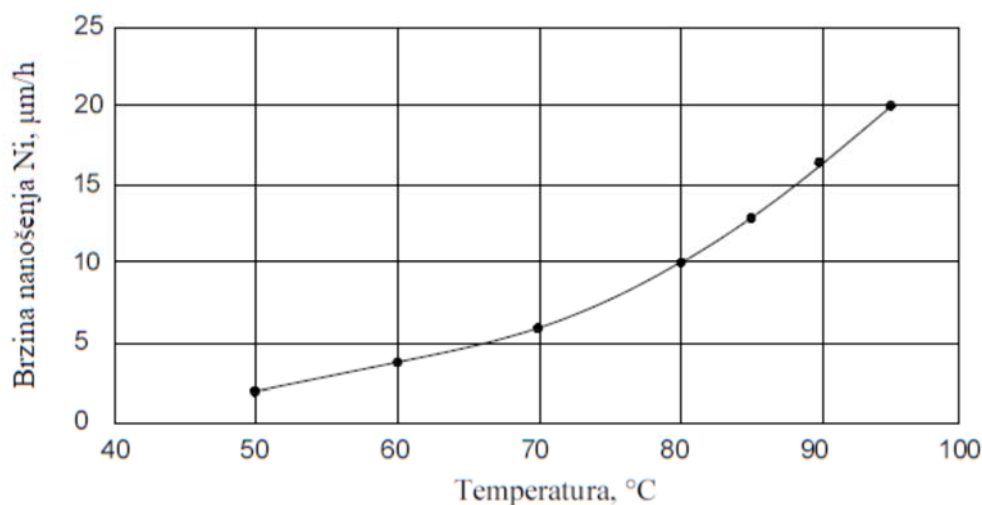
Budući da na površinu austenitnih čelika nije moguće nanijeti Ni-P prevlaku, prije nanošenja prevlake bestrujnim postupkom potrebno je nanijeti sloj koji će biti povezan sa nehrđajućim čelikom i Ni-P prevlakom. Ustanovljeno je da je takav sloj elektrodepozicijski nikal. Nanošenje takvog sloja nikla zove se „nickel strike“.

„Nickel strike“ se provodi tako da se uzorak spoji na izvor struje kao katoda, a niklova elektroda kao anoda. Uranjanjem elektroda u elektrolit i spajanjem na izvor struje gustoće  $1 - 10 \text{ A/dm}^2$ , na uzorku se stvara tanki sloj nikla. Prilikom bestrujnoga niklanja, Ni-P prevlaka se veže za taj tanki sloj nikla nastao „nickel strike“ postupkom (Baudrand, 1994; Hajdu, 1990).

Ispiranje se obavlja nakon svake operacije kako bi se s površine uzorka uklonili ostaci kupelji iz prethodnog koraka. Površina se ispiru vodom (Baudrand, 1994).

### 3.2. Čimbenici koji utječu na nastajanje Ni-P prevlake

Temperatura je jedan od čimbenika koji utječu na brzinu nanošenja Ni-P prevlake, što je vidljivo na slici 3.3 (Taheri, 2002).



Slika 3.3. Utjecaj temperature na brzinu nanošenja nikla (Taheri, 2002)

Iz slike 3.3 vidljivo je da porastom temperature raste brzina nanošenja prevlake. Do temperature od 65 °C, brzina nanošenja prevlake je vrlo mala, a nakon toga naglo raste. Iznad 100 °C dolazi do dekompozicije kupelji. Za kisele kupelji najbolji rezultati postižu se na temperaturama 85 – 95 °C (Baudrand, 1994).

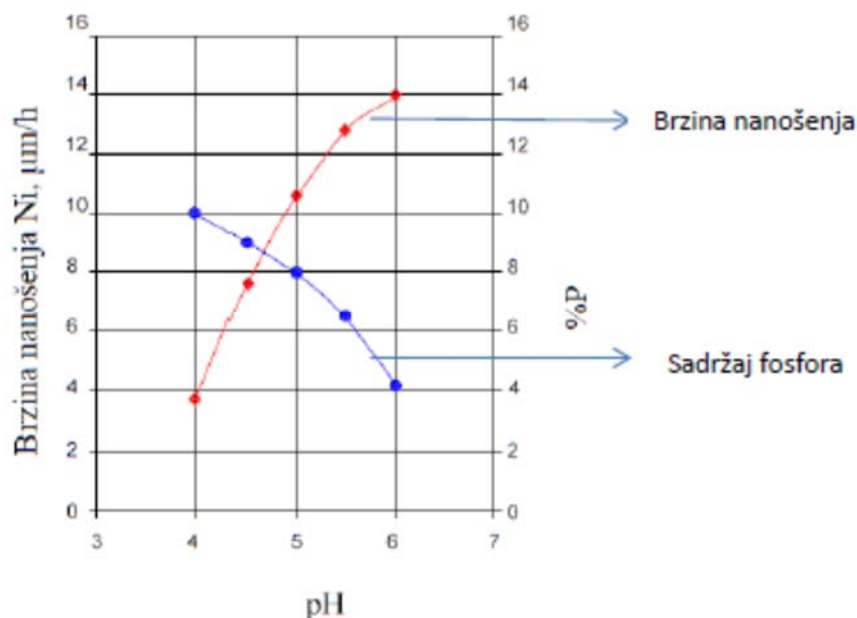
Porastom pH vrijednosti kupelji redukcija nikla se ubrzava, a redukcija fosfora se smanjuje (slika 3.4) (Taheri, 2002). Iz slike 3.4 vidljivo je da se porastom pH vrijednosti u kupelji smanjuje sadržaj fosfora u Ni-P prevlaci, a raste brzina nanošenja. Povećanjem pH vrijednosti kupelji postiže se:

- povećanje brzine nanošenja prevlake,
- smanjenje sadržaja fosfora u prevlaci,
- spontana dekompozicija otopine te
- niska topljivost niklovog fosfata. Njegovim nanošenjem može započeti dekompozicija, čime se dobiva hrapava prevlaka.

Smanjenjem pH vrijednosti kupelji postiže se:

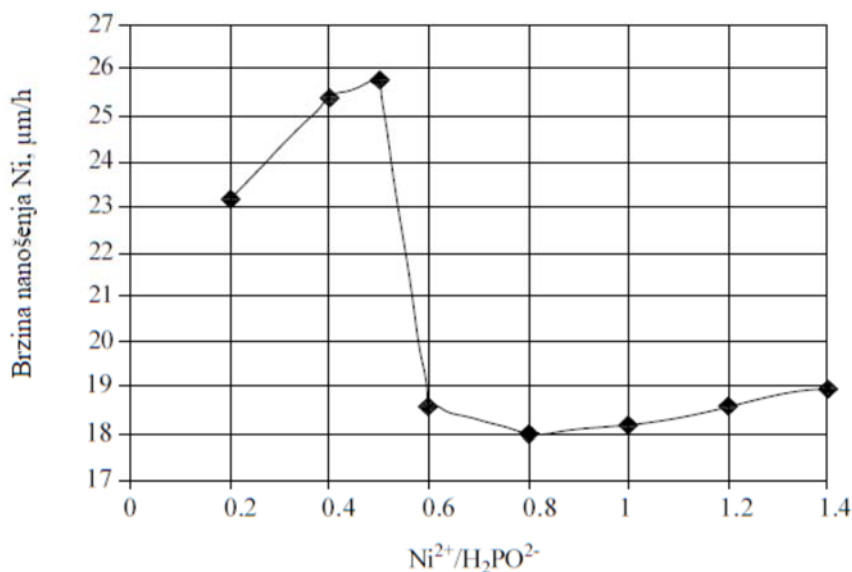


- sprječavanje nanošenja osnovnih soli i hidroksida,
- smanjenje redukcijskih sposobnosti hipofosfita,
- veća sposobnost puferskog djelovanja čestica u kupelji (Taheri, 2002).



Slika 3.4. Utjecaj pH vrijednosti na sadržaj fosfora u Ni-P prevlaci i brzinu nanošenja prevlake (Taheri, 2002)

Najbolji rezultati nanošenja Ni-P prevlaka kod kiselih kupelji postižu se kod pH vrijednosti 4.0 – 5,5 (Baudrand, 1994). U sastavu kupelji osnovni parametar koji utječe na brzinu nanošenja prevlake je omjer niklovih iona i hipofosfita ( $\text{Ni}^{2+}/\text{H}_2\text{PO}_2^-$ ). Najbolji omjer  $\text{Ni}^{2+}/\text{H}_2\text{PO}_2^-$  pokazao se od 0,3 do 0,45, iako se nanošenje prevlake postiže u granicama omjera  $\text{Ni}^{2+}/\text{H}_2\text{PO}_2^-$  od 0,25 do 0,6 (Taheri, 2002). Kao što je vidljivo na slici 3.5, najveća brzina nanošenja prevlake postiže se uz omjer  $\text{Ni}^{2+}/\text{H}_2\text{PO}_2^-$  od 0,45 (Taheri, 2002).



Slika 3.5. Ovisnost brzine nanošenja nikla ovisno o  $\text{Ni}^{2+}/\text{H}_2\text{PO}_2^-$  (Taheri, 2002)

U slučaju preniskog omjera  $\text{Ni}^{2+}/\text{H}_2\text{PO}_2^-$ , zbog nedostatka nikla dobiva se smeđa prevlaka. Nadalje, zbog prevelikog sadržaja hipofosfitnih iona, u omjeru  $\text{Ni}^{2+}/\text{H}_2\text{PO}_2^-$ , dolazi do dekompozicije kupelji. Ukoliko je omjer  $\text{Ni}^{2+}/\text{H}_2\text{PO}_2^-$  previsok, sadržaj fosfora opada kao i brzina nanošenja (Taheri, 2002).

Omjer površine izratka i volumena otopine naziva se punjenje. Najbolji omjer punjenja je od 0,1 do 1,0  $\text{dm}^2/\text{l}$ . Povećanjem omjera smanjuje se brzina nanošenja prevlake (Taheri, 2002).

Starost kupelji je pojam koji se odnosi na to koliko se puta sadržaj nikal iona nadopunio. Povećanjem količine nadopunjenog nikla pada brzina nanošenja prevlake, a raste sadržaj fosfora u prevlaci (Taheri, 2002).

### 3.3. Ujednačenost prevlake

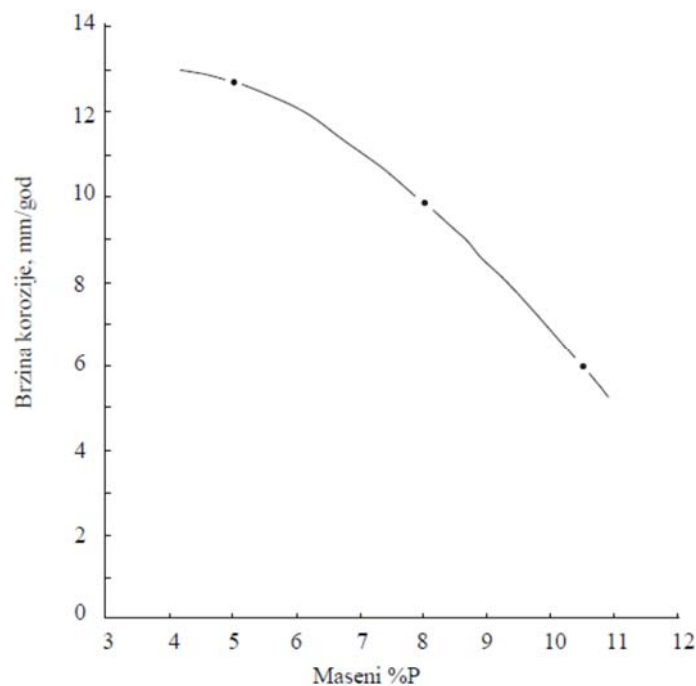
Kod elektrodepozicijskih postupaka ujednačenost prevlake se postiže u slučaju kada je udaljenost anode od katode jednaka po cijeloj dužini. Tada je gustoća struje u kupelji jednaka. Ukoliko ta udaljenost nije jednaka, ne dobiva se jednolika prevlaka, zbog čega izradci mogu biti neplatirani u pukotinama i u kutovima.

Kod bestrujnoga postupka jednolika debljina prevlake se postiže neovisno o obliku izratka (Baudrand, 1994). Površina bestrujno nanese prevlake ima oblik površine uzorka, neposredno prije nanošenja prevlake. Debljina prevlake za tehničku primjenu iznosi od 0,012 do 0,038 mm. Najviše se koristi debljina od 0,01 do 0,02 mm (Ball Seall Engineering, 2013). Nejednolika debljine prevlake kod elektrodepozicijskih postupaka zahtijeva završnu obradu

nakon nanošenja sloja, što se bestrujnim postupkom može izbjeći. Korištenjem bestrujnoga postupka nanošenja nikla umjesto korištenja postupka tvrdog kromiranja pri prevlačenju cilindara i valjaka, u tekstilnoj industriji uštedi se 40 % novca kod nanošenja prevlake i 55 % vremena koje se inače utroši u naknadno brušenje. Mogućnost kontroliranog nanošenja ujednačene prevlake omogućuje i raznoliku primjenu tih prevlaka pa se tako prevlake debljine 2,5  $\mu\text{m}$  koriste u elektronskoj industriji, a prevlake debljine 75 do 125  $\mu\text{m}$  imaju funkciju zaštite od korozije (The Engineering Properties of Electroless Nickel Coatings, 1980).

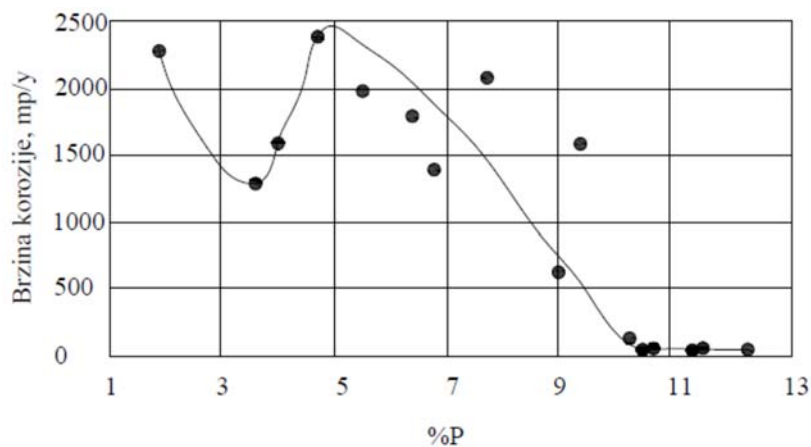
### **3.4. Otpornost Ni-P prevlake na koroziju**

Ni-P prevlaka ima veliku otpornost na koroziju. Otpornost pruža na način da podlogu odvaja od okoline. Za uspješnu zaštitu, prevlaka mora biti bez pora i grešaka. Otpornost na koroziju također se postiže zahvaljujući amorfnoj strukturi i pasivnom sloju. Izvanredna otpornost omogućena je u velikom broju medija. Amorfna struktura pruža bolju zaštitu od polikristalične jer nema granice zrna i faza te pasivnog sloja koji se stvara na površini prevlake. Otpornost na koroziju u neutralnim i kiselim medijima dobiva se povećanjem sadržaja fosfora u prevlaci (većim od 10 %), dok se otpornost u alkalnim medijima dobiva smanjenjem sadržaja fosfora u prevlaci (3 – 4 %). Velik utjecaj na zaštitu od korozije ima i toplinska obrada prevlaka. Na temperaturi od 220 °C formira se nikal fosfid, čime se smanjuje otpornost na koroziju (Baudrand, 1994). Toplinskom obradom Ni-P prevlake struktura postaje kristalna i porozna sa prisutnim mikropukotinama, što smanjuje otpornost na koroziju (The Engineering Properties of Electroless Nickel Coatings, 1980). Utjecaj otpornosti Ni-P prevlake na koroziju u ovisnosti o sadržaju fosfora prikazan je na slici 3.6 (The Engineering Properties of Electroless Nickel Coatings, 1980). Također se može vidjeti da brzina korozije opada s porastom sadržaja fosfora u Ni-P prevlaci. Utjecaj fosfora na koroziju nije jednak u svakoj okolini.



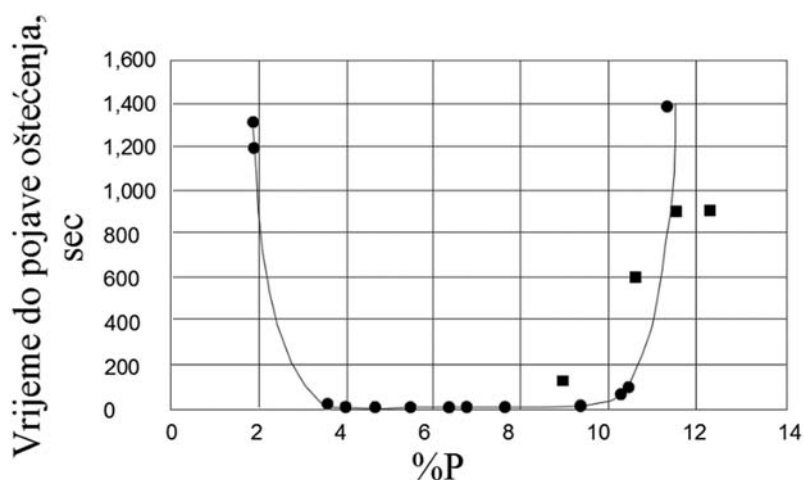
Slika 3.6. Utjecaj otpornosti Ni-P prevlake na koroziju u ovisnosti o sadržaju fosfora (The Engineering Properties of Electroless Nickel Coatings, 1980).

Na slici 3.7. prikazan je utjecaj sadržaja fosfora na koroziju u 10 % HCl (Taheri, 2002). Vidljivo je da se najmanju otpornost na koroziju Ni-P prevlake u 10 % HCl ostvaruje s 1,5 %P te 5 %P.



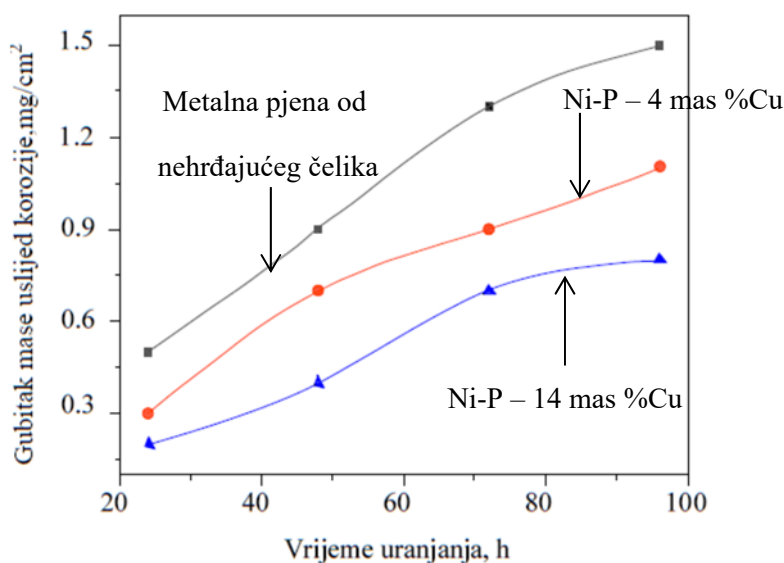
Slika 3.7. Utjecaj otpornosti Ni-P prevlake na koroziju u vodenoj otopini s 10% HCl (Taheri, 2002).

Na slici 3.8. prikazan je utjecaj sadržaja fosfora na koroziju u HNO<sub>3</sub> (Taheri, 2002). Vidljivo je da Ni-P prevlaka sadržaja fosfora od 4 do 10 % nema nikakvu otpornost na koroziju u HNO<sub>3</sub>, dok najveću otpornost ima prevlaka sa sadržajem fosfora od 2 % i 12 %.



Slika 3.8. Utjecaj otpornosti Ni-P prevlake na koroziju u  $\text{HNO}_3$  (Taheri, 2002).

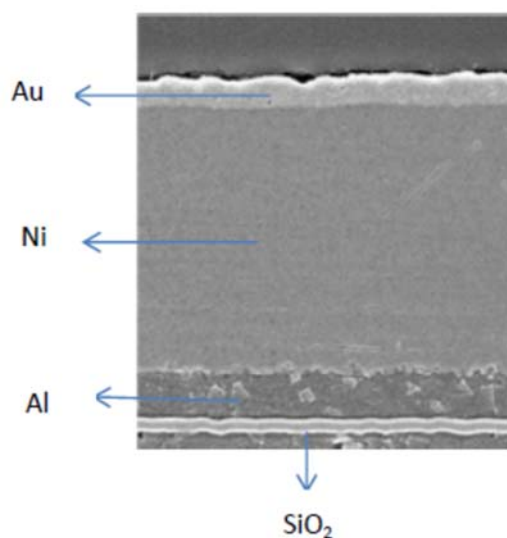
U zadnje vrijeme istražuje se i crna Ni-P prevlaka koja se dobiva završnim oksidiranjem iz kisele otopine. Na taj način stvara se crni površinski film po kojem je ona i dobila naziv. I kod ove vrste Ni-P prevlake toplinska obrada smanjuje otpornost na koroziju. Proučavan je i utjecaj bakra u Ni-P prevlaci na otpornost na koroziju. Nanoseći Ni-Cu-P prevlaku na supstrat povećava se otpornost na koroziju (Guichang i dr., 2013). Nanoseći Ni-Cu-P prevlaku na podlogu metalne pjene iz nehrđajućeg čelika s otvorenim ćelijama, ustanovljeno je da se povećanjem sadržaja bakra smanjuje korozijsko trošenje (slika 3.9) (Abdel i dr., 2009). Iz slike 3.9 vidljivo je da se povećanjem sadržaja bakra u prevlaci povećava i otpornost na koroziju u HCl.



Slika 3.9. Utjecaj bakra u Ni-Cu-P prevlaci na korozijsko trošenje u HCl (Abdel i dr., 2009)

### 3.5. Primjena bestrujnoga niklanja za potrebe stvaranja višeslojnih prevlaka

Čest problem u praksi jest nemogućnost nanošenja pojedinih prevlaka na određeni supstrat. Iz tog se razloga prevlake često nanose na već prethodno nanosene prevlake, odnosno na međuprevlake. Tako se i Ni-P prevlake koriste kao međuprevlaka između željene prevlake i supstrata. Višeslojne prevlake sa Ni-P prevlakom kao međuprevlakom imaju primjenu u poluvodičkoj industriji. Vodljive aluminijske žice moraju biti bez površinskog sloja aluminijske oksida koji je loš vodič. Zato se na aluminij bestrujnim postupkom nanosi sloj nikla (Riley, 2001). Mogu se koristiti PVD i elektrodepozicijski postupci, ali se nanošenje nikla bestrujnim postupkom pokazalo najjeftinijim. Na aluminijsku ili bakrenu podlogu bestrujnim postupkom najprije se nanese sloj nikla, nakon čega se na sloj nikla nanosi zlato kako bi se nikal zaštitio od oksidacije. Na slici 3.10 vidljiv je sloj nikla i zlata (Interconnect, 2014).

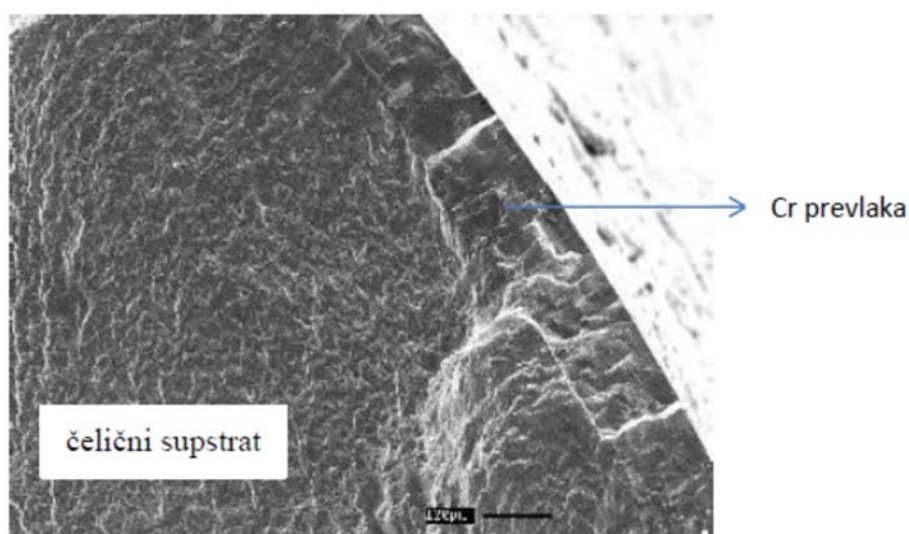


Slika 3.10. Sloj nikla i zlata dobiven u poluvodičkoj tehnologiji (Interconnect, 2014)

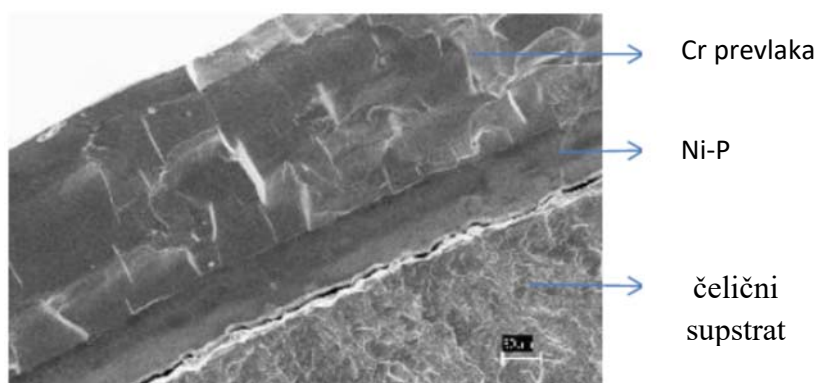
Permanentni sinterirani Nd-Fe-B magnet je materijal izvanrednih svojstava. Osnovna mu je mana loša otpornost na koroziju u vlažnoj okolini i na utjecaj klorida. Istraživanja su pokazala da se nanošenjem dviju Ni-P prevlaka može postići dobra korozijska zaštita (Chen i dr., 2006). Prva prevlaka nanosi se u alkalnoj kupelji, a druga u kiseljoj. Prevlaka nastala iz kisele kupelji otporna je na koroziju zbog većeg sadržaja fosfora, a prevlaka nastala u alkalnoj kupelji nanosi se kako osnovni Nd-Fe-B materijal ne bi bio uronjen u kiselu kupelj. U kiseljoj kupelji Nd-Fe-

B materijal brzo bi reagirao sa  $\text{Cl}^-$  i  $\text{SO}_4^{2-}$ , što dovodi do pojave korozije (Chen i dr., 2006). U zrakoplovnoj industriji se za zaštitu čelika od korozije i trošenja nanosi prevlaka od kroma. Rastom prevlake tijekom elektrodepozicije, pojavljuju se zaostala vlačna naprezanja koja dovode do pojave mikropukotina. Te pukotine prelaze iz prevlake na površinu supstrata (slika 3.11) (Voorwald i dr., 2004).

Iz slike 3.11 vidljiv je prelazak pukotina sa prevlake kroma na čelični supstrat. Istraživanja su pokazala da prevlaka nikla nanosena bestrujnim postupkom sprječava širenje pukotina na supstrat (slika 3.12) (Voorwald i dr., 2004).



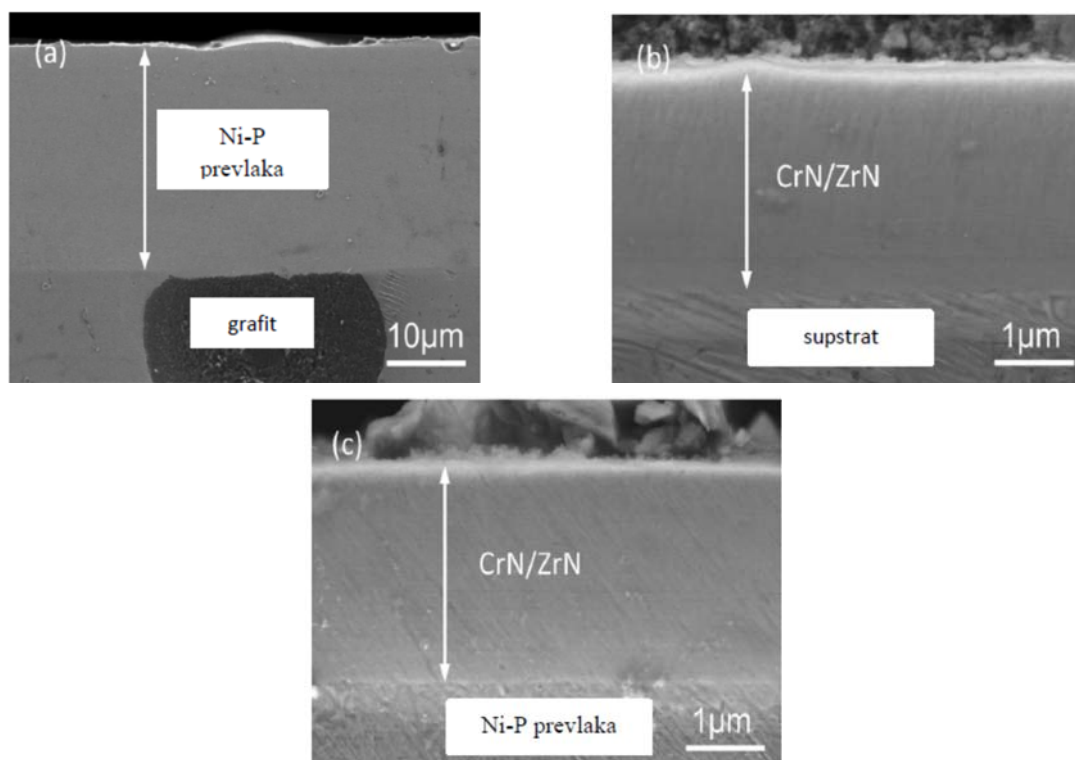
Slika 3.11. Pojave pukotina na prevlaci kroma (Voorwald i dr., 2004)



Slika 3.12. Ni-P prevlaka između prevlake kroma i čelične podloge (Voorwald i dr., 2004)

Iz slike 3.12 može se vidjeti da Ni-P prevlaka sprječava širenje pukotina as kromirane prevlake na čelični supstrat. Na slici se vide pukotine na prevlaci kroma, koje na Ni-P prevlaci nisu prisutne.

Istraživale su se i mogućnosti nanošenja CrN/ZrN sloja CAD postupkom (cathodic arc deposition) na lijevano željezo legirano bakrom (Chung Kwen Lin i dr., 2013). Pokazalo se da adhezija CrN/ZrN sloja sa supstratom nije zadovoljavajuća. Primijećeno je postojanje grafitnih nodula, koji stvaraju hrapavost na površini supstrata od 0,20  $\mu\text{m}$ . Budući da je debljina CrN/ZrN sloja 2,4  $\mu\text{m}$ , prevlaka nikla nanosena bestrujnim postupkom debljine oko 25  $\mu\text{m}$ , ublažava tu hrapavost (slika 3.13) (Chung Kwen Lin i dr., 2013). Iz slike 3.13a može se vidjeti hrapavost na Ni-P prevlaci. Slika 3.13b prikazuje hrapavost na CrN/ZrN prevlaci, a slika 3.13c prikazuje površinsku hrapavost CrN/ZrN sloja na Ni-P prevlaci. Može se uočiti da nakon nanošenja CrN/ZrN sloja na Ni-P prevlaku nema hrapavosti.



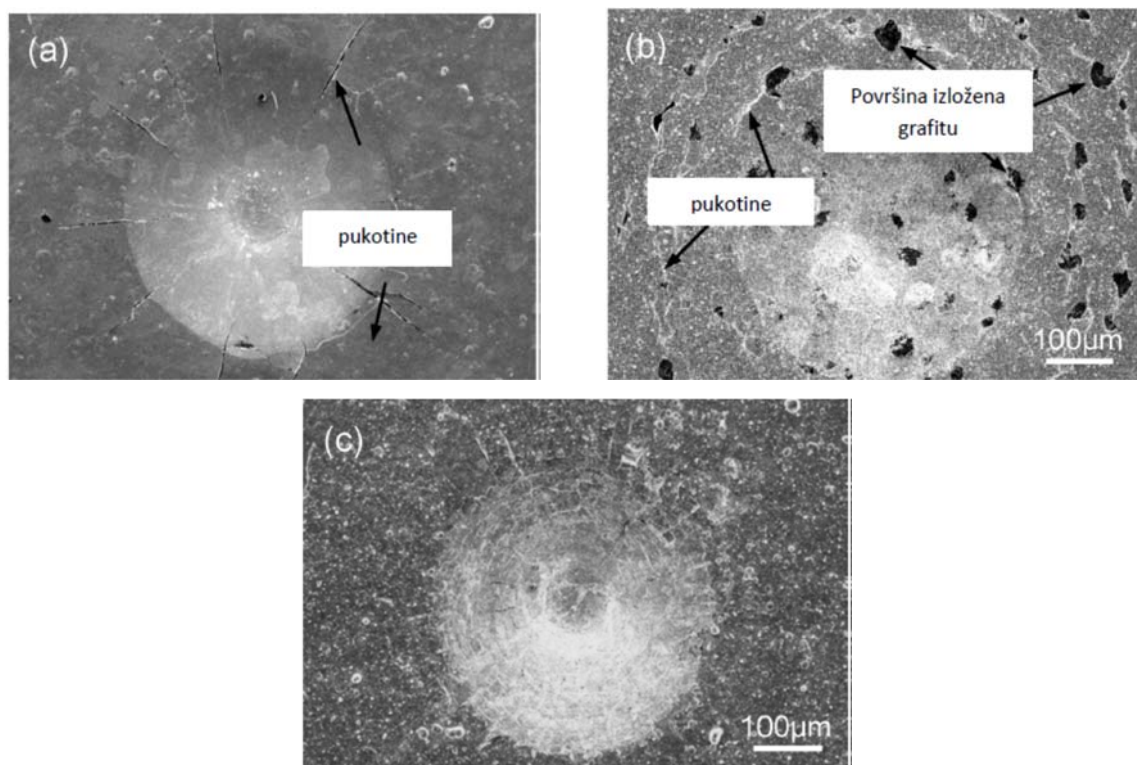
Slika 3.13. a) Ni-P prevlaka, b) CrN/ZrN sloj, c) Ni-P prevlaka kao podloga CrN/ZrN sloju (Chung Kwen Lin i dr., 2013)

Na slici 3.14 (Chung Kwen Lin i dr., 2013) prikazan je otisak u različitim prevlakama, nastao Rockwellovom metodom ispitivanja tvrdoće. Primijećeno je da kod otiska na CrN/ZrN sloju



ima puno pukotina, dok je kod otiska na prevlaci nikla nanesejoj bestrujnim postupkom i otiska na CrN/ZrN sloju kojem je Ni-P prevlaka supstrat znatno manje pukotina.

Na slici 3.14a vidljivo je da kod otiska na Ni-P prevlaci ima puno pukotina. Na slici 3.14b vidljivo je da kod otiska na CrN/ZrN sloju ima pukotina i površinske hrapavosti nastale pod utjecajem grafita kojem je Ni-P prevlaka podloga. Na slici 3.14c vidljivo je da na CrN/ZrN prevlaci, koja se nalazi na Ni-P prevlaci, ima znatno manje pukotina.



Slika 3.14. Otisak nastao Rockwellovim ispitivanjem a) na Ni-P prevlaci, b) na CrN/ZrN prevlaci, c) na CrN/ZrN prevlaci, koja se nalazi na Ni-P prevlaci (Chung Kwen Lin i dr., 2013)

## 4. OPTIMIZACIJA BESTRUJNOGA POSTUPKA NANOŠENJA Ni-P PREVLAKE NA NEHRĐAJUĆI ČELIK

### 4.1. Metode ispitivanja

Za metalografsku analizu koristi se metalografski mikroskop koji spada u svjetlosne mikroskope koji rade na principu osvjetljavanja promatranog predmeta svjetlošću, koja prolazi kroz optički sustav mikroskopa, čime se omogućava povećanje slike (Mršić i Žugaj, 2007). Metalografskom analizom snimljeno je kristalno zrno Ni-P prevlaka te supstrata od austenitnog čelika HRN EN X5CrNiMo17-12-2 (AISI 316). Za metalografsku analizu korišten je optički metalografski mikroskop BX51 OLYMPUS, a analiza je napravljena u Centru za istraživanje materijala Istarske županije – METRIS u Puli.

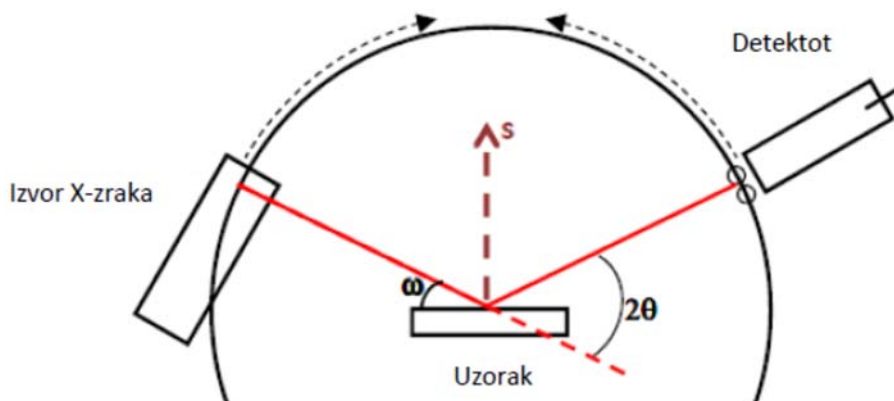
Za analizu kemijskog sastava EDS metodom (energiodisperzivnom spektroskopijom X-zraka), koristi se pretražni elektronski mikroskop (scanning electron microscope – SEM) opremljen EDS detektorom. Analiza rendgenskim zrakama daje rezultat u vidu kvalitativnog i kvantitativnog kemijskog sastava promatranog uzorka, a analiza primjenom SEM-a daje informacije o morfologiji površine i građi uzorka. Rendgenske zrake nastaju na način da elektron iz elektronskog snopa udara elektron u površinskom atomu uzorka. Taj energetski pobuđeni elektron izlazi iz unutarnje ljuske atoma, a elektron iz vanjske ljuske istog atoma zauzima njegovo mjesto, pri čemu se otpušta višak energije u obliku rendgenske zrake, a koju skuplja i očitava EDS detektor (Goldstein i dr., 2003).

EDS metodom napravljena je kemijska analiza Ni-P prevlaka i supstrata od austenitnog čelika X5CrNiMo17-12-2 u točkama prevlaka, kao i obojena mapacija te linijska raspodjela kemijskih elemenata kroz prevlaku, difuzijski sloj te supstrat. Analiza je napravljena EDS detektorom tvrtke BRUKER pretražnog elektronskog mikroskopa SEM tipa FEG QUANTA 250 tvrtke FEI, u ustanovi Centar za istraživanje materijala Istarske županije - METRIS u Puli. Pretražni elektronski mikroskop radi na principu pretraživanja površine precizno usmjerenim snopom elektrona. Ti elektroni izbijaju elektrone iz uzorka, a na tako dobivenu energiju reagiraju posebni detektori i pomoću mikroročunala stvaraju sliku (Mršić i Žugaj, 2007). Pretražnim elektronskim mikroskopom snimane su Ni-P prevlaka na supstratu od austenitnog čelika X5CrNiMo17-12-2 te su mjerene debljine Ni-P prevlaka.

Analiza kristalne strukture pomoću elektronskog mikroskopa napravljena je pomoću SE detektora sekundarnih elektrona i BSED detektora unazad raspršenih elektrona istog elektronskog mikroskopa. Za pripremu uzoraka brušenjem i poliranjem korišten je uređaj LABOPOL tvrtke STRUERS.

Mjerenje tvrdoće napravljeno je ispitivanjem tvrdoće prema Vickersu, pri kojem se dijamantna piramida sa kutom vrha od  $136^\circ$  utisne u površinu uzorka, nakon čega se izmjere dijagonale otiska i izračuna njihova srednja vrijednost. Dobivena srednja vrijednost otiska je tvrdoća prema Vickersu (Kraut, 1986). U ovom radu napravljeno je pet otisaka u Ni-P prevlaci. Za svaki je otisak izmjerena tvrdoća te je srednja vrijednost tih tvrdoća uzeta kao tvrdoća Ni-P prevlake. Mjerenje tvrdoće Ni-P prevlake napravljeno je uređajem za mjerenje tvrdoće i mikrotvrdoće STRUERS DURAMIN u Centru za istraživanje materijala Istarske županije – METRIS u Puli. Adhezija se procjenjuje na osnovu pojave pukotina na otisku nastalom ispitivanjem tvrdoće Vickersovom metodom. Izražena pojava pukotina u području oko otiska ukazuje na lošu adheziju.

Analiza X zrakama korištena je za pronalaženje  $\text{Ni}_3\text{P}$  faze u Ni-P prevlaci. Bragg-Brentano geometrije (slika 4.1), gdje je  $\omega$  ulazni kut između ulaznih X-zraka i uzorka,  $2\theta$  kut difrakcije između ulaznih X-zraka i detektora. Ulazni kut  $\omega$  je uvijek jednak polovici kuta difrakcije  $2\theta$ . Difrakcijski vektor  $S$  uvijek je normala na površinu uzorka.



Slika 4.1. Analiza X-zrakama na principu Bragg-Brentano geometrije (Speakman, 2016)

Postoje dva načina analize X-zrakama. Jedan je kada izvor X-zraka miruje, a uzorak i detektor rotiraju, a kod drugog načina uzorak miruje, dok izvor X-zraka i detektor rotiraju. Na taj način difrakcijom se uspijevaju promatrati različite ravnine kristalne rešetke (Speakman, 2016). Za analizu X-zrakama korišten je uređaj BRUKER AXS D8-Advance.

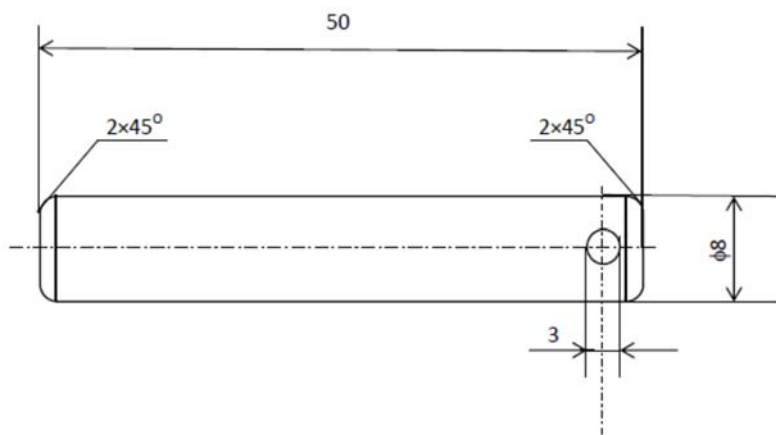
Nakon nanošenja Ni-P prevlake, uzorak je rezan kako bi se mogao pripremiti za metalografsku analizu prevlake. Uzorak je rezan na preciznoj rezalici za pripremu uzoraka LECO, u Centru za istraživanje materijala Istarske županije – METRIS u Puli. Brušenje i poliranje uzorka potrebno je kako bi se mogle izvršiti analize i mjerenja Ni-P prevlake. Uzorci su brušeni i polirani na uređaju za brušenje i poliranje STRUERS LABO POL, u Centru za istraživanje materijala Istarske županije – METRIS u Puli.

Kupelj je grijana na električnom kuhalu, u Galvanizaciji Lovrić Pula.

Toplinska obrada uzorka napravljena je na Tehničkom fakultetu u Rijeci, u Laboratoriju za toplinsku obradu metala, u komornoj peći OVER INDUSTRIJSKA ELEKTRONIKA, 9 kW. Toplinska obrada uzorka radi se zbog povećanja tvrdoće Ni-P prevlake te povećanja adhezije Ni-P prevlake na supstratu od austenitnog čelika X5CrNiMo17-12-2. Hlađenje se uvijek odvijalo na zraku.

#### 4.2. Uzorak za istraživanje bestrujno nanese Ni-P prevlake

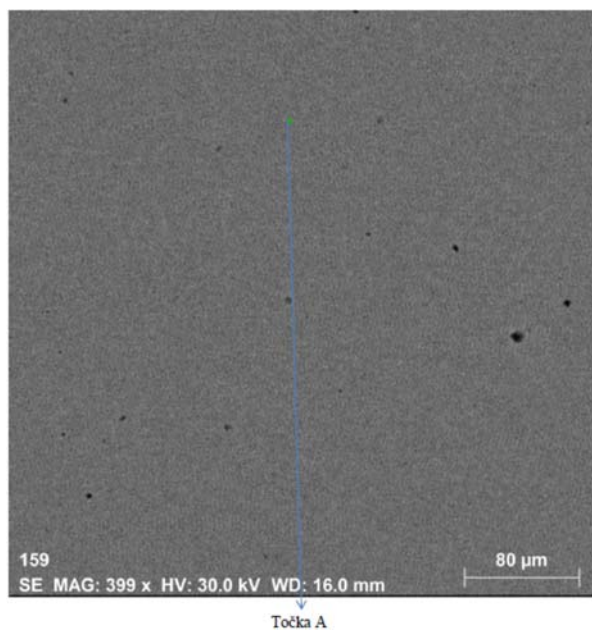
Uzorci za ispitivanje bestrujnoga niklanja su iz austenitnog čelika X5CrNiMo17-12-2, tvrdoće 258 HV0,01. Dimenzije uzorka prikazane su na slici 4.2.



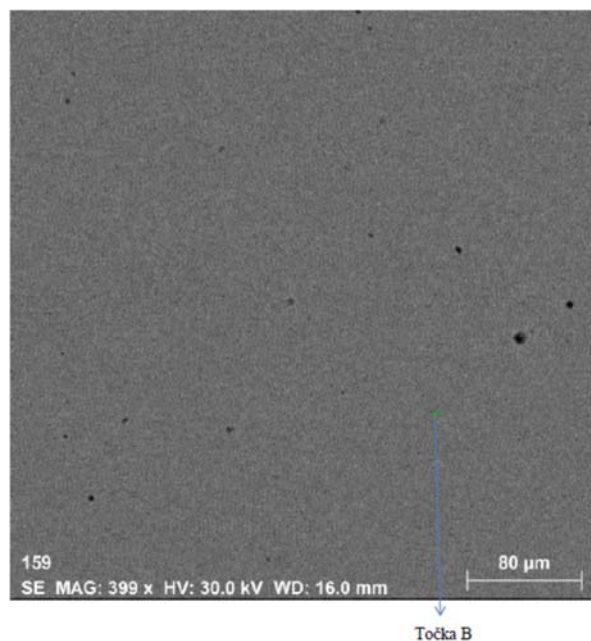
Slika 4.2. Dimenzije uzorka za bestrujno niklanje

### 4.3. Kemijska analiza supstrata

Kemijska analiza EDS metodom pomoću pretražnog elektronskog mikroskopa supstrata X5CrNiMo17-12-2, napravljena je u dvije točke: A (slika 4.3) i B (slika 4.4).

