



## DEBLJINA I TVRDOĆA ZONE JEDINJENJA PRI IMPULSNOM PLAZMA NITRIRANJU ČELIKA Č.1530

Miodrag ZLATANOVIĆ, Amir KUNOSIĆ, Zoran KARASTOJKOVIĆ, Željko ĐURIŠIĆ  
*Elektrotehnički fakultet, Beograd*

### **S u m m a r y**

*Surface treatment in pulse plasma offers new capabilities in process and obtained layers control. The influence of new process parameter – duty cycle on the process stability and on the nitrated layers properties is of particular interest. Samples made of plain carbon steel grade DIN C 15 were treated in nitrogen-hydrogen pulse plasma, varying process parameters. Optical microscopy characterization, surface microhardness measurement and specially modified Calo-test method were employed to study obtained surface layer. The influence of gas composition, frequency, duty cycle, temperature and treatment time on compound zone thickness and microhardness was investigated. It was found that the white layer thickness increases monotonically with the temperature and treatment time increase, while the other three process parameters cause increase and then decrease of compound zone thickness.*

**Keywords:** pulse plasma nitriding, compound layer, Calo-test

### **1. UVOD**

Primenu impulsne plazme u površinskoj obradi karakteriše veliki broj parametara procesa [1], što omogućava određeni komfor i preciznu kontrolu formiranja površinskih struktura, kako u procesima depozicije tako i u difuzionim procesima, kao što je postupak nitriranja. Osim toga, za razliku od drugih procesa nitriranja, plazma nitriranje spada u ekološki potpuno prihvatljivu tehnologiju. Primena IGBT tranzistora kao osnovnih prekidačkih elemenata u impulsnim plazma generatorima, omogućila je izgradnju impulsnih plazma sistema velike snage, što je doprinelo širokoj primeni impulsne plazma tehnologije u industrijskoj obradi površine materijala.

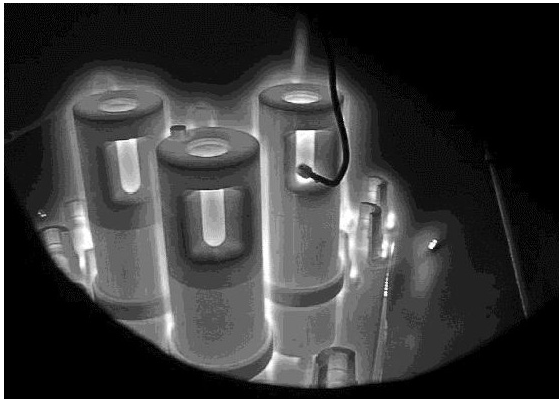
Kod klasičnog postupka plazma nitriranja, uz primenu kontinualnih DC generatora, javlja se problem lokalnog pregrevanja radnih uzoraka na oštrim ivicama i otvorima manjih dimenzija zbog

pojave efekta "šuplje katode" [2]. Na slici 1 prikazan je snimak jedne šarže u kojoj se obrađuju radni komadi, na kojima se može vizuelno uočiti efekat "šuplje katode" (jako osvetljene lokacije – mali otvori).

U plazma procesima sa impulsnim napajanjem gotovo u potpunosti su prevaziđeni problemi lokalnog pregrevanja radnih komada i nestabilnosti plazme pri nitriranju radnih komada sa složenom geometrijom. Osim kontrole efekta "šuplje katode", pulsirajuća plazma omogućava nezavisnu varijaciju velikog broja parametara procesa a time i formiranje površinskih struktura različitih karakteristika i hemijskog sastava pa samim tim i različitih funkcionalnih osobina.

U ovom radu su dati rezultati analize uticaja osnovnih parametara procesa impulsnog plazma nitriranja na karakteristike površinskih struktura radnih komada od čelika Č. 1530. Analiza je sprovedena kroz eksperimente u kojima su varirani pojedini parametri procesa (vreme nitriranja,

