



KARAKTERIZACIJA NITRIRANIH POVRŠINA CALO-TEST I CALO-WEAR METODOM

Dušan MIKIČIĆ, Željko ĐURIŠIĆ, Amir KUNOSIĆ, Miodrag ZLATANOVIĆ
Elektrotehnički fakultet u Beogradu

S u m m a r y

Paper presents some results in the field of steel nitriding by pulse plasma. A number of specimens (over 100) made of four steel grades (WN^o-1.2367, Č.1530, Č.4732, Č.4751) have been treated in pulse plasma whereby some process parameters have been varied. After nitriding, we have examined the mechanical properties: surface hardness, abrasion resistance and compound layer thickness on nitrided specimens. Toward contrast reinforcement nital solution of nitric acid has been used. Microhardness of the superficial compound zone was measured by Vickers' method, and microabrasion method was used for determination of compound zone thickness. Generally speaking, the nitriding method by pulse plasma can be used to increase the steel surface microhardness up to 50%. Abrasion resistance is increased slightly within the limits of 3÷5%. One of this work goals was determination of the compound zone thickness on nitrided steel by virtue of combining the calo-test (microabrasion) method with subsequently defined chemical process for nitrided steel. Measuring the calotte with 1% accuracy can give the compound zone thickness with about 5 % average error.

Keywords: pulse plasma nitriding, calo-wear testing, compound zone thickness

1. UVOD

U najvećem broju slučajeva, funkcionalne osobine alata i različitih konstrukcionih mašinskih elemenata mogu se značajno poboljšati procesiranjem površine. Među najstarije difuzione procese obrade površine čelika spada proces nitriranja, koji se tehnološki realizuje na različite načine [1,2]. U ovom radu su istraživane mogućnosti daljeg tehnološkog unapređenja postupka impulsnog plazma nitriranja nekih vrsta konstrukcionih i alatnih čelika sa ciljem optimizacije triboloških osobina dobijenih površinskih slojeva. Uzorci četiri vrste čelika (WN^o-1.2367, Č1530, Č.4732 i Č.4751) nitrirani su u impulsnoj plazmi, pri čemu su varirani različiti parametri procesa. Nakon nitriranja ispitivane su mehaničke osobine uzoraka, kao što

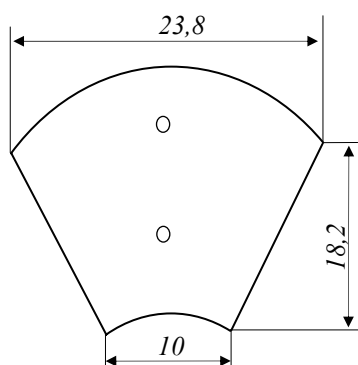
su: mikrotvrdoća površine, otpornost na abraziju i dubina zone jedinjenja [3]. Za određivanje dubine zone jedinjenja primenjena je nova metoda, zasnovana na kombinaciji calo-testa i vizualizacije slojeva na mestu habanja primenom hemijskog nagrizanja površinske strukture.

Sprovedena merenja omogućila su kasnije analize uticaja pojedinih parametara procesa na površinske karakteristike plazma-nitriranih uzoraka prema utvrđenom planu eksperimenata.

2.EKSPERIMENTI I REZULTATI

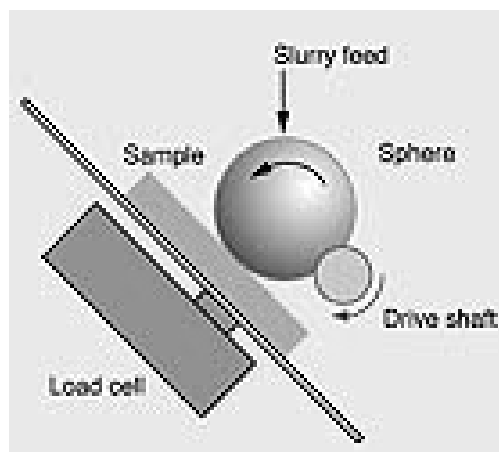
2.1 Merenje habanja

Na slici 1. je prikazan jedan od desetak probnih uzoraka (alat napravljen od alatnog čelika za topli rad WN^o-1.2367, oblika kružnog prstena, isečen u nekoliko kružnih isečaka).



Slika 1. Otvori calo-testa na probnom uzorku debljine 12 mm

Calo-wear testiranje je izvršeno na nenitriranoj površini, a zatim i na nitriranoj, pomoću mikroabrazera, čija je funkcionalna šema prikazana na slici 2.