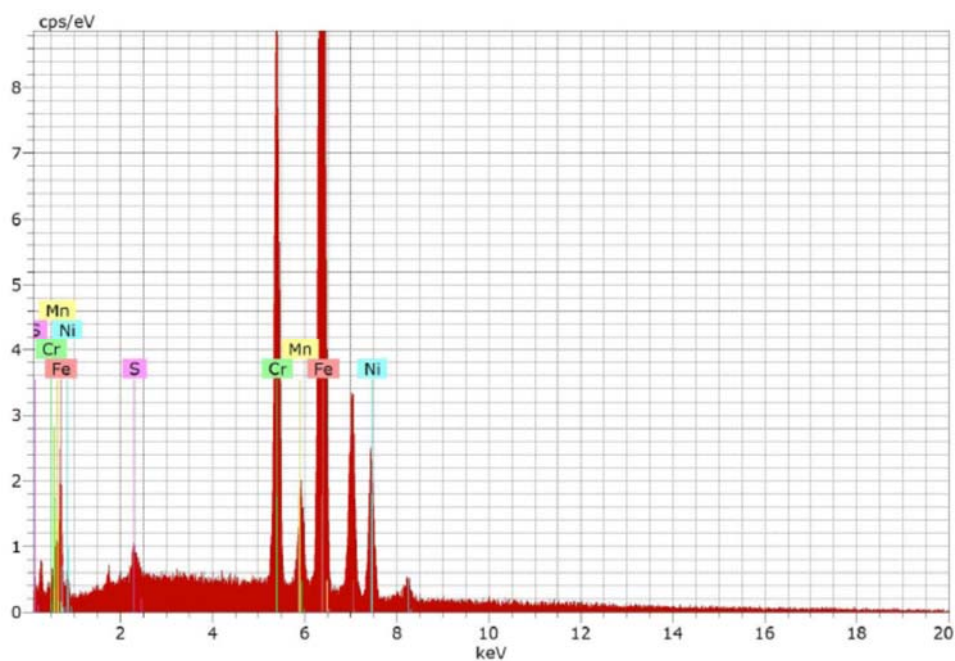


Slika 4.3. Kemijska analiza supstrata X5CrNiMo17-12-2 u točki A



Slika 4.4. Kemijska analiza supstrata X5CrNiMo17-12-2 u točki B

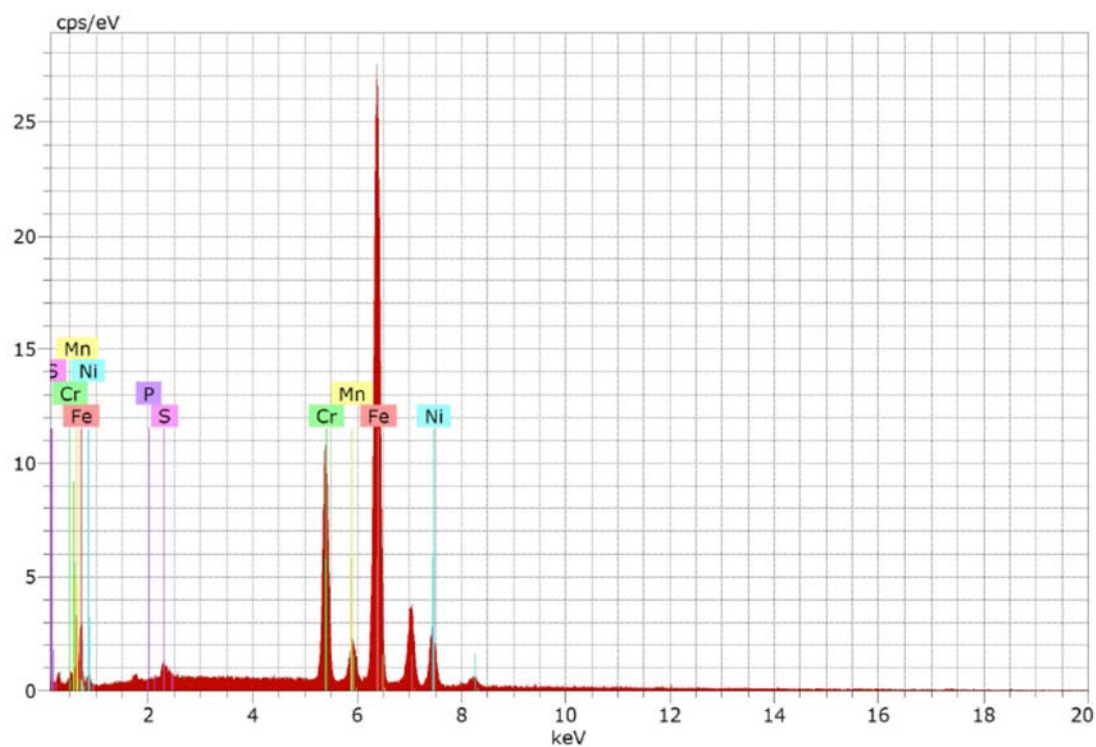
Kemijski sastav supstrata u točki A prikazan je na slici 4.5 i u tablici 4.1, dok je kemijski sastav supstrata u točki B prikazan na slici 4.6 i u tablici 4.2.



Slika 4.5. Prikaz kemijskog sastava supstrata X5CrNiMo17-12-2 u točki A

Tablica 4.1. Kemijski sastav supstrata X5CrNiMo17-12-2 u točki A

Supstrat	Maseni udio / %				
	Fe	Cr	Ni	Mn	S
X5CrNiMo17-12-2	71,26	16,77	10,02	1,18	0,76



Slika 4.6. Prikaz kemijskog sastava supstrata X5CrNiMo17-12-2 u točki B

Tablica 4.2. Kemijski sastav supstrata X5CrNiMo17-12-2 u točki B

Supstrat	Maseni udio / %					
	Fe	Cr	Ni	Mn	S	P
X5CrNiMo17-12-2	71,20	16,47	10,11	1,34	0,85	0,03

Usporedbom tablica 4.1 i 4.2 može se vidjeti podudaranje kemijskog sastava supstrata u točkama Ai B.

Mikrostruktura supstrata snimljena metalografskim mikroskopom prikazana je na slici 4.7. Uzorci su izrezani iz šipke austenitnog čelika X5CrNiMo17-12-2 te brušeni i mehanički polirani pastom za poliranje Kemipol T-12.



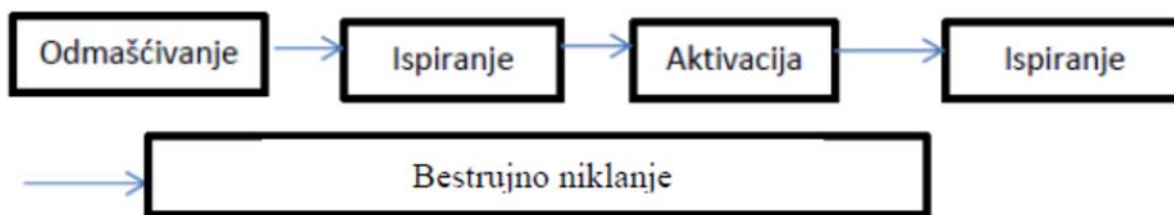


Slika 4.7. Mikrostruktura supstrata X5CrNiMo17-12-2

#### **4.4. Postupci bestrujnoga niklanja supstrata od austenitnog čelika X5CrNiMo17-12-2**

Iz dosadašnjeg opisa bestrujnoga niklanja na supstratu od austenitnog čelika, jasno je da je taj postupak veoma složen. Promatrajući pripremu uzorka i postupak bestrujnoga niklanja, shematski prikazan na slici 4.8 te razmišljajući o njegovom pojednostavljenju, može se zaključiti da su odmašćivanje i aktivacija neizostavne operacije za svako nanošenje prevlaka na supstrat. Iz tog razloga u ovom radu uopće nije razmatrano uklanjanje tih operacija.

Napravljen je pokušaj nanošenja prevlake bez elektrodmašćivanja i „nickel strike“ postupka. Osim što ove dvije operacije poskupljuju tehnološki proces zbog produljenja vremena izrade, dodatno poskupljenje uzrokuje i nabava dodatnog materijala (anode za „nickel strike“ i katode za elektrodmašćivanje), nabava i korištenje izvora struje i potrošnja električne energije. Svi eksperimenti odvijali su se po tehnološkom procesu prikazanom na slici 4.8.



Slika 4.8. Shematski prikaz pripreme uzorka i postupka bestrujnog niklanja supstrata X5CrNiMo17-12-2

Svaka se operacija vodila po sljedećim parametrima:

- odmaščivanje površine supstrata: temperatura 65 – 90 °C; trajanje 10 min,
- aktivacija površine supstrata: temperatura od 20 °C; trajanje 1 min,
- postupak bestrujnoga nanošenja Ni-P prevlake: temperatura 80 – 95 °C; trajanje 60 min,
- ispiranje kratkotrajnim umakanjem u vodu.

Uzorci su prije svega mehanički ispolirani. Nakon toga su odmaščeni u kupelji pomoću preparata Uniclean 253, sastava na bazi silikata, hidroksida i biorazgradive površinski aktivne tvari. Zatim je površina supstrata aktivirana preparatom Uniclean 675, nakon čega je uzorak ispran vodom i pripremljen za niklanje. Niklanje je obavljeno u kupelji trgovačkog naziva Nikora, na bazi vodene otopine natrijevoga hipofosfita. Sadržaj fosfora u Ni-P prevlaci dobiven iz kupelji Nikora iznosi 9 %.

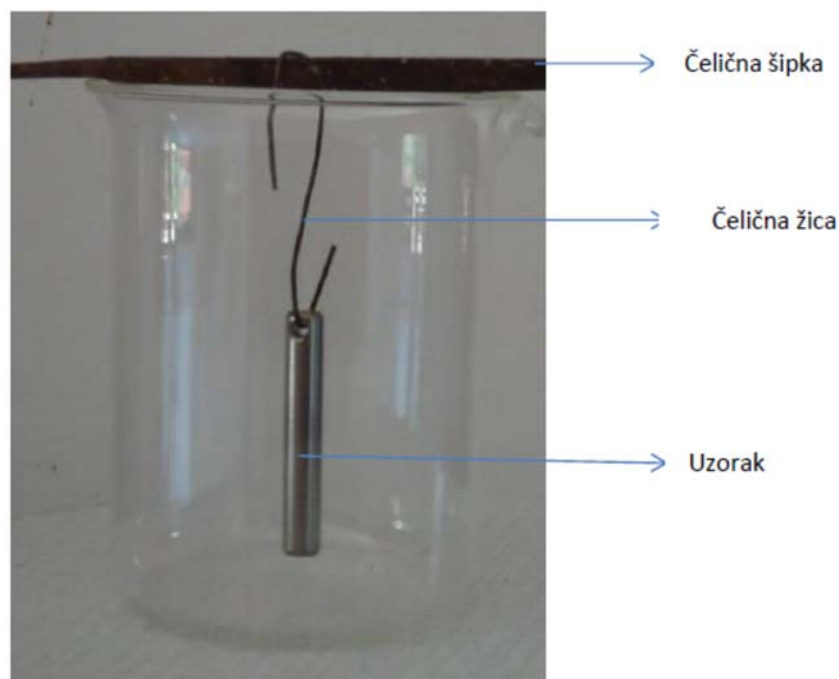
Korišteni postupci bestrujnoga niklanja prikazani su na slici 4.9.



Slika 4.9. Prikaz korištenih postupaka niklanja čelika

#### 4.5. Bestrujno niklanje uranjanjem uzorka

Obrada se odvijala na način da se uzorak objesio na čeličnu žicu, a ta žica na čeličnu šipku postavljenu preko ruba čaše. Budući da su se kupelji nalazile u staklenim čašama, uzorak se uranjao naslanjanjem čelične šipke na čašu (slika 4.10).



Slika 4.10. Prikaz načina uranjanja uzorka u kupelj za bestrujno niklanje

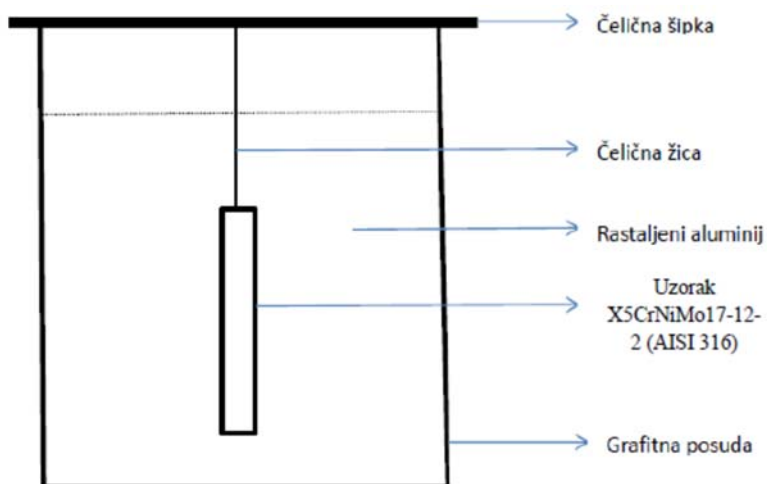
Nakon što je Ni-P prevlaka nanescena, uzorak je toplinski obrađen na 400 °C. Na slici 4.11 može se vidjeti ljuštenje Ni-P prevlake nakon toplinske obrade. Na slici se supstrat može vidjeti kao sjajna površina austenitnog čelika, dok su ostaci Ni-P prevlake na supstratu svjetliji djelovi površine koji nisu sjajni). Može se zaključiti da je zbog ljuštenja prevlake ovaj postupak nanošenja Ni-P prevlake neuspješan i rezultira nedovoljno dobrom adhezijom prevlake i supstrata.



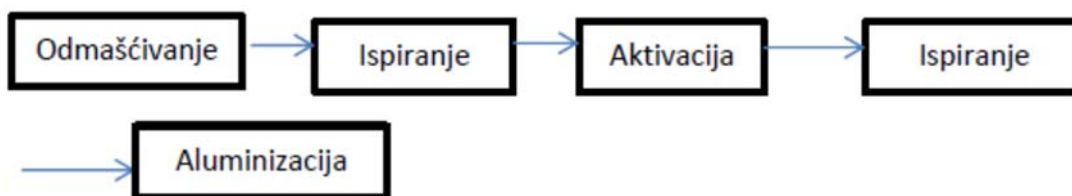
Slika 4.11. Oljuštena Ni-P prevlaka nakon toplinske obrade.

#### **4.6. Bestrujno niklanje uzorka nehrđajućeg čelika X5CrNiMo17-12-2 sa kratkotrajnom inicijacijom**

Iz literaturnih je podataka (Baudrand, 1994) poznato da je aluminij supstrat izrazito autokatalitičke površine. Poznata činjenica (Shigeaki Kobayashi i dr., 2002; Bouche i dr., 1998; Lepka i Rzadkosz, 2007) je da se na željezo i čelik, uranjanjem u rastaljeni aluminij, može nanijeti sloj aluminija. Koristeći te podatke napravljen je pokušaj nanošenja sloja aluminija na supstrat od austenitnog čelika X5CrNiMo17-12-2 te naknadnog nanošenja Ni-P prevlake na taj sloj. Obrada se odvijala na način da se uzorak objesio o čeličnu žicu, a ta žica o čeličnu šipku (slika 4.12). Nakon što se aluminij rastalio u grafitnoj posudi u peći, čelična šipka se postavila na grafitnu posudu, tako da je uzorak uronjen u tekući aluminij. Uzorak je u rastaljenom aluminiju u peći bio uronjen tri minute, nakon čega je uzorak ohlađen na zraku. Uzorak je prije uranjanja u tekući aluminij pripremljen na način prikazan na slici 4.13. Nakon izvlačenja uzorka iz rastaljenog aluminija, aluminizirana površina je bila izobličena (slika 4.14). Nakon toga napravljen je pokušaj niklanja uzorka, tako da su čisti uzorak od čelika X5CrNiMo17-12-2 i aluminizirani uzorak za vrijeme niklanja bili u neposrednom dodiru u trajanju od pet minuta (slika 4.15).



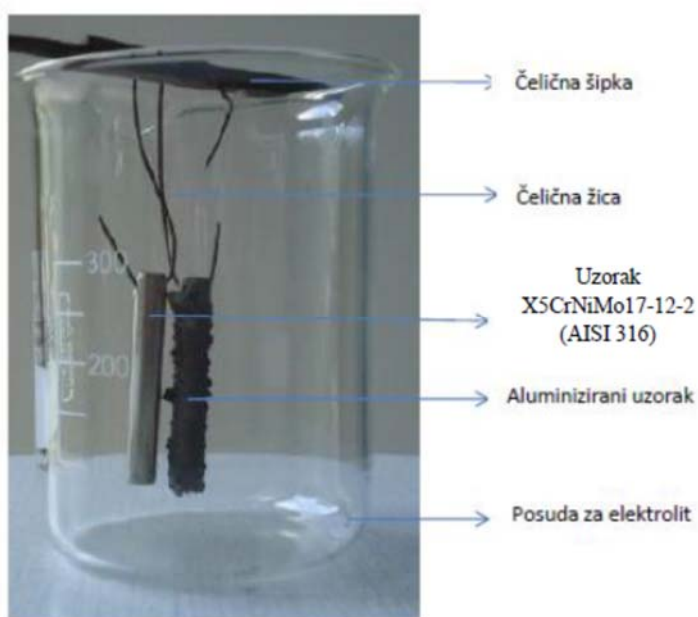
Slika 4.12. Shema uzorka uronjenog u rastaljeni aluminij



Slika 4.13. Shema pripreme i aluminizacije uzorka



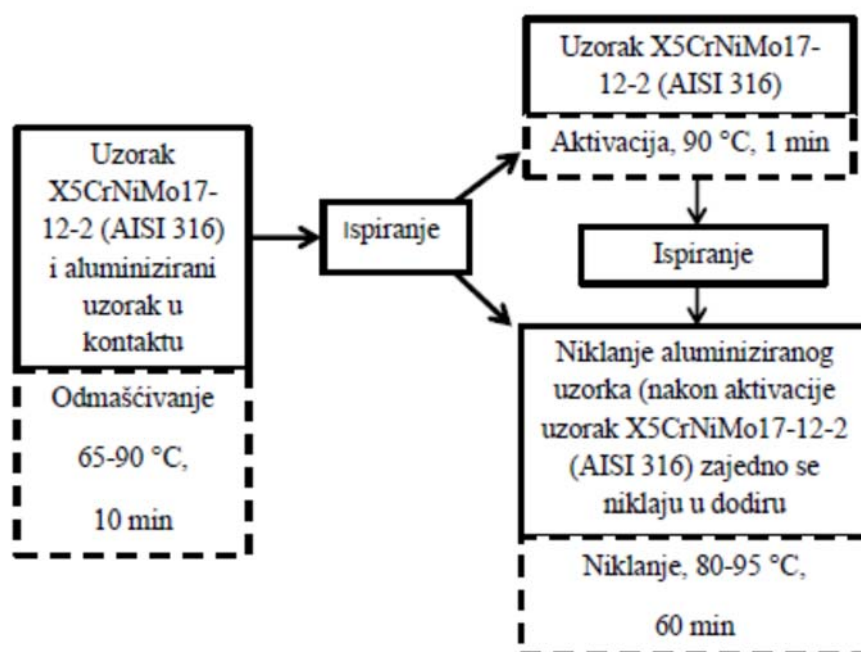
Slika 4.14. Aluminizirani uzorak X5CrNiMo17-12-2



Slika 4.15. Uzorak čelika X5CrNiMo17-12-2 i aluminizirani uzorak za vrijeme niklanja u dodiru 5 min

Aluminizirani uzorci koji su bili u dodiru s uzorkom čelika X5CrNiMo17-12-2 su prethodno odmašćeni u trajanju od 10 min, a zatim isprani. Nakon toga, aluminizirani uzorak je uronjen u kupelj za niklanje, pri čemu niklanje započinje odmah pri uranjanju, a supstrat je istovremeno uronjen u kupelj za aktivaciju površine i aktiviran u trajanju od jedne minute. Zatim je ispran i uronjen u kupelj za niklanje na način da je u dodiru s aluminiziranim uzorkom. Nakon pet minuta, aluminizirani uzorak je izvađen iz kupelji i uzorak od čelika X5CrNiMo17-12-2 se nastavio sam niklati. Nakon niklanja uzorak je izrezan na metalografskoj pili, zaliven u smolu, poliran i na njemu je izmjerena tvrdoća prevlake po Vickersu. Promatrana je prevlaka na metalografskom mikroskopu te je izmjerena debljina sloja na pretražnom mikroskopu. Ostatak uzorka, koji nije analiziran, nakon niklanja je toplinski obrađen na temperaturi od 500 °C.

Drugi je uzorak pripremljen na isti način, na njega je nanescena prevlaka bestrujnim postupkom te je toplinski obrađen na 400 °C i ispitan. Prilikom mjerenja tvrdoće svaki je uzorak mjeran pet puta, a kao prihvaćena vrijednost tvrdoće uzeta je srednja vrijednost svih mjerenja. Shema pripreme uzorka X5CrNiMo17-12-2 i postupka bestrujnoga niklanja u dodiru s aluminiziranim uzorkom prikazana je na slici 4.16.



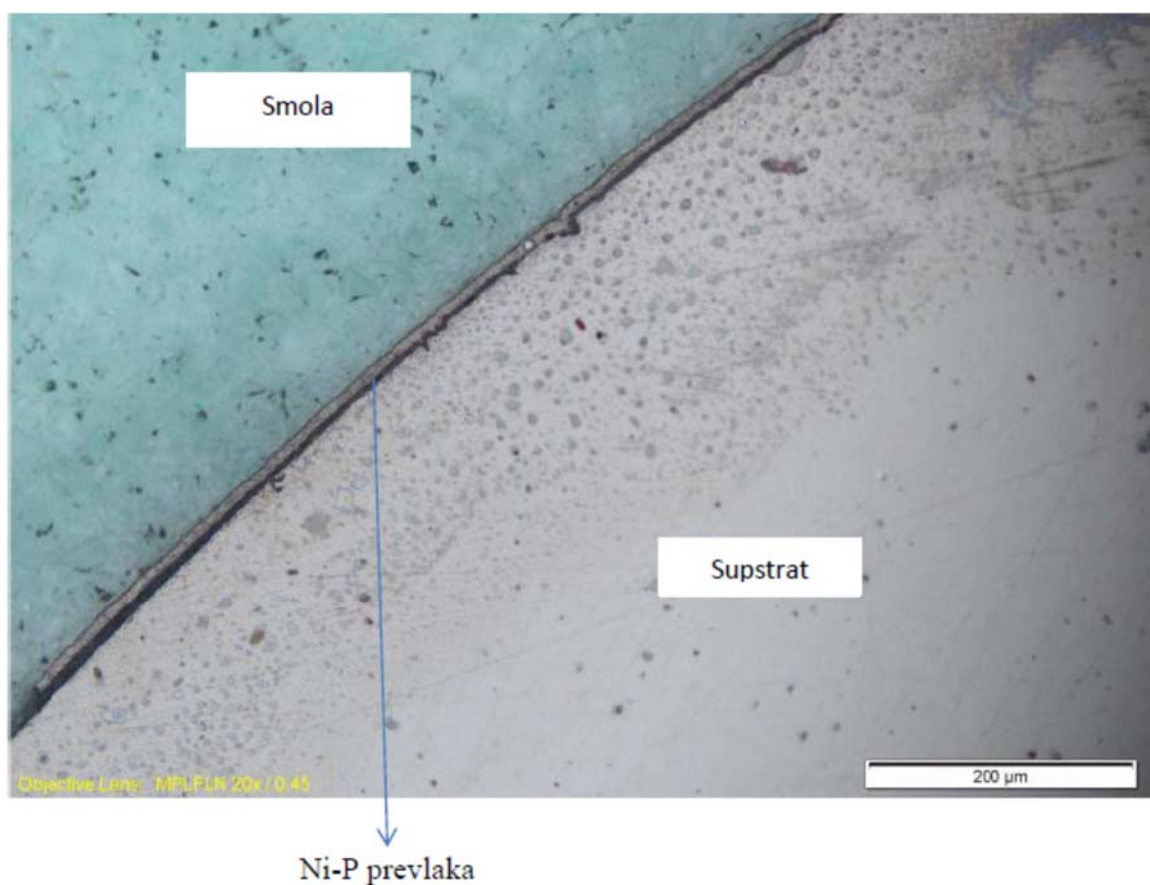
Slika 4.16. Priprema i postupak bestrujnoga niklanja uzorka od čelika X5CrNiMo17-12-2

#### 4.6.1. Rezultati analize Ni-P prevlake toplinski neobrađenog uzorka

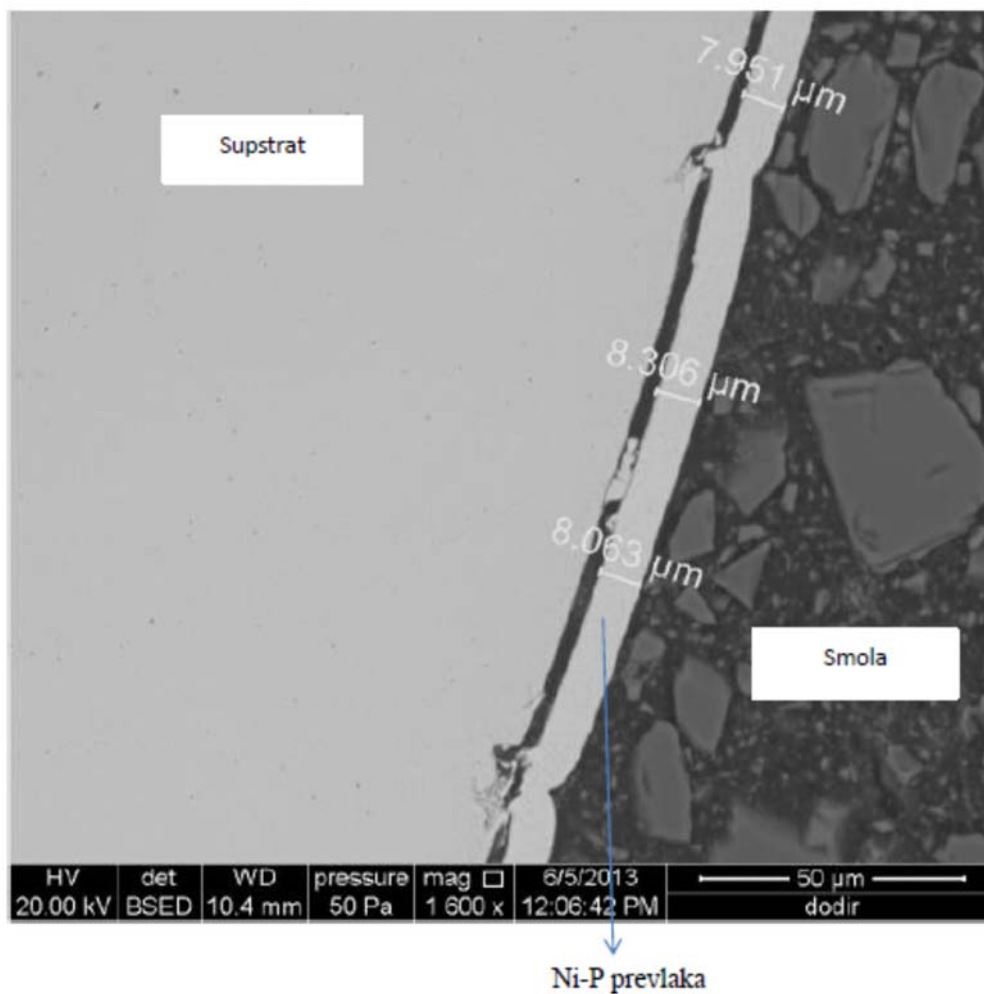
Tvrdoća Ni-P prevlake toplinski neobrađenog uzorka od čelika X5CrNiMo17-12-2 dobivenog bestrujnim niklanjem sa kratkotrajnom inicijacijom iznosila je 429 HV<sub>0,01</sub>.

Slika 4.17 prikazuje Ni-P prevlaku i supstrat, snimljene metalografskim mikroskopom. Na slici je uočljivo da između Ni-P prevlake i supstrata nema povezanosti pa se može zaključiti da adhezija nije zadovoljavajuća. Također se može primijetiti da prevlaka dobro prati oblik površine uzorka.

Pomoću pretražnog elektronskog mikroskopa izmjerena je debljina Ni-P prevlake na supstratu. Rezultati ispitivanja prikazani su na slici 4.18, na kojoj se može uočiti prilično jednolika debljina Ni-P prevlake koja u prosjeku iznosi 8,11  $\mu\text{m}$ .



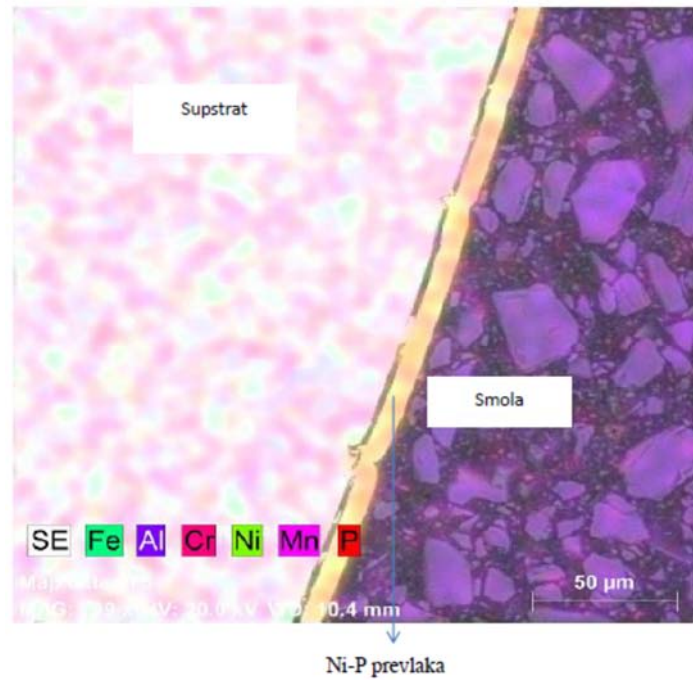
Slika 4.17. Ni-P prevlaka i supstrat toplinski neobrađenog uzorka



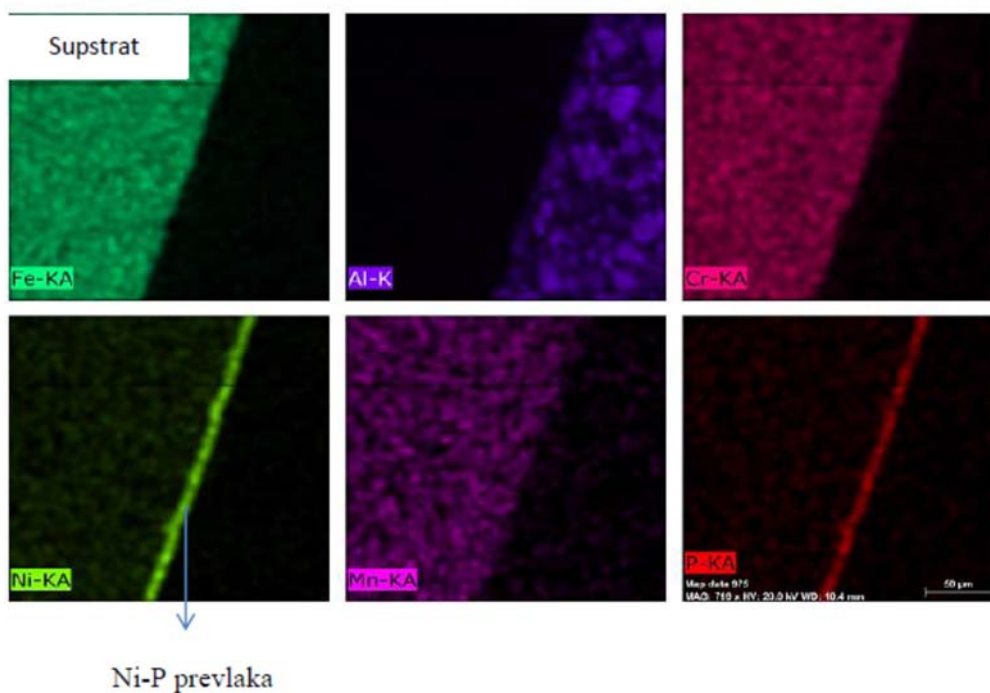
Slika 4.18. Debljina Ni-P prevlake na supstratu toplinski neobrađenog uzorka

Kemijska analiza Ni-P prevlake i supstrata toplinski neobrađenog uzorka dobivenog bestrujnim niklanjem sa kratkotrajnom inicijacijom napravljena je EDS metodom pomoću pretražnog elektronskog mikroskopa, slika 4.19 i 4.20. Na slici 4.20 može se vidjeti da se Fe, Cr, Ni i Mn, kao osnovni elementi čelika X5CrNiMo17-12-2 nalaze u supstratu, a da se Ni i P, kao osnovni elementi Ni-P prevlake nalaze u prevlaci. Vidljivo je da je u supstratu sadržaj nikla znatno manji u odnosu na njegov sadržaj u prevlaci. Također se može vidjeti kako aluminija nema niti u prevlaci niti u supstratu, bez obzira na to što je tijekom niklanja aluminij jedno vrijeme bio u dodiru s uzorkom.



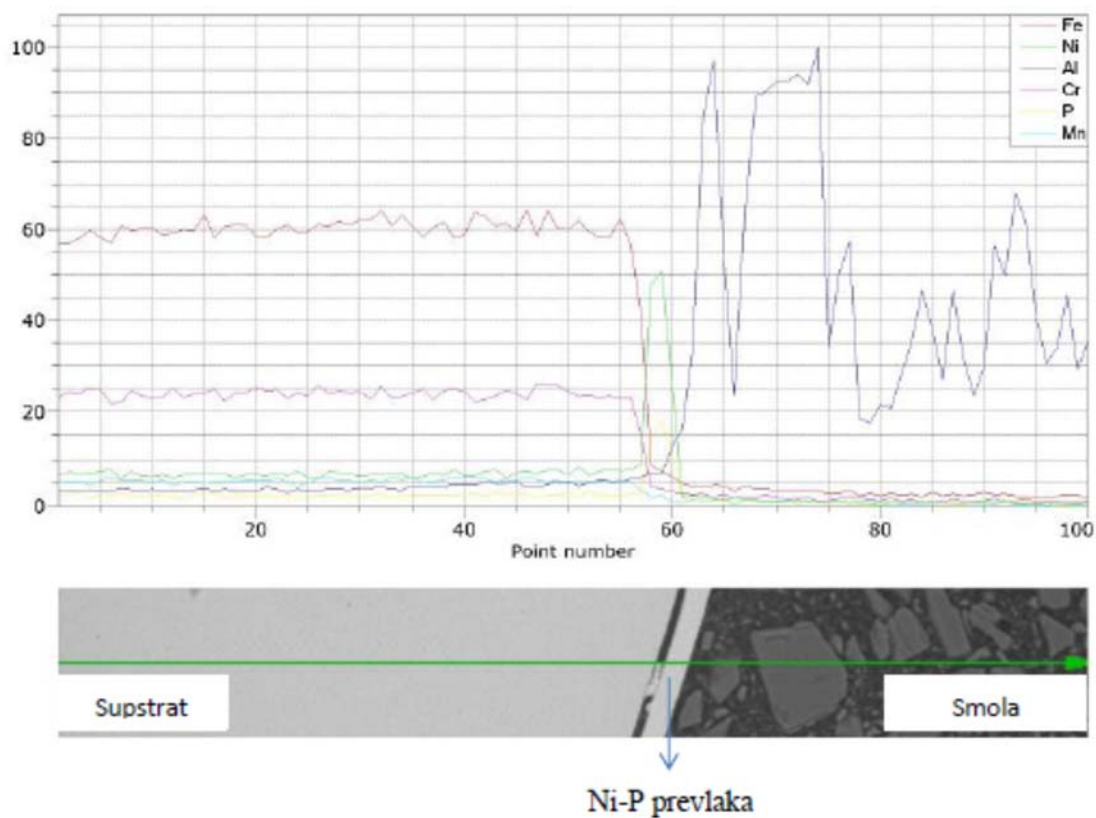


Slika 4.19. Kemijski sastav Ni-P prevlake i supstrata toplinski neobrađenog uzorka



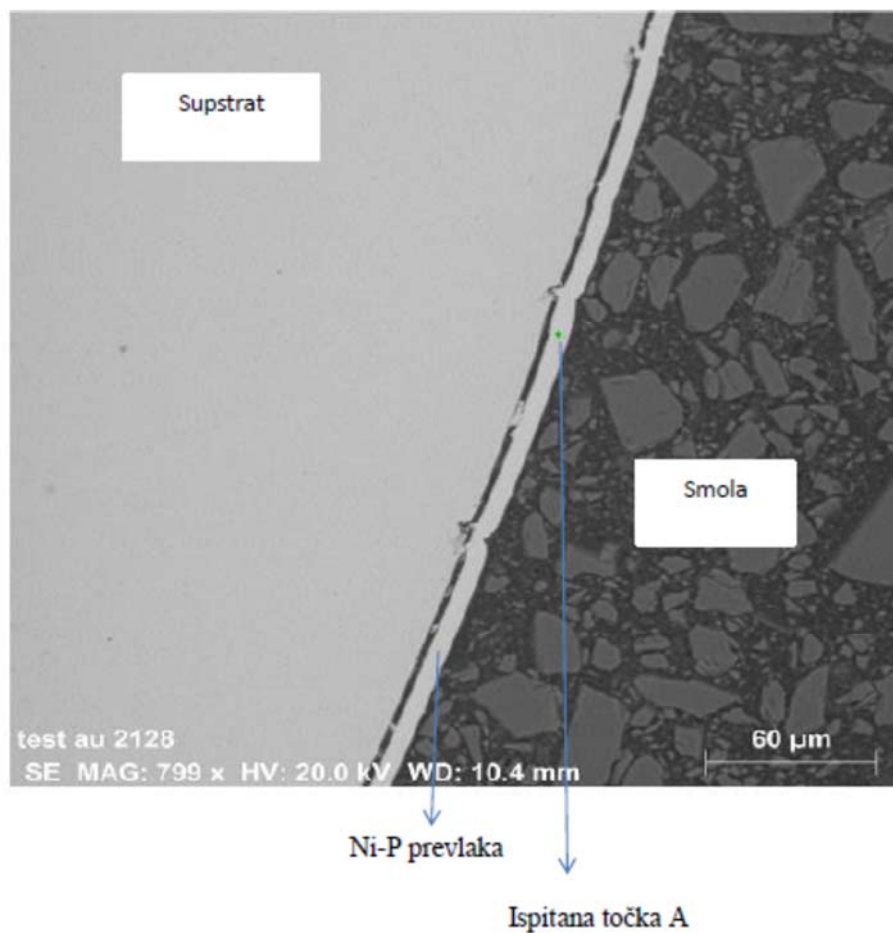
Slika 4.20. Raspodjela kemijskih elemenata na površini Ni-P prevlake i supstrata toplinski neobrađenog uzorka

Linijski dijagram Ni-P prevlake i supstrata toplinski neobrađenog uzorka dobiven EDS metodom pomoću pretražnog elektronskog mikroskopa prikazan je na slici 4.21. Vidljivo je da u supstratu ima najviše željeza i kroma te da se ostali elementi nalaze u malim količinama. U prevlaci se nalaze nikel i fosfor, a ostali se elementi nalaze u malim količinama.



Slika 4.21. Linijski dijagram Ni-P prevlake i supstrata toplinski neobrađenog uzorka

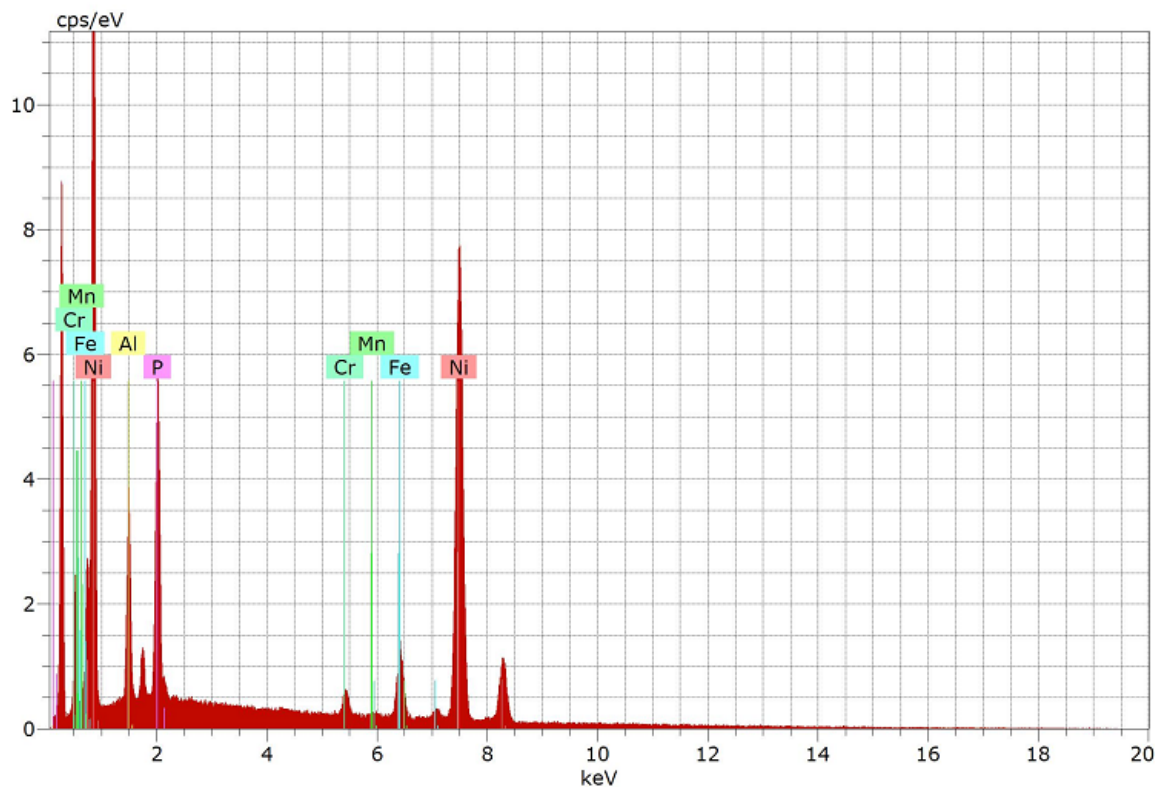
Kemijska analiza Ni-P prevlake na supstratu toplinski neobrađenog uzorka napravljena je u točkama A i B, slika 4.22 i slika 4.24, EDS metodom pomoću pretražnog elektronskog mikroskopa.



Slika 4.22. Kemijska analiza Ni-P prevlake u točki A, na supstratu toplinski neobrađenog uzorka

Kemijski sastav Ni-P prevlake u točki A prikazan je na slici 4.23 i u tablici 4.3. Iz tablice 4.3 vidljivo je da se u prevlaci nalazi najviše nikla i fosfora (75,25 %Ni i 9,05 %P), što je i očekivano. Osim tih elemenata prisutni su željezo, aluminij, krom i mangan (6,85 %Fe, 6,30 %Al, 2,07 %Cr i 0,49 %Mn).

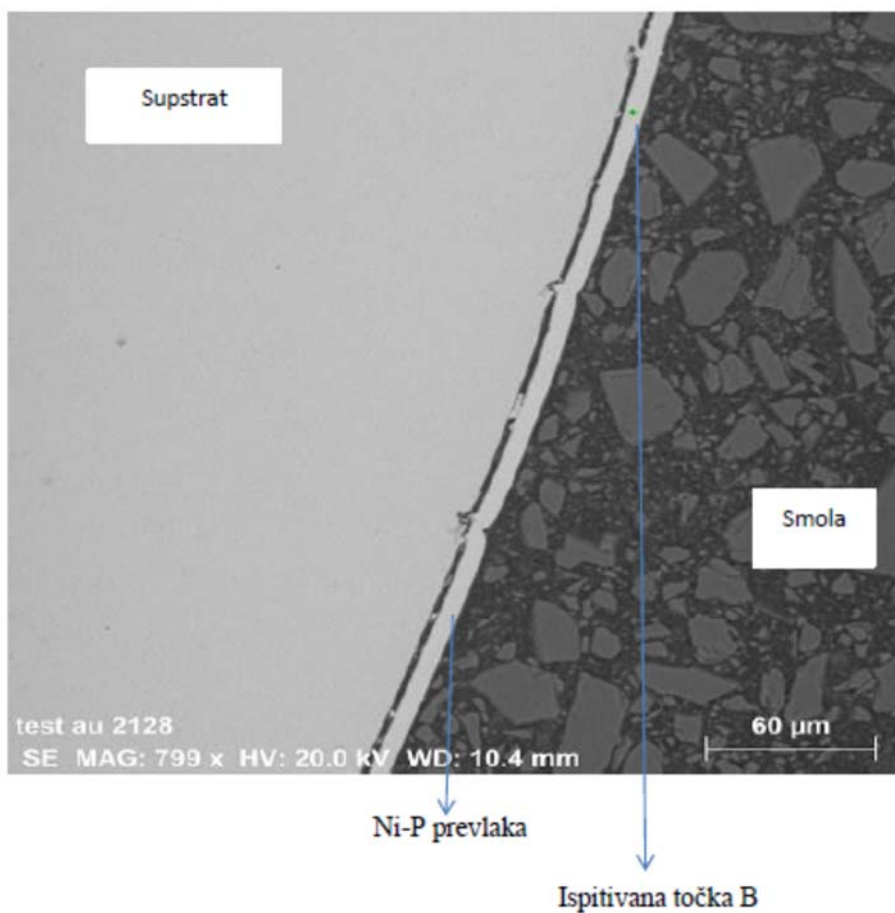
Kemijski sastav Ni-P prevlake u točki B prikazan je na slici 4.25 i u tablici 4.4. Iz tablice 4.4 vidljivo je da se u prevlaci nalazi najviše nikla i fosfora (77,08 %Ni i 10,08 %P), što je i očekivano. Osim tih elemenata prisutni su željezo, aluminij, krom i mangan (5,47 %Fe, 5,47 %Al, 1,62 %Cr i 0,27 %Mn).



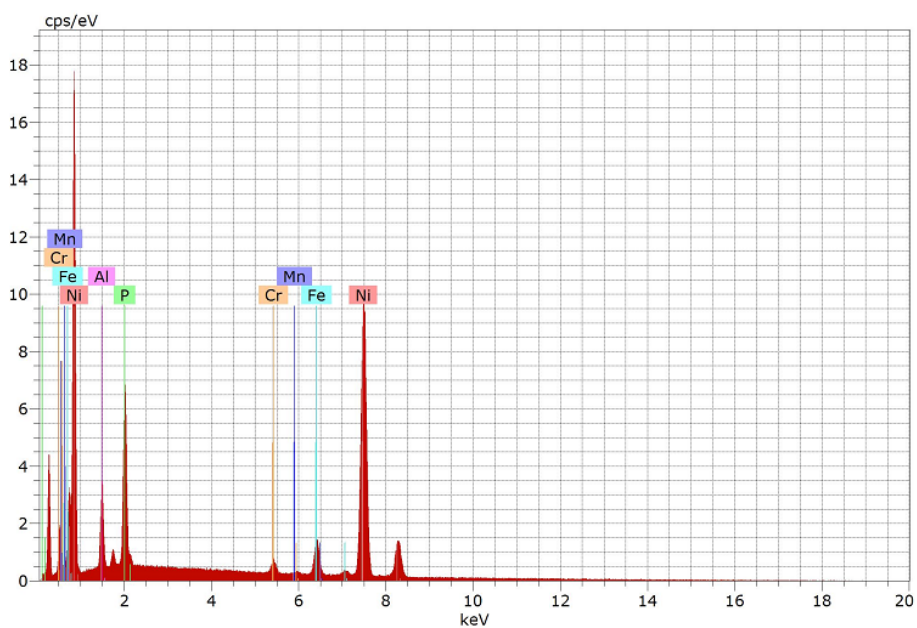
Slika 4.23. Prikaz kemijskog sastava uzorka Ni-P prevlake u točki A, na supstratu toplinski neobrađenog uzorka

Tablica 4.3. Prikaz kemijskog sastava Ni-P prevlake u točki A, na supstratu toplinski neobrađenog uzorka

Prevlaka	Maseni udio / %					
	Ni	P	Fe	Al	Cr	Mn
Ni-P	75,25	9,05	6,85	6,30	2,07	0,49



Slika 4.24. Kemijska analiza Ni-P prevlake u točki B, na supstratu toplinski neobrađenog uzorka

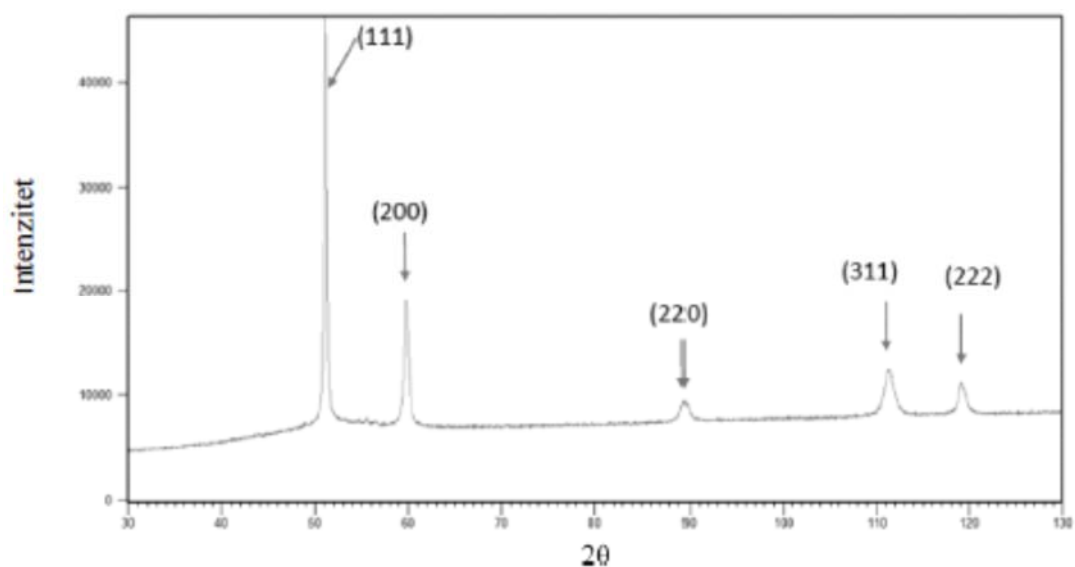


Slika 4.25. Prikaz kemijskog sastava uzorka Ni-P prevlake u točki B, na supstratu toplinski neobrađenog uzorka

Tablica 4.4. Prikaz kemijskog sastava Ni-P prevlake u točki B na supstratu toplinski neobrađenog uzorka

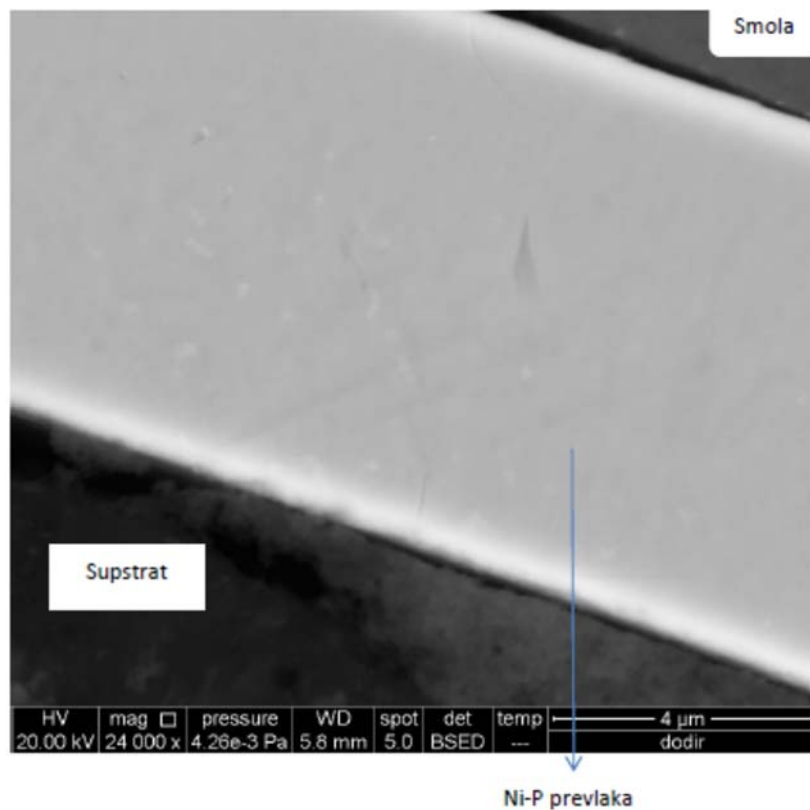
Prevlaka	Maseni udio / %					
	Ni	P	Fe	Al	Cr	Mn
Ni-P	77,08	10,08	5,47	5,47	1,62	0,27

Na ovom uzorku napravljena je i rendgenska analiza sa svrhom određivanja udjela  $\text{Ni}_3\text{P}$  faze u Ni-P prevlaci. Ispitivanje je pokazalo da u prevlaci  $\text{Ni}_3\text{P}$  faza nije prisutna (slika 4.26).