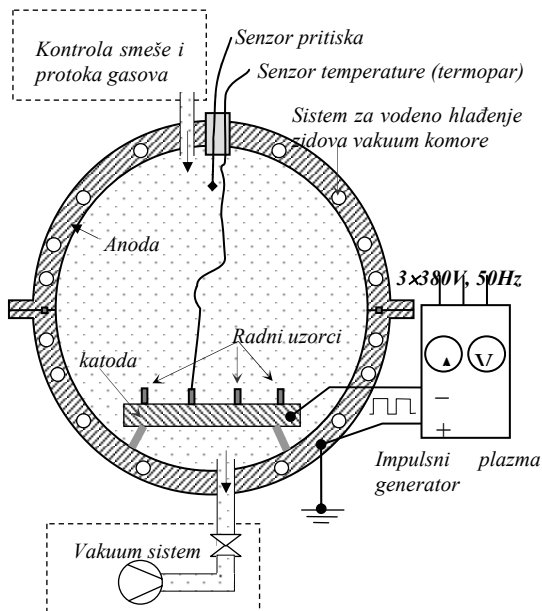
procentualni udeo azota u smeši gasova, temperatura, odnos impuls - pauza i frekvencija naponske eksitacije).



Slika 1. Efekat "šuplje katode" u uskim procepima radnih komada u procesu plazma nitriranja

## 2. OPIS EKSPERIMENTALNOG SISTEMA I IDENTIFIKACIJA PROCESNIH PARAMETARA

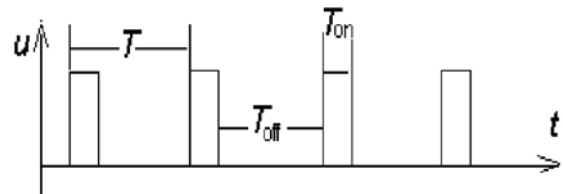
U eksperimentu je korišćena vakuum komora sa hladnim zidovima bez termičkih štitova za smanjenje toplotnih gubitaka, kao na slici 2.



Slika 2. Principijelna šema sistema za impulsno plazma nitriranje koji je korišćen u eksperimentu

Električno napajanje vakuum komore vršeno je unipolarnim impulsnim plazma generatorom. Vremenski oblik napona  $U$  na izlazu iz generatora prikazan je na slici 3.

Na slici 3 su označena karakteristična vremena impulsnog napajanja:  $T$ -period signala,  $T_{on}$  - vreme trajanja impulsa i  $T_{off}$  - vreme trajanja pauze. Za istu vrednost frekvencije napona napajanja ( $f = 1/T$ ) moguć je različit odnos vremena trajanja impulsa i pauze, pa se ovaj odnos javlja kao parametar u procesiranju radnih komada u impulsnoj plazmi. Kvantitativno se ovaj parametar može izraziti kroz odnos trajanja impulsa prema periodu signala, odnosno:



Slika 3. Vremenski oblik napona na izlazu iz unipolarnog impulsnog plazma generatora.

$$d.c. [\%] = \frac{T_{on}}{T_{on} + T_{off}} 100 = \frac{T_{on}}{T} 100. \quad (1)$$

U vakuum komori sa hladnim zidovima, s obzirom na to da ne postoje infracrveni grejači, zagrevanje radnih uzoraka se vrši isključivo jonskim bombardovanjem, pa je za održavanje konstantne temperature uzorka na nekom željenom nivou, potrebno obezbediti da srednja snaga gasnog pražnjnja bude konstantna. Matematički se prethodna konstatacija može definisati sledećom relacijom

$$\int_0^T i(\tau) u(\tau) d\tau = const. \quad (t = const.) \quad (2)$$

gde su  $i(\tau)$  i  $u(\tau)$  trenutne vrednosti struje i napona, a  $\tau$  vreme.

Promena odnosa impulsa i pauze, pri konstantnoj periodu  $T$  i konstantnoj temperaturi uzorka  $t$ , zahteva promenu amplitude napona napajanja (a time i promenu amplitude struje) u cilju zadovoljenja relacije (2). Dakle, napon i odnos impuls-pauza su međusobno zavisni parametri u procesu nitriranja pri konstantnoj temperaturi. U ovoj analizi su kao nezavisni parametri procesa definisani: odnos impuls - pauza procesne plazme ( $d. c.$ ), frekvencija napona na izlaznim priključcima plazma generatora ( $f$ ), vreme nitriranja ( $\tau$ ), temperatura ( $t$ ) i procentualni udeo azota u smeši gasova.