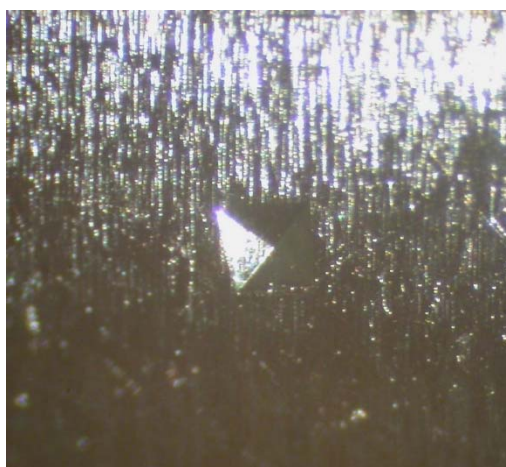
Slika 4.26. Analiza toplinski neobrađene Ni-P prevlake X zrakama

Na ovom je uzorku također analizirana i kristalna struktura (slika 4.27). Na slici 4.27 može se primijetiti da kristalna zrna nisu prisutna.



Slika 4.27. Analiza kristalnih zrna na toplinski neobrađenoj Ni-P prevlaci, određena EDS metodom pomoću pretražnog elektronskog mikroskopa

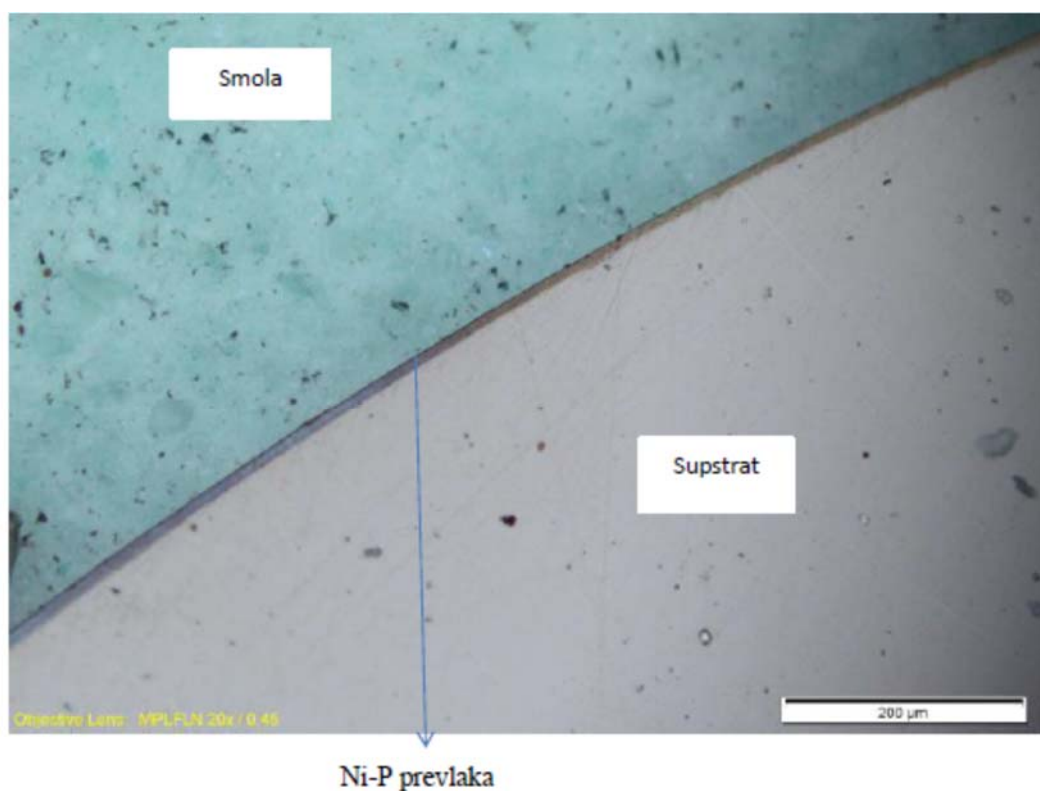
Također, na uzorku je promatrana pojava pukotina na otisku dobivenom ispitivanjem tvrdoće Vickersovom metodom, u cilju procjene adhezije (slika 4.28). Iz slike 4.28 vidi se da nema pojave pukotina na otiscima dobivenim metodom HV0,01.



Slika 4.28. Analiza pojave pukotina na otisku toplinski neobrađene Ni-P prevlake, dobivena metodom HV0,01

#### 4.6.2. Rezultati analize Ni-P prevlake toplinski obrađenog uzorka pri 400 °C

Na slici 4.29 prikazani su Ni-P prevlaka i supstrat snimljeni metalografskim mikroskopom, uzorka dobivenog bestrujnim niklanjem sa kratkotrajnom inicijacijom, toplinski obrađenog na temperaturi od 400 °C. Tvrdooća Ni-P prevlake uzorka toplinski obrađenog na temperaturi od 400 °C iznosi 885 HV0,01.

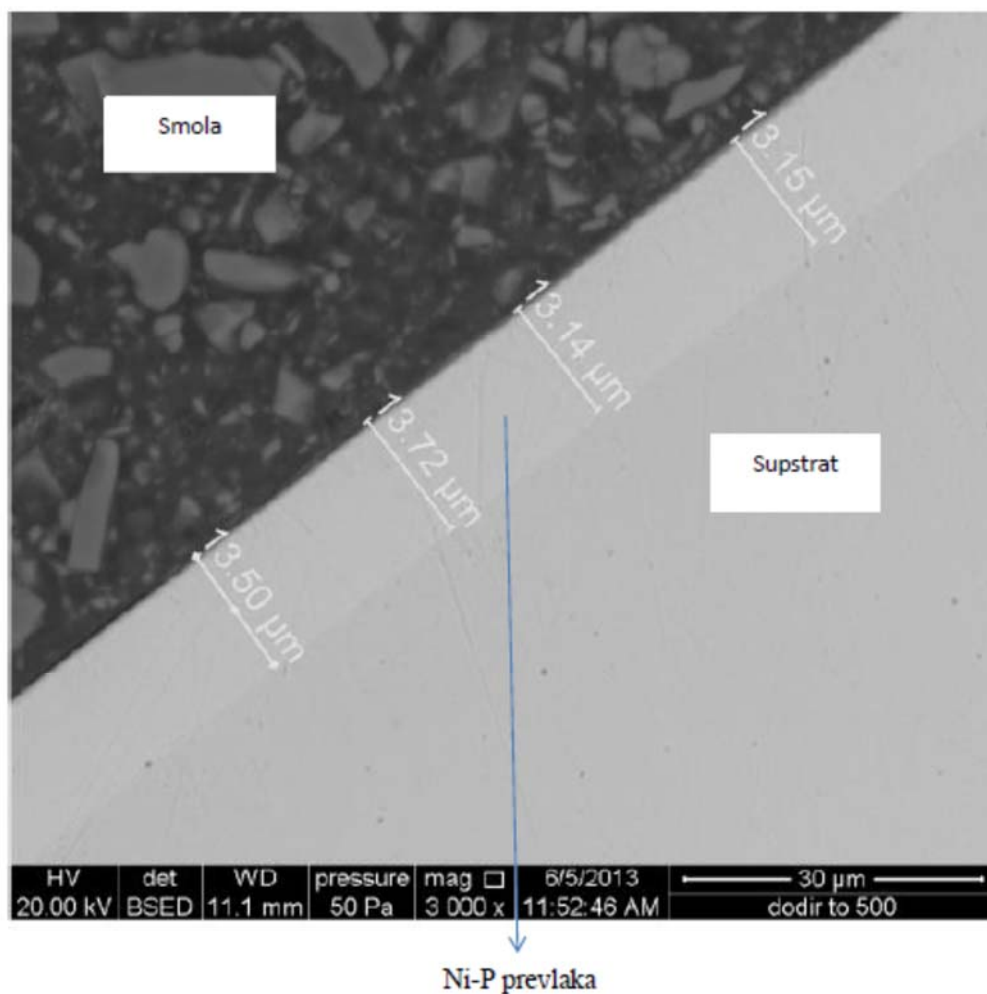


Slika 4.29. Ni-P prevlaka i supstrat toplinski obrađenog uzorka na 400 °C

Na slici 4.29 uočljivo je da su Ni-P prevlaka i supstrat dobro povezani, što ukazuje na zadovoljavajuću adheziju. Također se može primijetiti da prevlaka dobro prati oblik površine uzorka.

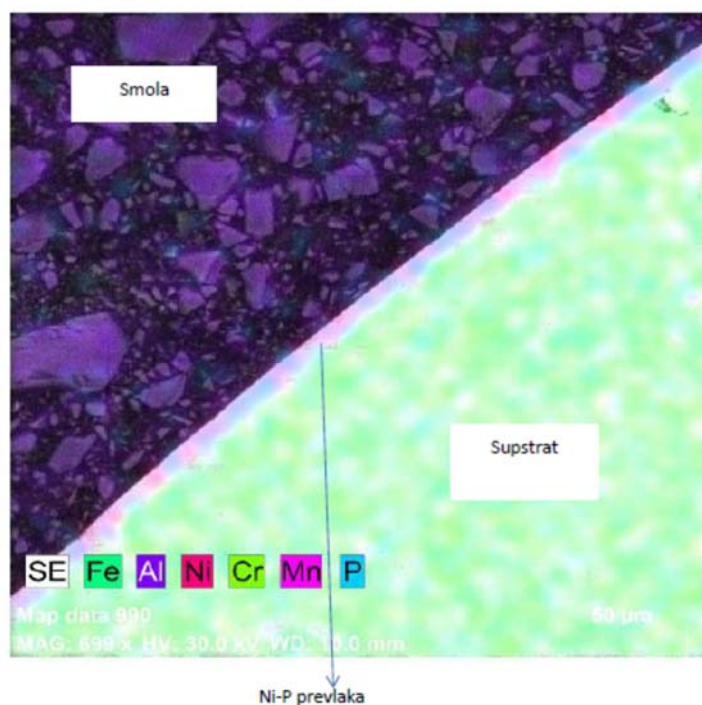
Na pretražnom elektronskom mikroskopu je izmjerena debljina Ni-P prevlaka na supstratu uzorka toplinski obrađenog na 400 °C. Rezultati mjerenja su prikazani na slici 4.30 iz koje se može uočiti da je debljina prevlake jednolika, srednje vrijednosti debljine jednake 13,388 μm. Pod ovim uvećanjem moguće je uočiti da između prevlake i supstrata nema nikakvog razmaka.



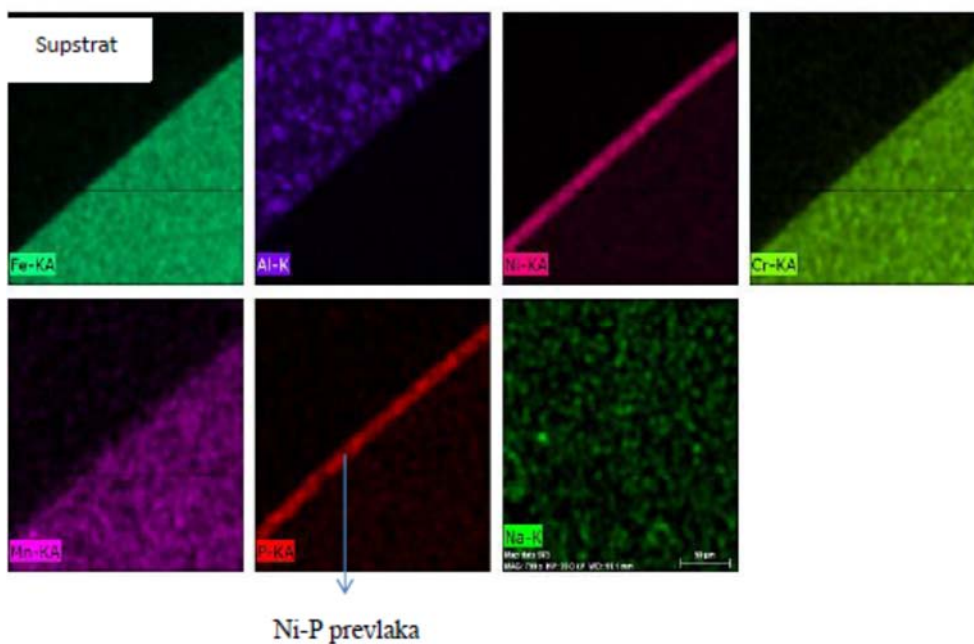


Slika 4.30. Debljina Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 400 °C

Kemijska analiza Ni-P prevlake i supstrata toplinski obrađenog uzorka na 400 °C napravljena je EDS metodom pomoću pretražnog elektronskog mikroskopa (slika 4.31 i 4.32). Na slici 4.32 može se vidjeti da se Fe, Cr, Ni i Mn, kao osnovni elementi čelika X5CrNiMo17-12-2 nalaze u supstratu, a Ni i P, kao osnovni elementi Ni-P prevlake, nalaze se u prevlaci. Uočava se da je u supstratu znatno manje nikla nego u prevlaci.

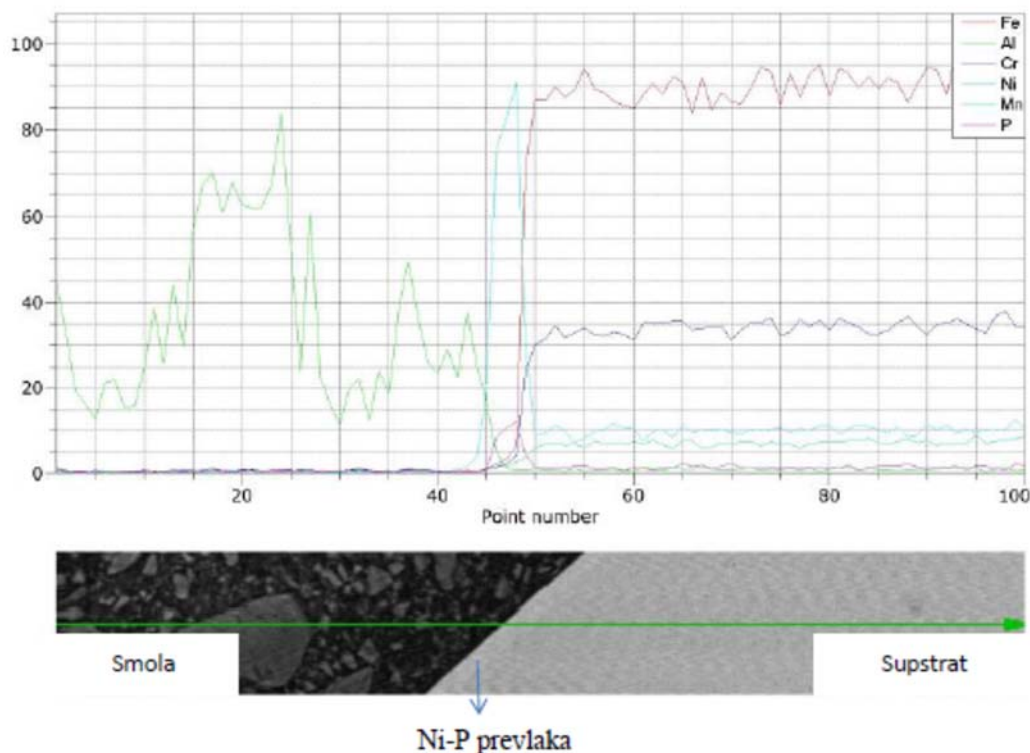


Slika 4.31. Kemijski sastav Ni-P prevlake i supstrata toplinski obrađenog uzorka na 400 °C



Slika 4.32. Raspodjela kemijskih elemenata na površini Ni-P prevlake i supstrata toplinski obrađenog uzorka na 400 °C

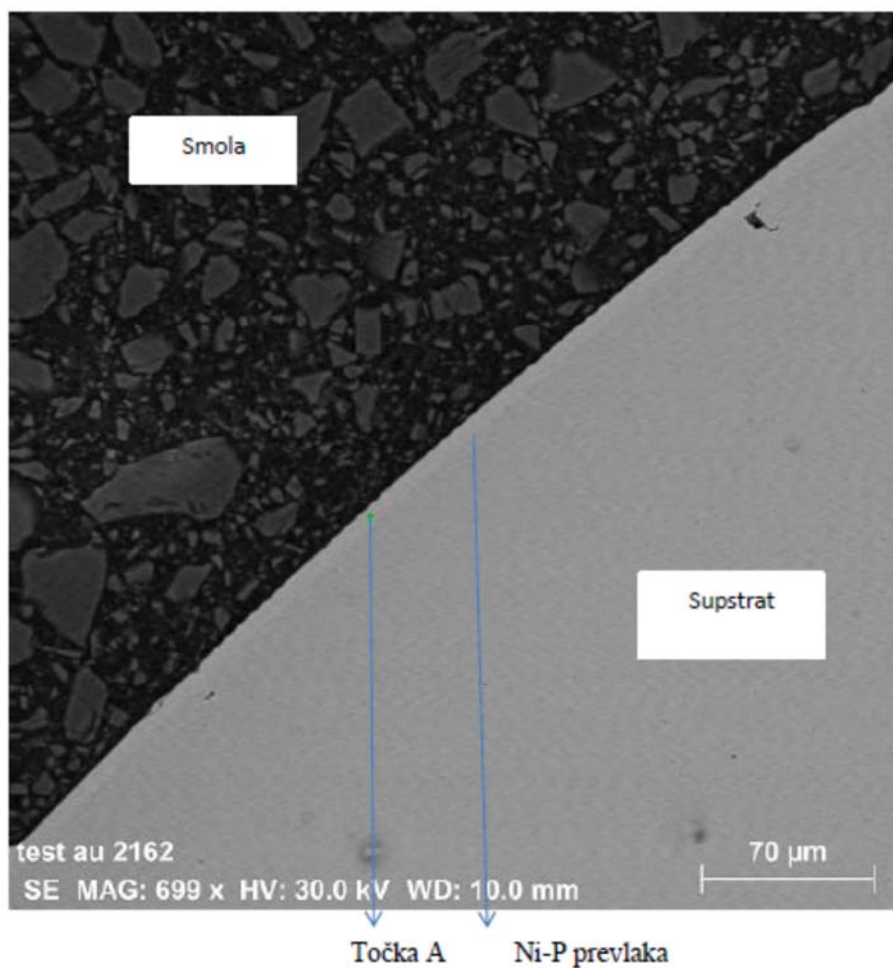
Linijski dijagram Ni-P prevlake i supstrata X5CrNiMo17-12-2, uzorka toplinski obrađenog na 400 °C, dobiven pomoću pretražnog elektronskog mikroskopa EDS metodom, prikazan je na slici 4.33.



Slika 4.33. Linijski dijagram Ni-P prevlake i supstrata toplinski obrađenog uzorka na 400 °C

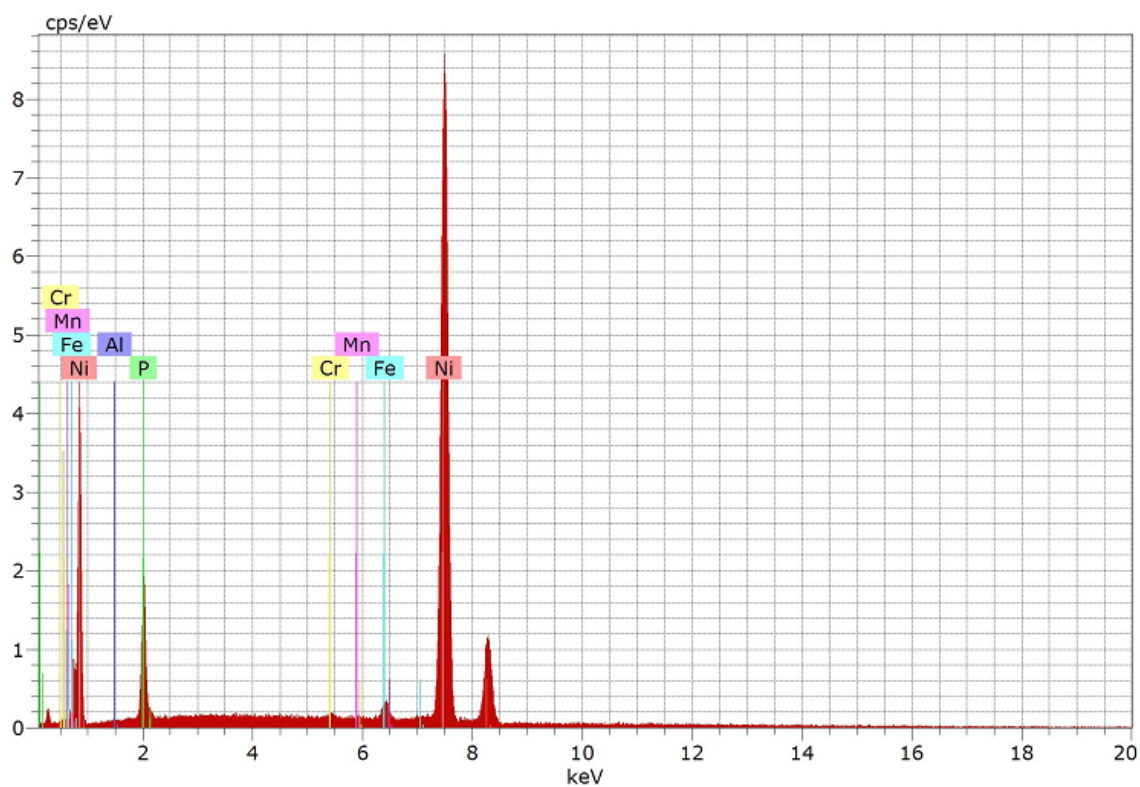
Iz slike 4.33 vidljivo je da u supstratu ima najviše željeza i kroma, dok se drugi kemijski elementi nalaze u malim količinama. U prevlaci se nalaze nikal i fosfor, dok se drugi kemijski elementi nalaze u malim količinama.

Kemijska analiza Ni-P prevlake na supstratu uzorka toplinski obrađenog na 400 °C, koji je bio u dodiru s aluminiziranim uzorkom, napravljena je u točkama A (slika 4.34) i B (slika 4.36). Za kemijsku analizu korištena je EDS metoda ipretražni elektronski mikroskop.



Slika 4.34. Kemijska analiza Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 400 °C u točki A

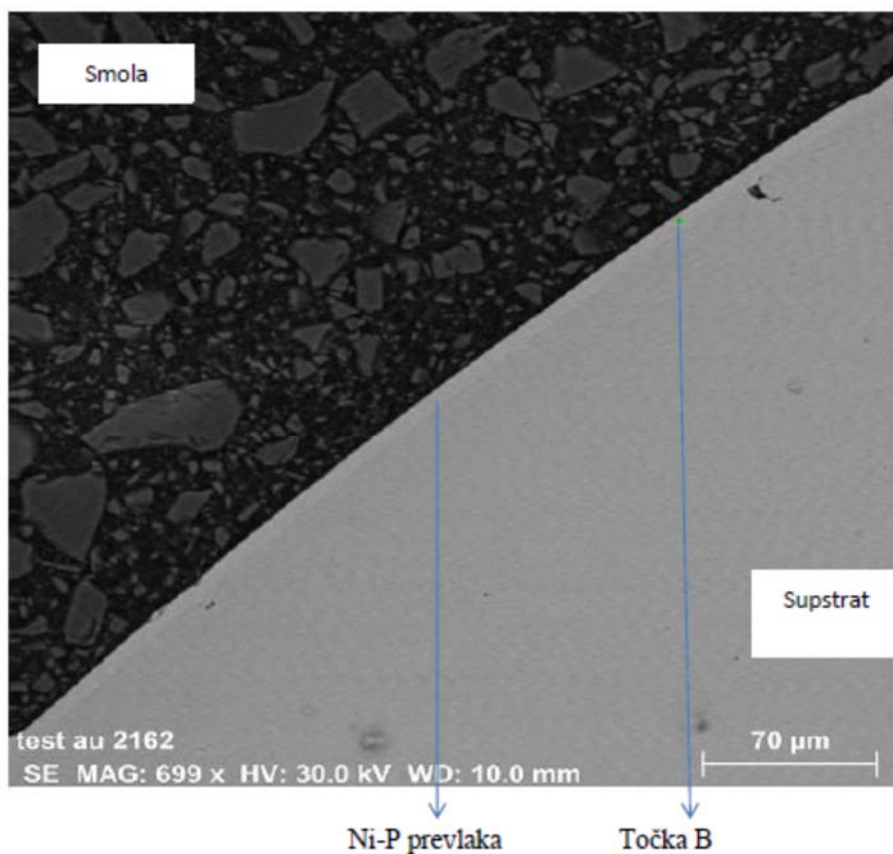
Kemijski sastav Ni-P prevlake u točki A prikazan je na slici 4.35 i u tablici 4.5. Iz tablice je vidljivo da se u prevlaci nalazi najviše nikla i fosfora (83,72 %Ni i 13,37 %P), što je i očekivano. Osim ta dva elementa prisutni su željezo, aluminij, krom i mangan (1,82 %Fe, 0,12 %Al, 0,56 %Cr, 0,16 %Mn).



Slika 4.35. Prikaz kemijskog sastava uzorka Ni-P prevlake u točki A, na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 400 °C

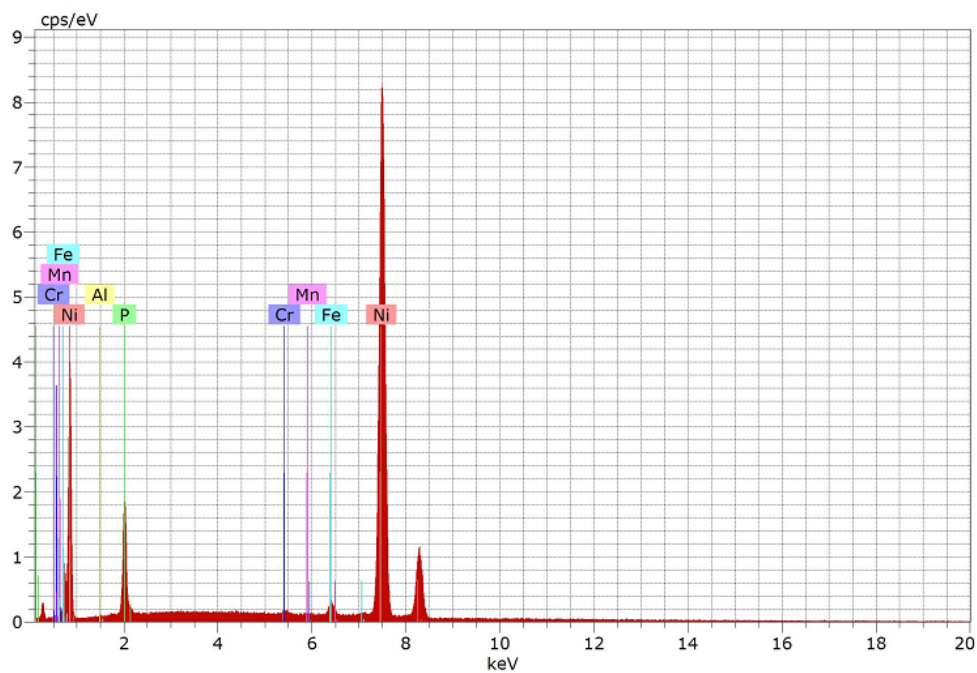
Tablica 4.5. Kemijski sastav Ni-P prevlake u točki A, na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 400 °C

Prevlaka	Maseni udio / %					
	Ni	P	Fe	Al	Cr	Mn
Ni-P	83,72	13,37	1,82	0,16	0,56	0,35



Slika 4.36. Kemijska analiza Ni-P prevlake u točki B, na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 400 °C

Kemijski sastav Ni-P prevlake u točki B, na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 400 °C s kratkotrajnom inicijacijom, prikazan je na slici 4.37 i u tablici 4.6. Iz tablice 4.6 vidljivo je da se u prevlaci nalazi najviše nikla i fosfora (87,23 %Ni i 10,89 %P), a osim njih prisutni su željezo, aluminij, krom i mangan (1,22 %Fe, 0,20 %Al, 0,33 %Cr, 0,14 %Mn).



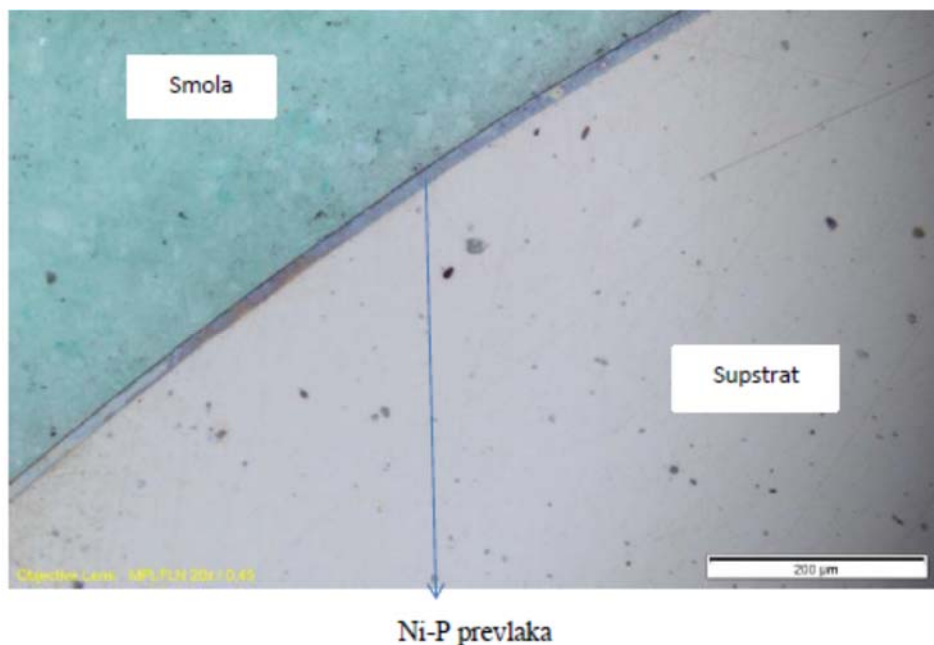
Slika 4.37. Prikaz kemijskog sastava uzorka Ni-P prevlake u točki B, na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 400 °C

Tablica 4.6. Prikaz kemijskog sastava Ni-P prevlake u točki B, na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 400 °C

Prevlaka	Maseni udio / %					
	Ni	P	Fe	Al	Cr	Mn
Ni-P	87,23	10,89	1,22	0,20	0,33	0,14

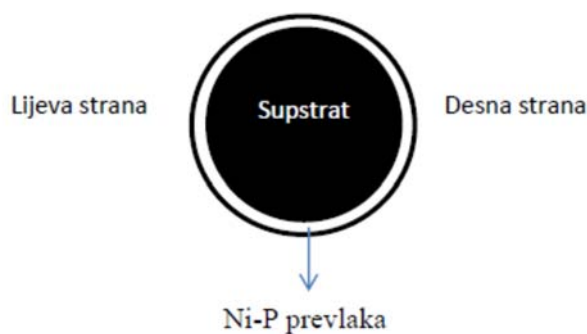
#### 4.6.3. Rezultati analize Ni-P prevlake uzorka toplinski obrađenog pri 500 °C

Ni-P prevlaka i supstrat toplinski obrađenog uzorka na temperaturi od 500 °C, snimljeni metalografskim mikroskopom, prikazani su na slici 4.38. Tvrdća Ni-P prevlake toplinski obrađenog uzorka na temperaturi od 500 °C iznosi 853 HV0,01.



Slika 4.38. Ni-P prevlaka i supstrat toplinski obrađenog uzorka na 500 °C

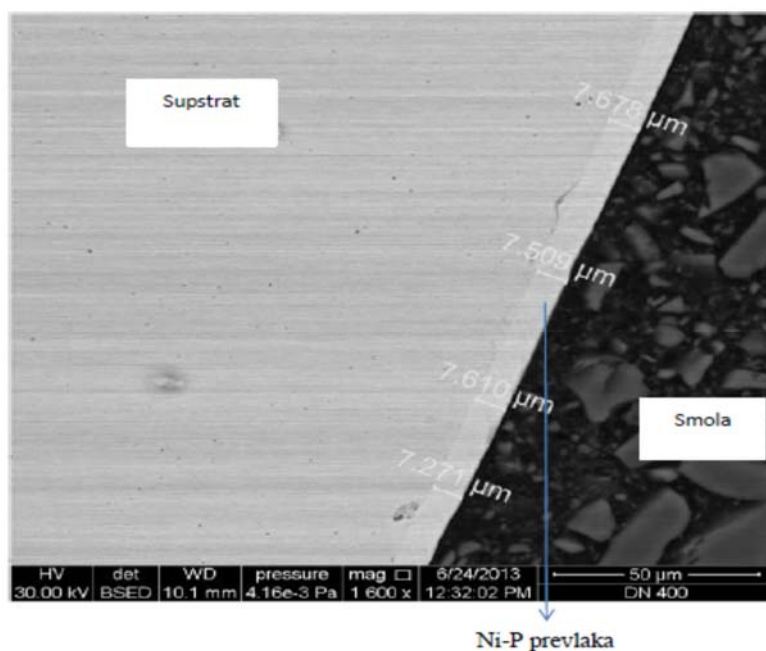
Na slici 4.38 vidljivo je da su Ni-P prevlaka i supstrat dobro povezani, odnosno da je adhezija zadovoljavajuća. Također se može primijetiti da prevlaka dobro prati oblik površine uzorka. Na pretražnom elektronskom mikroskopu izmjerena je debljina Ni-P prevlaka na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 500 °C. Kod ovog uzorka prevlaka je snimljena sa dvije suprotne strane (slika 4.39).



Slika 4.39. Prikaz Ni-P prevlake i supstrata toplinski obrađenog uzorka na 500 °C



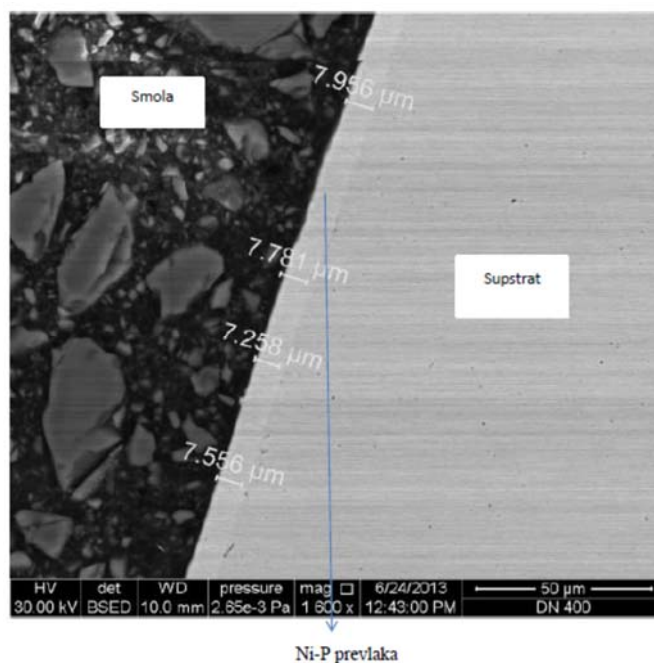
Na pretražnom elektronskom mikroskopu izmjerena je debljina desne strane Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 500 °C. Debljine Ni-P prevlake su prikazane na slici 4.40 iz koje je vidljivo da je debljina prilično jednolika te da srednja vrijednost debljine prevlake iznosi 7,517  $\mu\text{m}$ . Pod ovim uvećanjem moguće je uočiti da između prevlake i supstrata nema nikakvog razmaka.



Slika 4.40. Debljina desne strane Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 500 °C

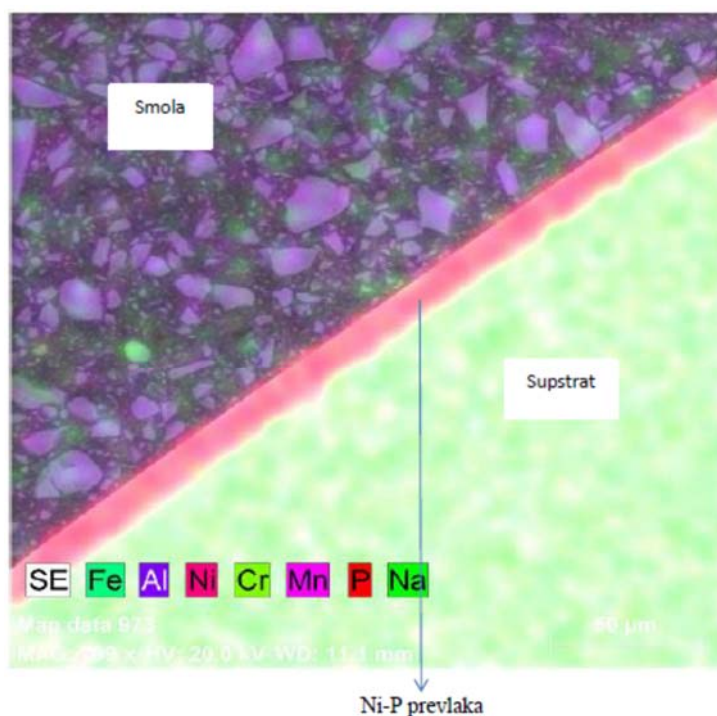
Na pretražnom elektronskom mikroskopu je izmjerena i debljina lijeve strane Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 500 °C s kratkotrajnom inicijacijom (slika 4.41). Na slici 4.41 prikazane su debljine Ni-P prevlake, sa njezine lijeve strane. Može se uočiti da je debljina Ni-P prevlake prilično jednolika te da srednja vrijednost debljine prevlake iznosi 7,638  $\mu\text{m}$ . Pod ovim uvećanjem moguće je uočiti da između prevlake i supstrata nema nikakvog razmaka.

Iz slika 4.40 i 4.41 može se zaključiti da su debljine Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 500 °C jednake s obje strane supstrata.

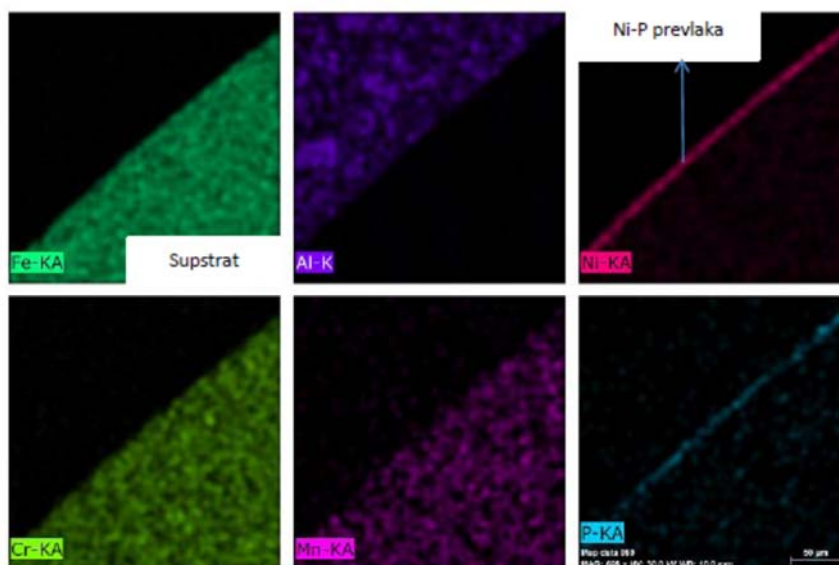


Slika 4.41. Debljina lijeve strane Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 500 °C

Kemijska analiza Ni-P prevlake i supstrata toplinski obrađenog uzorka na 500 °C napravljena je EDS metodom pomoću pretražnog elektronskog mikroskopa, slika 4.42 i 4.43. Na slici 4.43 može se vidjeti da se Fe, Cr, Ni i Mn, kao osnovni elementi čelika X5CrNiMo17-12-2, nalaze u supstratu, a Ni i P, kao osnovni elementi Ni-P prevlake, nalaze se u prevlaci. Uočava se da je u supstratu znatno manje nikla u nego u prevlaci. Također se može vidjeti kako aluminij nije prisutan niti u prevlaci niti u supstratu.



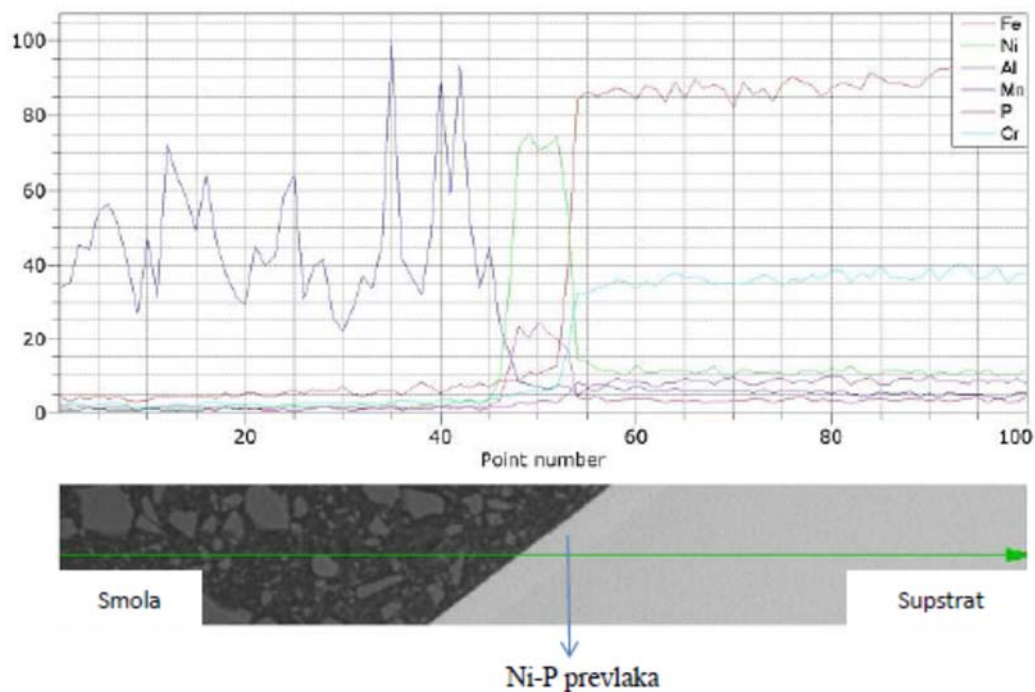
Slika 4.42. Kemijski sastav Ni-P prevlake i supstrata toplinski obrađenog uzorka na 500 °C



Slike 4.43. Raspodjela kemijskih elemenata na površini Ni-P prevlake i supstrata toplinski obrađenog uzorka na 500 °C

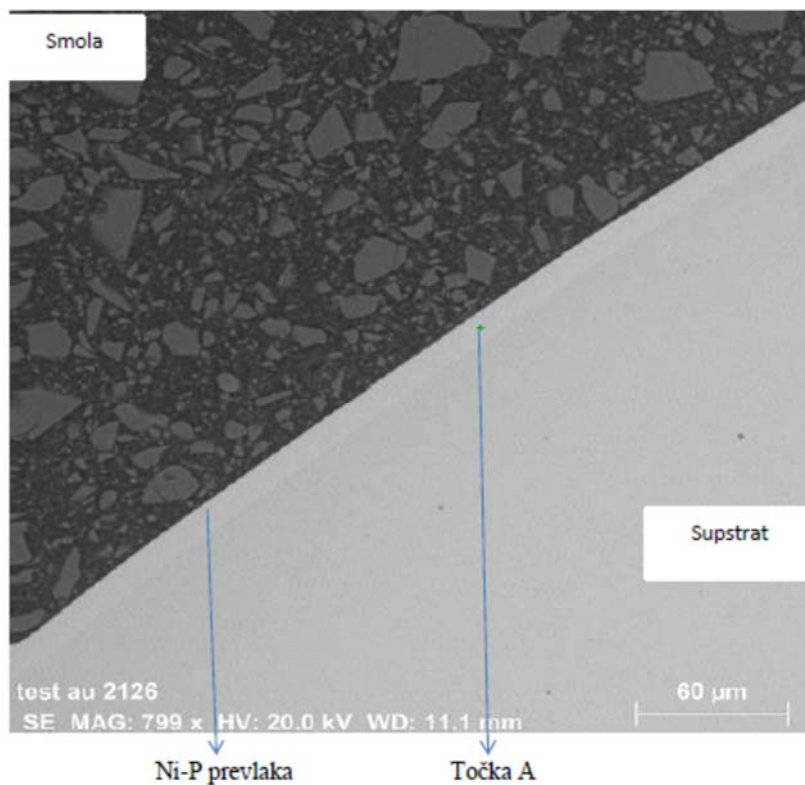
Linijski dijagram Ni-P prevlake i supstrata toplinski obrađenog uzorka na 500 °C, dobiven EDS metodom pomoću pretražnog elektronskog mikroskopa, prikazan je na slici 4.44. Iz slike 4.44 može se vidjeti da u supstratu ima najviše željeza i kroma, dok su ostali kemijski elementi

prisutni u malim količinama. U prevlaci se nalaze nikal i fosfor, dok su ostali kemijski elementi prisutni u malim količinama.



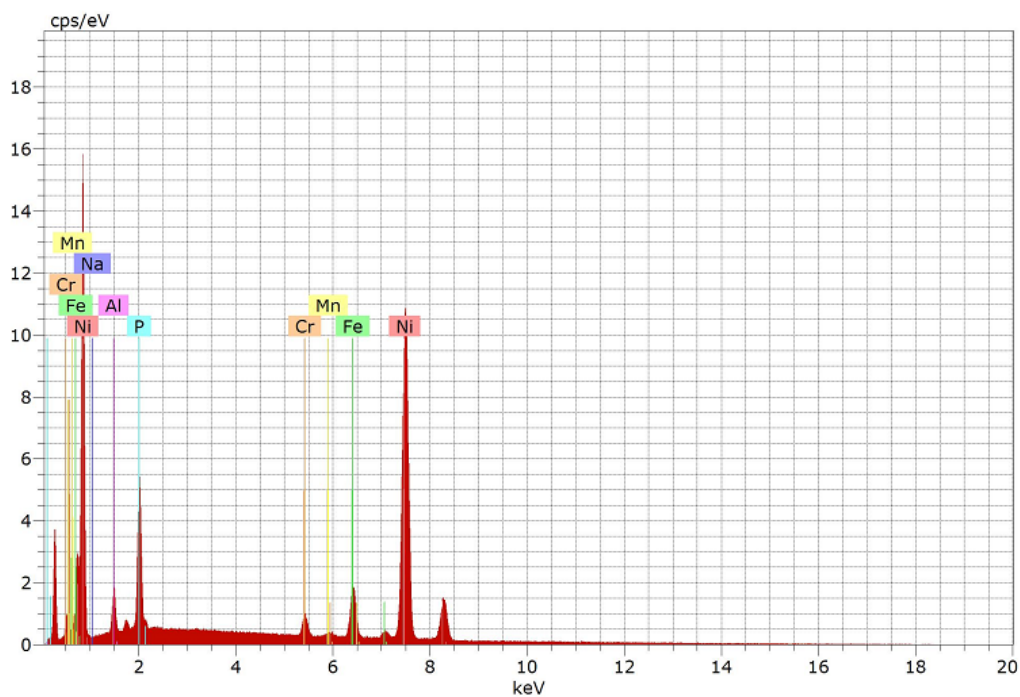
Slika 4.44. Linijski dijagram Ni-P prevlake i supstrata toplinski obrađenog uzorka na 500 °C

Kemijska analiza Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 500 °C, u dodiru s aluminiziranim uzorkom, napravljena je u točkama A (slika 4.45) i B (slika 4.46), EDS metodom pomoću pretražnog elektronskog mikroskopa.



Slika 4.45. Kemijska analiza Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 500 °C u točki A

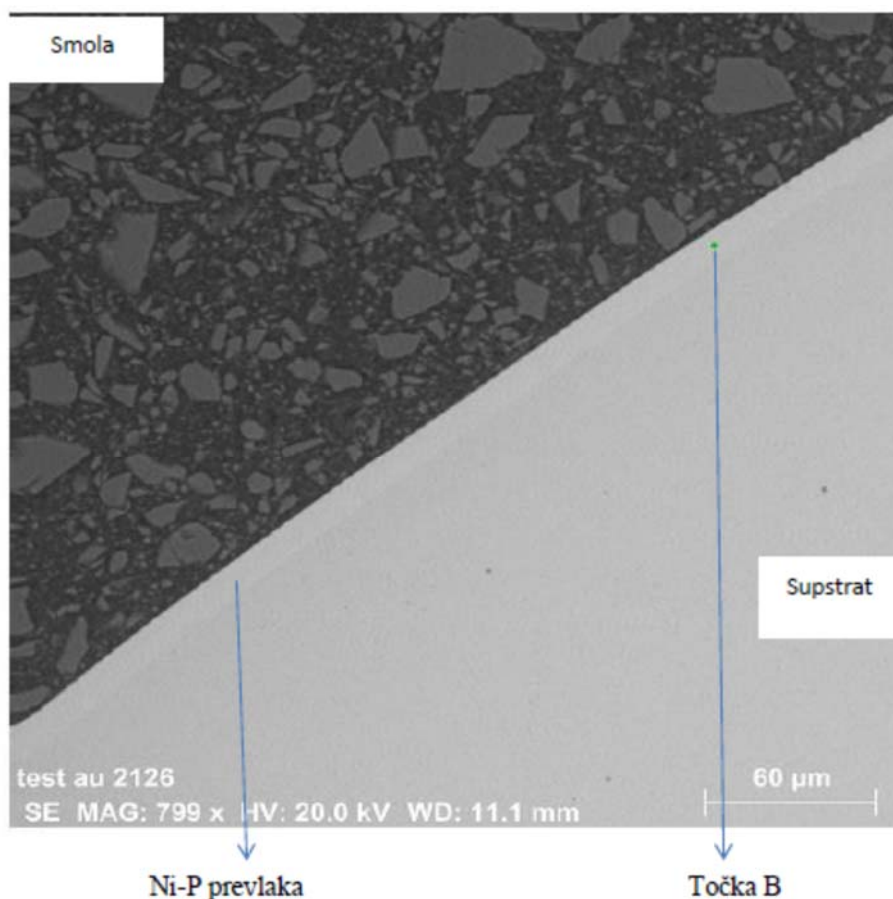
Kemijski sastav Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 500 °C prikazan je na slici 4.46 i u tablici 4.7. Iz tablice 4.7. vidljivo je da se u prevlaci nalazi najviše nikla i fosfora (79,34 %Ni i 7,84 %P), što je i očekivano. Osim njih prisutni su željezo, aluminij, krom i mangan (6,96 %Fe, 2,95 %Al, 2,11 %Cr, 0,51 %Mn i 0,30 %Na).



Slika 4.46. Prikaz kemijskog sastava Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 500 °C u točki A

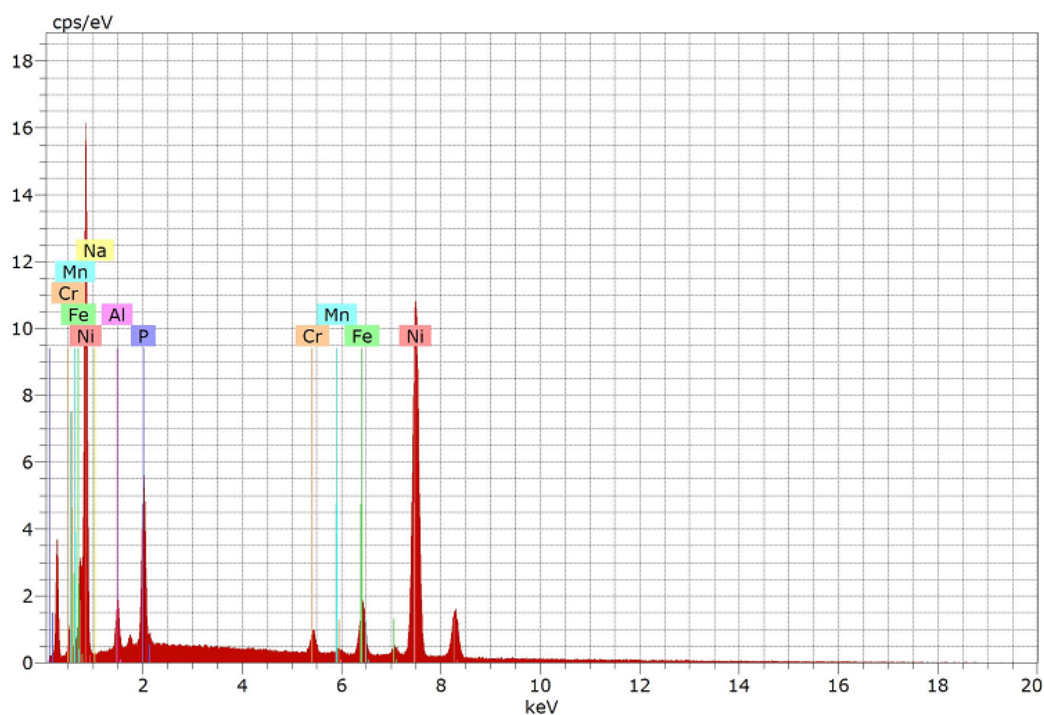
Tablica 4.7. Kemijski sastav Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 500 °C u točki A

Prevlaka	Maseni udio / %						
	Ni	P	Fe	Al	Cr	Mn	Na
Ni-P	79,34	7,84	6,96	2,95	2,11	0,51	0,1



Slika 4.47. Kemijska analiza Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 500 °C u točki B

Kemijski sastav Ni-P prevlake u točki B na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 500 °C, dobiven EDS metodom pomoću pretražnog elektronskog mikroskopa, prikazan je na slici 4.48 i u tablici 4.8. Iz tablice 4.8 vidljivo je da se u prevlaci nalazi najviše nikla i fosfora (78,93 %Ni i 8,20 %P), a osim njih prisutni su željezo, aluminij, krom i mangan (6,82 %Fe, 3,10 %Al, 2,14 %Cr, 0,47 %Mn i 0,34 %Na).



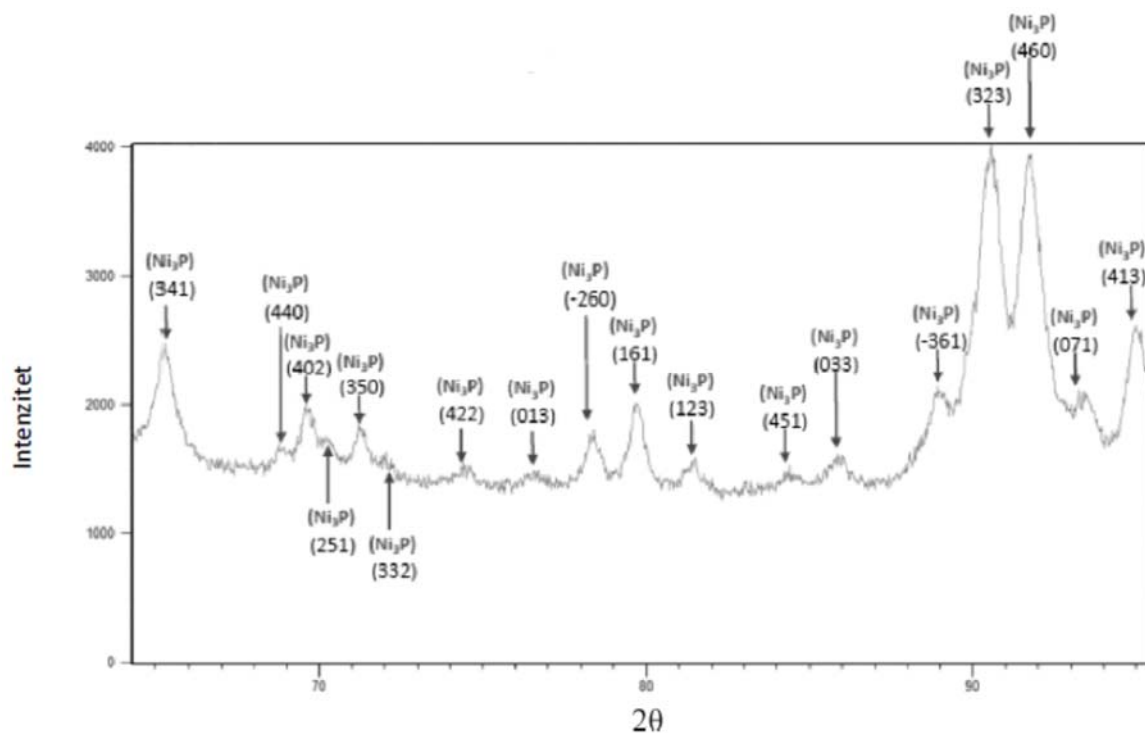
Slika 4.48. Prikaz kemijskog sastava uzorka Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 500 °C u točki B

Tablica 4.8. Kemijski sastav Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 500 °C u točki B

Prevlaka	Maseni udio / %						
	Ni	P	Fe	Al	Cr	Mn	Na
Ni-P	78,93	8,20	6,82	3,10	2,14	0,47	0,34

Na ovom uzorku izvršena je i rendgenska analiza sa svrhom određivanja udjela  $\text{Ni}_3\text{P}$  faze u Ni-P prevlaci (slika 4.49). Na slici 4.49 vidi se pojava  $\text{Ni}_3\text{P}$  faze na Ni-P prevlaci toplinski obrađenoj na 500 °C.

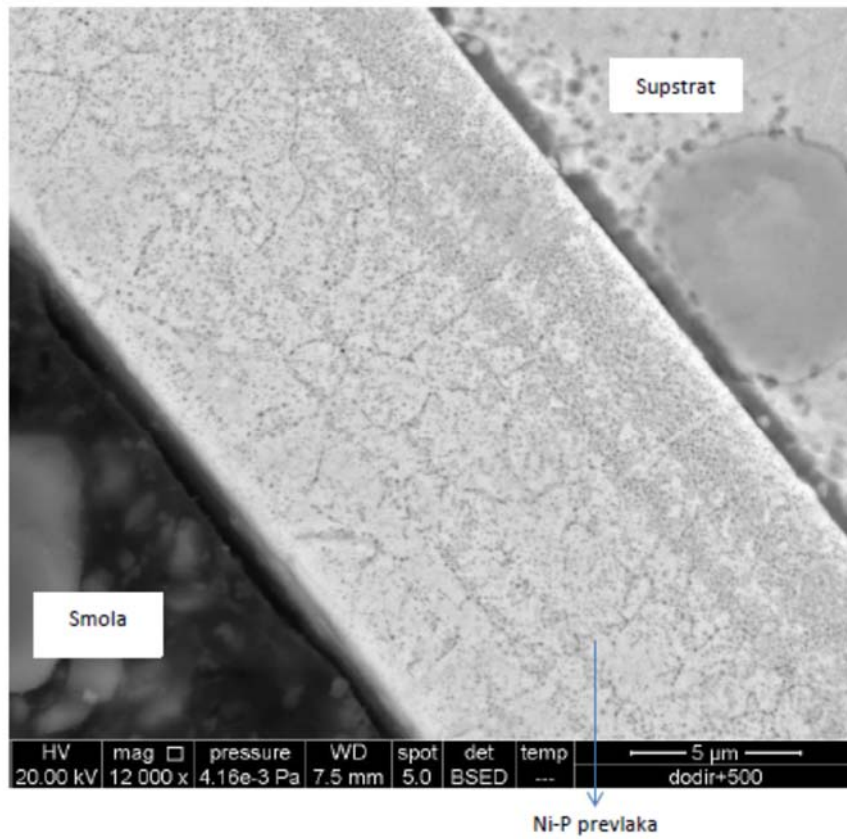




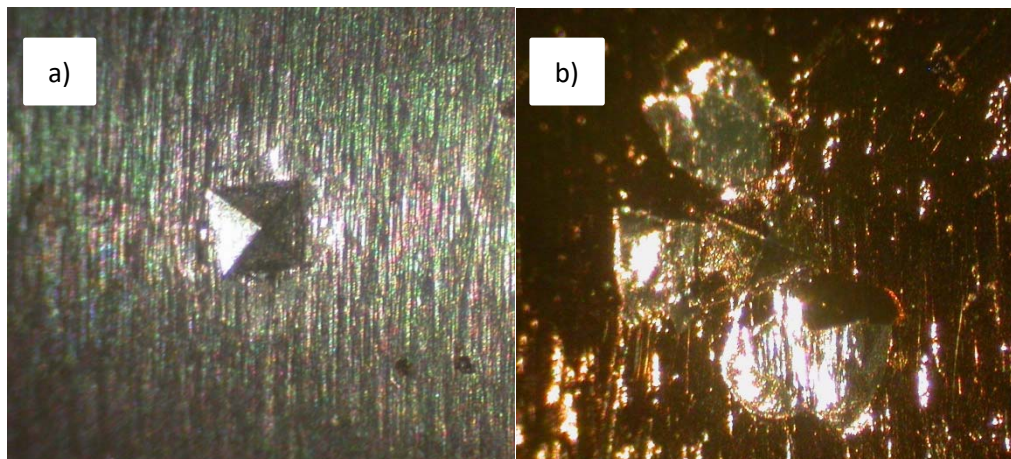
Slika 4.49. Analiza X zrakama Ni-P prevlake toplinski obrađene na 500 °C

Pojava kristalnih zrna na toplinski obrađenoj Ni-P prevlaci na 500 °C prikazana je na slici 4.50, gdje se može vidjeti kristalna struktura formirana na Ni-P prevlaci toplinski obrađenoj na 500 °C. Kristalna struktura snimljena je pretražnim elektronskim mikroskopom.

Na ovom uzorku promatrana je i pojava pukotina na otisku dobivenom ispitivanjem tvrdoće Vickersovom metodom, a u cilju procjene adhezije (slika 4.51). Iz slike 4.51 vidi se da na otiscima dobivenim metodom HV0,01 nema pojave pukotina.



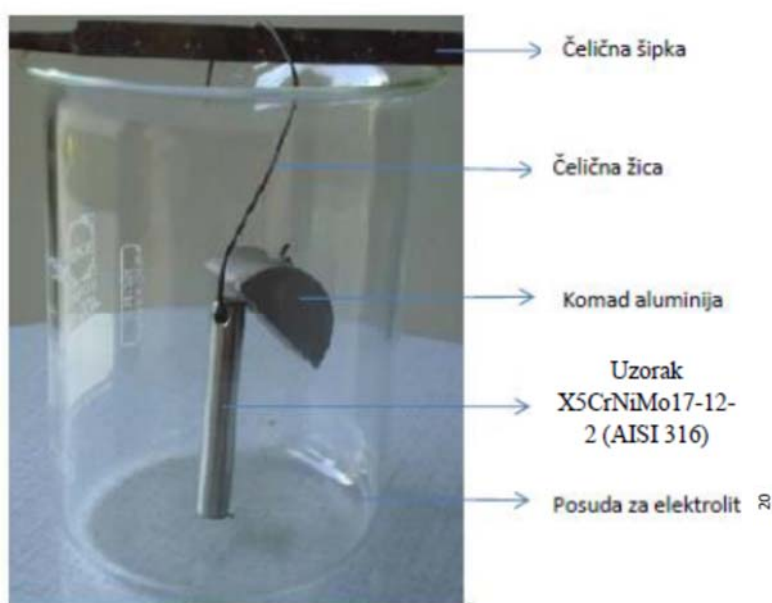
Slika 4.50. Kristalna zrna na Ni-P prevlaci toplinski obrađenoj na 500 °C



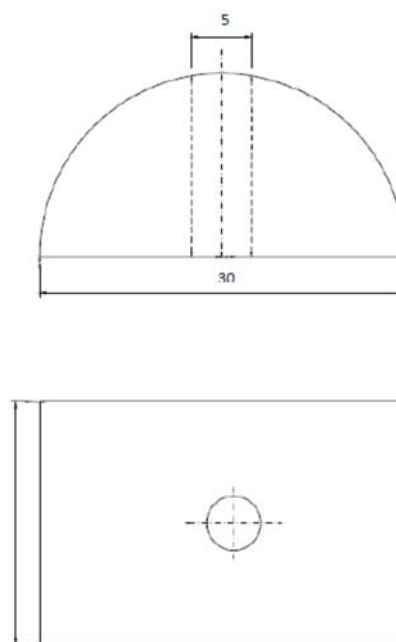
Slika 4.51. a) i b) Analiza pojave pukotina na otisku toplinski obrađene Ni-P prevlake na 500 °C, dobivena metodom HV0,01

#### 4.7. Bestrujno niklanje uzorka nehrđajućeg čelika X5CrNiMo17-12-2 sa dugotrajnom inicijacijom

Tijekom cijelog postupka bestrujnoga niklanja, uzorak nehrđajućeg čelika X5CrNiMo17-12-2 mora biti u dodiru sa komadom aluminija (slika 4.52). Dimenzije komada aluminija prikazane su na slici 4.53.



Slika 4.52. Uzorak čelika X5CrNiMo17-12-2 u dodiru sa komadom aluminija



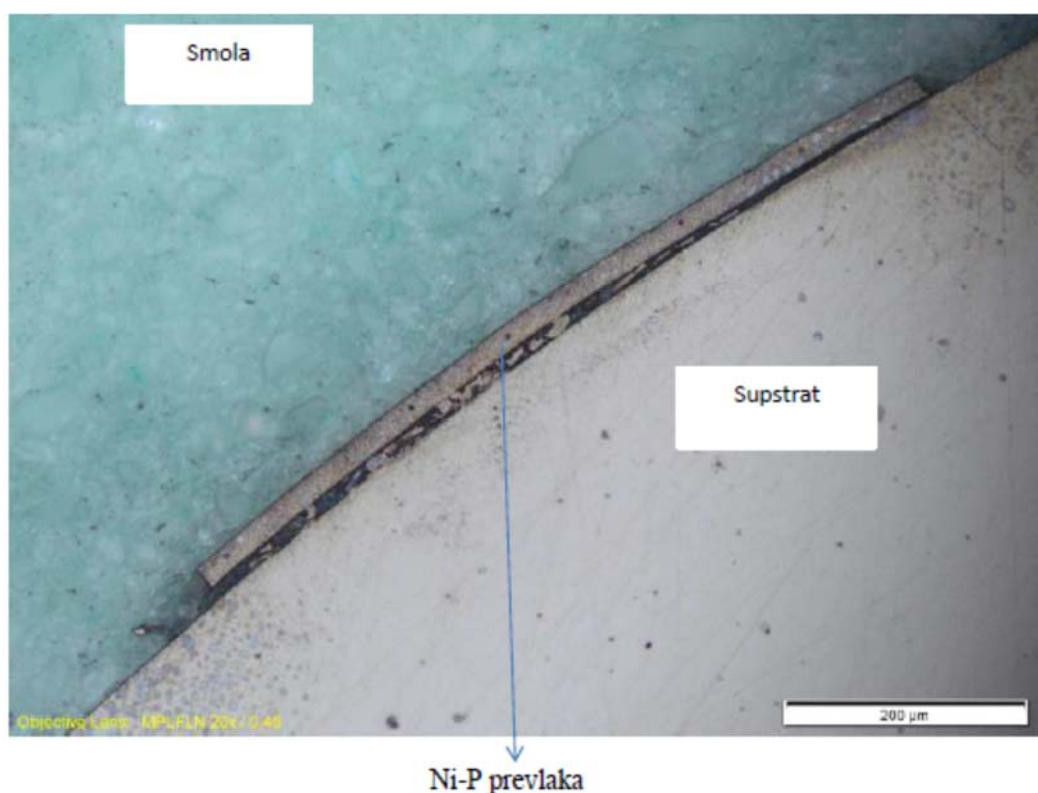
Slika 4.53. Dimenzije komada aluminija

Shema pripreme uzorka i postupka bestrujnoga niklanja prikazana je na slici 4.8. Prevlaka nikla nanosena je na šest uzoraka. Nakon bestrujnoga niklanja na jednom je uzorku bez toplinske obrade izmjerena tvrdoća Ni-P prevlake prema Vickersu, prevlaka je snimljena na metalografskom mikroskopu te je izmjerena debljina Ni-P prevlake na pretražnom mikroskopu. Sljedećih pet uzoraka je obrađeno i ispitano na isti način, uz dodatnu toplinsku obradu pri 100 °C, 200 °C, 300 °C, 400 °C i 500 °C.

#### 4.7.1. Rezultati analize Ni-P prevlake toplinski neobrađenog uzorka

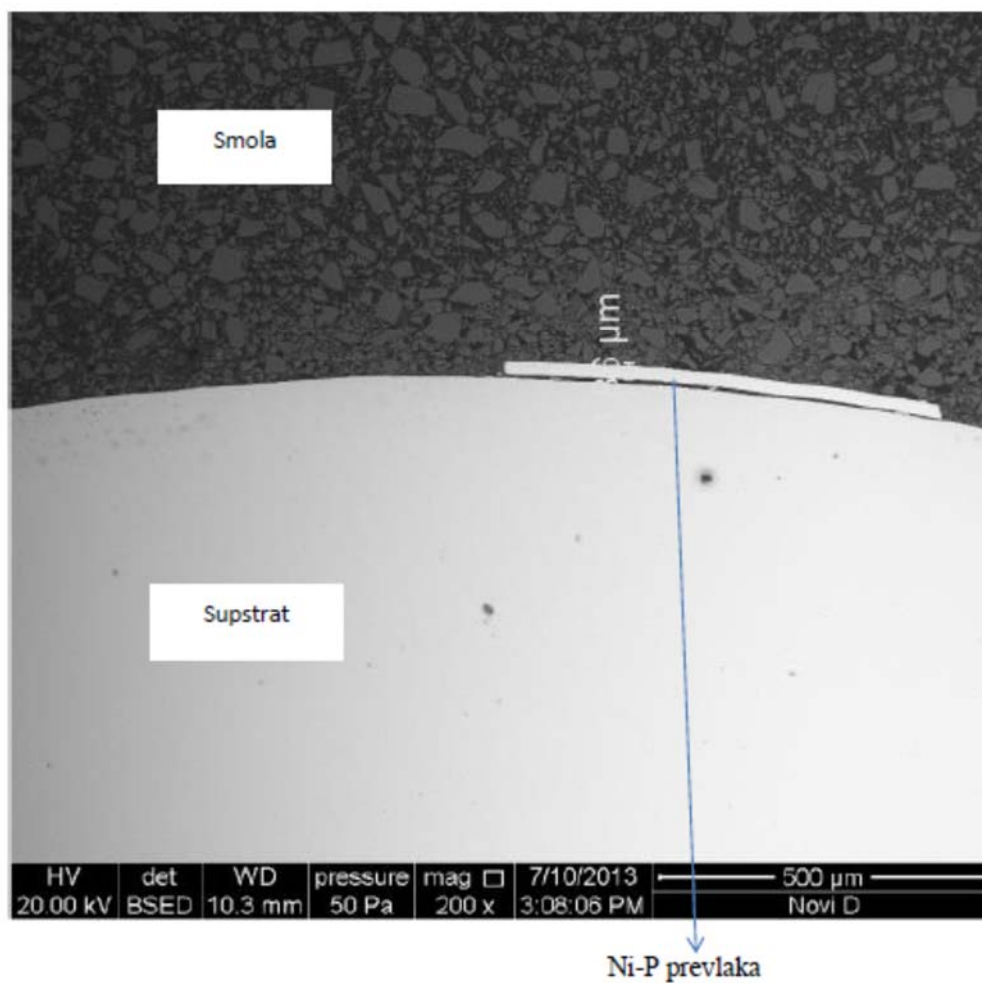
Ni-P prevlaka toplinski neobrađenog uzorka dobivenog bestujnim niklanjem sa dugotrajnom inicijacijom u dodiru sa komadom aluminijske imala je tvrdoću 550 HV0,01.

Prikaz Ni-P prevlake i supstrata toplinski neobrađenog uzorka, dobiven metalografskim mikroskopom, dan je na slici 4.54. Može se uočiti da između prevlake i supstrata nema povezanosti, odnosno, može se zaključiti da adhezija nije zadovoljavajuća. Nadalje se može primijetiti da prevlake na pojedinim mjestima uopće nema.



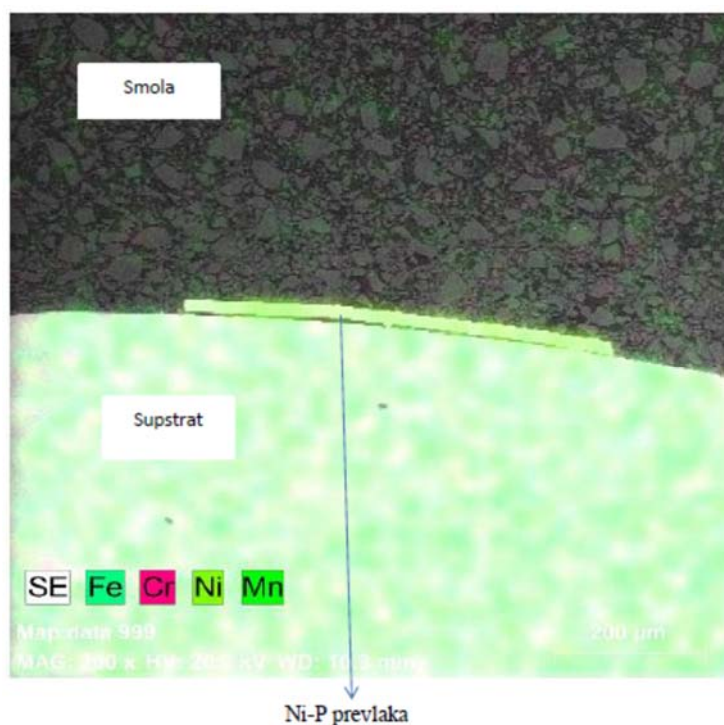
Slika 4.54. Ni-P prevlaka i supstrat toplinski neobrađenog uzorka

Pomoću pretražnog elektronskog mikroskopa izmjerena je debljina Ni-P prevlake na supstratu toplinski neobrađenog uzorka. Rezultati i izmjere su prikazani na slici 4.55, na kojoj se može primijetiti da je debljina prevlake 8,6  $\mu\text{m}$ .

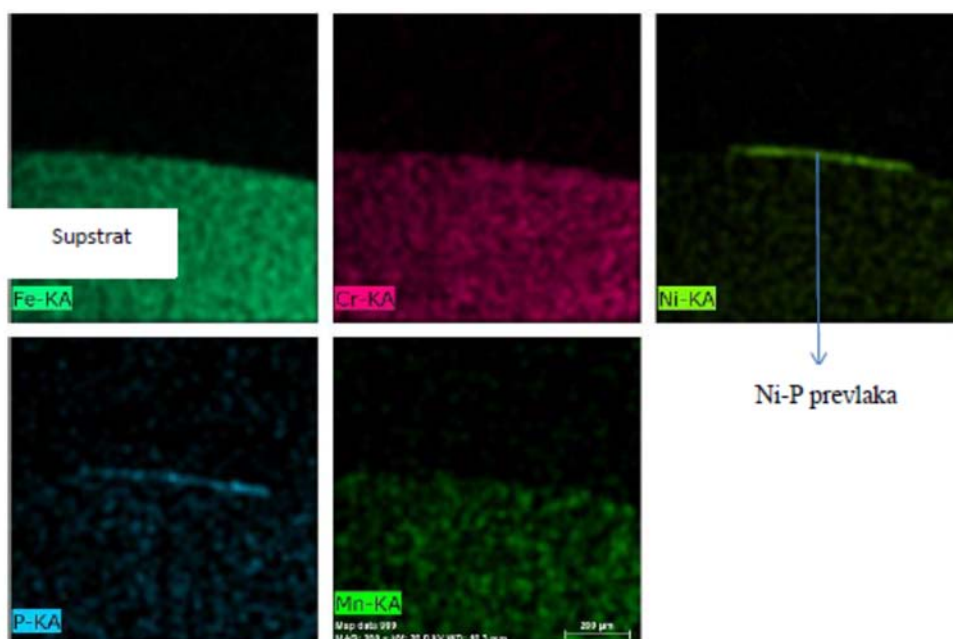


Slika 4.55. Debljina Ni-P prevlake na supstratu toplinski neobrađenog uzorka

Kemijska analiza Ni-P prevlake i supstrata toplinski neobrađenog uzorka napravljena je pomoću pretražnog elektronskog mikroskopa, EDS metodom (slika 4.56 i 4.57). Iz slike 4.57 može se vidjeti da se Fe, Cr, Ni i Mn, kao osnovni elementi čelika X5CrNiMo17-12-2, nalaze u supstratu, a Ni i P, kao osnovni elementi Ni-P prevlake, u prevlaci. Uočava se da je u supstratu znatno manje nikla u odnosu na njegov sadržaj u prevlaci.



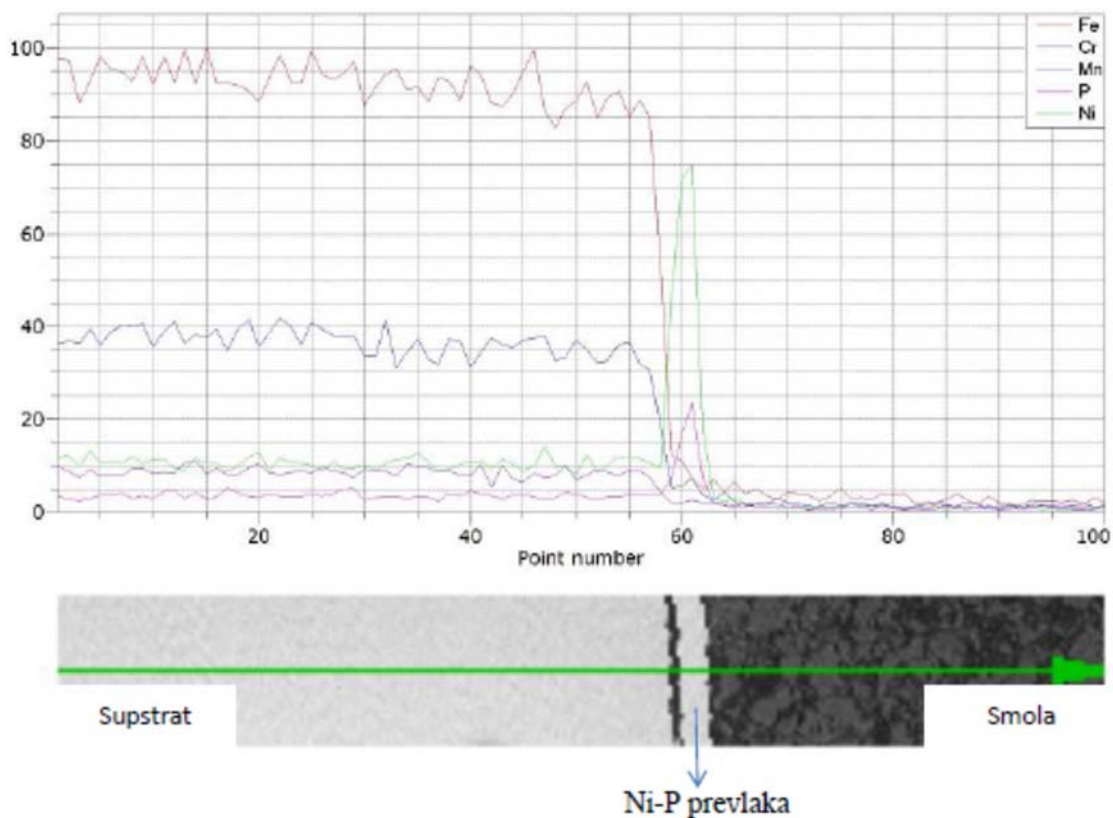
Slika 4.56. Kemijski sastav Ni-P prevlake i supstrata toplinski neobrađenog uzorka



Slika 4.57. Raspodjela kemijskih elemenata na površini Ni-P prevlake i supstrata toplinski neobrađenog uzorka

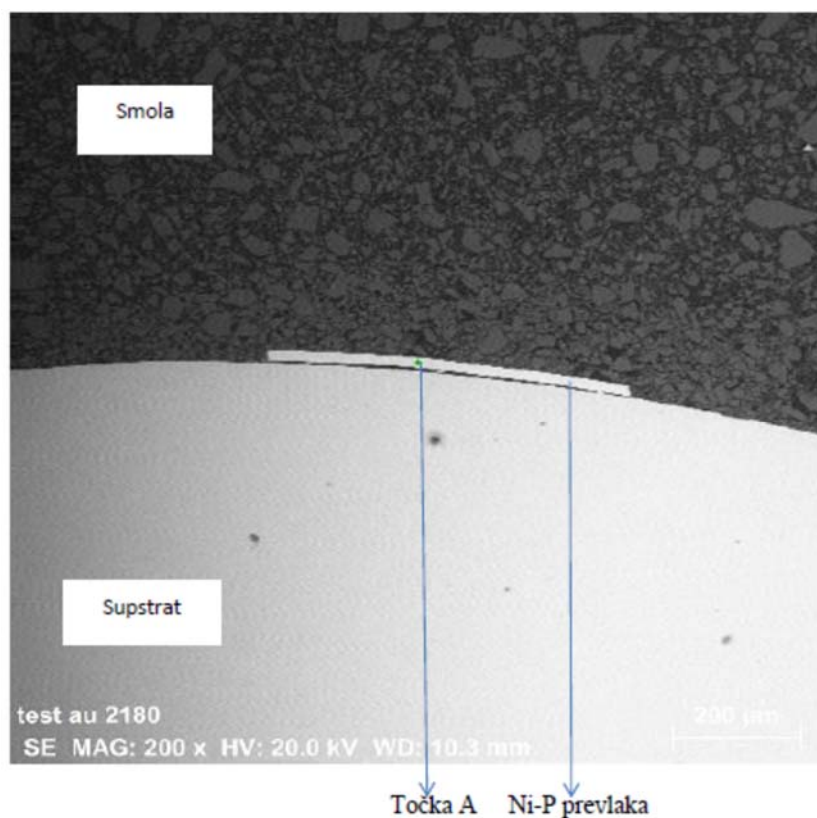
Linjski dijagram Ni-P prevlake i supstrata toplinski neobrađenog uzorka prikazan je na slici 4.58, iz kojeg se može zaključiti da u supstratu ima najviše željeza i kroma, dok se ostali

elementi nalaze u malim količinama. U Ni-P prevlaci se nalaze nikel i fosfor, a ostali elementi su prisutni u manjim vrijednostima.



Slika 4.58. Linijski dijagram Ni-P prevlake i supstrata toplinski neobrađenog uzorka

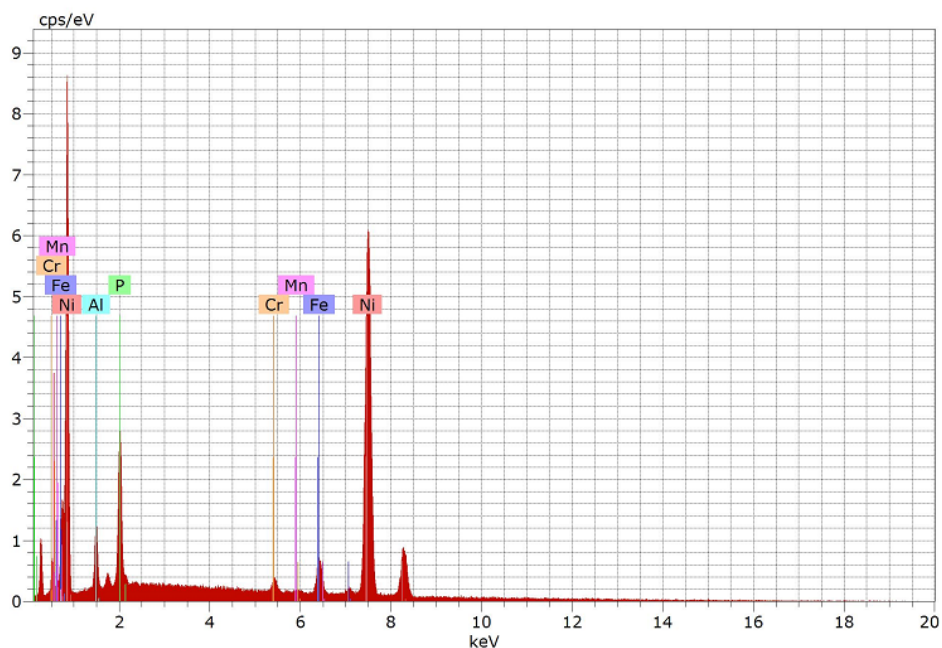
Kemijska analiza Ni-P prevlake na supstratu toplinski neobrađenog uzorka, u dodiru s komadom aluminija, napravljena u dvije točke: u točki A (slika 4.59) i točki B (slika 4.61).



Slika 4.59. Kemijska analiza Ni-P prevlake na supstratu toplinski neobrađenog uzorka u točki A

Kemijski sastav Ni-P prevlake na supstratu toplinski neobrađenog uzorka u točki A, dobiven EDS metodom pomoću pretražnog elektronskog mikroskopa, prikazan je na slici 4.60 i u tablici 4.9. Iz tablice 4.9 vidljivo je da se u prevlaci nalazi najviše nikla i fosfora (82,29 %Ni i 7,84 %P), što je i očekivano. Osim ta dva elementa mogu se pronaći još i željezo, aluminiji, krom i mangan (4,34 %Fe, 3,93 %Al, 1,27 %Cr, 0,34 %Mn).



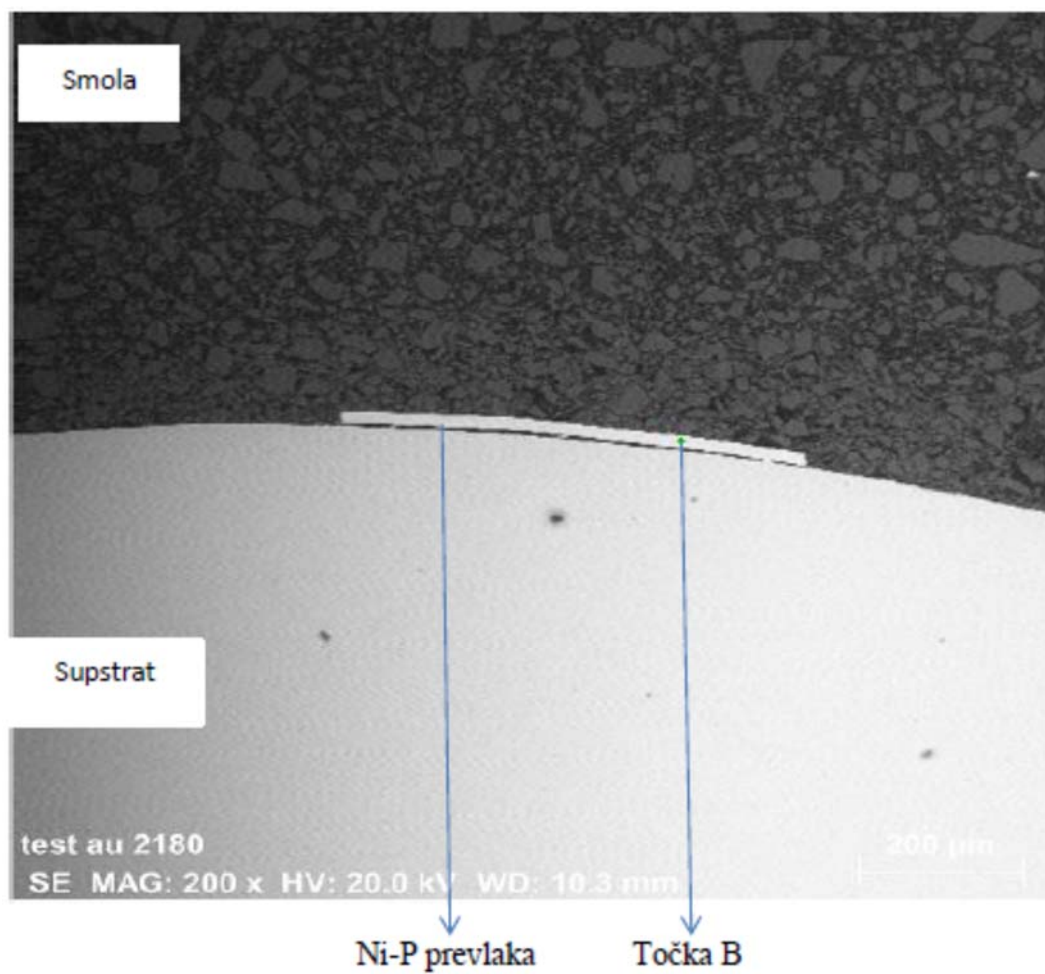


Slika 4.60. Prikaz kemijskog sastava uzorka Ni-P prevlake na supstratu toplinski neobrađenog uzorka

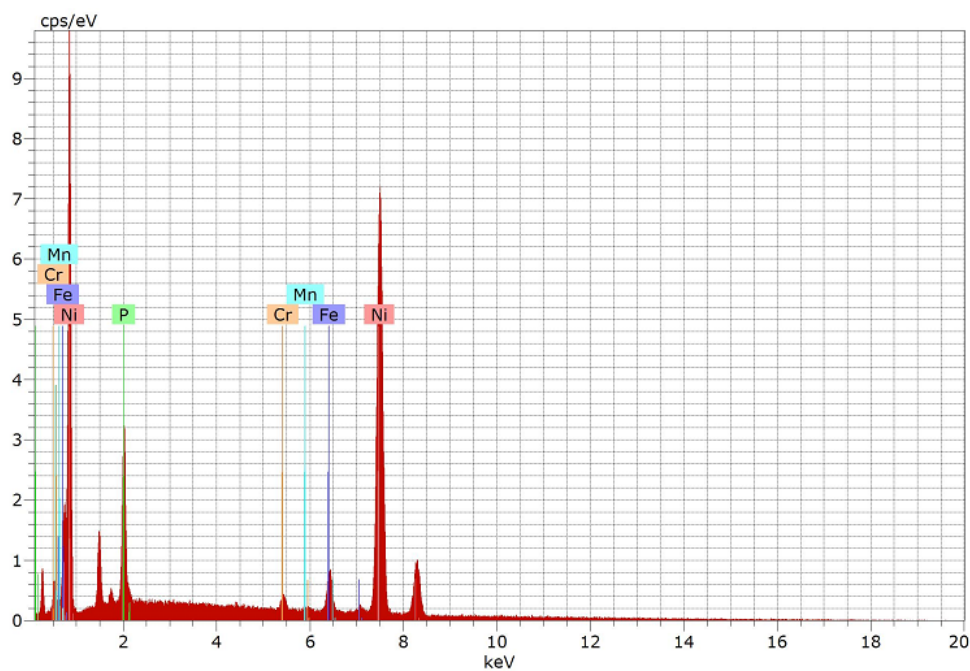
Tablica 4.9. Kemijski sastava Ni-P prevlake na supstratu toplinski neobrađenog uzorka u točki A

Prevlaka	Maseni udio / %					
	Ni	P	Fe	Al	Cr	Mn
Ni-P	82,29	7,84	4,34	3,93	1,27	0,34

Kemijski sastav Ni-P prevlake na supstratu toplinski neobrađenog uzorka u točki B (slika 4.61) prikazan je na slici 4.62 i u tablici 4.10. Iz tablice 4.10 vidljivo je da se u prevlaci nalazi najviše nikla i fosfora (85,69 %Ni i 8,25 %P), što je i očekivano. Osim tih elemenata mogu se pronaći još i željezo, krom i mangan (4,45 %Fe, 1,23 %Cr, 0,34 %Mn).