Shodno definisanim parametrima procesa izvršeni su eksperimenti nitriranja uzoraka (valjkaste epruvete) od čelika Č.1530. Uzorci su pre nitriranja termički normalizovani a zatim su brušenjem i poliranjem ravne površine uzoraka (bazisi valjaka) obrađene na isti stepen hrapavosti.

Ukupno je izvršeno pet eksperimenata. U svakom od njih variran je jedan parametar procesa dok su ostali održavani na definisanim konstantnim vrednostima i to: temperatura ( $t = 500\text{ }^{\circ}\text{C}$ ), odnos impuls pauza (d. c. = 90%), frekvencija ( $f = 5\text{ kHz}$ ), vreme nitriranja ( $\tau = 4\text{ h}$ ), procentualni udeo  $\text{N}_2$  (25%). Ovakav pristup je omogućio da se sa minimalnim brojem eksperimenata izdvoje signifikantni parametri procesa u pogledu određene osobine površinske strukture. Uticaj pojedinih parametara na određene osobine površinskih struktura je analiziran na osnovu odgovarajućih merenja.

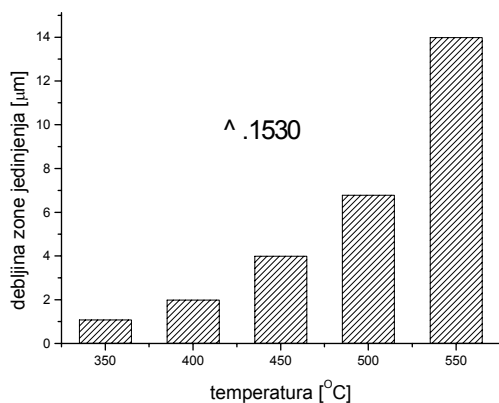
### 3. REZULTATI MERENJA

U cilju utvrđivanja uticaja pojedinih parametara na karakteristike površinskih struktura radnih uzoraka izvršena su merenja:

- debljine zone jedinjenja,
- mikrotvrdoće površine uzorka,
- raspodele mikrotvrdoće na poprečnom preseku uzorka.

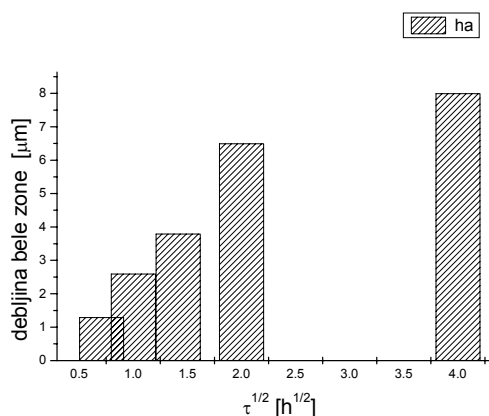
#### 3.1 Analiza uticaja parametara procesa na debljinu zone jedinjenja

Merenje debljine zone jedinjenja (bele zone) je izvršeno na uzorcima metodom *calo-testa* [3]. Rezultati merenja su dati dijagramima na slikama 4 do 8.



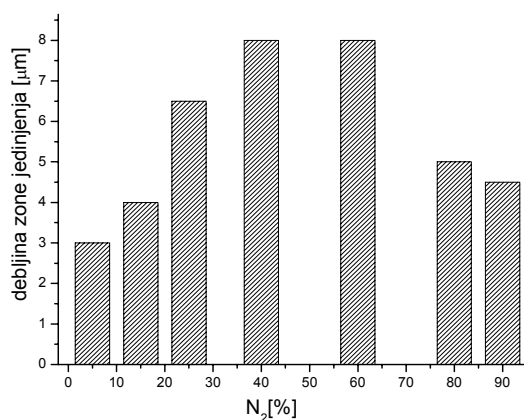
Slika 4. Zavisnost debljine zone jedinjenja od temperature uzorka

Na osnovu dijagrama na slici 4 može se konstatovati da je debljina zone jedinjenja veoma zavisna od temperature. Ta zavisnost je približno eksponencijalna u opsegu analiziranih radnih temperatura ( $350 \div 550\text{ }^{\circ}\text{C}$ ).