Slika 4.61. Kemijska analiza Ni-P prevlake na supstratu toplinski neobrađenog uzorka u točki  
B



Slika 4.62. Prikaz kemijskog sastava uzorka Ni-P prevlake na supstratu toplinski neobrađenog uzorka u točki B

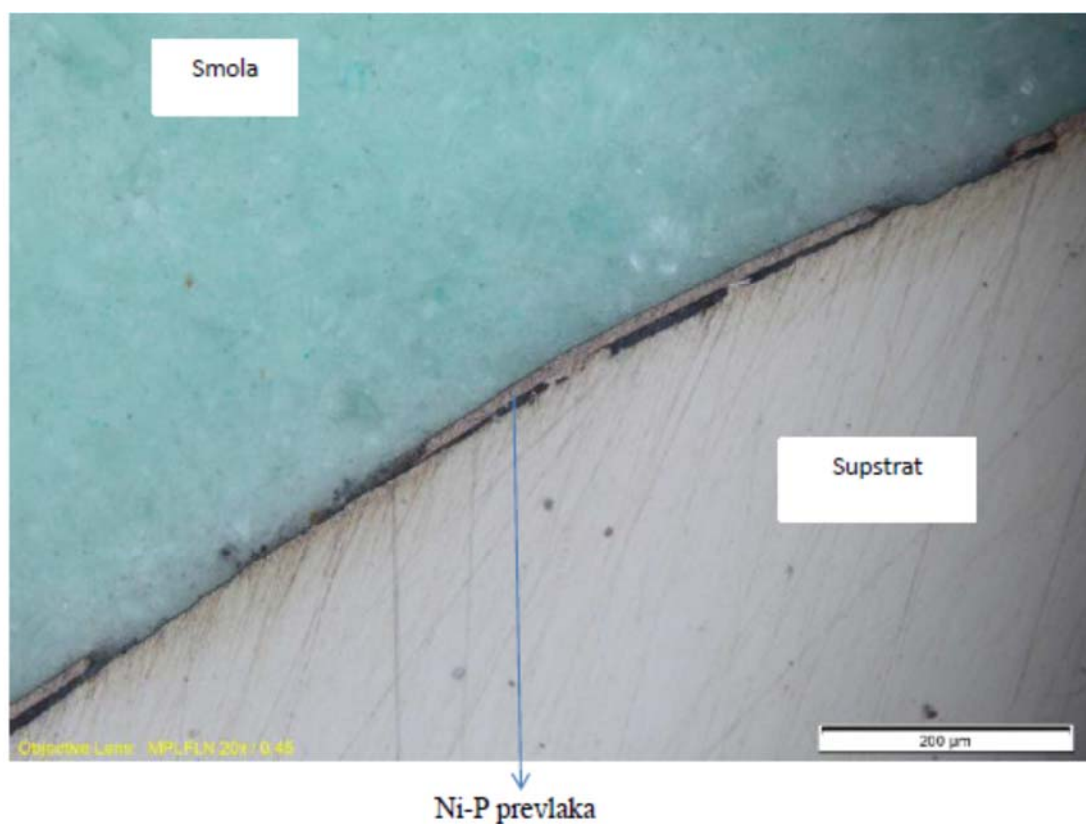
Tablica 4.10. Kemijski sastav Ni-P prevlake na supstratu toplinski neobrađenog uzorka u točki B

Prevlaka	Maseni udio / %				
	Ni	P	Fe	Cr	Mn
Ni-P	85,69	7,82	4,45	1,23	0,39

#### 4.7.2. Rezultati analize Ni-P prevlake toplinski obrađenog uzorka pri 100 °C

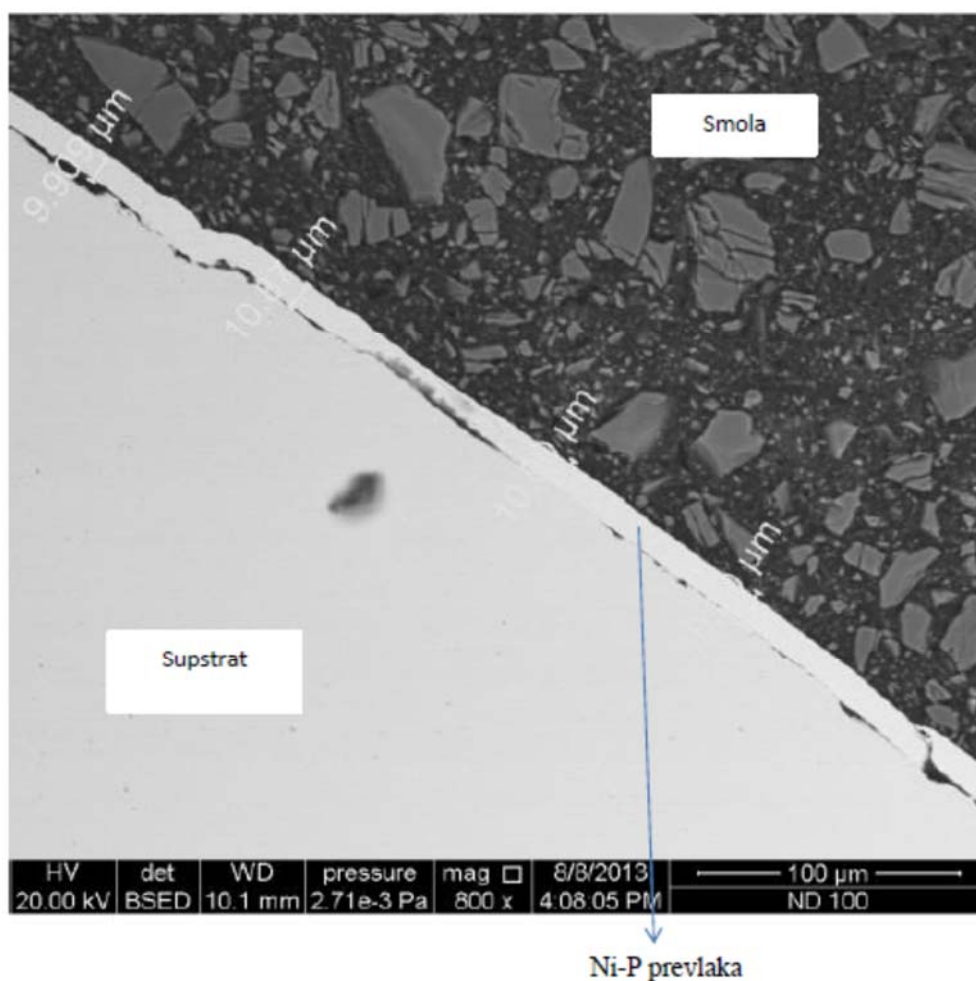
Ni-P prevlaka toplinski obrađenog uzorka na temperaturi od 100 °C dobivenog bestrujnim niklanjem sa dugotrajnom inicijacijom imala je tvrdoću 398 HV0,01.

Prikaz Ni-P prevlake i supstrata toplinski obrađenog uzorka na temperaturi od 100 °C dobiven je metalografskim mikroskopom (slika 4.63). Na slici 4.63 je uočljivo da između Ni-P prevlake i supstrata nema povezanosti, tj. može se zaključiti da adhezija nije zadovoljavajuća. Nadalje, može se primijetiti da Ni-P prevlake na pojedinim mjestima uopće nema. Prevlaka koja je ostala dobro prati površinski oblik uzorka.



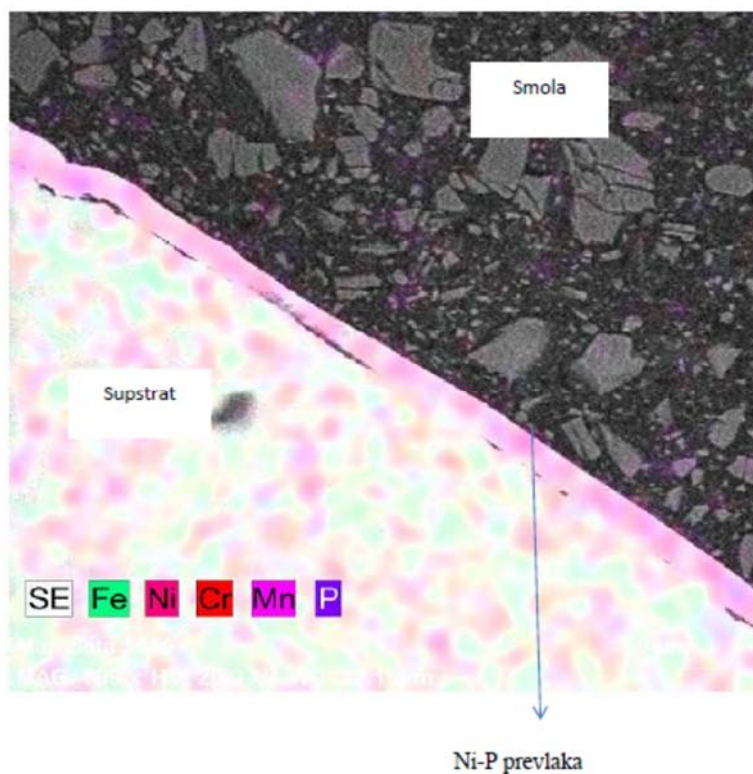
Slika 4.63. Ni-P prevlaka i supstrat toplinski obrađenog uzorka na 100 °C

Na pretražnom elektronskom mikroskopu izmjerena je debljina Ni-P prevlake supstrata toplinski obrađenog uzorka na 100 °C koja iznosi 10,26 µm (slika 4.64).

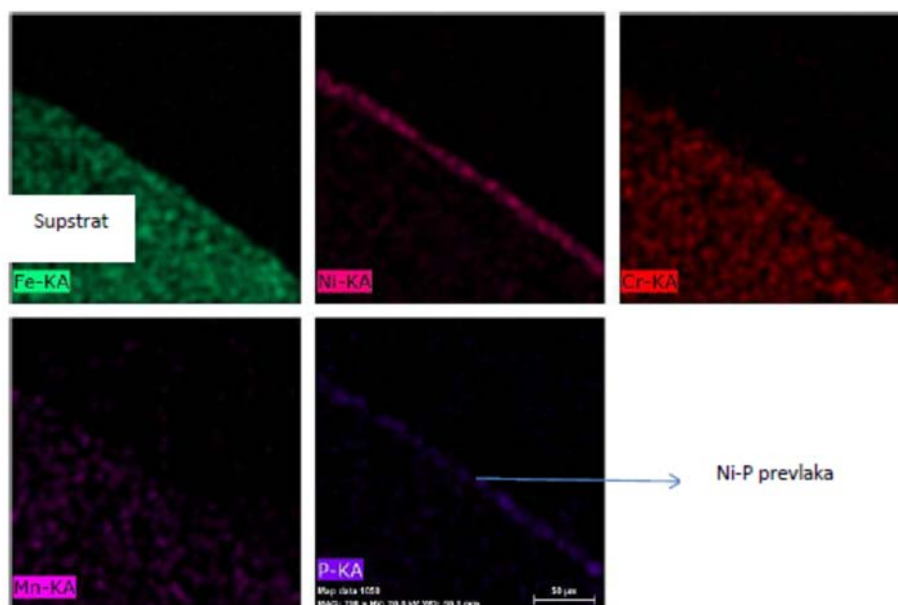


Slika 4.64. Debljina Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 100 °C

Kemijska analiza Ni-P prevlake i supstrata toplinski obrađenog uzorka na 100 °C napravljena je EDS metodom pomoću pretražnog elektronskog mikroskopa (slika 4.65 i 4.66). Na slici 4.66 može se vidjeti da se Fe, Cr, Ni, P i Mn, kao osnovni elementi čelika X5CrNiMo17-12-2 nalaze u supstratu, a Ni i P, kao osnovni elementi Ni-P prevlake, nalaze u prevlaci. Uočava se da je znatno manje nikla u supstratu u odnosu na Ni-P prevlaku.



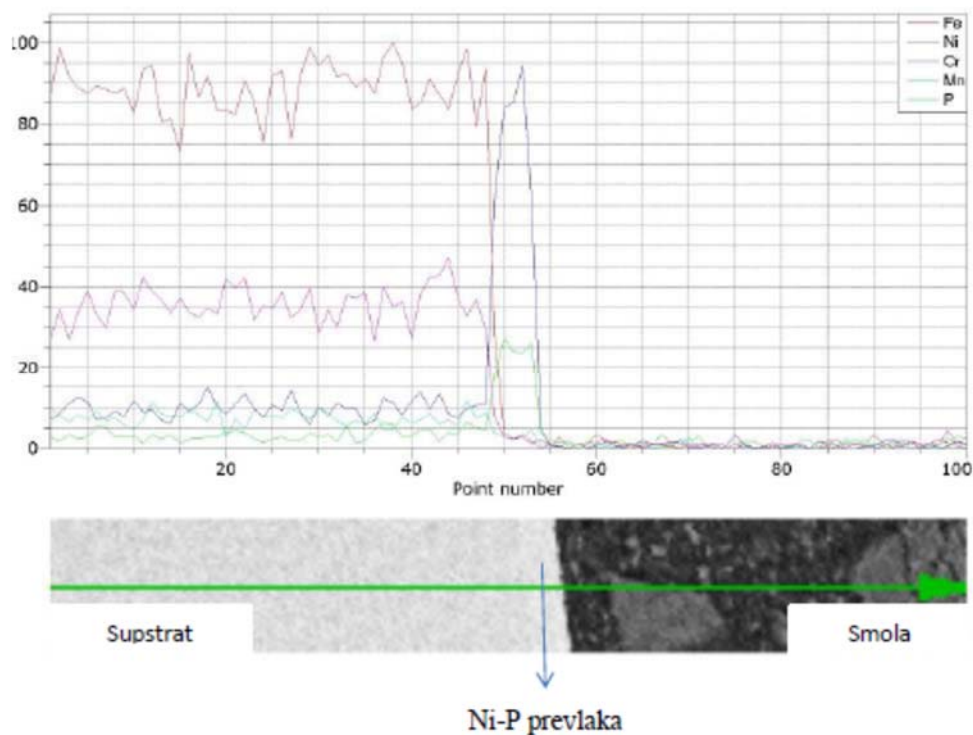
Slika 4.65. Kemijski sastav Ni-P prevlake i supstrata toplinski obrađenog uzorka na 100 °C



Slike 4.66. Raspodjela kemijskih elemenata na površini Ni-P prevlake i supstrata toplinski obrađenog uzorka na 100 °C

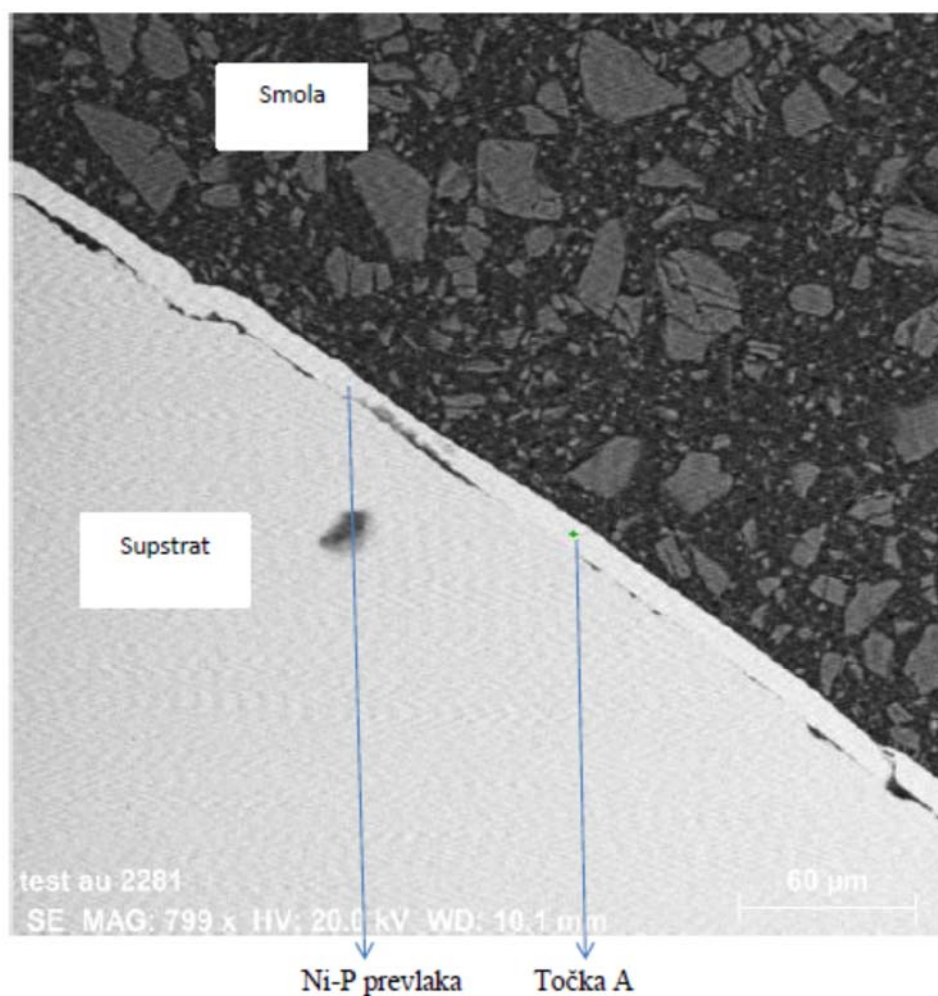
Linijski dijagram Ni-P prevlake i supstrata toplinski obrađenog uzorka na 100 °C prikazan je na slici 4.67, iz kojeg se može vidjeti da u supstratu ima najviše željeza i kroma, dok se ostali

elementi nalaze u malim količinama. U prevlaci se nalaze nikal i fosfor, a ostali elementi su u manjim količinama.



Slika 4.67. Linijski dijagram Ni-P prevlake i supstrata toplinski obrađenog uzorka na 100 °C

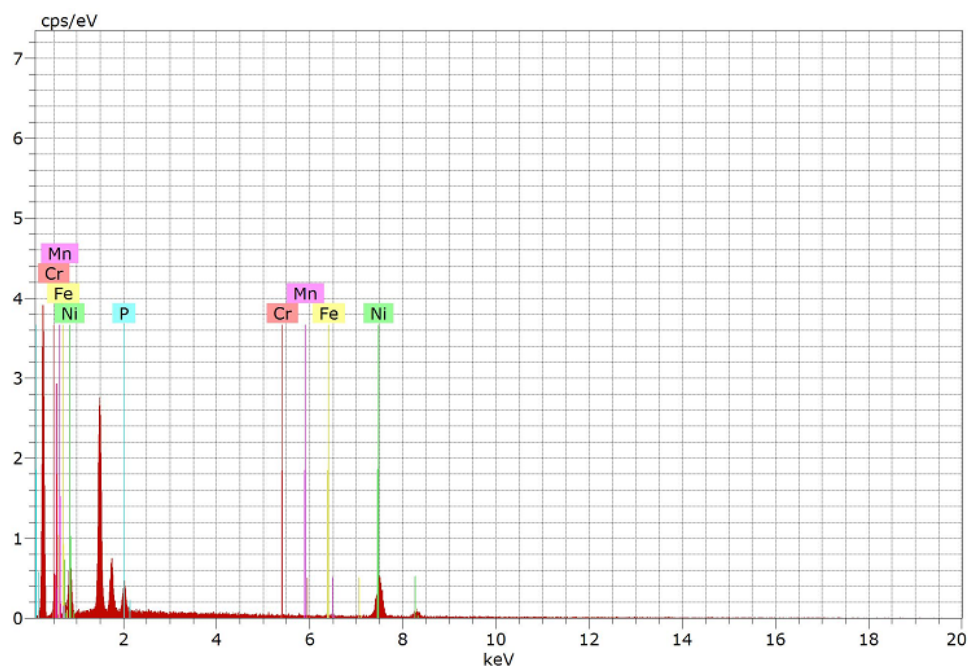
Kemijska analiza Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 100 °C napravljena je u dvije točke: u točki A (slika 4.68) i u točki B (slika 4.70). Za kemijsku analizu korišten je pretražni elektronski mikroskop.



Slika 4.68. Kemijska analiza Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 100 °C u točki A

Kemijski sastav u točki A prikazan je na slici 4.69 i u tablici 4.11. Iz tablice 4.11 vidljivo je da se u prevlaci nalazi najviše nikla i fosfora (84,97 %Ni i 9,10 %P), što je i očekivano. Osim ta dva elementa mogu se pronaći još i željezo, aluminiji, krom i mangan (2,95 %Fe, 1,19 %Cr, 1,79 %Mn).



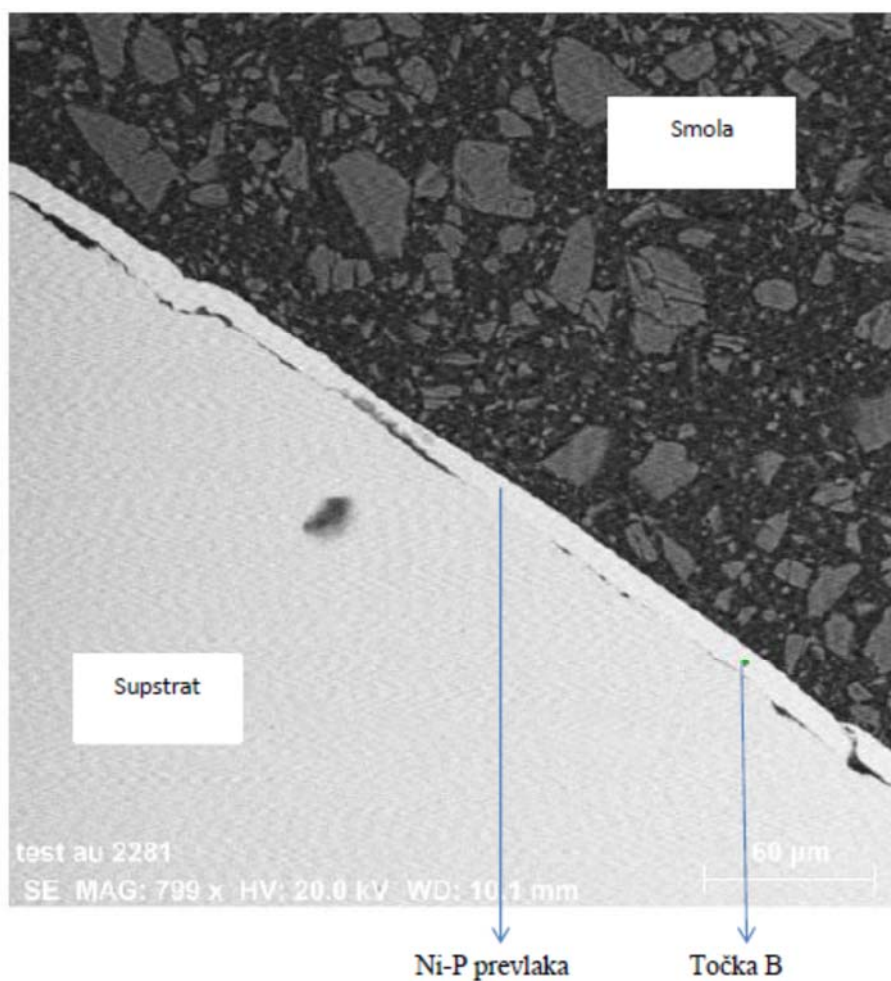


Slika 4.69. Prikaz kemijskog sastava uzorka Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 100 °C u točki A

Tablica 4.11. Kemijski sastav Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 100 °C u točki A

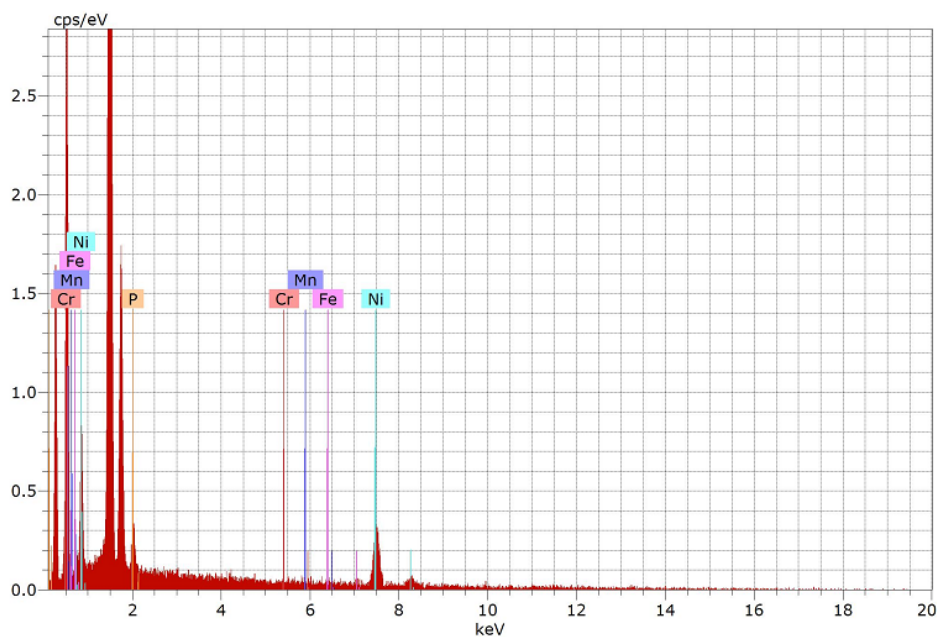
Prevlaka	Maseni udio / %				
	Ni	P	Fe	Cr	Mn
Ni-P	84,97	9,10	2,95	1,79	1,19

Kemijska analiza točke B prikazana je na slici 4.70.



Slika 4.70. Kemijska analiza Ni-P prevlake na supstratu uzorka toplinski obrađenog uzorka na 100 °C u točki B

Kemijski sastav Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 100 °C u točki B prikazan je na slici 4.71 i u tablici 4.12. Iz tablice 4.12 vidljivo je da se u prevlaci nalazi najviše nikla i fosfora (78,84 %Ni i 7,59 %P), što je i očekivano. Osim tih elemenata mogu se pronaći još i željezo, aluminiji, krom i mangan (6,33 %Fe, 2,78 %Cr, 4,47 %Mn).



Slika 4.71. Prikaz kemijskog sastava uzorka Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 100 °C u točki B

Tablica 4.12. Kemijski sastav Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 100 °C u točki B

Prevlaka	Maseni udio / %				
	Ni	P	Fe	Cr	Mn
Ni-P	78,84	7,59	6,33	2,78	4,47

### 4.7.3. Rezultati analize Ni-P prevlake toplinski obrađenog uzorka pri 200 °C

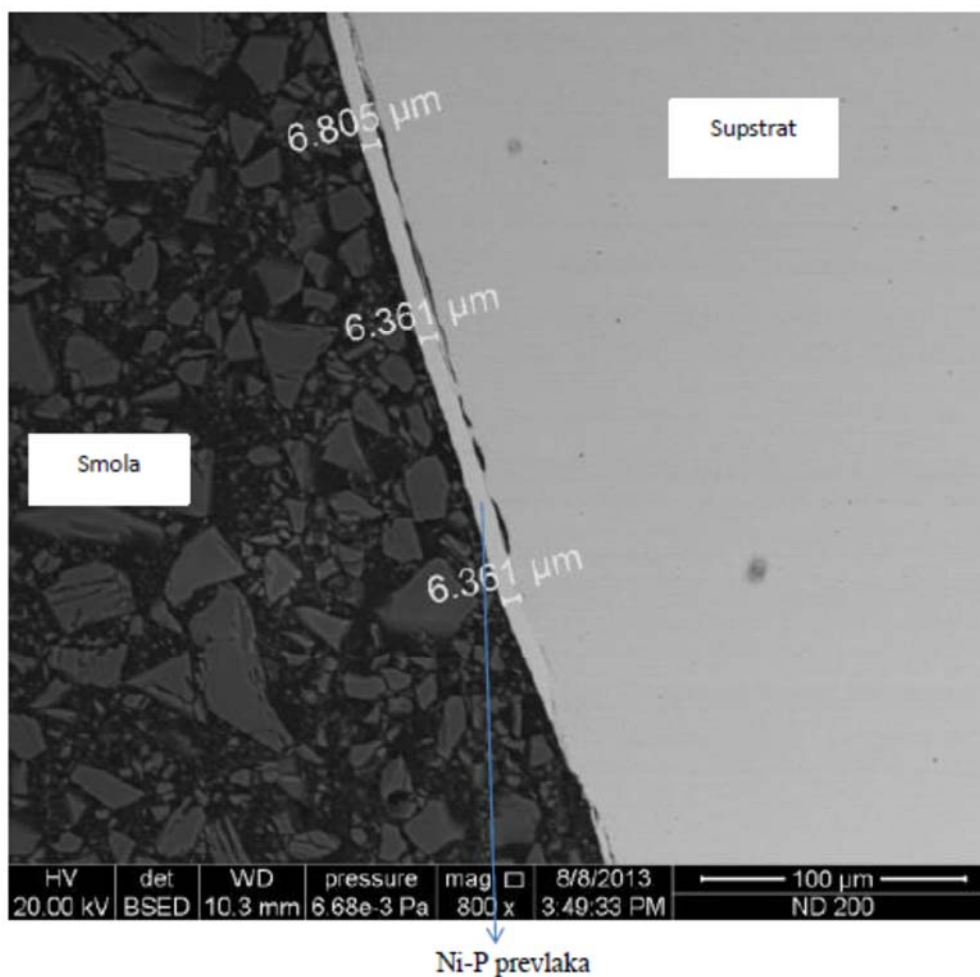
Ni-P prevlaka toplinski obrađenog uzorka na temperaturi od 200 °C imala je tvrdoću 405 HV0,01.

Prikaz Ni-P prevlake i supstrata toplinski obrađenog uzorka na temperaturi od 200 °C, dobiven metalografskim mikroskopom, dan je na slici 4.72, iz koje je uočljivo da između Ni-P prevlake i supstrata na pojedinim mjestima nema povezanosti, a Ni-P prevlaka unutar kružnice dobro je povezana sa supstratom. Stoga se može zaključiti da je adhezija zadovoljavajuća na tom dijelu, a prevlaka bez oštećenja. Prevlaka dobro prati površinski oblik podloge.



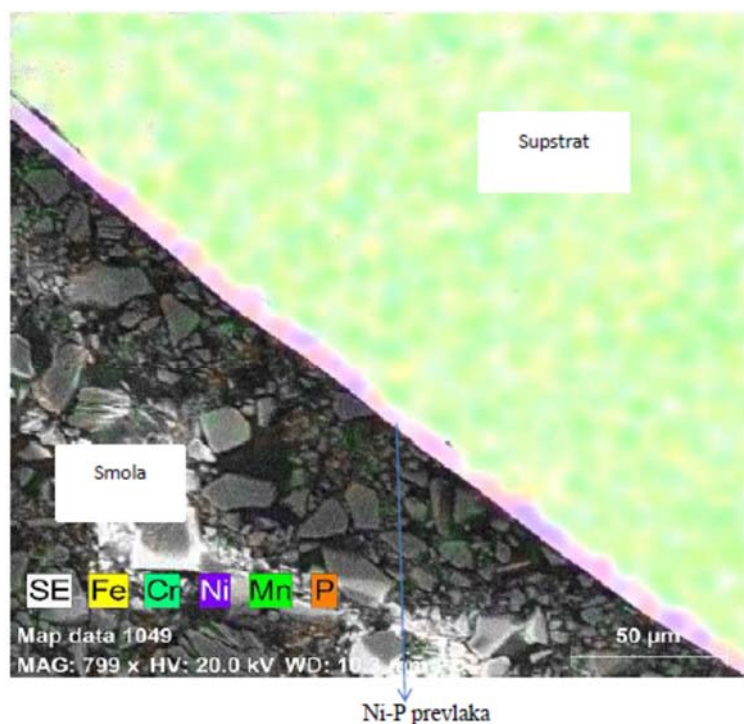
Slika 4.72. Ni-P prevlaka i supstrat toplinski obrađenog uzorka na 200 °C

Na pretražnom elektronskom mikroskopu izmjerena je debljina Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 200 °C koja iznosi 6,365 μm (slika 4.73).

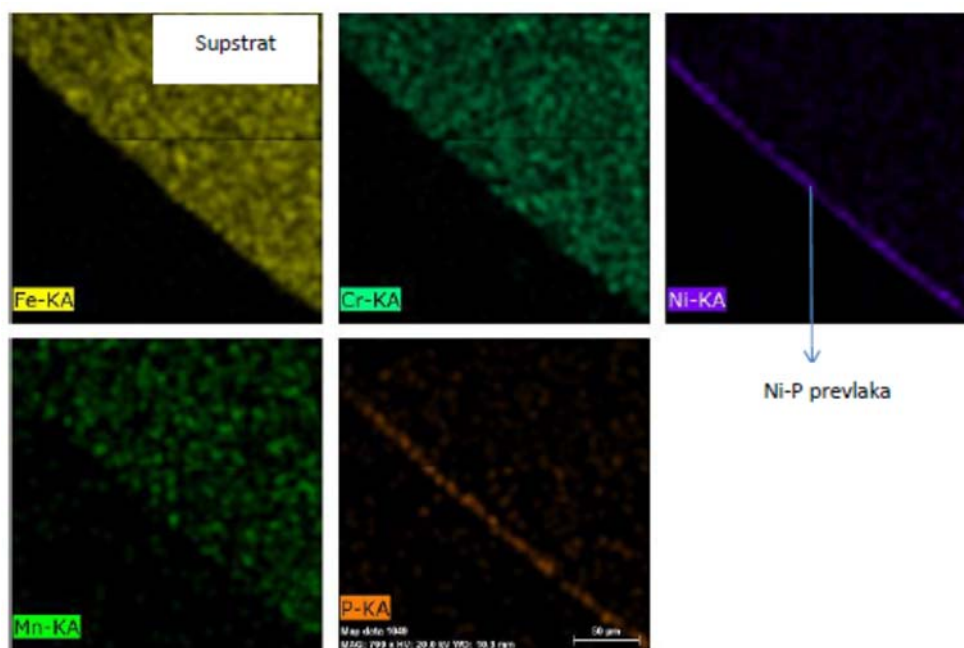


Slika 4.73. Debljina Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 200 °C

Kemijska analiza Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 200 °C napravljena je pomoću pretražnog elektronskog mikroskopa, EDS metodom (slika 4.74 i 4.75). Na slici 4.75 može se vidjeti da se Fe, Cr, Ni, P i Mn, kao osnovni elementi čelika X5CrNiMo17-12-2 nalaze u supstratu, a Ni i P, kao osnovni elementi Ni-P prevlake, nalaze u prevlaci. Uočava se da je znatno manje nikla u supstratu u odnosu na Ni-P prevlaku.



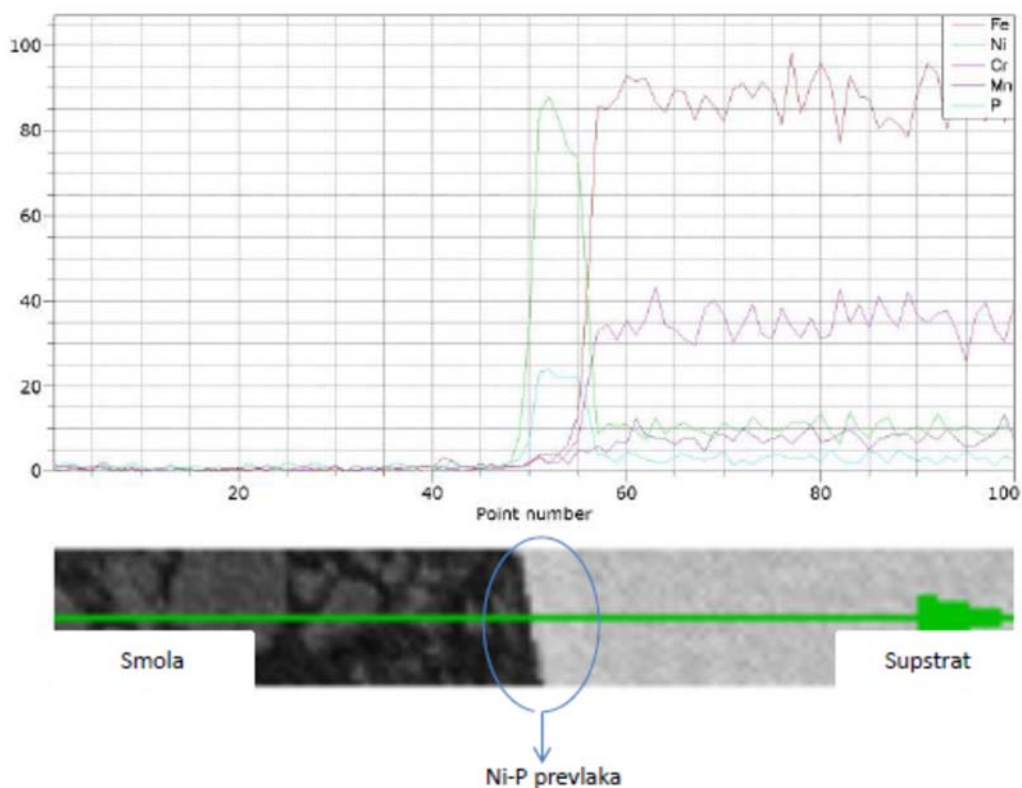
Slika 4.74. Kemijski sastav Ni-P prevlake i supstrata toplinski obrađenog uzorka na 200 °C



Slike 4.75. Raspodjela kemijskih elemenata na površini Ni-P prevlake i supstrata toplinski obrađenog uzorka na 200 °C

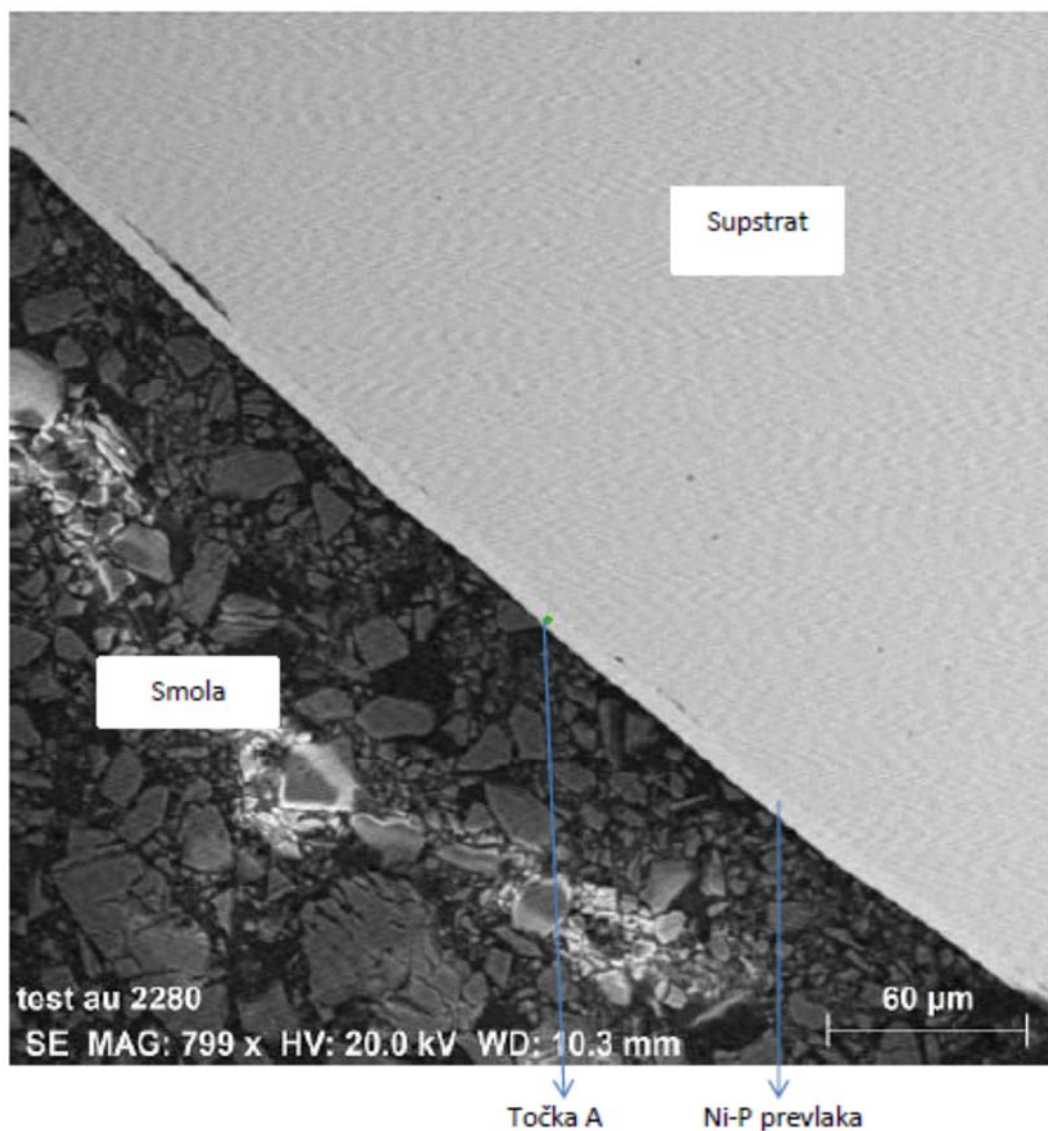
Linijski dijagram Ni-P prevlake i supstrata toplinski obrađenog uzorka na 200 °C prikazan je na slici 4.76. Iz slike 4.76 može se vidjeti da u podlozi ima najviše željeza i kroma, a ostalih je

elemenata u malim količinama. U prevlaci se nalaze nikal i fosfor, a ostalih je elemenata u malim količinama.



Slika 4.76. Linijski dijagram Ni-P prevlake i supstrata toplinski obrađenog uzorka na 200 °C

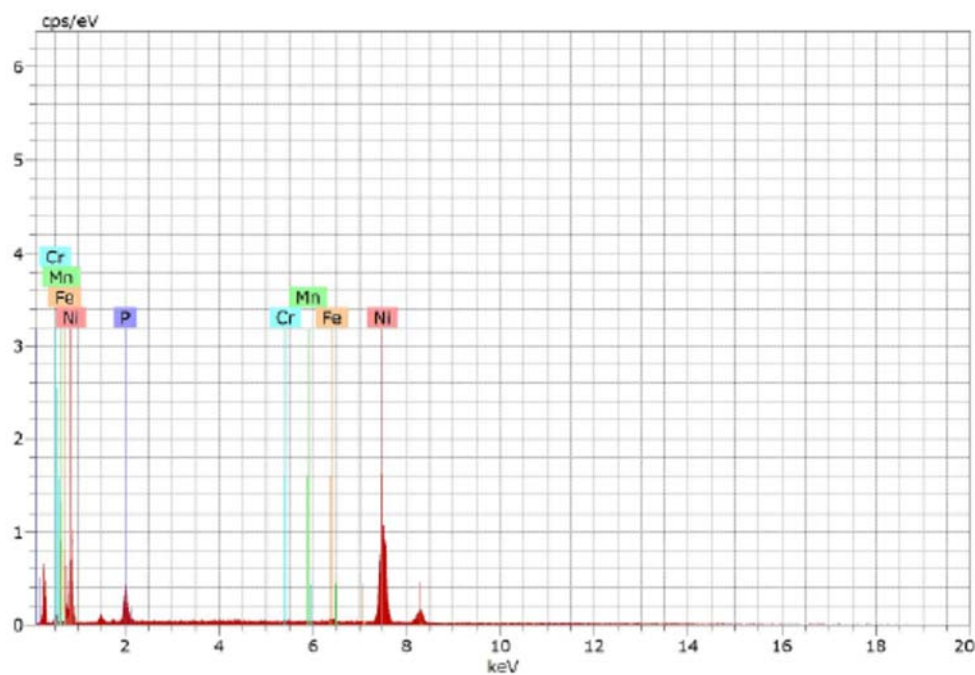
Kemijska analiza za Ni-P prevlaku na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 200 °C napravljena je u dvije točke: u točki A (slika 4.77) i u točki B (slika 4.79).



Slika 4.77. Kemijska analiza Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 200 °C u točki A

Kemijski sastav u točki A prikazan je na slici 4.78 i u tablici 4.13. Iz tablice 4.13 vidljivo je da se u prevlaci nalazi najviše nikla i fosfora (81,71 %Ni i 16,31 %P), što je i očekivano. Osim ta dva elementa mogu se pronaći još i željezo, aluminij, krom i mangan (1,05 %Fe, 0,44 %Cr, 0,49 %Mn).



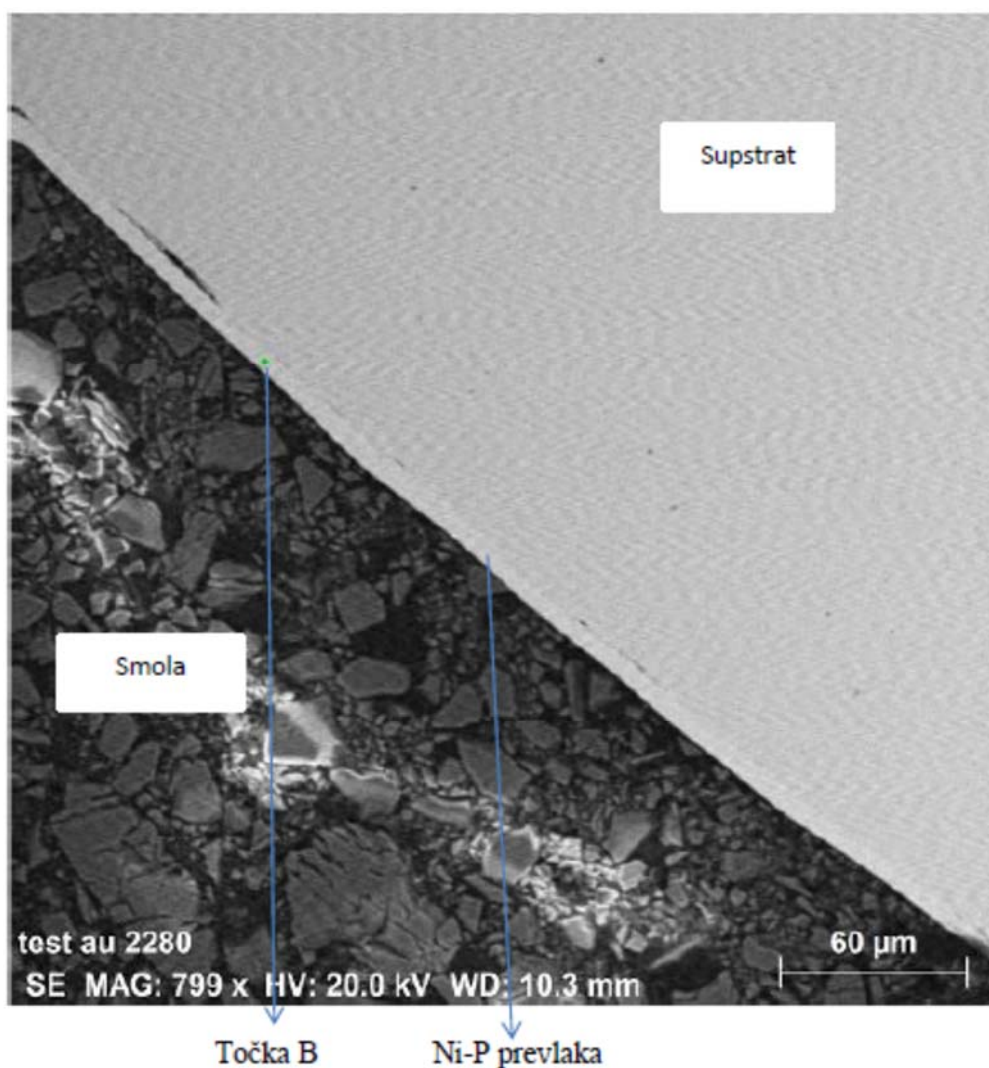


Slika 4.78. Prikaz kemijskog sastava uzorka Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 200 °C u točki A

Tablica 4.13. Kemijski sastav Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 200 °C u točki A

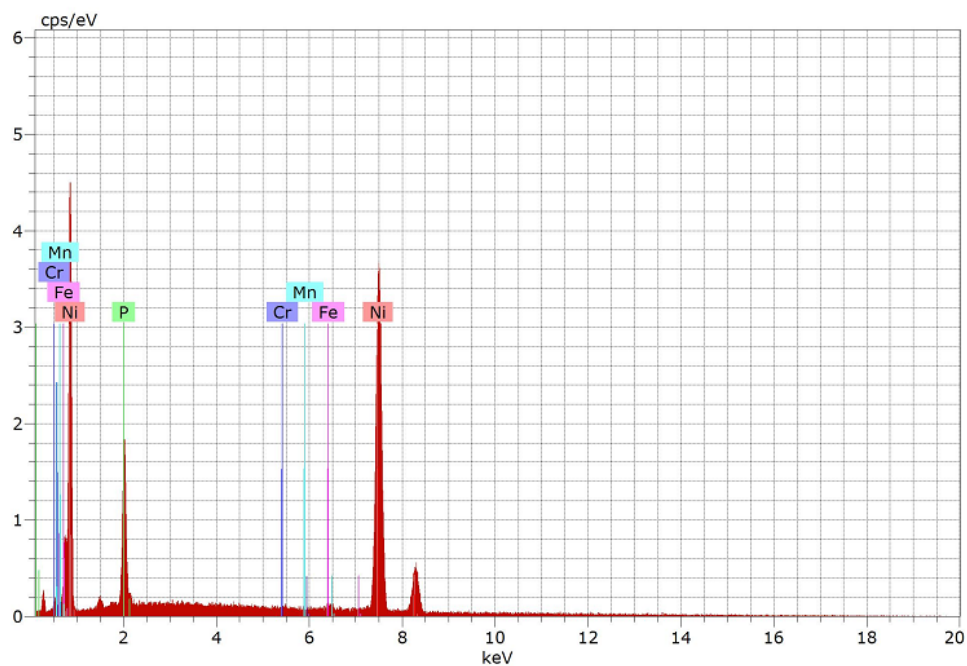
Prevlaka	Maseni udio / %				
	Ni	P	Fe	Cr	Mn
Ni-P	81,71	16,31	1,05	0,44	0,49

Kemijska analiza Ni-P prevlake u točki B prikazana je na slici 4.79.



Slika 4.79. Kemijska analiza Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 200 °C u točki B

Kemijski sastav Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 200 °C u točki B, dobiven pomoću pretražnog elektronskog mikroskopa EDS metodom, prikazan je na slici 4.80 i u tablici 4.14. Iz tablice 4.14 vidljivo je da se u prevlaci nalazi najviše nikla i fosfora (83,92 %Ni i 14,12 %P), što je i očekivano. Osim tih elemenata mogu se pronaći još i željezo, aluminij, krom i mangan (1,25 %Fe, 0,25 %Cr, 0,44 %Mn).



Slika 4.80. Prikaz kemijskog sastava uzorka Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 200 °C u točki B

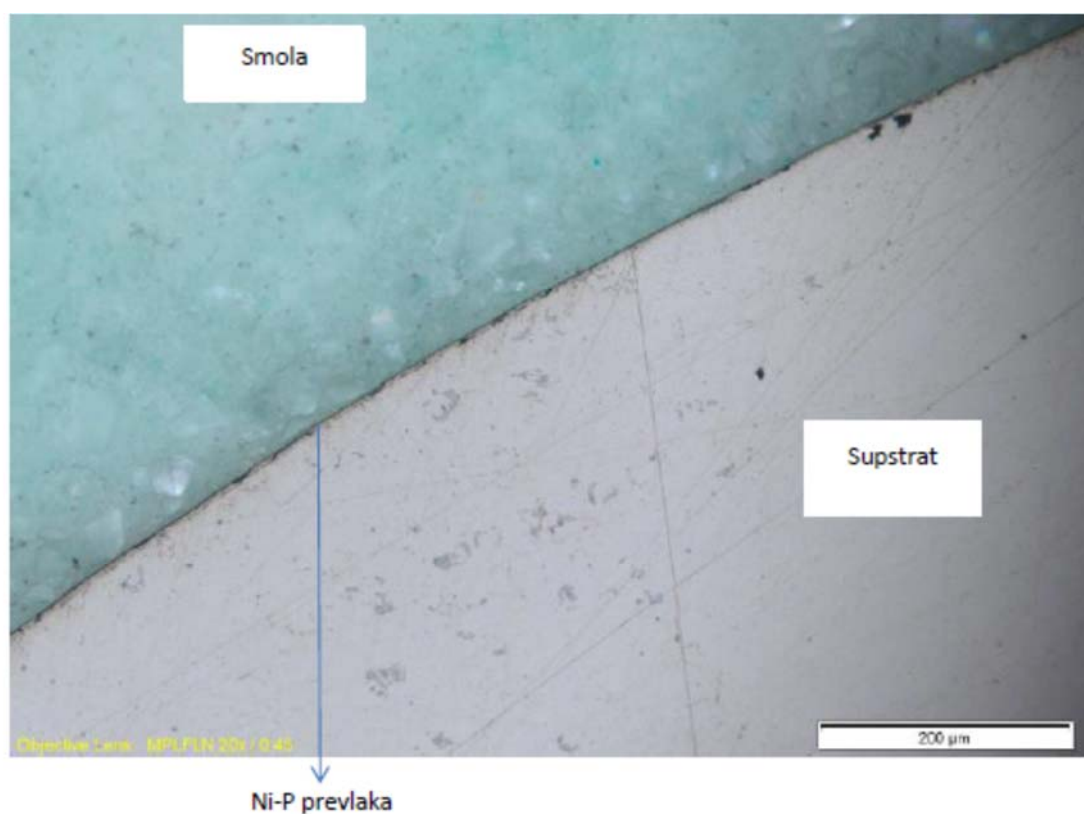
Tablica 4.14. Kemijski sastav Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 200 °C u točki B

Prevlaka	Maseni udio / %				
	Ni	P	Fe	Cr	Mn
Ni-P	83,92	14,12	1,20	0,32	0,44

#### 4.7.4. Rezultati analize Ni-P prevlake toplinski obrađenog uzorka pri 300 °C

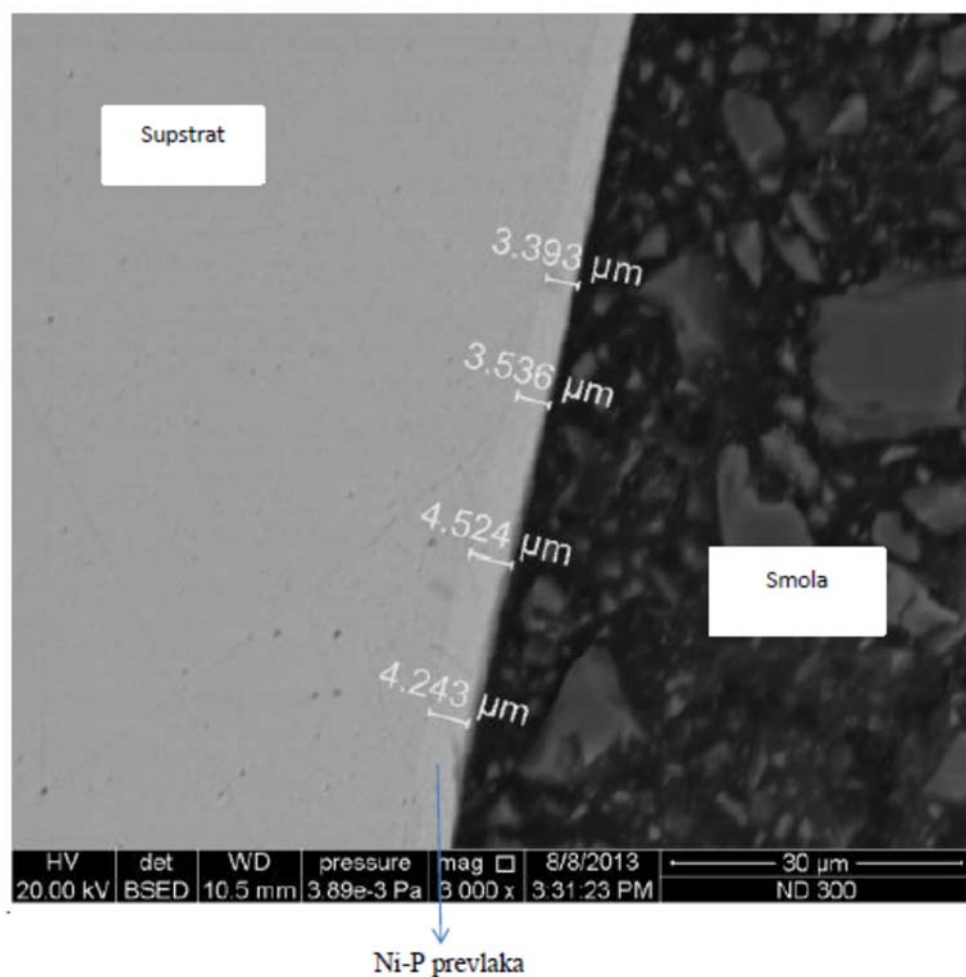
Zbog male debljine Ni-P prevlake, uzorku koji je toplinski obrađen na temperaturi od 300 °C nije bilo moguće izmjeriti tvrdoću.

Prikaz Ni-P prevlake i supstrata toplinski obrađenog uzorka na temperaturi od 300 °C, dobiven metalografskim mikroskopom, prikazan je na slici 4.81 iz koje je uočljivo da je između Ni-P prevlake i supstrata dobra povezanost, tj. može se zaključiti da je adhezija zadovoljavajuća. Prevlaka dobro prati površinski oblik supstrata.



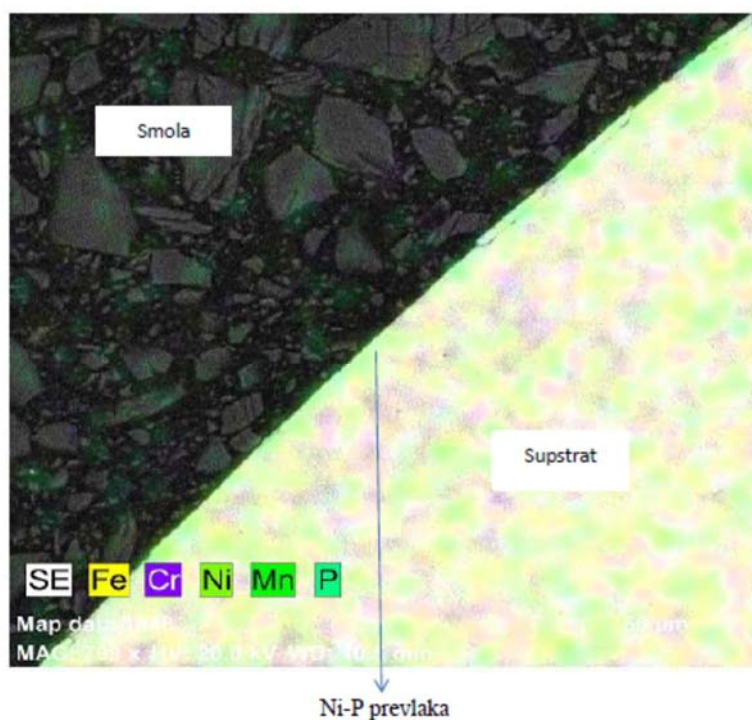
Slika 4.81. Ni-P prevlaka i supstrat toplinski obrađenog uzorka na 300 °C

Na pretražnom elektronskom mikroskopu izmjerena je debljina Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 300 °C. Izmjere su prikazane na slici 4.82, na kojoj se također može uočiti dobra povezanost Ni-P prevlake i supstrata. Debljina prevlake iznosi oko 3,924 μm.

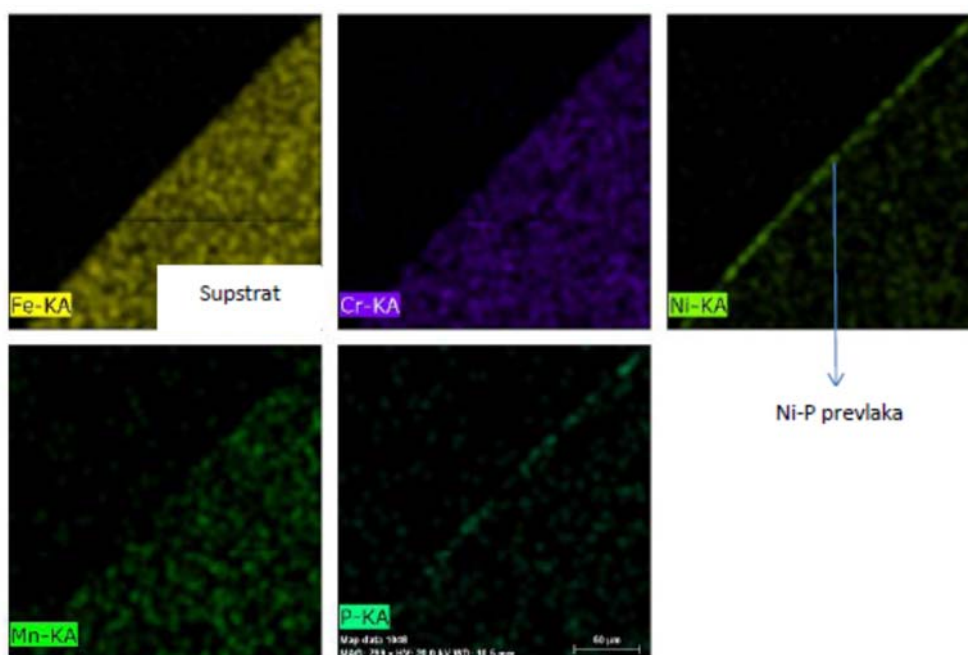


Slika 4.82. Debljina Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 300 °C

Kemijska analiza Ni-P prevlake i supstrata toplinski obrađenog uzorka na 300 °C napravljena je pomoću pretražnog elektronskog mikroskopa, EDS metodom (slika 4.83 i 4.84). Na slici 4.84 može se vidjeti da se Fe, Cr, Ni, P i Mn, kao osnovni elementi čelika X5CrNiMo17-12-2 nalaze u supstratu, a Ni i P, kao osnovni elementi Ni-P prevlake, nalaze u prevlaci. Uočava se da je znatno manje nikla u supstratu u odnosu na prevlaku.



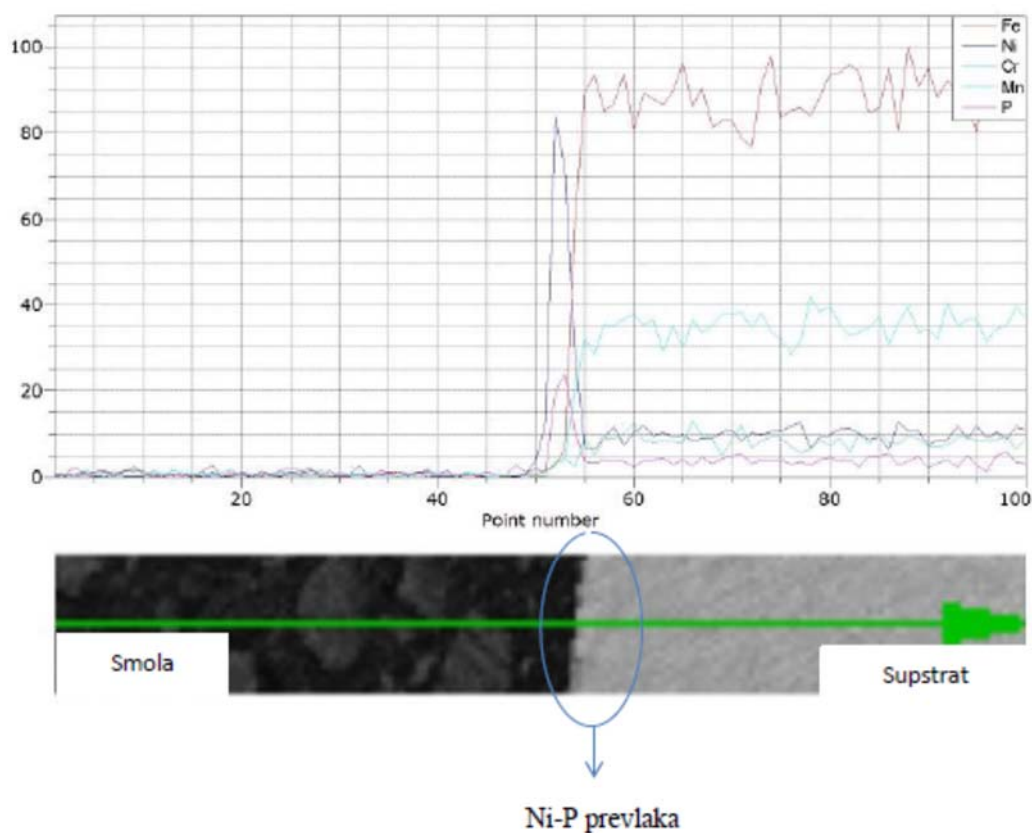
Slika 4.83. Kemijski sastav Ni-P prevlake i supstrata toplinski obrađenog uzorka na 300 °C



Slike 4.84. Raspodjela kemijskih elemenata na površini Ni-P prevlake i supstrata toplinski obrađenog uzorka na 300 °C

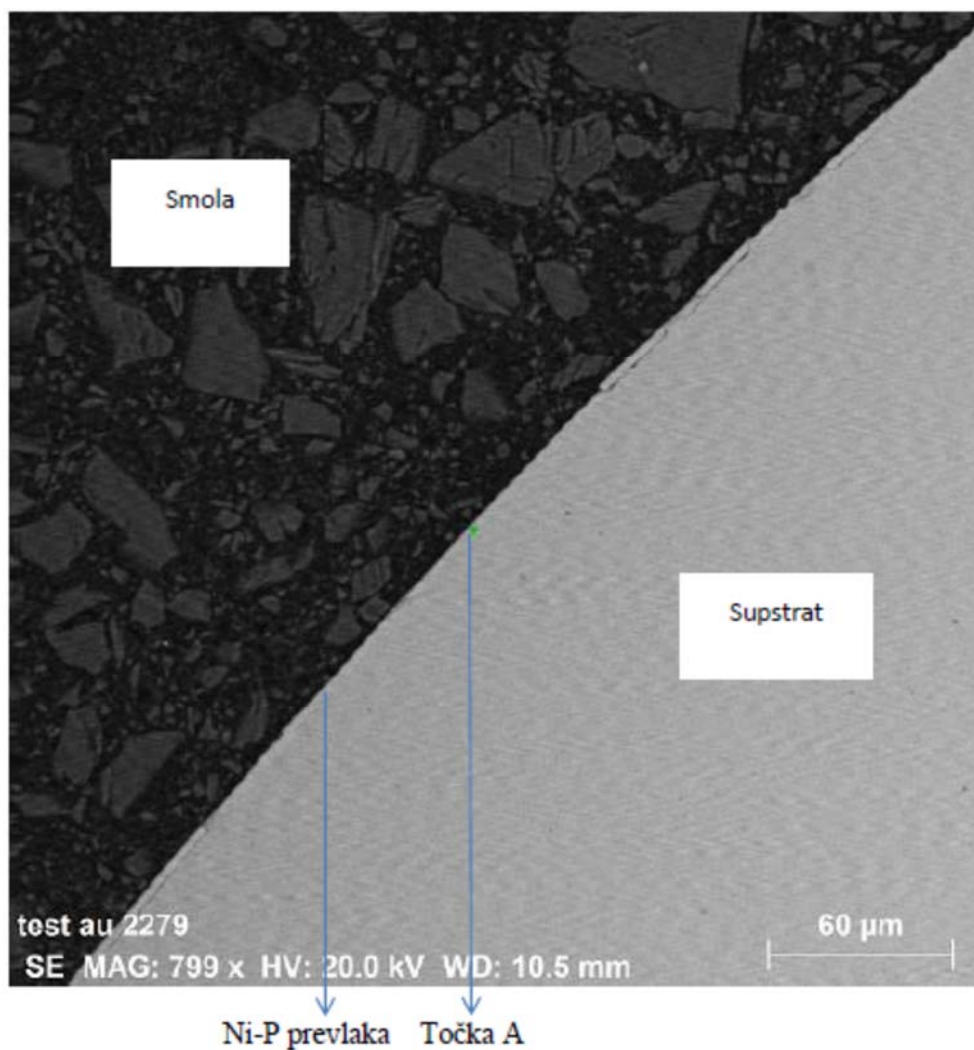
Linjski dijagram Ni-P prevlake i supstrata toplinski obrađenog uzorka na 300 °C prikazan je na slici 4.85, iz koje se može vidjeti da u Ni-P supstratu ima najviše željeza i kroma dok su

ostali elementi u malim količinama. U prevlaci se nalaze nikel i fosfor, a ostali elementi su u manjim količinama.



Slika 4.85. Linijski dijagram Ni-P prevlake i supstrata toplinski obrađenog uzorka na 300 °C

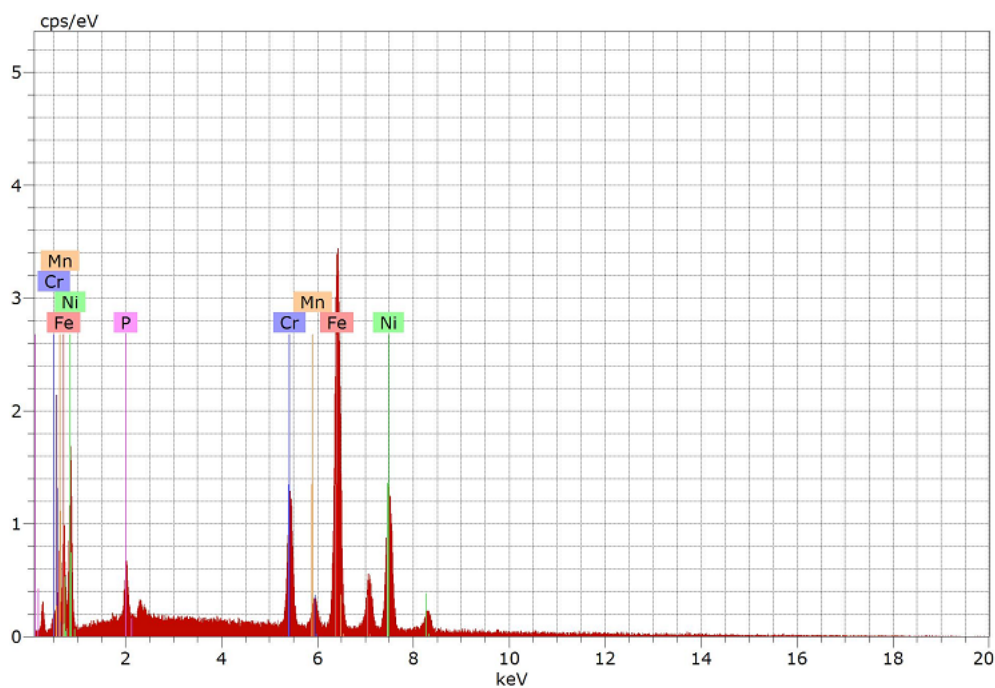
Kemijska analiza Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 300 °C s dugotrajnom inicijacijom napravljena je u dvije točke, kako je prikazano na slici 4.86 za točku A te na slici 4.88 za točku B..



Slika 4.86. Kemijska analiza Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 300 °C u točki A

Kemijski sastav u točki A prikazan je na slici 4.87 i u tablici 4.15. Iz tablice 4.15 vidljivo je da se u Ni-P prevlaci nalazi najviše nikla i fosfora (52,73 %Ni i 31,14 %P), što je i očekivano. Osim tih elemenata mogu se pronaći još i željezo, aluminij, krom i mangan (52,73 %Fe, 11,44 %Cr, 1,54 %Mn).

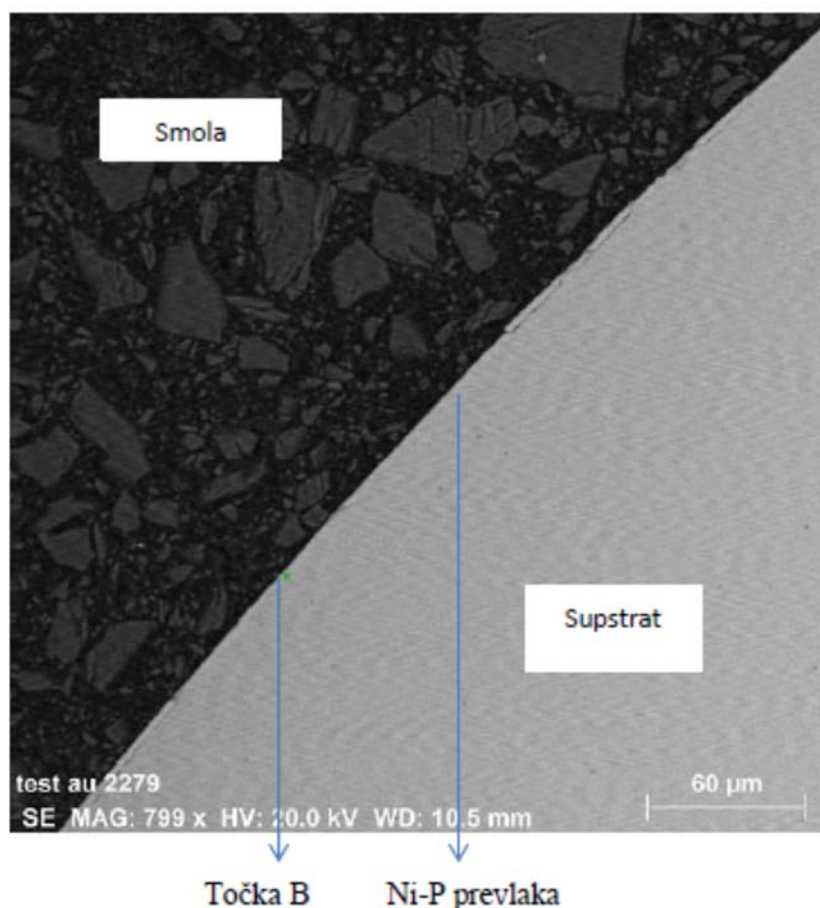




Slika 4.87. Prikaz kemijskog sastava uzorka Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 300 °C u točki A

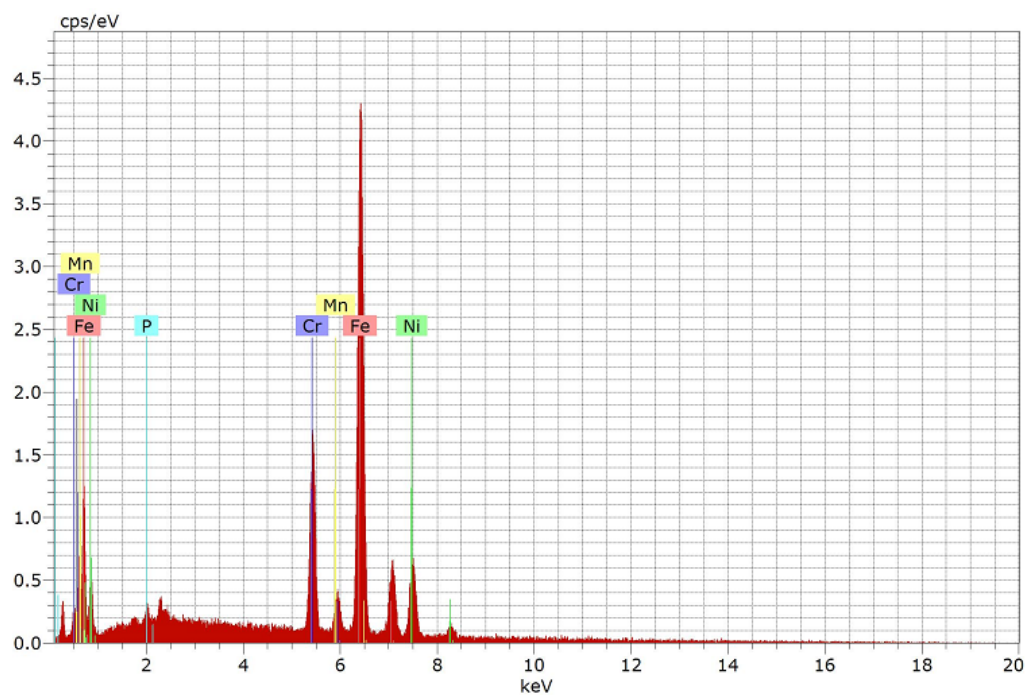
Tablica 4.15. Kemijski sastav Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 300 °C u točki A

Prevlaka	Maseni udio / %				
	Ni	P	Fe	Cr	Mn
Ni-P	31,14	3,17	52,73	11,44	1,54



Slika 4.88. Kemijska analiza Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 300 °C u točki B

Kemijski sastav Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 300 °C u točki B, dobiven pomoću pretražnog elektronskog mikroskopa, EDS metodom, prikazan je na slici 4.89 i u tablici 4.16. Iz tablice 4.16 je vidljivo da se u Ni-P prevlaci nalazi najviše željeza, kroma i nikla (67,53 %Fe, 15,05 %Cr, 14,60 %Ni). Takvi rezultati nisu očekivani, ali mogu se povezati s vrlo tankom Ni-P prevlakom. Osim željeza, kroma i nikla, u prevlaci se mogu pronaći još i fosfor i mangan (1,32 %P, 1,51 %Mn).



Slika 4.89. Prikaz kemijskog sastava uzorka Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 300 °C u točki B

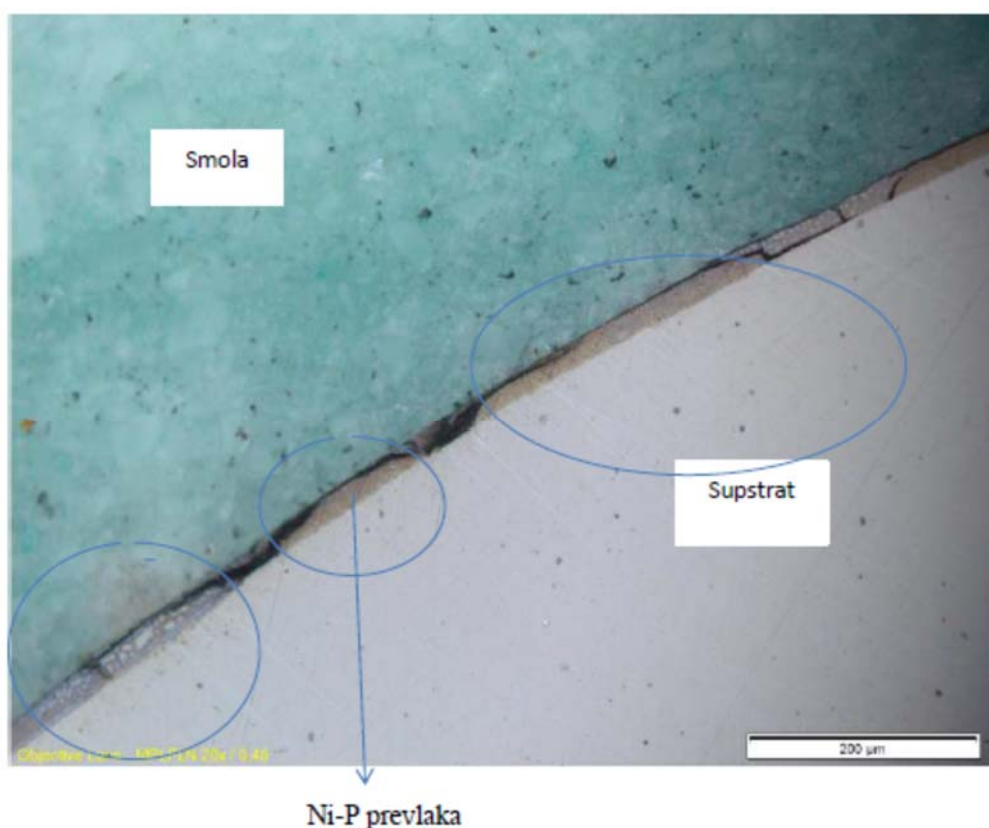
Tablica 4.16. Kemijski sastav Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 300 °C u točki B

Prevlaka	Maseni udio / %				
	Ni	P	Fe	Cr	Mn
Ni-P	14,60	1,32	67,53	15,05	1,51

#### 4.7.5. Rezultati analize Ni-P prevlake toplinski obrađenog uzorka pri 400 °C

Ni-P prevlaka toplinski obrađenog uzorka na temperaturi od 400 °C imala je tvrdoću 995 HV0,01.

Prikaz Ni-P prevlake i supstrata toplinski obrađenog uzorka na temperaturi od 400 °C, dobiven metalografskim mikroskopom, dan je na slici 4.90, na kojoj je moguće uočiti mjestimičnu dobru povezanost Ni-P prevlake i supstrata, pri čemu na zaokruženim mjestima Ni-P prevlaka i supstrat nemaju dobru povezanost. Prevlaka dobro prati površinski oblik uzorka.

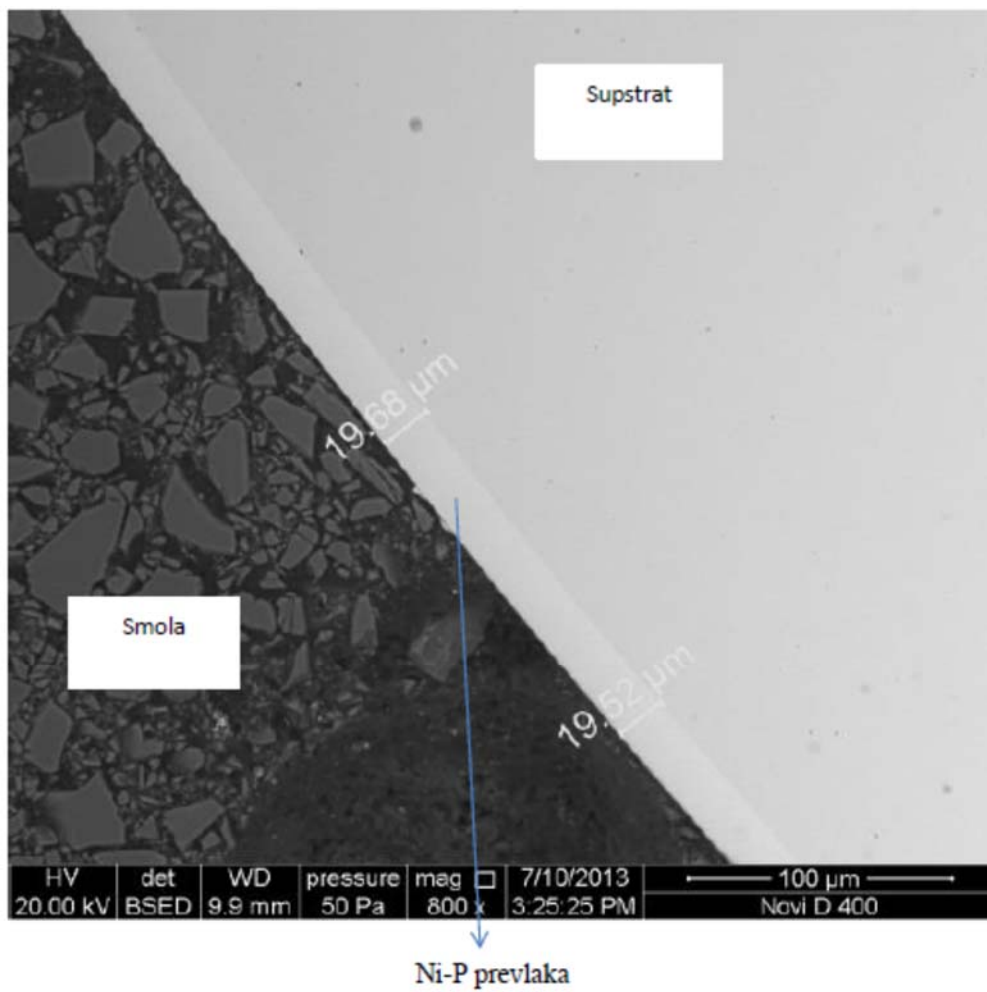


Slika 4.90. Ni-P prevlaka i supstrat toplinski obrađenog uzorka na 400 °C

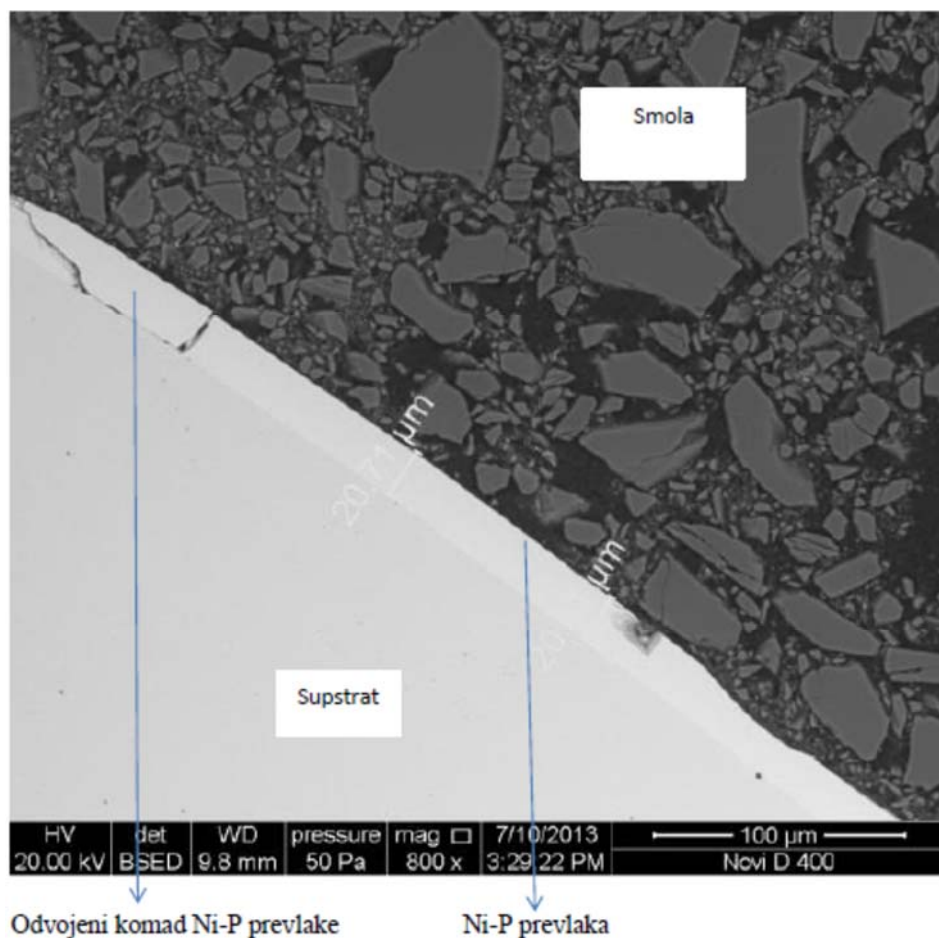
Sa svrhom određivanja debljine prevlake, na pretražnom elektronskom mikroskopu debljina prevlake ovog uzorka mjerena je sa dvije suprotne strane (slika 4.39). Izmjere debljine prevlake na lijevoj strani uzorka prikazane su na slici 4.91, a očitana debljina Ni-P prevlake iznosi 19,60 µm.

Izmjere debljina prevlake sa desne strane uzorka prikazane su na slici 4.92, a očitana debljina Ni-P prevlake iznosi 20,36 µm.

Usporedbom slika 4.91 i 4.92 može se zaključiti da su debljine prevlake s obje strane uzorka jednake te da je većim djelom Ni-P prevlaka dobro povezana sa supstratom.

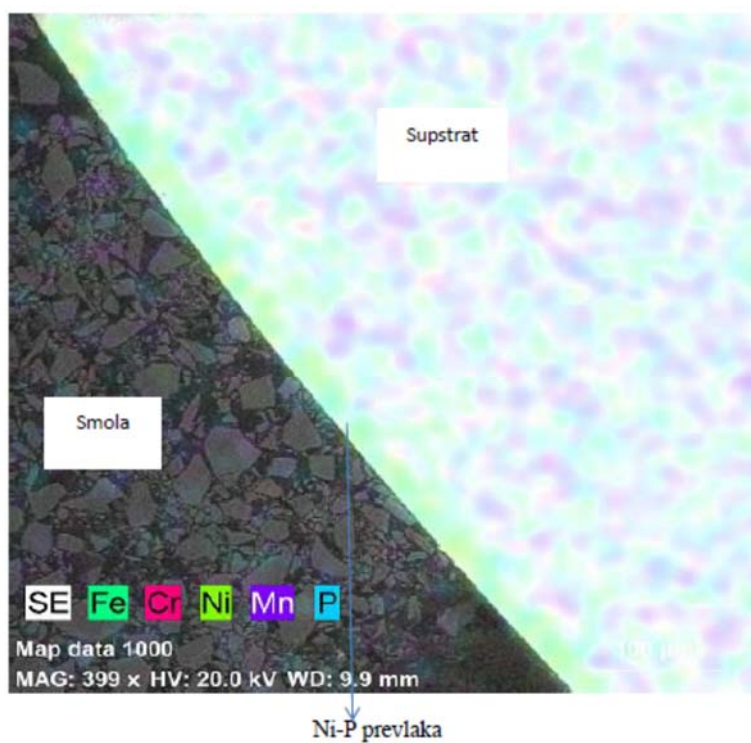


Slika 4.91. Debljina lijeve strane Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 400 °C

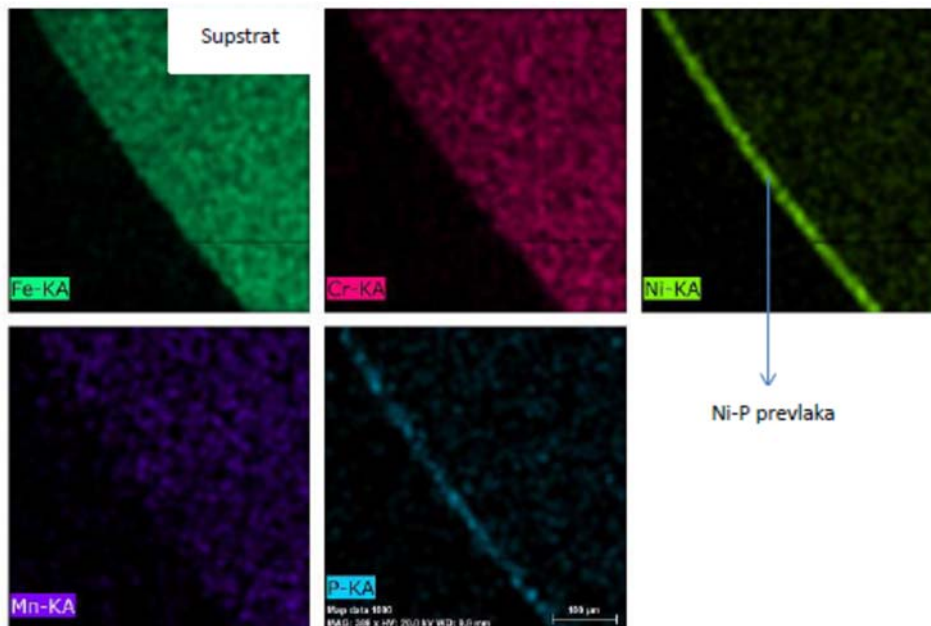


Slika 4.92. Debljina desne strane Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 400 °C

Kemijska analiza Ni-P prevlake i supstrata toplinski obrađenog uzorka na 400 °C napravljena je EDS metodom pomoću pretražnog elektronskog mikroskopa, slika 4.93 i 4.94. Na slici 4.94 može se vidjeti da se Fe, Cr, Ni, P i Mn, kao osnovni elementi čelika X5CrNiMo17-12-2 nalaze u supstratu, a Ni i P, kao osnovni elementi Ni-P prevlake, u prevlaci. Uočava se da je znatno manje nikla u supstratu u odnosu na prevlaku.



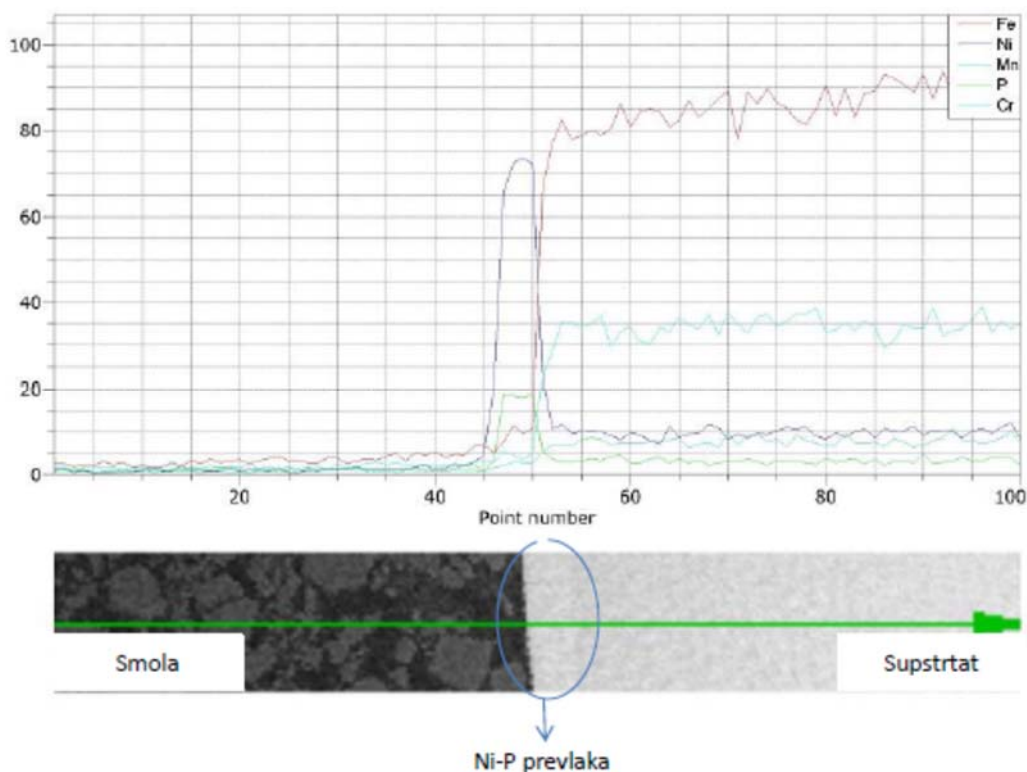
Slika 4.93. Kemijski sastav Ni-P prevlake i supstrata toplinski obrađenog uzorka na 400 °C



Slike 4.94. Raspodjela kemijskih elemenata na površini Ni-P prevlake i supstrata toplinski obrađenog uzorka na 400 °C

Linijski dijagram Ni-P prevlake i supstrata toplinski obrađenog uzorka na 400 °C prikazan je na slici 4.95, iz koje se može vidjeti da u supstratu ima najviše željeza i kroma dok su ostali

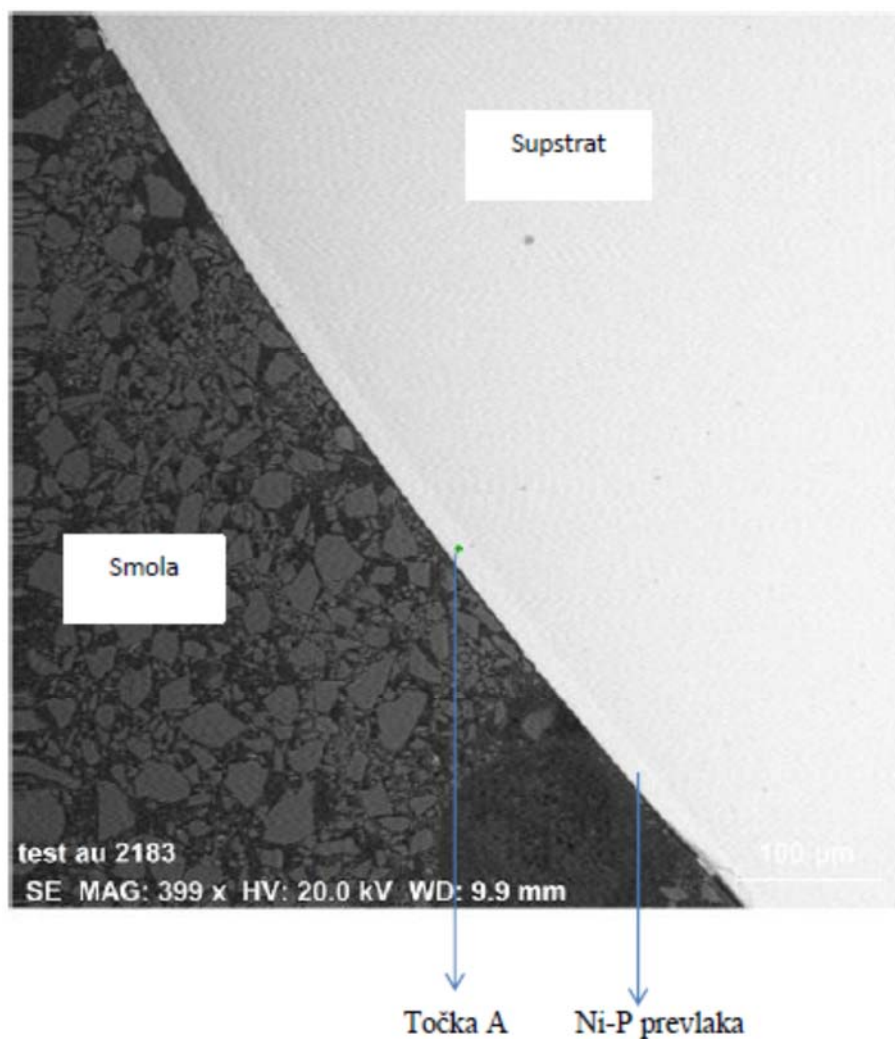
elementi u malim količinama. U Ni-P prevlaci se nalaze nikel i fosfor, a ostali elementi u manjim količinama.



Slika 4.95. Linijski dijagram Ni-P prevlake i supstrata toplinski obrađenog uzorka na 400 °C

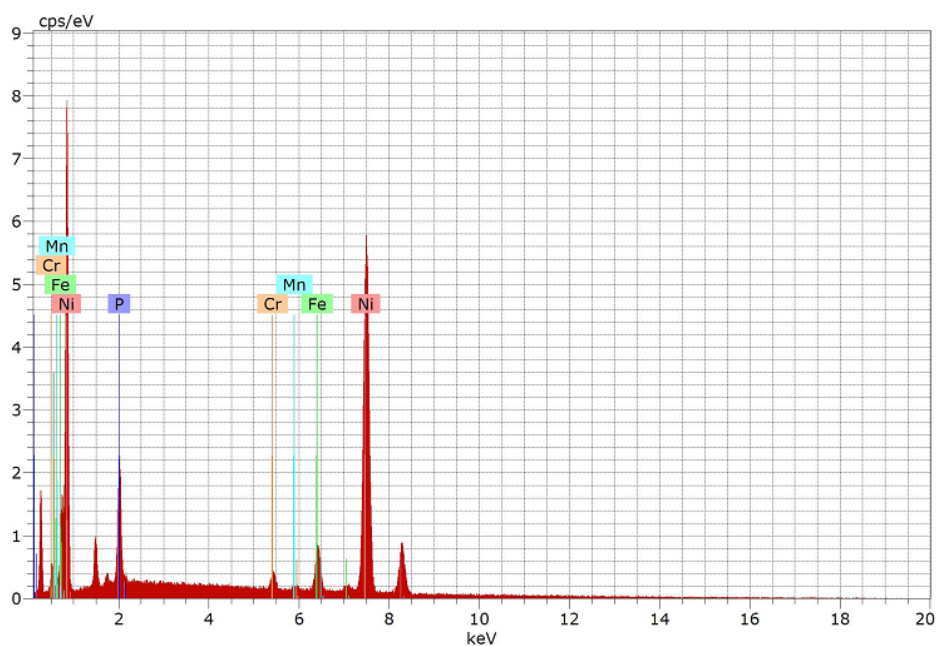
Kemijska analiza Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 400 °C dobivenog bestrujnim niklanjem sa dugotrajnom inicijacijom napravljena je u dvije točke, kako je prikazano na slici 4.96 za točku A te na slici 4.98 za točku B.