Slika 5. Zavisnost debljine zone jedinjenja od korena vremena trajanja procesa nitriranja  $\tau$

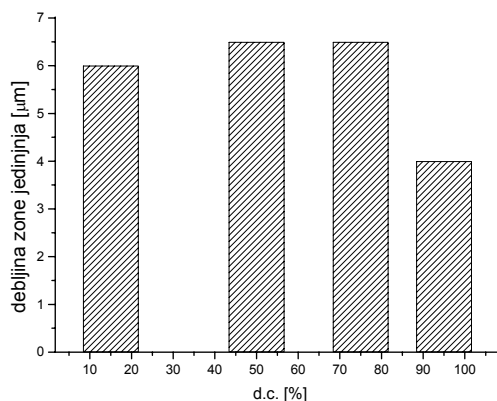
Na osnovu dijagrama sa slike 5 može se konstatovati da, sa aspekta debljine zone jedinjenja, postoji određeno zasićenje u pogledu vremena trajanja nitriranja. Odnosno, do  $\tau \approx 4\text{ h}$  priraštaj debljine zone jedinjenja je jako zavisan i približno linearan u funkciji  $\sqrt{\tau}$ . Za  $\tau > 4\text{ h}$  priraštaj debljine zone jedinjenja sa vremenom nitriranja je znatno manji.



Slika 6. Zavisnost debljine zone jedinjenja od procentualnog učešća azota u smeši gasova

Zavisnost debljine zone jedinjenja od procentualnog učešća  $\text{N}_2$  u smeši gasova ( $\text{N}_2 - \text{H}_2$ ) nije uniformna (slika 6). Veoma male i izrazito velike koncentracije se negativno odražavaju na veličinu debljine zone jedinjenja. Takođe se može uočiti da

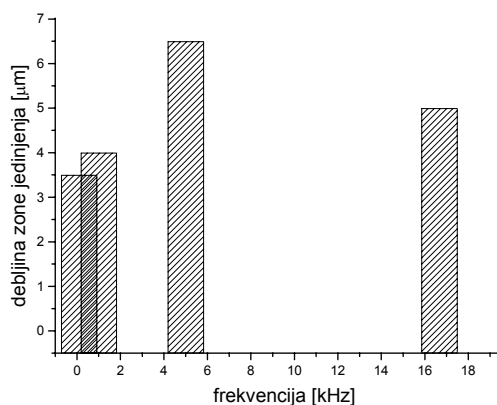
je u opsegu koncentracija  $N_2$  od 40% do 60% debljina zone jedinjenja praktično konstantna. Dakle, može se zaključiti da je uticaj porasta udela gasova  $N_2$  i  $H_2$  u smeši na debljinu zone jedinjenja kvalitativno isti.



Slika 7. Zavisnost debljine zone jedinjenja od odnosa impuls – pauza (duty cycle)

Uticaj odnosa impuls – pauza na debljinu zone jedinjenja je izražena pri većim vrednostima trajanja impulsa prema pauzi, odnosno u zoni približavanja kontinualnim uslovima napajanja. Ova zavisnost je slična kao i za čelik Č.4732 za koji je ova zavisnost teorijski analizirana u [4].

Na slici 8 grafički su prikazani rezultati eksperimenta za određivanje zavisnosti debljine zone jedinjenja od frekvencije napona na izlaznim priključcima plazma generatora.



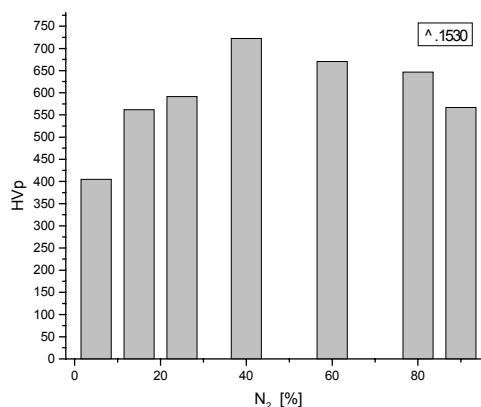
Slika 8. Zavisnost zone jedinjenja od frekvencije naponske eksitacije plazma sistema

Na osnovu eksperimenata zavisnosti debljine zone jedinjenja od odnosa impuls-pauza i zavisnosti od frekvencije može se konstatovati da se nitriranjem ugljeničnih čelika u pulsirajućoj

plazmi mogu postići veće debljine zona jedinjenja u odnosu na klasično kontinualno DC napajanje.