Slika 4.96. Kemijska analiza Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 400 °C u točki A

Kemijski sastav Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 400 °C u točki A, dobiven EDS metodom pomoću pretražnog elektronskog mikroskopa, prikazan je na slici 4.97 i u tablici 4.17. Iz tablice 4.17 vidljivo je da se u prevlaci nalazi najviše nikla i fosfora (85,17 %Ni i 6,88 %P), što je i očekivano. Osim tih elemenata mogu se pronaći još i željezo, aluminiji, krom i mangan (5,77 %Fe, 1,71 %Cr, 0,47 %Mn).

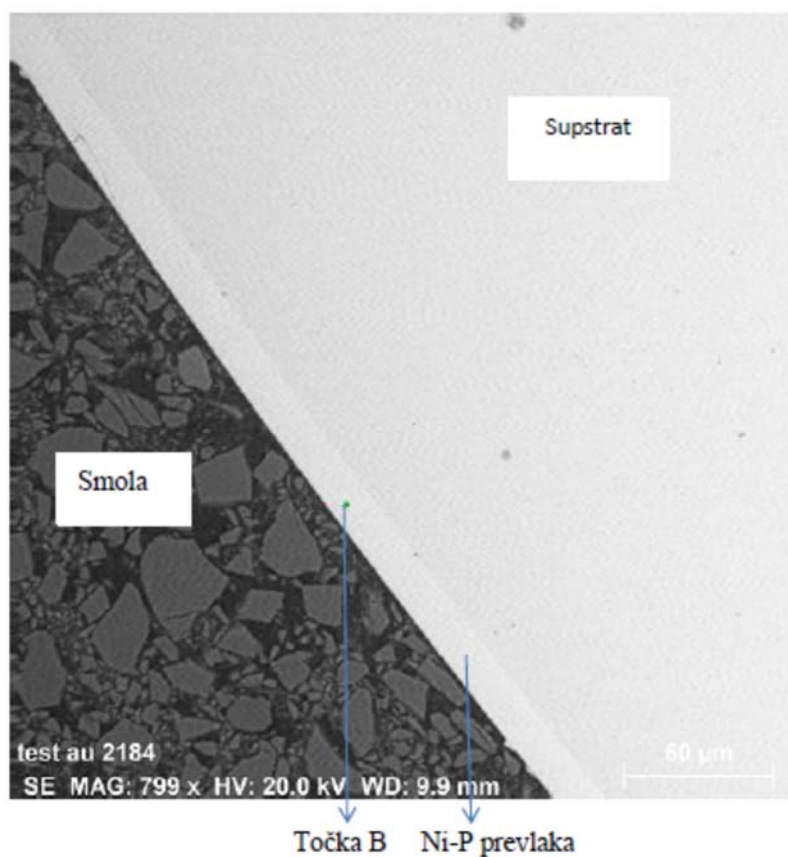


Slika 4.97. Prikaz kemijskog sastava uzorka Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 400 °C

Tablica 4.17. Kemijski sastav Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 400 °C

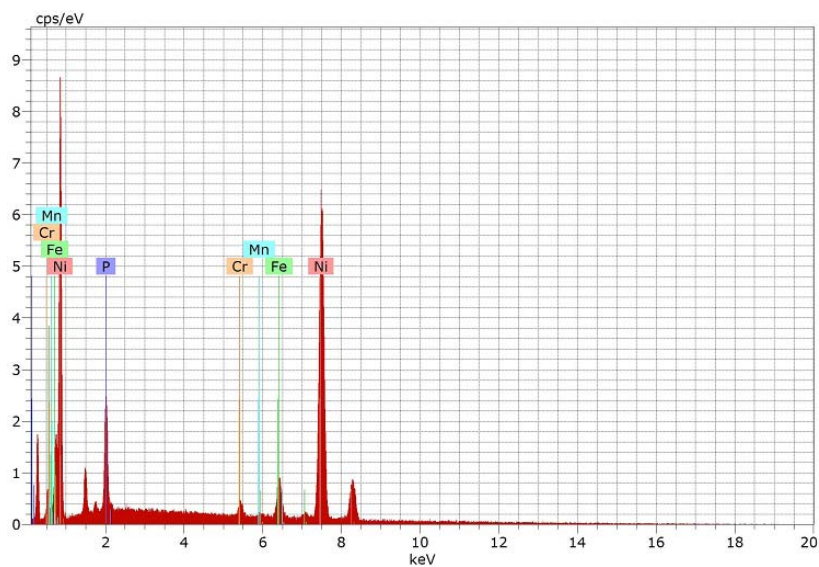
Prevlaka	Maseni udio / %				
	Ni	P	Fe	Cr	Mn
Ni-P	85,17	6,88	5,77	1,71	0,47

Kemijska analiza Ni-P prevlake u točki B prikazana je na slici 4.98.



Slika 4.98. Kemijska analiza Ni-P prevlake na supstratu uzorka toplinski obrađenog uzorka na 400 °C u točki B

Kemijski sastav Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 400 °C u točki B prikazan je na slici 4.99 i u tablici 4.18. Iz tablice 4.18 vidljivo je da se u Ni-P prevlaci nalazi najviše nikla i fosfora (85,14 %Ni i 7,00 %P), što je i očekivano. Osim tih elemenata mogu se pronaći još i željezo, aluminij, krom i mangan (5,68 %Fe, 1,71 %Cr, 0,47 %Mn).



Slika 4.99. Prikaz kemijskog sastava uzorka Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 400 °C

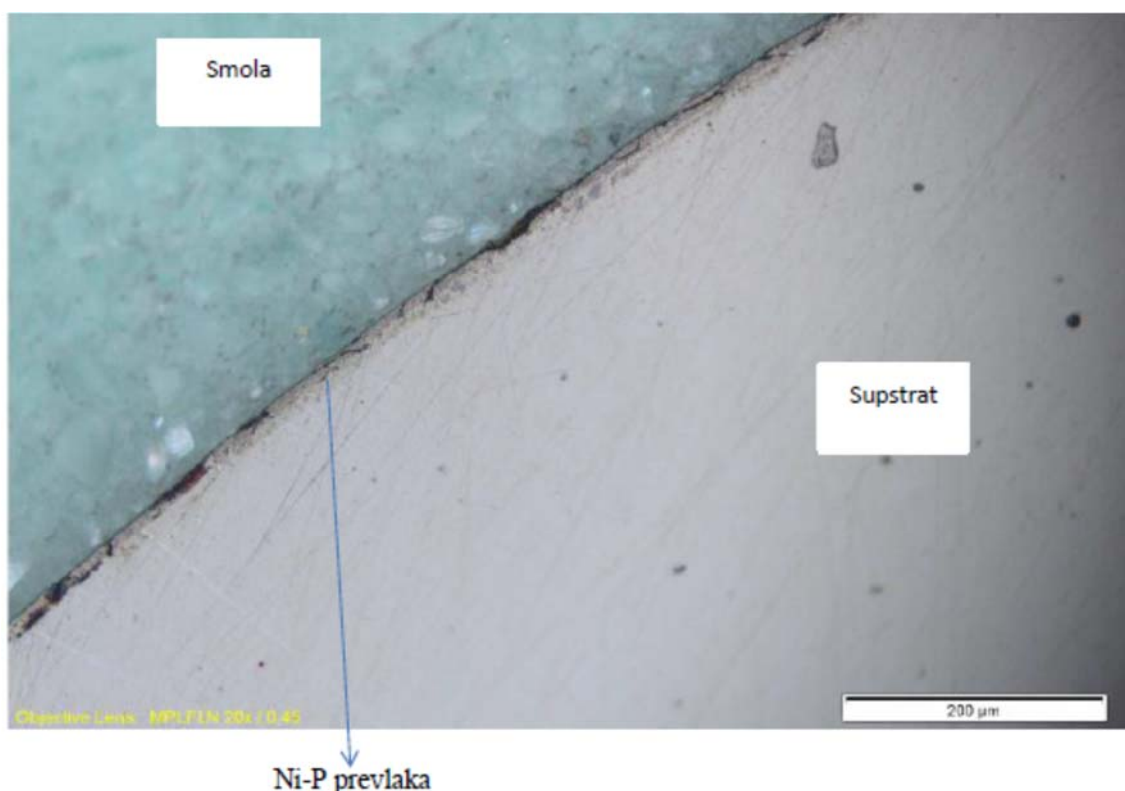
Tablica 4.18. Kemijski sastav Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 400 °C u točki B

Prevlaka	Maseni udio / %				
	Ni	P	Fe	Cr	Mn
Ni-P	85,14	7,00	5,68	1,71	0,47

#### 4.7.6. Rezultati analize Ni-P prevlake toplinski obrađenog uzorka pri 500 °C

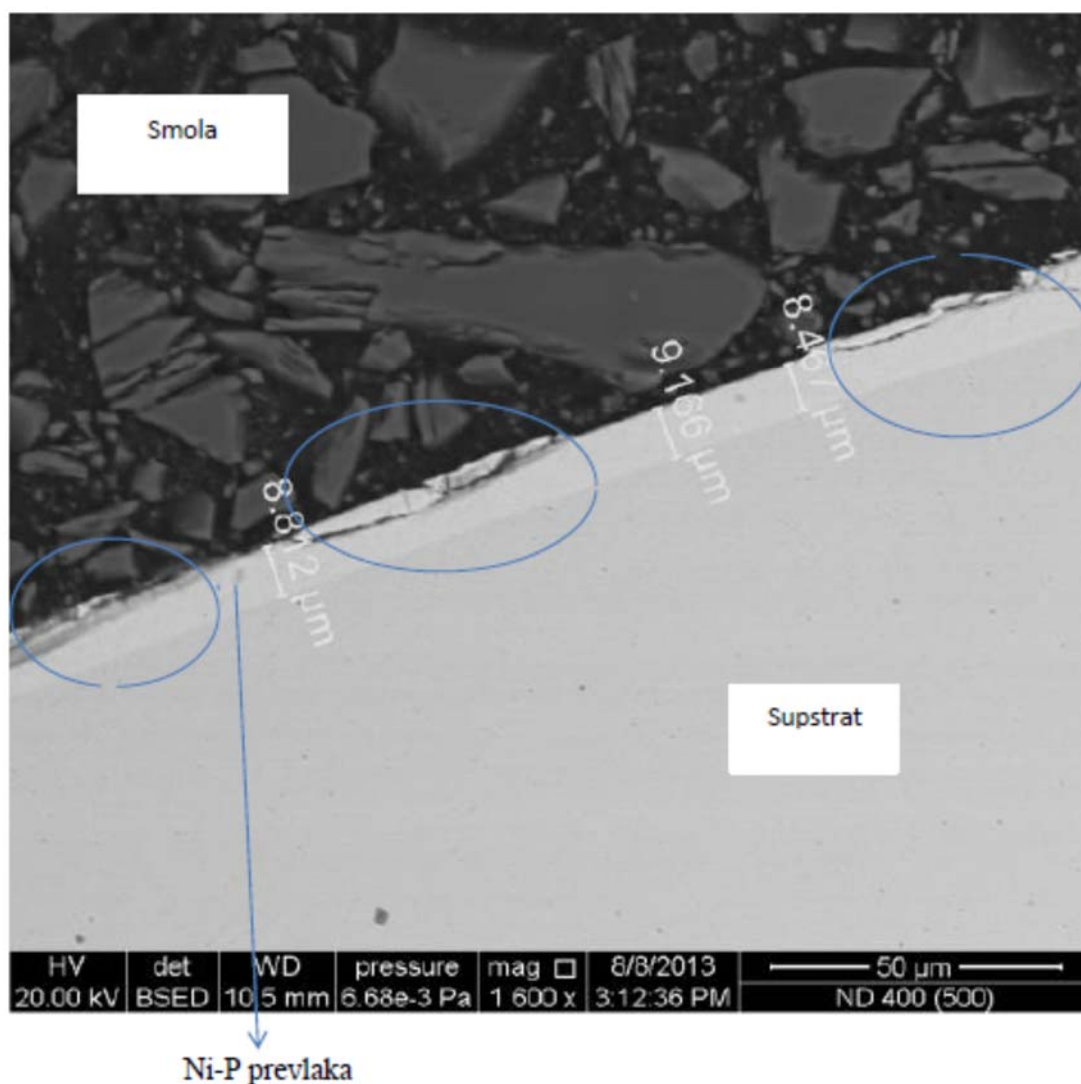
Ni-P prevlaka toplinski obrađenog uzorka na temperaturi od 500 °C imala je tvrdoću 727 HV0,01.

Prikaz Ni-P prevlake i supstrata toplinski obrađenog uzorka na temperaturi od 500 °C, dobiven metalografskim mikroskopom, dan je na slici 4.100 na kojoj je uočljiva dobra povezanost Ni-P prevlake i supstrata. Može se uočiti da je Ni-P prevlaka na pojedinim mjestima popucala. Razlog tome može biti krhkost prevlake nakon toplinske obrade na temperaturi od 500 °C. Prevlaka dobro prati površinski oblik podloge.



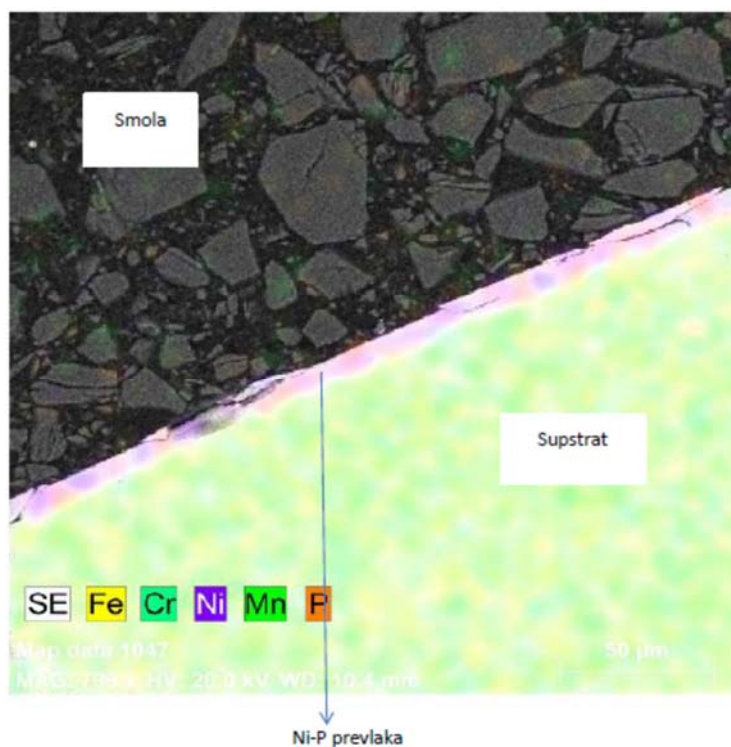
Slika 4.100. Ni-P prevlaka i supstrat toplinski obrađenog uzorka na 500 °C

Na pretražnom elektronskom mikroskopu izmjerena je debljina Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 500 °C. Izmjere su prikazane na slici 4.101, a debljina prevlake iznosi 8,815 µm. Iz slike se također može zaključiti o krhkosti Ni-P prevlake koja se ne odvaja od supstrata, već puca po svojoj površini (zaokruženi dijelovi).

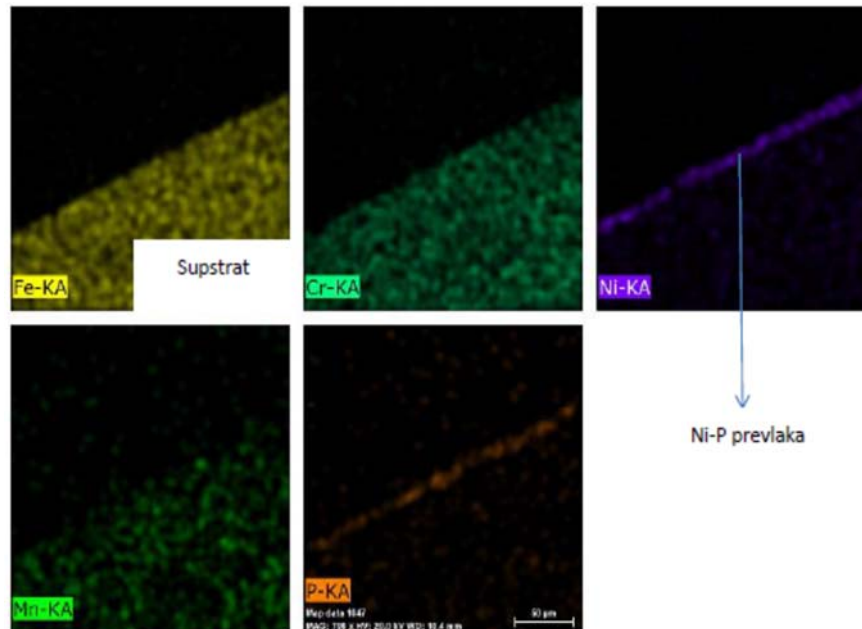


Slika 4.101. Debljina Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 500 °C

Kemijska analiza Ni-P prevlake i supstrata toplinski obrađenog uzorka na 500 °C napravljena je EDS metodom pomoću pretražnog elektronskog mikroskopa, slika 4.102 i 4.103. Na slici 4.103 može se vidjeti da se Fe, Cr, Ni, P i Mn, kao osnovni elementi čelika X5CrNiMo17-12-2 nalaze u supstratu, a Ni i P, kao osnovni elementi Ni-P prevlake, nalaze u prevlaci. Uočava se da je znatno manje nikla u supstratu nego u prevlaci u kojoj je jedva uočljiv.



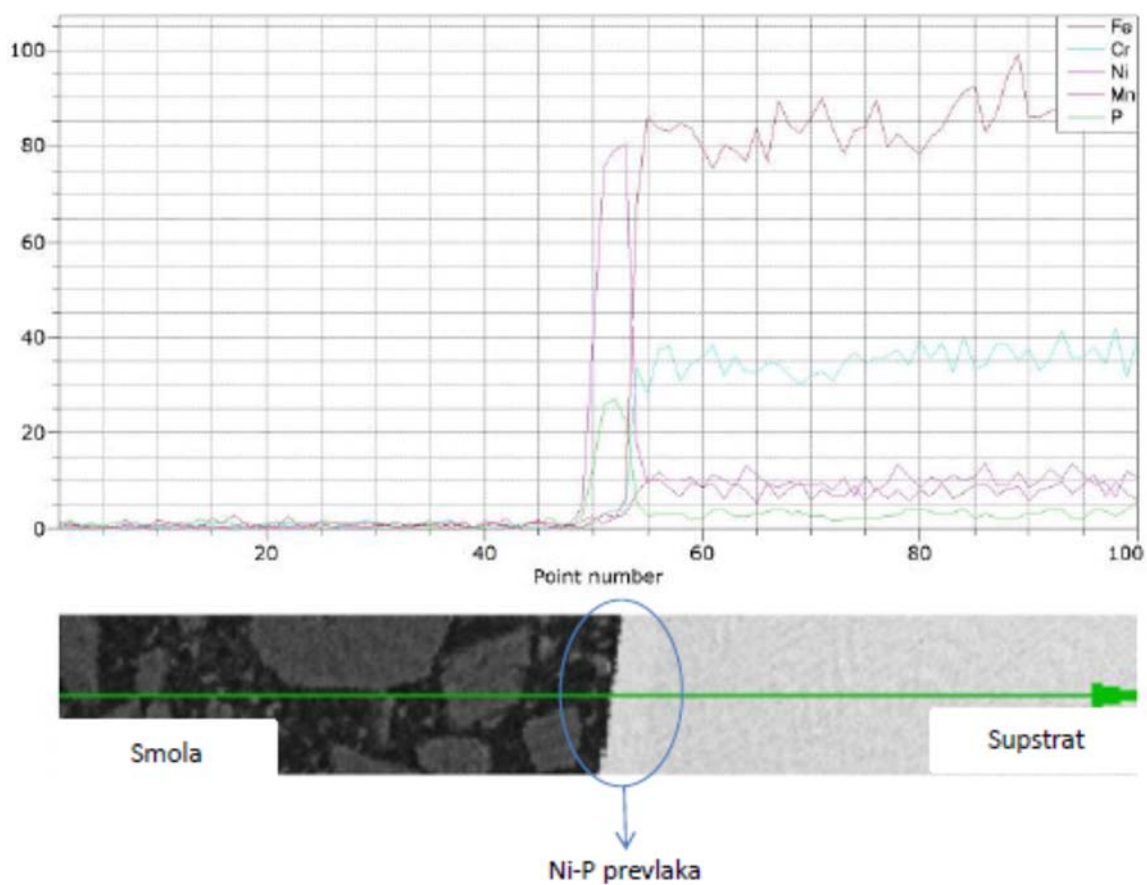
Slika 4.102. Kemijski sastav Ni-P prevlaka i supstrata toplinski obrađenog uzorka na 500 °C



Slika 4.103. Raspodjela kemijskih elemenata na površini Ni-P prevlaka i supstrata toplinski obrađenog uzorka na 500 °C

Linijski dijagram Ni-P prevlaka i supstrata toplinski obrađenog uzorka na 500 °C prikazan je na slici 4.104, iz koje se može vidjeti da u supstratu ima najviše željeza i kroma dok je ostalih

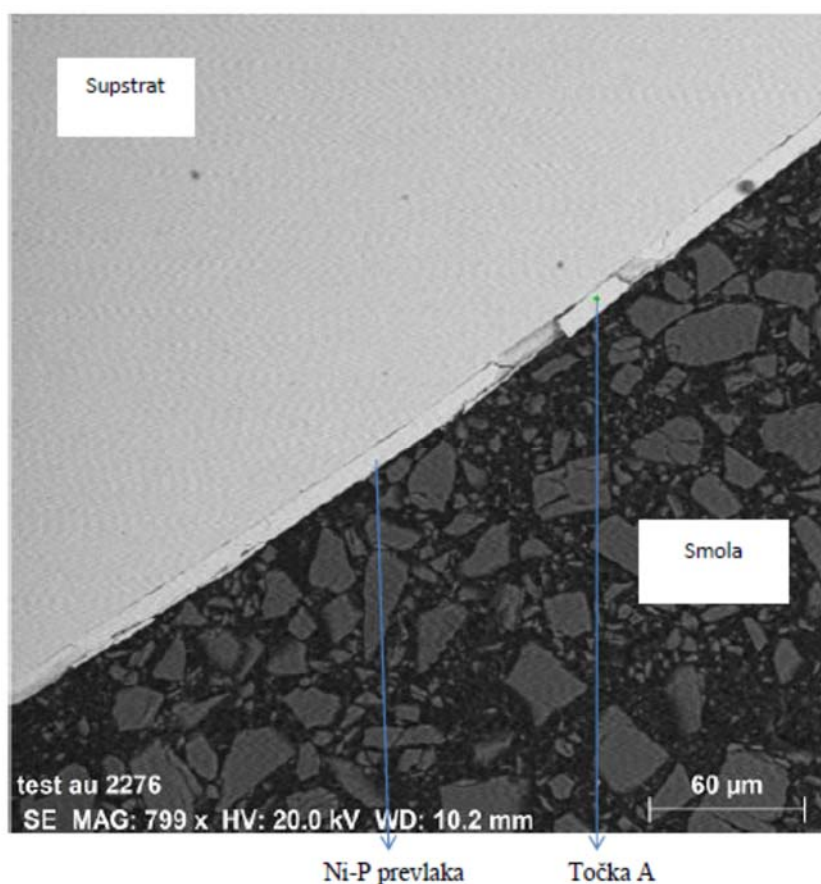
elemenata u malim količinama. U Ni-P prevlaci se nalaze nikel i fosfor, a ostali elementi u manjim količinama.



Slika 4.104. Linijski dijagram Ni-P prevlake i supstrata toplinski obrađenog uzorka na 500 °C

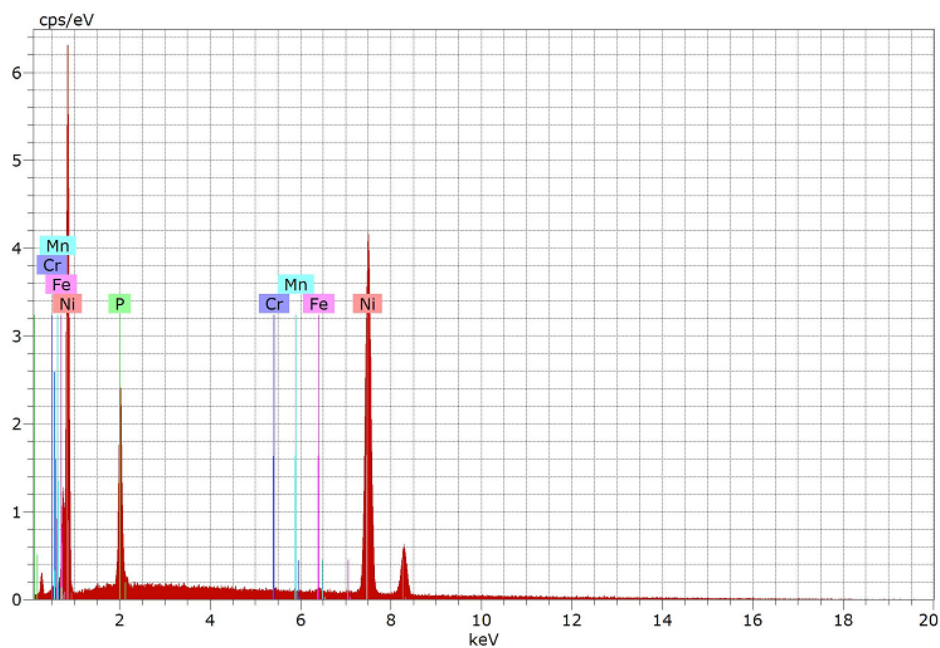
Kemijska analiza Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 500 °C napravljena je u dvije točke: u točki A (slika 4.105) i u točki B (slika 4.107).





Slika 4.105. Kemijska analiza Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 500 °C u točki A

Kemijski sastav Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 500 °C u točki A, dobiven EDS metodom pomoću pretražnog elektronskog mikroskopa, prikazan je na slici 4.106 i u tablici 4.19. Iz tablice 4.19 vidljivo je da se u prevlaci nalazi najviše nikla i fosfora (85,67 %Ni i 12,79 %P), što je i očekivano. Osim tih elemenata mogu se pronaći još i željezo, aluminiji, krom i mangan (0,79 %Fe, 0,36 %Cr, 0,39 %Mn).

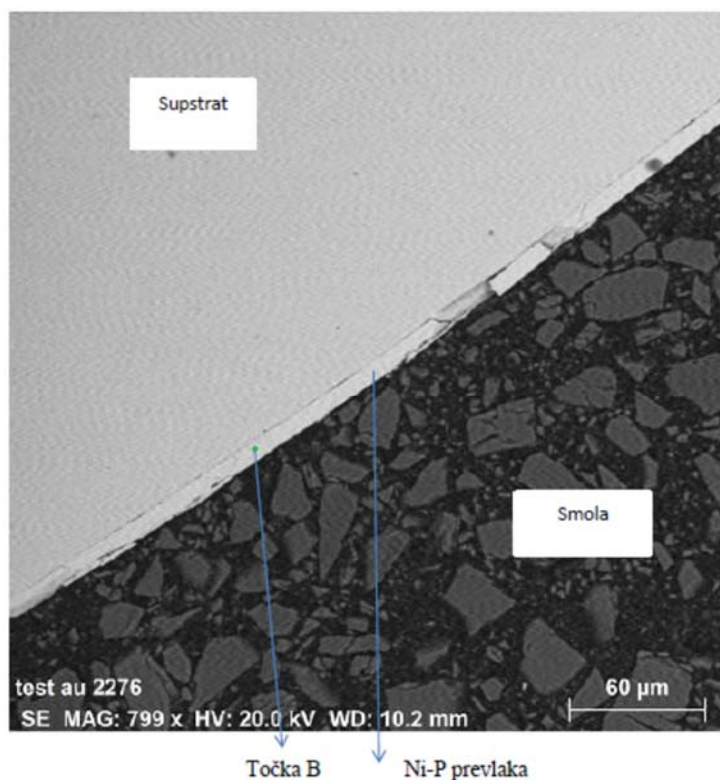


Slika 4.106. Prikaz kemijskog sastava uzorka Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 500 °C u točki A

Tablica 4.19. Kemijski sastav Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 500 °C u točki A

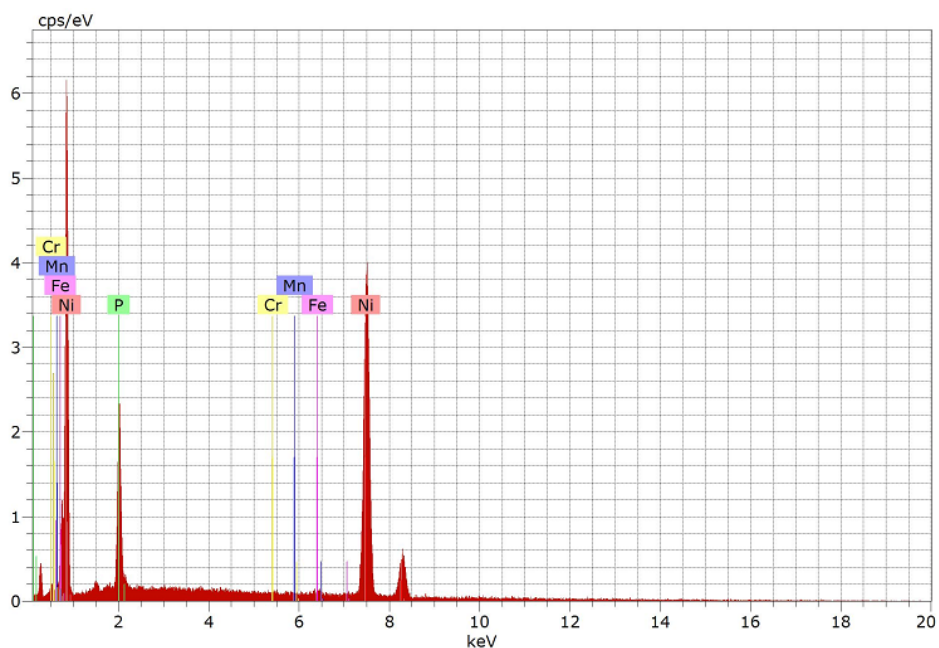
Prevlaka	Maseni udio / %				
	Ni	P	Fe	Cr	Mn
Ni-P	85,67	12,79	0,79	0,36	0,39

Kemijska analiza Ni-P prevlake u točki B prikazana je na slici 4.107.



Slika 4.107. Kemijska analiza Ni-P prevlake na supstratu uzorka toplinski obrađenog na 500 °C u točki B

Kemijski sastav Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 500 °C u točki B, dobiven EDS metodom pomoću pretražnog elektronskog mikroskopa, prikazan je na slici 4.108 i u tablici 4.19. Iz tablice 4.19 vidljivo je da se u prevlaci nalazi najviše nikla i fosfora (83,78 %Ni i 13,94 %P), što je i bilo očekivano. Osim tih elemenata mogu se pronaći još i željezo, aluminij, krom i mangan (1,22 %Fe, 0,41 %Cr, 0,65 %Mn).



Slika 4.108. Prikaz kemijskog sastava Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 500 °C u točki B

Tablica 4.19. Kemijski sastav Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 500 °C u točki B

Prevlaka	Maseni udio / %				
	Ni	P	Fe	Cr	Mn
Ni-P	83,78	13,94	1,22	0,41	0,65

## 5. DISKUSIJA REZULTATA

Na osnovu ispitivanja i dobivenih rezultata uspoređene su tvrdoća, adhezija, debljina prevlake i kemijski sastav Ni-P prevlake dobivene bestrujnim niklanjem sa kratkotrajnom inicijacijom i sa dugotrajnom inicijacijom toplinski neobrađenog i toplinski obrađenih uzoraka.

Tvrdoće Ni-P prevlaka na supstratu čelika X5CrNiMo17-12-2 prikazane su u tablici 5.1.

Tablica 5.1. Tvrdoće Ni-P prevlaka na supstratu od nehrđajućeg čelika X5CrNiMo17-12-2

Bestrujno niklanje	Tvrdoća uzorka HV0,01					
	Bez toplinske obrade	Temperatura toplinske obrade / °C				
		100	200	300	400	500
sa kratkotrajnom inicijacijom	429	-	-	-	885	853
sa dugotrajnom inicijacijom	550	398	405	-	995	727

Usporedbom podataka iz tablice 5.1 može se uočiti značajno povećanje tvrdoće Ni-P prevlake nakon toplinske obrade na 400 °C i 500 °C na uzorcima dobivenim bestrujnim niklanjem i sa kratkotrajnom i sa dugotrajnom inicijacijom. Kod uzorka dobivenog kratkotrajnom inicijacijom, najveća tvrdoća Ni-P prevlake postiže se zagrijavanjem na temperaturi od 400 °C i ona iznosi 885 HV0,01. Kod uzorka dobivenog dugotrajnom inicijacijom, najveća tvrdoća Ni-P prevlake postiže se zagrijavanjem na temperaturi od 400 °C te iznosi 995 HV0,01.

Adhezija Ni-P prevlake i supstrata uspoređena je na osnovu metalografskih slika. Ukoliko je na slikama uočena dobra povezanost Ni-P prevlake i supstrata, zaključuje se da je adhezija dobra, a u slučaju uočene loše povezanosti Ni-P prevlake i supstrata, zaključuje se da je adhezija loša. U tablici 5.2 dana je usporedba adhezije Ni-P prevlake i supstrata.

Tablica 5.2. Adhezija Ni-P prevlaka i supstrata nehrđajućeg čelika X5CrNiMo17-12-2

Bestrujno niklanje	Adhezija					
	Bez toplinske obrade	Temperatura toplinske obrade / °C				
		100	200	300	400	500
sa kratkotrajnom inicijacijom	Loša	-	-	-	Dobra	Dobra
sa dugotrajnom inicijacijom	Loša	Loša	Loša	Dobra	Dobra	Dobra

Na temelju podataka iz tablice 5.2 može se zaključiti da je adhezija supstrata i Ni-P prevlake dobra ukoliko se toplinska obrada uzorka provodi na temperaturama višim od 300 °C, bilo da je u pitanju uzorak dobiven bestrujnim niklanjem sa kratkotrajnom ili dugotrajnom inicijacijom.

Dobivene debljine Ni-P prevlaka na supstratu od nehrđajućeg čelika X5CrNiMo17-12-2 prikazane su u tablici 5.3.

Tablica 5.3. Debljine Ni-P prevlaka na supstratu od nehrđajućeg čelika X5CrNiMo17-12-2

Bestrujno niklanje	Debljine Ni-P prevlaka / $\mu\text{m}$					
	Bez toplinske obrade	Temperatura toplinske obrade / °C				
		100	200	300	400	500
sa kratkotrajnom inicijacijom	8,11	-	-	-	13,388	7,517
sa dugotrajnom inicijacijom	8,6	10,26	6,509	3,924	19,60	8,815

Iz tablice 5.3 vidljivo je da se najveća debljina Ni-P prevlake, koja iznosi 19,60  $\mu\text{m}$ , dobiva bestrujnim niklanjem sa dugotrajnom inicijacijom, uz naknadnu toplinsku obradu pri temperaturi od 400 °C. Najmanja debljina Ni-P prevlake, koja iznosi 3,924  $\mu\text{m}$ , dobivena je bestrujnim niklanjem sa dugotrajnom inicijacijom, uz naknadnu toplinsku obradu uzorka pri temperaturi od 400 °C. U ostalim slučajevima može se primijetiti ujednačena debljina Ni-P prevlake, prosječne vrijednosti 9,02  $\mu\text{m}$ .

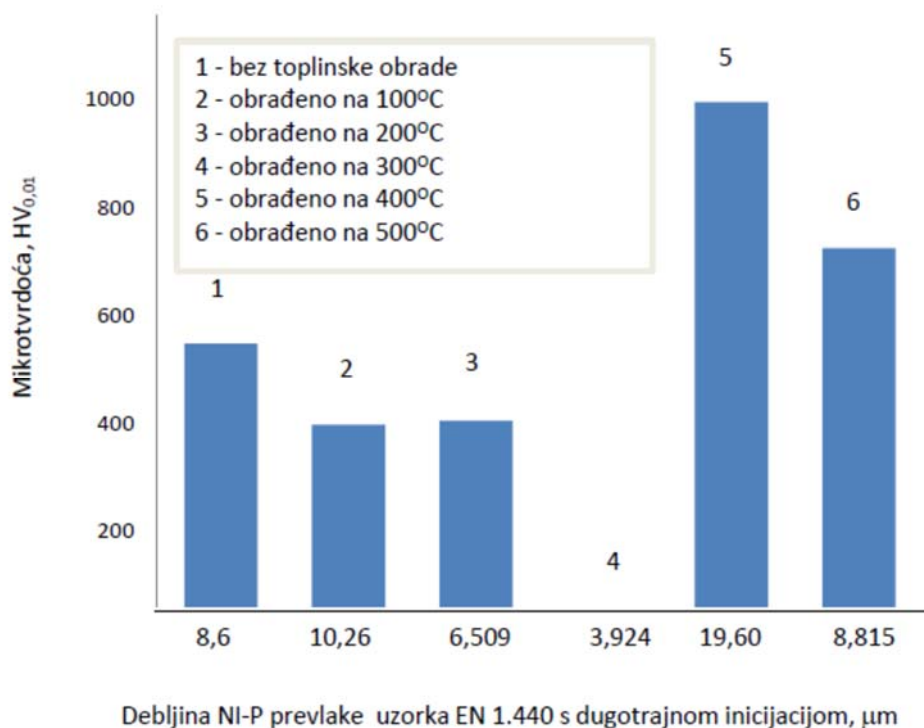
Prema literaturnim podacima, očekivana debljina Ni-P prevlake iznosi od 15 do 22  $\mu\text{m}$  (Autotech, 2010). Može se pretpostaviti da je uzrok odstupanja dobivenih i literaturnih podataka nemogućnost precizne kontrole temperature kupelji za niklanje tijekom procesa bestrujnoga niklanja.

Kvantitativni kemijski sastav Ni-P prevlaka prikazan je u tablici 5.4. Na temelju danih masenih udjela nikla i fosfora u Ni-P prevlaci može se uočiti ujednačen sadržaj nikla i fosfora kod svih uzoraka, prosječne vrijednosti 82,463 %Ni i 10,203 %P), osim kod uzorka dobivenog bestrujnim niklanjem sa dugotrajnom inicijacijom, zagrijanog na 300 °C. Također, kod tog istog uzorka dobivena je najtanja Ni-P prevlaka (tablica 5.3). Prema literaturnim podacima, očekivani sadržaj fosfora iznosi 9 % (Autotech, 2010).

Tablica 5.4. Kemijski sastav Ni-P prevlaka na supstratu od nehrđajućeg čelika X5CrNiMo17-12-2

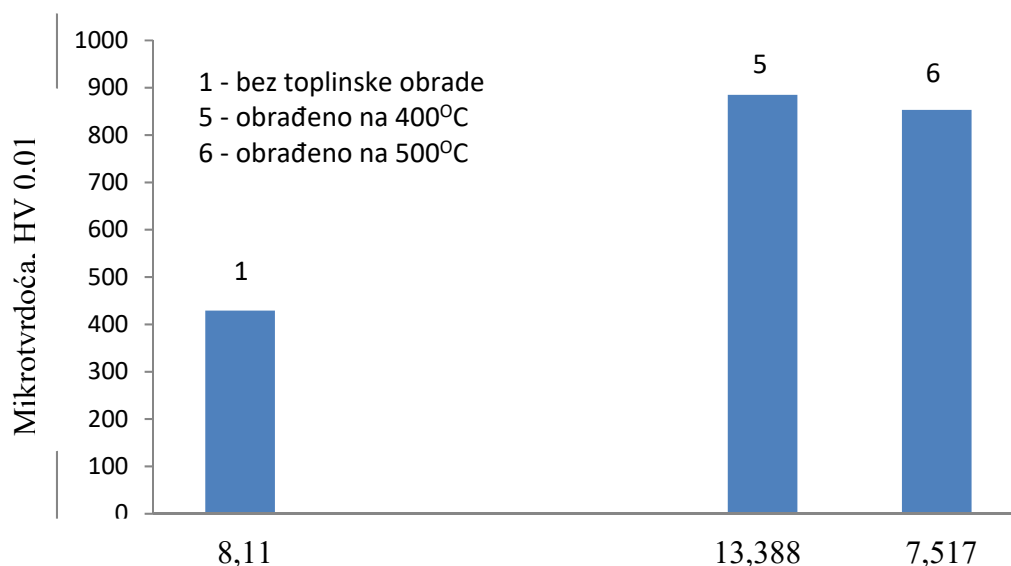
Temperatura toplinske obrade / °C	Kemijski sastav Ni-P prevlake / %			
	kratkotrajna inicijacija		dugotrajna inicijacija	
	Ni	P	Ni	P
bez toplinske obrade	76,515	9,565	83,99	8,045
100	-	-	81,905	8,345
200	-	-	82,805	15,215
300	-	-	22,87	2,24
400	85,475	12,130	85,155	6,94
500	79,135	8,02	84,725	13,365

Na slikama 5.1 i 5.2 prikazan je odnos mikrotvrdoće i debljine Ni-P prevlaka na supstratu od nehrđajućeg čelika X5CrNiMo17-12-2.



Slika 5.1. Odnos mikrotvrdoće i debljine Ni-P prevlaka kod uzoraka dobivenih bestrujnim niklanjem sa dugotrajnom inicijacijom

Iz slike 5.1 može se vidjeti da je najveća tvrdoća Ni-P prevlake od 995,2 HV0,01 izmjerena kod prevlake koja ujedno ima i najveću debljinu od 19,60  $\mu\text{m}$ . Ta je prevlaka dobivena bestrujnim niklanjem sa dugotrajnom inicijacijom, uz naknadnu toplinsku obradu pri 400 °C. Kod preostalih pet Ni-P prevlaka nije uočena povezanost debljine prevlake i tvrdoće.



Slika 5.2. Odnos mikrotvrdoće i debljine Ni-P prevlaka kod uzoraka dobivenih bestrujnim niklanjem sa kratkotrajnom inicijacijom

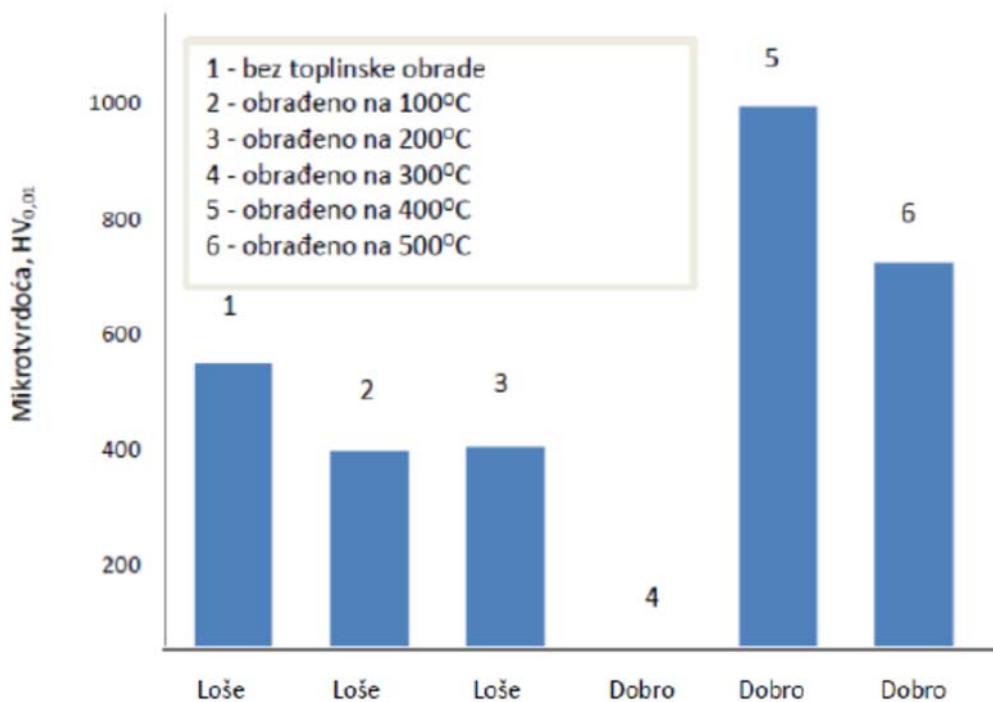
Iz slike 5.2 može se vidjeti da je najveća tvrdoća Ni-P prevlake od 885 HV0,01 izmjerena kod prevlake koja ujedno ima i najveću debljinu od 13,388  $\mu\text{m}$ . Nakon bestrujnoga niklanja sa kratkotrajnom inicijacijom, ovaj uzorak je toplinski obrađen pri temperaturi od 400 °C.

Iz slika 5.1 i 5.2 može se zaključiti da kod toplinske obrade uzoraka na temperaturama od 400 °C i 500 °C, sa povećanjem debljine Ni-P prevlake dolazi i do povećanja tvrdoće.

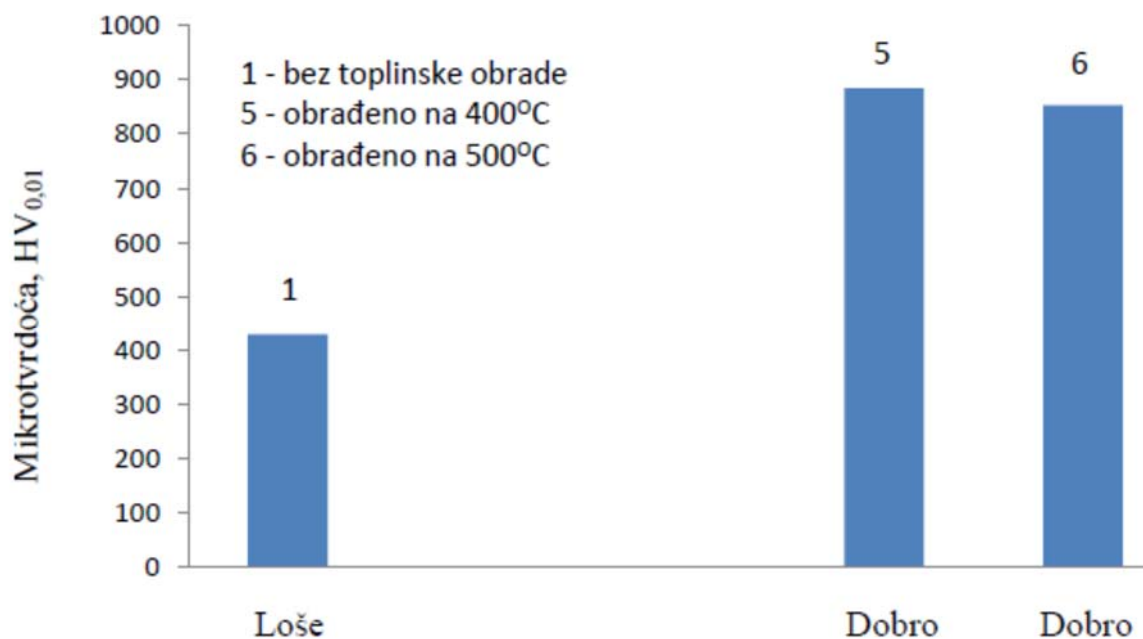
Na slikama 5.3. i 5.4. prikazan je odnos mikrotvrdoće i adhezije Ni-P prevlake i supstrata od nehrđajućeg čelika X5CrNiMo17-12-2.

Iz slike 5.3 može se zaključiti da se dobra adhezija Ni-P prevlake i supstrata, kod uzoraka dobivenih bestrujnim niklanjem sa dugotrajnom inicijacijom, postiže tek primjenom toplinske obrade na 300 °C i više. Navedeno poboljšanje adhezije prati i povećanje tvrdoće. Tako se uz toplinsku obradu na 400 °C dobiva tvrdoća Ni-P prevlake od 995 HV0,01, a kod toplinske obrade na 500 °C tvrdoća Ni-P prevlake iznosi 726 HV0,01.





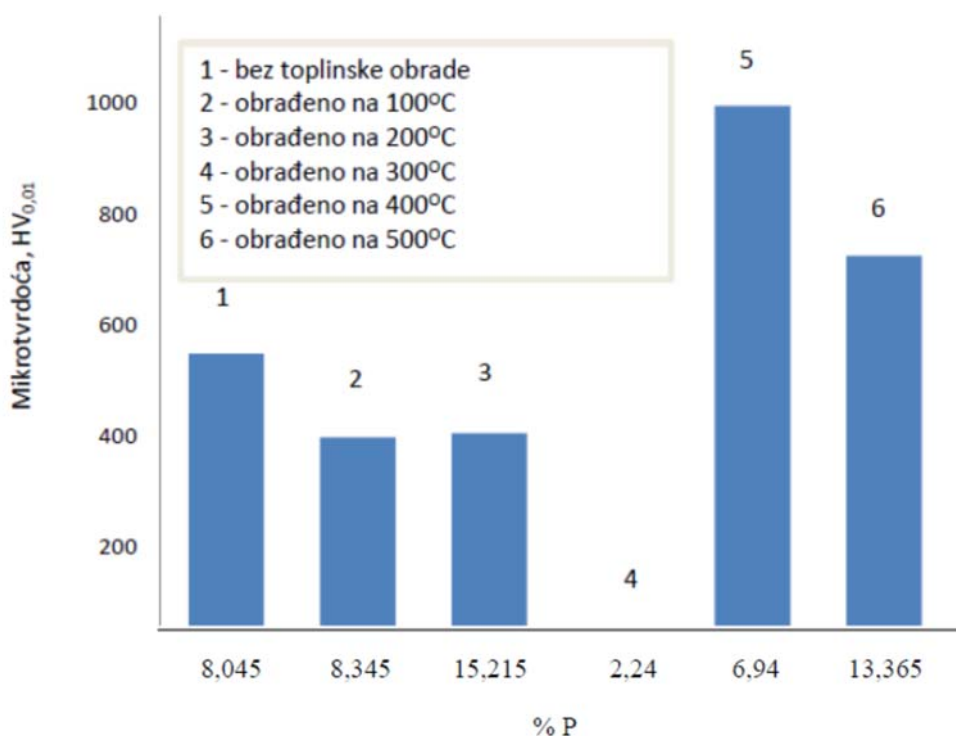
Slika 5.3. Odnos mikrotvrdoće i adhezije Ni-P prevlake i supstrata kod uzoraka dobivenih bestrujnim niklanjem sa dugotrajnom inicijacijom



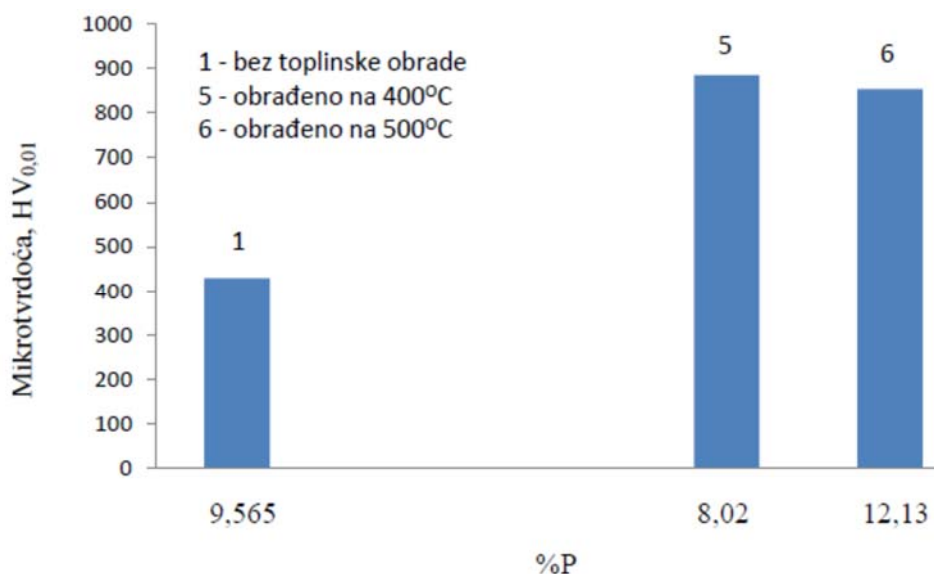
Slika 5.4. Odnos mikrotvrdoće i adhezije Ni-P prevlake i supstrata kod uzoraka dobivenih bestrujnim niklanjem sa kratkotrajnom inicijacijom

Iz slike 5.4 može se zaključiti da se dobra adhezija Ni-P prevlake i supstrata, kod uzoraka dobivenih bestrujnim niklanjem sa kratkotrajnom inicijacijom, postiže sa toplinskom obradom pri 400 °C i više. Može se uočiti da se uz dobru adheziju postiže i veća tvrdoća, koja kod toplinske obrade na 400 °C iznosi 885 HV<sub>0,01</sub>, a kod toplinske obrade na 500 °C iznosi 853 HV<sub>0,01</sub>. Na temelju navedenog može se zaključiti da se primjenom toplinske obrade, kod uzoraka dobivenih kratkotrajnom i dugotrajnom inicijacijom, povećavaju adhezija i tvrdoća Ni-P prevlake.

Na slikama 5.5 i 5.6 prikazan je odnos mikrotvrdoće Ni-P prevlake i sadržaja fosfora u prevlaci kod uzoraka dobivenih dugotrajnom (slika 5.5) i kratkotrajnom inicijacijom (slika 5.6). Usporede li se navedeni odnosi kod uzoraka toplinski obrađenih na istoj temperaturi, može se zaključiti da su tvrdoće Ni-P prevlaka toplinski neobrađenih i toplinski obrađenih uzoraka na 400 °C i 500 °C neovisne o sadržaju fosfora (tablica 5.5).



Slika 5.5. Odnos mikrotvrdoće Ni-P prevlake i fosfora u prevlaci kod uzoraka dobivenih bestrujnim niklanjem sa dugotrajnom inicijacijom



Slika 5.6. Odnos mikrotvrdoće Ni-P prevlake i fosfora u prevlaci kod uzoraka dobivenih bestrujnim niklanjem sa kratkotrajnom inicijacijom

Tablica 5.5. Pregled mikrotvrdoće i sadržaja fosfora u Ni-P prevlakama na supstratu od nehrđajućeg čelika X5CrNiMo17-12-2 toplinski neobrađenih i toplinski obrađenih uzoraka

Bestrujno niklanje	Mikrotvrdoća HV <sub>0,01</sub> (sadržaj fosfora / %)		
	Temperatura toplinske obrade / °C		
	Bez toplinske obrade	400	500
sa kratkotrajnom inicijacijom	429 (9,565)	885 (8,02)	853 (12,130)
sa dugotrajnom inicijacijom	540 (8,046)	995 (6,94)	727 (13,365)

## 6. ZAKLJUČAK

Cilj ovog rada bio je istražiti mogućnosti povećanja tvrdoće površine nehrđajućeg čelika HRN EN X5CrNiMo17-12-2 (AISI 316) nanošenjem nikal-fosforne (Ni-P) prevlake postupkom bestrujnoga niklanja. Bestrujno niklanje može se provoditi isključivo na materijalima koji imaju autokatalitičke površine. Budući da nehrđajući čelik X5CrNiMo17-12-2 nema autokatalitičku površinu, sa svrhom dobivanja kvalitetne Ni-P prevlake dobre adhezije sa supstratom, tehnološki proces bestrujnoga niklanja nehrđajućih čelika dodatno uključuje i „nickel strike“ operaciju, kojom se na površinu supstrata elektrodepozicijom nanosi tanki sloj nikla. Svrha ovog tankog sloja nikla je bolje povezivanje Ni-P prevlake i supstrata u postupku bestrujnoga niklanja.

U ovom radu razvijen je vlastiti postupak bestrujnoga niklanja bez operacije „nickel strike“. Bestrujno niklanje provedeno je na dva načina: kratkotrajnom i dugotrajnom inicijacijom. Kod bestrujnoga niklanja sa kratkotrajnom inicijacijom, uzorak od nehrđajućeg čelika X5CrNiMo17-12-2 niklan je u kupelji u neposrednom kontaktu sa komadom aluminija u vremenu od pet minuta, nakon čega se komad aluminija izvadio iz kupelji, a uzorak od čelika X5CrNiMo17-12-2 nastavio niklati sljedećih 55 minuta. Kod dugotrajne inicijacije uzorak od nehrđajućeg čelika X5CrNiMo17-12-2 niklan je u kupelji u neposrednom kontaktu sa komadom aluminija u vremenu od jednog sata. Nakon što su bestrujnim niklanjem Ni-P prevlake uspješno nanosene, uzorci su toplinski obrađeni.

Na temelju dobivenih rezultata ispitivanja bestrujno niklanih uzoraka može se zaključiti sljedeće.

Bestrujno niklanje sa kratkotrajnom inicijacijom je metoda kojom se može uspješno nanijeti Ni-P prevlaka, koja se ne ljušti nakon toplinske obrade. Ukoliko se uzorak toplinski obrađuje pri temperaturi od 400 °C, postiže se dobra adhezija Ni-P prevlake i supstrata od nehrđajućeg čelika X5CrNiMo17-12-2 te znatan porast tvrdoće prevlake. Nedostatak postupka je njegova skupoća zbog utroška električne energije prilikom zagrijavanja peći za taljenje aluminija te duže trajanje tehnološkog procesa. Osim toga, česta manipulacija aluminiziranim uzorkom u slučaju kratkotrajne inicijacije povećava mogućnost pogreške pri izvođenju operacija procesa.

Bestrujno niklanje sa dugotrajnom inicijacijom je metoda kojom se uspješno nanosi Ni-P prevlaka, koja se ne ljušti nakon toplinske obrade. Dobra adhezija Ni-P prevlake i supstrata od nehrđajućeg čelika X5CrNiMo17-12-2 postiže se uz naknadnu toplinsku obradu na temperaturi

od 400 °C i višoj, a zamijećen je i znatan porast tvrdoće prevlake. U odnosu na bestrujno niklanje sa kratkotrajnom inicijacijom, ovaj proces je puno jednostavniji i jeftiniji jer se ne koristi peć za taljenje aluminija, a samim time manji je utrošak električne energije. Nadalje, kraći je tehnološki proces i vrijeme izrade. Budući da je uporabom aluminijske elektrode koja je u stalnom kontaktu sa radnim uzorkom izbjegnuta česta manipulacija aluminiziranim uzorkom, značajno je smanjena mogućnost pogreške pri izvođenju procesa.

Kod toplinski obrađenih Ni-P prevlaka sa kratkotrajnom inicijacijom na temperaturama od 400 °C i 500 °C, sa povećanjem debljine Ni-P prevlake povećava se i tvrdoća.

Kod toplinski obrađenih Ni-P prevlaka sa dugotrajnom inicijacijom na temperaturama od 300 °C, 400 °C i 500 °C, povećava se adhezija, a time i tvrdoća. Analizirajući adheziju Vickersovom metodom na uzorcima dobivenim bestrujnim niklanjem sa kratkotrajnom inicijacijom niti kod toplinski obrađenih niti kod toplinski neobrađenih prevlaka oko otiska se ne pojavljuju pukotine. To ukazuje na povećanje adhezije Ni-P prevlake uzoraka niklanih u kontaktu sa komadom aluminija, u odnosu na adheziju Ni-P prevlake uzoraka niklanih bez komada aluminija.

Ustanovljeno je povećanje tvrdoće Ni-P prevlaka toplinski neobrađenih i toplinski obrađenih uzoraka na istoj temperaturi sa povećanjem njihove debljine.

Postupak bestrujnoga niklanja ima veliku mogućnost primjene u proizvodnji strojnih dijelova složenog oblika jer se tim postupkom na supstratu od nehrđajućeg čelika dobiva Ni-P prevlaka ujednačene debljine. Također, bilo da se radi o pojedinačnoj, maloserijskoj ili serijskoj proizvodnji, postupkom bestrujnoga niklanja preskače se „nickel strike“ operacija što značajno smanjuje vrijeme i troškove proizvodnje.

Bolje razumijevanje adhezije Ni-P prevlaka predstavlja značajan znanstveni doprinos u području inženjerstva površina. Direktnim nanošenjem Ni-P prevlake na površinu austenitnog čelika proširile su se spoznaje o adheziji te otvorile nove mogućnosti daljnjim istraživanjima o nanošenju Ni-P prevlake na površinu austenitnog čelika. Također, rezultati istraživanja mogu se primijeniti u istraživanjima nanošenja Ni-P prevlake na površine drugih materijala, kao i na istraživanja bestrujnoga nanošenja ostalih prevlaka, npr. zlatnih i bakrenih prevlaka.

Nadalje, ovo istraživanje moglo bi se proširiti na istraživanja same kupelji, sa svrhom razvoja kemijskog sastava, koji bi omogućila direktno nanošenje Ni-P prevlake na površinu austenitnog čelika.

## Popis literature

- [1] Abdel Aal A., Shehata Aly M., Electroless Ni-Cu-P Plating onto Open Cell Stainless Steel Foam, *Applied Surface Science* 255 (2009), p. 6653, 6654.
- [2] Agarwala R.C., Agarwala V. Electroless Alloy/Composite Coatings: A Review *Sadhana* Vol. 28, Parts 3& 4, June/August 2003, p 476, 483.
- [3] Alirezai S., Monirvaghefi S.M., Salehi M., Saatchiat A. Wear behavior of Ni-P and Ni-P-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> electroless coatings, *Wear*, 2007, vol. 262, no. 7-8 p. 980.
- [4] Arun, K.V., Satish Kumar S., Influence of Electroless Ni-P Coating Bath on the Strength and Surface Finish, *Research and Application of Material*, Ram 2013, 1(2), p. 18, 19.
- [5] Autotech Za Preparat Nikora Katalog Tvrtke, 2010
- [6] Balaraju J.N., Rajam K.S. Electroless deposition and characterization of high phosphorus Ni-P-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> composite coatings, *International Journal of Electrochemical Science*, 2007, vol. 2, no. 10, p. 759.
- [7] Baudrand D. W. Electroless Nickel Plating, In *ASM Handbook-Volume 5: Plating and Electroplating, Nonelectrolytic Deposition Processes*, Material Park, Oh: ASM International, 1994. ISBN 0-87170-384-X, p 290, 291, 292, 294, 295, 297, 300, 306, 307.
- [8] Bouche K., Barbie F., Coulet A. Intermetallic Compound Layer Growth Between Solid Iron and Molten Aluminium, *Materials Science and Engineering A249* (1998), p. 167.
- [9] Brenner A., Ridell G. E. Nickel Plating on Steel by Chemical Reduction, Part of *Journal of Research of the National Bureau of Standards*, Volume 37, July 1946, p. 32, 33
- [10] Bunshah, R.F.: *Handbook of Hard Coatings*, Noyes Publications, Park Ridge, New Jersey, 2001, p. 114, 167. Isbn:0-8155-1438-7
- [11] Burnell-Gray J.S., Datta P. K. Electroless Nickel Coatings; Case Study in *Surface Engineering Casebook: Solutions to corrosion and wear-related failures*, Woodhead Publishing Limited, Abington Hall, Abington, Cambridge, CB21 6AH, UK, 1996, p. 49, ISBN 1 85573 260 2.U7
- [12] Chalk D. B. Classification and Selection of Cleaning Processes Surface, In *ASM Handbook-Volume 5: Surface cleaning*, Material Park, Oh: ASM International, 1994. ISBN 0-87170-384-X, p. 4, 5.
- [13] Chen X., Li G., Lian J. Deposition of Electroless Ni-P/Ni-W-P Duplex Coatings on AZ91D Magnesium Alloy, *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 18, 2008, p. 325, 326.
- [14] Chen Z., Ng A., Yi J., Chen X. Multi-Layered Electroless Ni-P Coatings on Powder-Sintered, Nd-Fe-B Permanent Magnet, *Journal of Magnetic Materials*, 302 (2006), p. 217.

- [15] Chung Kwen Lin, Cheng Hsun Hsu, Shu Chi Kung, Effect of Electroless Nickel Interlayer on Wear Behavior of CrN/ZrN Multilayer Films on Cu-Alloyed Ductile Iron, *Applied Surface Science*, 284 (2013), p. 60, 61.
- [16] Huang Y., Liang Z., Zhao H., Liu B. Research on the corrosion resistance properties of electroless Ni-Cu-P plating, *Proceedings of Corrosion - NACE Expo 2006 - 61st, Annual Conference & Exposition, San Diego, USA, March 12-16, 2006*, p 1.
- [17] Gramm GmbH & Co. KG. Katalog tvrtke  
[www.galvanik.biz/cms/fileadmin/user\\_upload/Download/en/Broschueren/OT\\_TRIBODUR\\_E.pdf](http://www.galvanik.biz/cms/fileadmin/user_upload/Download/en/Broschueren/OT_TRIBODUR_E.pdf), 2010
- [18] Interconnect, <http://www.Icinterconnect.Com/Plating.Htm> Katalog Tvrtke
- [19] Electroless Nickel Plating, Ball Seall Engieneering, Technical Report, Tr-16 (Rev. D; 10-30-03), 2013, p. 4.
- [20] Guichang Liu, Zongxiang Huang, Lida Wang, Wen Sun, Suilin Wang, Xinlv Deng Effects of Ce<sup>4+</sup> on the structure and corrosion resistance of electroless deposited Ni–Cu–P coating, *Surface & Coatings Technology* 222 (2013), p 25.
- [21] Davis J.R. Surface Engineering of Stainless Steel, In *Asm Handbook-Volume 5: Plating and Electroplating, Surface Engeenering of Irons and Steels*, Material Park, OH: ASM International, 1994. ISBN 0-87170-384-X, p. 753.
- [22] Goldstein J. I., Newbury D.E., Echlin P., Joy D.C., Lyman E., Lifshin E., Sawyer L., Michael J.R *Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis*, Springer Science + Business Media, Llc, 2003. Isbn 9780-0-306-47292-3, 2003, p. 274, 275.
- [23] Hajdu J. Surface Preparation for Electroless Nickel Plating, Chapter 7, *William Andrew Publishing/Noyes* from [www.knowel.com](http://www.knowel.com), p 195, 1990.
- [24] Koji Murakami., Makoto Hino, Minoru Hiramatsu, Kozo Osamura, Teruto Kanadani, Effect of Zincate Treatment on Adhesion of Electroless Nickel-Phosphorus-Coating for Commercial Pure Aluminum, *Materials Transactions*, Vol. 47, No. 10 (2006), p. 2523.
- [25] Kraut B., *Strojarski Priručnik, Školska Knjiga Zagreb*, 1986, p. 320.
- [26] Lepka E., Rzakosz Coatings S. Produced in Aluminium Bath On High-Carbon Alloys With Additions Of Chromium And Nickel, *Archives of Foundry Engineering ISSN (1897-3310)*, Volume 7, Issue 3/2007, p. 263.
- [27] Long S., Zhou Y. Influence of vacuum heat treatment on structure and micro-hardness of electroless Ni-P-SiC composite coating, *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 17, 2007, p. 877.

- [28] Makoto Hino, Koji Murakami, Minoru Hiramatsu, Keiko Chen, Atsushi Saijo, Teruto Kanadani Effect of Zincate Treatment on Adhesion of Electroless Ni-P Plated Film for 2017 Aluminium Alloy, *Materials Transactions*, Vol. 46, No 10 (2005), p. 2171.
- [29] Man Kim, Tokihiko Yokishima, Tetsuya Osaka Formation and Analysis of High Resistivity Electroless NiReB Films Deposited from a Sodium Citrate Bath, *Journal of The Electrochemical Society*, 2001, vol. 148, no. 11, p. 753.
- [30] Mayer L.J., Trends in Electroless Nickel Plating, *Products Finishing*, June 1993, p. 48.
- [31] Mršić G., Žugaj S., Analiza GSR čestica upotrebom elektronskog mikroskopa (SEM/EDX), *Stručni članak UDK: 343.983*, 2007, p. 320
- [32] Novak M., Vojtěch D., Zelinková M. Heat Treatment of Ni-P-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Electroless Coatings, *Metal*, 19-21. 5. 2009 Hardec Nad Moravici, p. 4.
- [33] Novakovic J., Vassiliou P., Samara Kl., Argyropoulos Th. Electroless NiP-TiO<sub>2</sub> composite coatings: their production and properties, *Surface and Coating Technology*, 2006, vol. 201, no. 3-4, p. 898.
- [34] Nabil Zaki, *Electrocleaning*, Sur-Tec GmbH, Zwingenberg, Germany, 2009, p. 128, 129.
- [35] Parkinson R. Properties and applications of electroless nickel, *Nickel Development Institute*, 1997, p 3, 4.
- [36] Piazza E., *Tecnologia Dell Nichel Chimico*, Corso Di Base Aifm, Autunno 2006, p. 3.
- [37] Ploof L. Electroless Nickel Composite Coatings, *Advanced Materials & Processes*, (May 2008), p. 36.
- [38] Pompei E., Magagnin L., Cavallott P.L. Deposizione autocatalitica di composti a matrice Ni-P, *la metallurgia italiana*, ottobre, 2007, p. 38, 39.
- [39] Potter C. E. *Elektrokemija – osnove i primjena*, Školska knjiga, Zagreb, 1968 p. 238, 292. prijevod
- [40] Reddy V.V.N., Ramamoorthy B., Kesavan Nair P., A study on the wear resistance of electroless Ni-P/diamond composite coatings, *Wear*, 2000, vol. 239, no 1, p.115
- [41] Sankara Narayanan T.S.N., Selvakumar S., Stephen A. Electroless Ni-Co-P Ternary Alloy Deposition: Preparation and Characteristics, *Surface and Coating Technology*, 2003, vol.172, no. 2, p. 298.
- [42] Sankara Narayanan T.S.N., Krishnaveni K., Seshadri S.k., Electroless Ni-P/Ni-B duplex coatings: preparation and evaluation of microhardness, wear and corrosion resistance, *Materials Chemistry and Physics* 82 (2003), p. 779



- [43] Shahin G.E. Comparison of Electroless Nickel & Functional Chromium, ATOTECH USA, Rock Hill, South Carolina, 2009
- [44] Shigeaki Kobayashi, Takao Yakou Control of Intermetallic Compound Layers at Interface Between Steel and Aluminum by Diffusion-Treatment, *Materials Science and Engineering A338* (2002), p. 44.
- [45] Speakman S. A. Basics of X – Ray Powder Diffraction, Training to Become Independent User of The X – Ray Sef at The Center for Materials Science and Engineering at MIT, Massachusetts Institute of Technology, 2016
- [46] Redlich M., Katz A., Rapoport L., Wagner H.D., Feldman Y., Tenne R., Improved Orthodontic Stainless Wires Coated with Inorganic Fullerene-Like Nanoparticles of WS<sub>2</sub> Impregnated in Electroless Nickel-Phosphorus Film, *Dental Materials* 24, (2008). p. 1641, 1642.
- [47] Riley G. Under Bump Metallization (Ubm) Tutorial #11, September 2001 <http://Flipchips.Com/Tutorial/Process/Under-Bump-Metallization-Ubm/>
- [48] Taheri R. Evaluation of Electroless Nickel-Phosphorus (En) Coatings, A Thesis Submitted to the College of Graduate Studies and Research in Partial Fulfillment of The Requirements for the Degree of Doctor of Philosophy in the Department of Mechanical Engineering University of Saskatchewan Saskatoon, 2002 p 11, 12, 13, 14, 15, 16, 23, 24, 40, 41, 42, 47, 48, 52, 54, 55, 56, 58, 59, 60, 69, 71.
- [49] The Engineering Properties of Electroless Nickel Coatings, RND: 1t, December 31, 1980.
- [50] Voorwald, H. J. C., Padilha R. Q., Pigatin L. W., Cioffi M. O. H., Silva M. P., Influence of Electroless Nickel Interlayer Thickness on Fatigue Strength of Chromium-Plated AISI 4340 Steel, *Ecf15*, 2004
- [51] Yao Wang, Yuzhou Deng, Yuantai Ma, Fei Gao, Improving Adhesion of Electroless Ni-P Coating on NdFeB Magnet, *Surface & Coatings Technology* 206 (2011), p. 1205.
- [52] Qi Zhao, Antifouling Ni-Cu-P-PTFE Composite Coatings for Heat Exchangers, Division of Mechanical Engineering, University of Dundee, Dundee DD1 4HN, UK [www.growthconsulting.frost.com/web/images.nsf/0/AC30959DFBDD0FA865257135001A0829/\\$File/TI Alert - NA.htm](http://www.growthconsulting.frost.com/web/images.nsf/0/AC30959DFBDD0FA865257135001A0829/$File/TI%20Alert%20-%20NA.htm), 2013

## Popis slika

Slika 2.1. Prikaz strukture Ni-P prevlake u ovisnosti o sadržaju fosfora

Slika 2.2. Utjecaj sadržaja fosfora na otpornost na trošenje prevlake

Slika 2.3. Utjecaj toplinske obrade na trošenje prevlake

Slika 2.4. Utjecaj sadržaja fosfora i toplinske obrade na trošenje Ni-P prevlake i usporedba s trošenjem prevlake kroma

Slika 2.5. Povećanje otpornosti Ni-P prevlake na trošenje pod utjecajem toplinske obrade

Slika 2.6. Ovisnost tvrdoće o sadržaju fosfora

Slika 2.7. Zagrijavanje Ni-P prevlake s 10,5% fosfora u jednom satu

Slika 2.8. Utjecaj toplinske obrade i broja nanesenih slojeva cinka na adheziju Ni-P prevlake i aluminijevog supstrata

Slika 2.9. Adhezija Ni-P prevlake na sinteriranom NdFeB supstratu bez fosfatnog sloja

Slika 2.10. Adhezija Ni-P prevlake na sinteriranom NdFeB supstratu sa fosfatnim slojem

Slika 2.11. Presjek Ni-P prevlake; grijano na temperaturi 550 °C u trajanju 1h

Slika 2.12. Presjek Ni-P prevlake; grijano na temperaturi 550 °C u trajanju 8h

Slika 2.13. Otisak Ni-P prevlake nakon određivanja tvrdoće prema Vickersu s različitim parametrima kupelji a) pH 8; 80 °C i 10% fosfora, b) pH 8; 80 °C i 20% fosfora, c) pH 6; 70 °C i 20% fosfora

Slika 2.14. Otisak Ni-P prevlake nakon određivanja tvrdoće prema Vickersu, s različitim parametrima kupelji a) pH 8; 70 °C i 10% fosfora, b) pH 8; 70 °C i 20% fosfora, c) pH 8; 90 °C i 10% fosfora c) pH 8; 90 °C i 20% fosfora

Slika 2.15. Utjecaj sadržaja fosfora na vlačno naprezanje i deformaciju do loma

Slika 2.16. Utjecaj sadržaja fosfora u Ni-P prevlaci nanijetoj na čelik na naprezanje u prevlaci

Slika 2.17. Utjecaj sadržaja fosfora na duktilnost Ni-P prevlake

Slika 2.18. Utjecaj toplinske obrade na duktilnost Ni-P prevlake

Slika 2.19. Gustoća Ni-P prevlake u ovisnosti o sadržaju fosfora

Slika 2.20. Koeficijent toplinskog istezanja Ni-P prevlake u ovisnosti o sadržaju fosfora

Slika 2.21. Utjecaj debljine prevlake na broj pora

Slika 2.22. Pojava pora u Ni-P prevlaci

Slika 3.1. Preporučeni postupak pripreme uzorka i postupka bestrujnog niklanja

Slika 3.2.. Faze elektropoliranja površine uzorka: a) gruba površina, b) izgladana površina, c) polirana površina

- Slika 3.3. Utjecaj temperature na brzinu nanošenja nikla
- Slika 3.4. Utjecaj pH vrijednosti na sadržaj fosfora u Ni-P prevlaci i brzinu nanošenja prevlake
- Slika 3.5. Ovisnost brzine nanošenja nikla ovisno o  $\text{Ni}^{2+}/\text{H}_2\text{PO}_2^-$
- Slika 3.6. Utjecaj otpornosti Ni-P prevlake na koroziju u ovisnosti o sadržaju fosfora
- Slika 3.7. Utjecaj otpornosti Ni-P prevlake na koroziju u vodenoj otopini s 10% HCl
- Slika 3.8. Utjecaj otpornosti Ni-P prevlake na koroziju u  $\text{HNO}_3$
- Slika 3.9. Utjecaj bakra u Ni-Cu-P prevlaci na korozijsko trošenje u HCl
- Slika 3.10. Sloj nikla i zlata dobiven u poluvodičkoj tehnologiji
- Slika 3.11. Pojave pukotina na prevlaci kroma
- Slika 3.12. Ni-P prevlaka između prevlake kroma i čelične podloge
- Slika 3.13. a) Ni-P prevlaka, b) CrN/ZrN sloj, c) Ni-P prevlaka kao podloga CrN/ZrN sloju
- Slika 3.14. Otisak nastao Rockwellovim ispitivanjem a) na Ni-P prevlaci, b) na CrN/ZrN prevlaci, c) na CrN/ZrN prevlaci, koja se nalazi na Ni-P prevlaci
- Slika 4.1.. Analiza X-zrakama na principu Bragg-Brentano geometrije
- Slika 4.2. Dimenzije uzoraka za bestrujno niklanje
- Slika 4.3. Kemijska analiza supstrata X5CrNiMo17-12-2 u točki A
- Slika 4.4. Kemijska analiza supstrata X5CrNiMo17-12-2 u točki B
- Slika 4.5. Prikaz kemijskog sastava supstrata X5CrNiMo17-12-2 u točki A
- Slika 4.6. Prikaz kemijskog sastava supstrata X5CrNiMo17-12-2 u točki B
- Slika 4.7. Mikrostruktura supstrata X5CrNiMo17-12-2
- Slika 4.8. Shematski prikaz pripreme uzorka i postupka bestrujnog niklanja supstrata X5CrNiMo17-12-2
- Slika 4.9. Prikaz korištenih postupaka niklanja čelika
- Slika 4.10. Prikaz načina uranjanja uzorka u kupelj za bestrujno niklanje
- Slika 4.11. Oljuštena Ni-P prevlaka nakon toplinske obrade.
- Slika 4.12. Shema uzorka uronjenog u rastaljeni aluminij
- Slika 4.13. Shema pripreme i aluminizacije uzorka
- Slika 4.14. Aluminizirani uzorak X5CrNiMo17-12-2
- Slika 4.15. Uzorak X5CrNiMo17-12-2 i aluminizirani uzorak, za vrijeme niklanja u dodiru 5 min
- Slika 4.16. Priprema i postupak bestrujnog niklanja uzorka od čelika X5CrNiMo17-12-2
- Slika 4.17. Ni-P prevlaka i supstrat toplinski neobrađenog uzorka

Slika 4.18. Debljina Ni-P prevlake na supstratu toplinski neobrađenog uzorka

Slika 4.19. Kemijski sastav Ni-P prevlake i supstrata toplinski neobrađenog uzorka

Slika 4.20. Raspodjela kemijskih elemenata na površini Ni-P prevlake i supstrata toplinski neobrađenog uzorka

Slika 4.21. Linijski dijagram Ni-P prevlake i supstrata toplinski neobrađenog uzorka

Slika 4.22. Kemijska analiza Ni-P prevlake u točki A, na supstratu uzorka toplinski neobrađenog uzorka

Slika 4.23. Prikaz kemijskog sastava uzorka Ni-P prevlake u točki A, na supstratu toplinski neobrađenog uzorka

Slika 4.24. Kemijska analiza Ni-P prevlake u točki B, na supstratu uzorka toplinski neobrađenog uzorka

Slika 4.25. Prikaz kemijskog sastava uzorka Ni-P prevlake u točki B, na supstratu toplinski neobrađenog uzorka

Slika 4.26. Analiza toplinski neobrađene Ni-P prevlake X zrakama

Slika 4.27. Analiza kristalnih zrna na toplinski neobrađenoj Ni-P prevlaci, određeno određena EDS metodom pomoću pretražnog elektronskog mikroskopa

Slika 4.28. Analiza pojave pukotina na otisku toplinski neobrađene Ni-P prevlake, dobivenom metodom HV0,01

Slika 4.29. Ni-P prevlaka i supstrat toplinski obrađenog uzorka na 400 °C

Slika 4.30. Debljina Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 400 °C

Slika 4.31. Kemijski sastav Ni-P prevlake i supstrata toplinski obrađenog uzorka na 400 °C

Slika 4.32. Raspodjela kemijskih elemenata na površini Ni-P prevlake i supstrata toplinski obrađenog uzorka na 400 °C

Slika 4.33. Linijski dijagram Ni-P prevlake i supstrata toplinski obrađenog uzorka na 400 °C

Slika 4.34. Kemijska analiza Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 400 °C s kratkotrajnom inicijacijom u točki A

Slika 4.35. Prikaz kemijskog sastava uzorka Ni-P prevlake u točki A, na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 400 °C

Slika 4.36. Kemijska analiza Ni-P prevlake u točki B, na supstratu uzorka toplinski obrađenog uzorka na 400 °C

Slika 4.37. Prikaz kemijskog sastava uzorka Ni-P prevlake u točki B, na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 400 °C

Slika 4.38. Ni-P prevlaka i supstrat toplinski obrađenog uzorka na 500 °C

- Slika 4.39. Prikaz Ni-P prevlake i supstrata toplinski obrađenog uzorka na 500 °C
- Slika 4.40. Debljina desne strane Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 500 °C
- Slika 4.41. Debljina lijeve strane Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 500 °C
- Slika 4.42. Kemijski sastav Ni-P prevlake i supstrata toplinski obrađenog uzorka na 500 °C
- Slika 4.43. Raspodjela kemijskih elemenata na površini Ni-P prevlake i supstrata toplinski obrađenog uzorka na 500 °C
- Slika 4.44. Linijski dijagram Ni-P prevlake i supstrata toplinski obrađenog uzorka na 500 °C
- Slika 4.45. Kemijska analiza Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 500 °C u točki A
- Slika 4.46. Prikaz kemijskog sastava uzorka Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 500 °C u točki A
- Slika 4.47. Kemijska analiza Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 500 °C u točki B
- Slika 4.48. Prikaz kemijskog sastava uzorka Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 500 °C u točki B
- Slika 4.49. Analiza X zrakama Ni-P prevlake toplinski obrađene na 500 °C
- Slika 4.50. Kristalna zrna na Ni-P prevlaci toplinski obrađenoj na 500 °C
- Slika 4.51. a) i b) Analiza pojave pukotina na otisku toplinski obrađene Ni-P prevlake na 500 °C, dobivena metodom HV0,01
- Slika 4.52. Uzorak čelika X5CrNiMo17-12-2 u dodiru sa komadom aluminija
- Slika 4.53. Dimenzije komada aluminija
- Slika 4.54. Ni-P prevlaka i supstrat toplinski neobrađenog uzorka
- Slika 4.55. Debljina Ni-P prevlake na supstratu toplinski neobrađenog uzorka
- Slika 4.56. Kemijski sastav Ni-P prevlake i supstrata toplinski neobrađenog uzorka
- Slika 4.57. Raspodjela kemijskih elemenata na površini Ni-P prevlake i supstrata toplinski neobrađenog uzorka
- Slika 4.58. Linijski dijagram Ni-P prevlake i supstrata toplinski neobrađenog uzorka
- Slika 4.59. Kemijska analiza Ni-P prevlake na supstratu toplinski neobrađenog uzorka u točki A
- Slika 4.60. Prikaz kemijskog sastava uzorka Ni-P prevlake na supstratu toplinski neobrađenog uzorka

Slika 4.61. Kemijska analiza Ni-P prevlake na supstratu toplinski neobrađenog uzorka u točki B

Slika 4.62. Prikaz kemijskog sastava uzorka Ni-P prevlake na supstratu toplinski neobrađenog uzorka u točki B

Slika 4.63. Ni-P prevlaka i supstrat toplinski obrađenog uzorka na 100 °C

Slika 4.64. Debljina Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 100 °C

Slika 4.65. Kemijski sastav Ni-P prevlake i supstrata toplinski obrađenog uzorka na 100 °C

Slike 4.66. Raspodjela kemijskih elemenata na površini Ni-P prevlake i supstrata toplinski obrađenog uzorka na 100 °C

Slika 4.67. Linijski dijagram Ni-P prevlake i supstrata toplinski obrađenog uzorka na 100 °C

Slika 4.68. Kemijska analiza Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 100 °C u točki A

Slika 4.69. Prikaz kemijskog sastava uzorka Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 100 °C u točki A

Slika 4.70. Kemijska analiza Ni-P prevlake na supstratu uzorka toplinski obrađenog uzorka na 100 °C u točki B

Slika 4.71. Prikaz kemijskog sastava uzorka Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 100 °C u točki B

Slika 4.72. Ni-P prevlaka i supstrat toplinski obrađenog uzorka na 200 °C

Slika 4.73. Debljina Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 200 °C

Slika 4.74. Kemijski sastav Ni-P prevlake i supstrata toplinski obrađenog uzorka na 200 °C

Slike 4.75. Raspodjela kemijskih elemenata na površini Ni-P prevlake i supstrata toplinski obrađenog uzorka na 200 °C

Slika 4.76. Linijski dijagram Ni-P prevlake i supstrata toplinski obrađenog uzorka na 200 °C

Slika 4.77. Kemijska analiza Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 200 °C u točki A

Slika 4.78. Prikaz kemijskog sastava uzorka Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 200 °C u točki A

Slika 4.79. Kemijska analiza Ni-P prevlake na supstratu uzorka toplinski obrađenog uzorka na 200 °C u točki B

Slika 4.80. Prikaz kemijskog sastava uzorka Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 200 °C u točki B

Slika 4.81. Ni-P prevlaka i supstrat toplinski obrađenog uzorka na 300 °C

Slika 4.82. Debljina Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 300 °C

Slika 4.83. Kemijski sastav Ni-P prevlake i supstrata toplinski obrađenog uzorka na 300 °C

Slike 4.84. Raspodjela kemijskih elemenata na površini Ni-P prevlake i supstrata toplinski obrađenog uzorka na 300 °C

Slika 4.85. Linijski dijagram Ni-P prevlake i supstrata toplinski obrađenog uzorka na 300 °C

Slika 4.86. Kemijska analiza Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 300 °C u točki A

Slika 4.87. Prikaz kemijskog sastava uzorka Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 300 °C u točki A

Slika 4.88. Kemijska analiza Ni-P prevlake na supstratu uzorka toplinski obrađenog uzorka na 300 °C u točki B

Slika 4.89. Prikaz kemijskog sastava uzorka Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 300 °C s dugotrajnom inicijacijom u točki B, dobiven pomoću pretražnog elektronskog mikroskopa, EDS metodom

Slika 4.90. Ni-P prevlaka i supstrat toplinski obrađenog uzorka na 400 °C

Slika 4.91. Debljina lijeve strane Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 400 °C

Slika 4.92. Debljina desne strane Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 400 °C

Slika 4.93. Kemijski sastav Ni-P prevlake i supstrata toplinski obrađenog uzorka na 400 °C

Slike 4.94. Raspodjela kemijskih elemenata na površini Ni-P prevlake i supstrata toplinski obrađenog uzorka na 400 °C

Slika 4.95. Linijski dijagram Ni-P prevlake i supstrata toplinski obrađenog uzorka na 400 °C

Slika 4.96. Kemijska analiza Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 400 °C u točki A

Slika 4.97. Prikaz kemijskog sastava uzorka Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 400 °C

Slika 4.98. Kemijska analiza Ni-P prevlake na supstratu uzorka toplinski obrađenog uzorka na 400 °C u točki B

Slika 4.99. Prikaz kemijskog sastava uzorka Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 400 °C

Slika 4.100. Ni-P prevlaka i supstrat toplinski obrađenog uzorka na 500 °C

Slika 4.101. Debljina Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 500 °C

Slika 4.102. Kemijski sastav Ni-P prevlake i supstrata toplinski obrađenog uzorka na 500 °C

Slika 4.103. Raspodjela kemijskih elemenata na površini Ni-P prevlake i supstrata toplinski obrađenog uzorka na 500 °C

Slika 4.104. Linijski dijagram Ni-P prevlake i supstrata toplinski obrađenog uzorka na 500 °C

Slika 4.105. Kemijska analiza Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 500 °C u točki A

Slika 4.106. Prikaz kemijskog sastava uzorka Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 500 °C u točki A

Slika 4.107. Kemijska analiza Ni-P prevlake na supstratu uzorka toplinski obrađenog na 500 °C u točki B

Slika 4.108. Prikaz kemijskog sastava uzorka Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 500 °C u točki B

Slika 5.1. Odnos mikrotvrdoće i debljine Ni-P prevlaka kod uzoraka dobivenih bestrujnim niklanjem sa dugotrajnom inicijacijom

Slika 5.2. Odnos mikrotvrdoće i debljine Ni-P prevlaka kod uzoraka dobivenih bestrujnim niklanjem sa kratkotrajnom inicijacijom

Slika 5.3. Odnos mikrotvrdoće i adhezije Ni-P prevlake i supstrata kod uzoraka dobivenih bestrujnim niklanjem sa dugotrajnom inicijacijom

Slika 5.4. Odnos mikrotvrdoće i adhezije Ni-P prevlake i supstrata kod uzoraka dobivenih bestrujnim niklanjem sa kratkotrajnom inicijacijom

Slika 5.5. Odnos mikrotvrdoće Ni-P prevlake i fosfora u prevlaci kod uzoraka dobivenih bestrujnim niklanjem sa dugotrajnom inicijacijom

Slika 5.6. Odnos mikrotvrdoće Ni-P prevlake i fosfora u prevlaci kod uzoraka dobivenih bestrujnim niklanjem sa kratkotrajnom inicijacijom



## Popis tablica

Tablica 2.1. Osnovna podjela prevlaka s obzirom na sadržaj fosfora i tvrdoću

Tablica 2.2. Utjecaj sadržaja fosfora na tvrdoću toplinski neobrađene i obrađene prevlake

Tablica 4.1. Kemijski sastav supstrata X5CrNiMo17-12-2 u točki A

Tablica 4.2. Kemijski sastav supstrata X5CrNiMo17-12-2 u točki B

Tablica 4.3. Prikaz kemijskog sastava Ni-P prevlake u točki A, na supstratu toplinski neobrađenog uzorka

Tablica 4.4. Prikaz kemijskog sastava Ni-P prevlake u točki **B**, na supstratu toplinski neobrađenog uzorka

Tablica 4.5. Kemijski sastav Ni-P prevlake u točki A, na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 400 °C

Tablica 4.6. Prikaz kemijskog sastava Ni-P prevlake u točki B, na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 400 °C

Tablica 4.7. Kemijski sastav Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 500 °C u točki A

Tablica 4.8. Kemijski sastav Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 500 °C u točki B

Tablica 4.9. Kemijski sastav Ni-P prevlake na supstratu toplinski neobrađenog uzorka u točki A

Tablica 4.10. Kemijski sastav Ni-P prevlake na supstratu toplinski neobrađenog uzorka u točki B

Tablica 4.11. Kemijski sastav Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 100 °C u točki A

Tablica 4.12. Kemijski sastav Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 100 °C u točki B

Tablica 4.13. Kemijski sastav Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 200 °C u točki A

Tablica 4.14. Kemijski sastav Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 200 °C u točki B

Tablica 4.15. Kemijski sastav Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 300 °C u točki A

Tablica 4.16. Kemijski sastav Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 300 °C u točki B

Tablica 4.17. Kemijski sastav Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 400 °C

Tablica 4.18. Kemijski sastav Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 400 °C u točki B

Tablica 4.19. Kemijski sastav Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 500 °C u točki A

Tablica 4.20. Kemijski sastav Ni-P prevlake na supstratu toplinski obrađenog uzorka na 500 °C u točki B

Tablica 5.1. Tvrdoće Ni-P prevlaka na supstratu od nehrđajućeg čelika X5CrNiMo17-12-2

Tablica 5.2. Adhezija Ni-P prevlaka i supstrata nehrđajućeg čelika X5CrNiMo17-12-2

Tablica 5.3. Debljine Ni-P prevlaka na supstratu od nehrđajućeg čelika X5CrNiMo17-12-2

Tablica 5.4. Kemijski sastav Ni-P prevlaka na supstratu od nehrđajućeg čelika X5CrNiMo17-12-2

Tablica 5.5. Pregled mikrotvrdoće i sadržaja fosfora u Ni-P prevlakama na supstratu od nehrđajućeg čelika X5CrNiMo17-12-2 toplinski neobrađenih i toplinski obrađenih uzoraka

**Popis oznaka i simbola**

HV	Vickersova tvrdoća
HK	Knoopova tvrdoća
HRC	Rockwellova C tvrdoća
FCC	površinski centrirana kubična kristalna rešetka (engl. <i>Face Centered Cubic</i> )
BCT	prostorno centrirana tetragonalna kristalna rešetka (engl. <i>Body Centered Tetragonal</i> )
$H$	tvrdoća Ni-P prevlake
$H_0$	tvrdoća kristalne rešetke
$d$	veličina kristalnog zrna
$k$	konstanta ovisna o vrsti materijala
$f_{\max}$ [N/m]	adhezijska krutost
$\omega$ [°]	ulazni kut između ulaznih x-zraka i uzorka
$2\theta$ [°]	kut difrakcije između ulaznih x-zraka i detektora
$S$	difrakcijski vektor

## Životopis

Mauro Maretić rođen je 5. siječnja 1967. godine u Puli, Republika Hrvatska. Osnovnu školu pohađao je u Puli, a 1984. godine upisao je Tehničku školu u Puli, smjer Mehaničar za električne sklopne aparate i uređaje. Maturirao je 1986. godine i nakon odsluženog vojnog roka 1987. upisao Sveučilišni dodiplomski studij strojarstva na Tehničkom fakultetu Sveučilišta u Rijeci. Diplomirao je na Proizvodnom smjeru u rujnu 1996. godine radom *Nitriranje* te stekao zvanje diplomiranog inženjera strojarstva. U ožujku 1997. godine stalno se zapošljava u Tehničkoj školi u Puli kao nastavnik strojarske grupe predmeta, gdje je predavao na sljedećim smjerovima: Strojarski tehničar, Tehničar za mehatroniku, Brodograđevni tehničar i Elektrotehničar. Predavao je sljedeće predmete: Tehnički materijali, Tehničko crtanje i nacrtna geometrija, Alatni strojevi, Mjerenje i kontrola, Tehnološki procesi, Obrada materijala, Finomehanika, Alati i naprave, Tehnička mehanika, Pneumatika, Hidraulika te Hidraulički i pneumatski strojevi i uređaji. 1998. i 1999. godine na Pedagoškom fakultetu u Puli odslušao je i položio pedagošku grupu predmeta, Psihologiju odgoja i obrazovanja, Didaktiku, Opću pedagogiju i Metodički praktikum, a 2000. godine stručni ispit, čime je stekao sve uvjete za rad u srednjoj školi. Osim vođenja teoretske nastave, bio je voditelj učionice za automatiku. Od 2002. do 2006. godine bio je voditelj Aktiva strojarstva, brodogradnje i metalurgije za Istarsku županiju. Tijekom rada u školi bio je polaznik sljedećih seminara sa ciljem nastavno-stručnog usavršavanja: Upravljanje NC i CNC tehnikom, Mjerenje i kontrola, kontrola kvalitete, Priprema i izvođenje nastave i vježbi iz osnova regulacije, Priprema i izvođenje nastave i vježbi iz elektropneumatskih upravljanja, Automatsko vođenje procesa, Priprema i izvođenje nastave i vježbi iz hidraulike te Osnovni radni tečaj iz CNC tokarenja. 2005. i 2006. godine radio je kao vanjski suradnik u obrazovanju odraslih. Od kolovoza 2005. vanjski je suradnik Visoke tehničke škole u Puli na predmetima Tehnika materijala I i II te Karakterizacija materijala. U siječnju 2007. godine upisuje na Tehničkom fakultetu u Rijeci Poslijediplomski doktorski studij, modul Proizvodno strojarstvo. 2013. godine sudionik je na projektu SMILE in VET, kod izrade kurikuluma za predmet Pametne kuće. Od 2014. godine sudionik je projekta Optimisation and Modelling of Thermal Processes of Materials.

## Popis objavljenih radova

1 Smoljan, Božo; Iljkić, Dario; Maretić, Mauro

Adhesivity of electroless Ni-P layer on austenitic stainless steel, *Archives of Materials Science and Engineering*, 80 (2026), 2; p. 53-58

2. Smoljan, Božo; Iljkić, Dario; Maretić, Mauro

Computer simulation of hardness and microstructure of casted steel 100Cr6, *Archives of Materials Science and Engineering*, 78 (2016), 1; p. 23-28

3. Smoljan, Božo; Iljkić, Dario; Rubeša, Domagoj; Štic, Lovro; Maretić, Mauro

Mathematical Modeling and Computer Simulation of Steel Quenching, *Proceedings of the Ninth Pacific Rim International Conference on Advanced Materials and Processing (PRICM9)*, p. 439-442

4. Smoljan, Božo; Iljkić, Dario; Maretić, Mauro

Mathematical Modeling of Hat Treatment of Steel, *Proceedings of the International Scientific and Technical Conference*

5. Smoljan, Božo; Iljkić, Dario; Maretić, Mauro

Prediction of Mechanical Properties of Quenched and Tempered Steel Die, *Proceedings of the 3th International IFHTSE Conference on Heat Treatment and Surface Engineering of Tools and Dies*, Wels, Austrija, 23. - 25. 3. 2011.