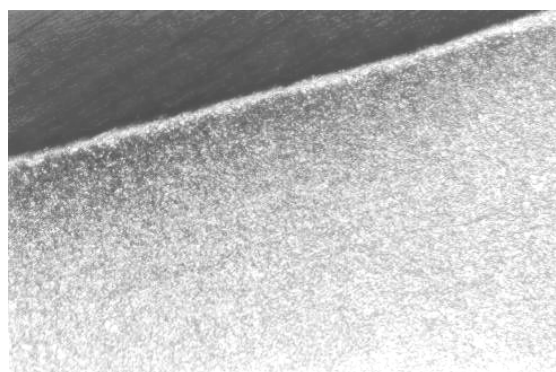
### 3.2 Analiza uticaja parametara procesa na površinsku mikrotvrdoću

Površinska mikrotvrdoća je merena *Vickers*-ovom metodom sa standardnom dijamantskom piramidom. Merenja su vršena silom intenziteta  $F = 0,5 \text{ N}$ . Ovako mala sila je obezbeđivala relativno plitak prodor vrha piramide u nitrirani sloj. Poređenjem rezultata ovog merenja i rezultata iz eksperimenta za zavisnost debljine zone jedinjenja od parametara procesa, konstatovano je da je pri svim merenjima površinske mikrotvrdoće vrh dijamantske piramide bio u zoni jedinjenja, ali nije prodirao u zonu difuzije.



Slika 9. Površinska mikrotvrdoća u funkciji sastava gasa

Na slici 9 prikazana je zavisnost površinske tvrdoće uzoraka od sadržaja azota u smeši azot vodonik.



Slika 10. Mikrostruktura preseka uzorka Č.1530

Kvalitativno, zavisnost je slična zavisnosti debljine bele zone od sastava gasa (slika 6). Iako se uticaj tvrdoće zone difuzije na merenja ne može zanemariti, vrednosti prikazane na dijagramu sl. 9 u najvećoj meri određene su tvrdoćom zone jedinjenja. Primer izgleda mikrostrukture poprečnog preseka uzorka nitriranog pri temperaturi 550°C i frekvenciji 16,7 kHz dat je na slici 10.

#### 4. ZAKLJUČAK

Svi ispitivani parametri procesa impulsnog plazma nitriranja utiču na debljinu i površinsku mikrotvrdoću zone jedinjenja na čeliku Č.1530.

Debljina zone jedinjenja monotono raste sa porastom temperature i vremena trajanja procesa.

Pri porastu frekvencije, odnosa impuls-pauza i koncentracije azota u radnom gasu, debljina bele zone prvo raste a zatim opada. Ovakav oblik zavisnosti mogao bi biti posledica promene intenziteta jonskog bombardovanja i promene faze bele zone sa promenom parametara procesa.

Mikrotvrdoća površine uzoraka pokazuje kvalitativno sličnu zavisnost od parametara procesa kao debljina zone jedinjenja i verovatno je uslovljena efektima jonskog bombardovanja i promene faze.

#### ZAHVALNICA

Ovaj rad je delimično rezultat projekta Ministarstva za nauku i tehnologije Republike Srbije MIS.3.02.0174.B.

#### LITERATURA

- [1] M. Zlatanović, I. Popović, Ž. Đurišić, A. Zlatanović, "Identifikacija procesnih parametara za akviziciju podataka u eksperimentima sa pulsirajućom plazmom", IT Žabljak, februar 2003.
- [2] Popović, Ž. Đurišić, "Karakteristike nestabilnosti gasnog pražnjenja pri impulsnom napajanju", PSMN, Zbornik abstrakata III/1, 2., Beograd 2002.
- [3] Kunosić, D. Mikičić, Z. Karastojković, Ž. Đurišić, "Određivanje dubine zone jedinjenja metodom mikroabrazije", XLVII Konferencija ETRAN, Herceg Novi, Jun 2003.
- [4] Ž. Đurišić, M. Zlatanović, A. Kunosić, I. Popović, "Zavisnost površinske strukture čeličnih uzoraka od odnosa impuls – pauza procesne plazme", XLVII Konferencija ETRAN, Herceg Novi, Jun 2003.