Slika 2. Funkcionalna šema mikroabrazera korišćenog u eksperimentima

Tabela 1: Rezultati calo-wear testa na uzorcima od čelika: WN^o-1.2367 (pre nitriranja – 1. vrsta; nakon nitriranja – 2. vrsta) i uzorku od tvrdog metala – 3. vrsta

Trajanje abrazije t[s]	60	120	180	240	300	360	420
Prečnik kalote							
Nenitrirano							
1. a (mm)	1	1.2	1.35	1.45	1.5	1.55	1.6
h(mm)	0.010	0.014	0.018	0.021	0.023	0.024	0.026
Nitrirano							
2. a (mm)	0.95	1.15	1.3	1.4	1.45	1.5	1.55
h(mm)	0.009	0.013	0.017	0.02	0.021	0.023	0.024
Wiedia - pločica							
3. a (mm)	0.8	1	1.1	1.15	1.2	1.23	1.25
h(mm)	0.0064	0.01	0.012	0.013	0.014	0.015	0.0156

Mikroabrazer je snabdeven kuglom od čelika za kuglične ležajeve WN^o 100 Cr6 prečnika $2R = 25 \text{ mm}$, koja rotira željenom ugaonom brzinom ω_k . Da bi se postigla efikasnija abrazija korišćena je dijamantska pasta sa krupnoćom zrna 3-10 μm . Regulatorom brzine je rotacija abrazivne kugle podešena na $\omega_k \approx 1 \text{ obr/s} = 2\pi \text{ rad/s}$. Normalna sila između kugle i uzorka iznosila je $F = 0,1 \text{ N}$.

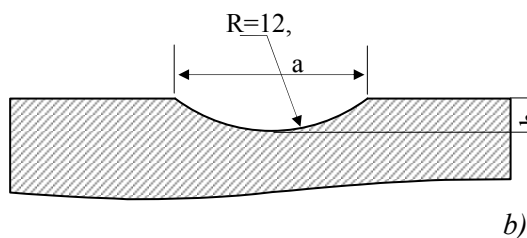
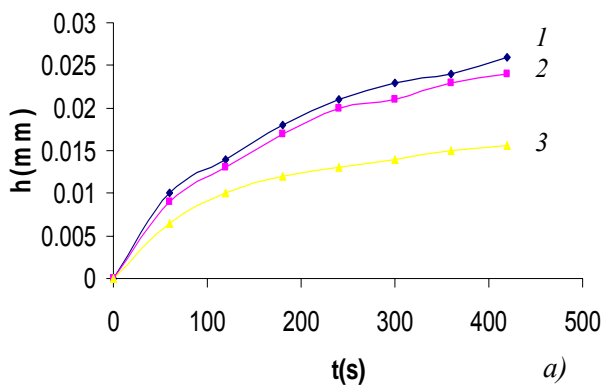
Rezultati eksperimenata su prikazani u tabeli 1. Radi poređenja abrazivnih karakteristika, u tabeli 1 su dati i rezultati calo-wear testa [4] obavljenog na uzorku od tvrdog metala (Wiedia pločica od sinterovanih čestica Co, WC, TiC, TaC).

Treba napomenuti da je $\omega_k \sim 2\pi \text{ rad/s}$ prosečna ugaona brzina abrazivne kugle zbog delimičnog proklizavanja. Proklizavanje skoro nestaje, ako se dijamantska pasta osuši. Tada je $\omega_k \sim 3\pi \text{ rad/s}$ što je

za 50% veće od prosečne vrednosti. U kasnijem eksperimentu je povećana ugaona brzina kugle.

Rezultati abrazivnog habanja nenitriranog uzorka (1), nitriranog uzorka (2) i tvrdog sinterovanog metala (3) su prikazani na slici 3. Pri tome je dubina kalote $h = a^2/8R$ (Greška u merenju a reda 2% dovodi do greške u računanju h reda 4%).

Analiziranjem dijagrama na slici 3 moguće je zaključiti da je nitriranjem neznatno povećana otpornost na abraziju (3 ÷ 5)%. Otpornost na abraziju se može dodatno povećati podmazivanjem kontaktnih površina. Tako bi se koeficijent trenja klizanja $\mu = 0,15$ smanjio na ispod 0,1 i tako doprineo dužem trajanju alata od ovog čelika. Wiedia pločice su dva puta otpornije na habanje od čeličnog uzorka WN^o-1.2367.



Slika 3: a) Otpornost na abraziju: 1. Nenitrirani čelik WN^o-1.2367, 2. Nitrirani čelik WN^o-1.2367, 3. Tvrđi metal (Wiedia pločica); b) Geometrijski parametri calo-testa

2.2 Merenje površinske tvrdoće

Površinska mikrotvrdoća zone jedinjenja [5] dobijena impulsnim plazma nitriranjem na tri vrste čelika merena je Vickersovom metodom. Uzorci načinjeni od niže navedenih materijala u obliku valjka $\varnothing(10-15) \times (10-15)$ mm obrađeni su do hrapavosti (N7÷N8), a ravne površine (bazisi) do (N3÷N4). Mikrotvrdoće osnovnih materijala merene su istom metodom i pre nitriranja.

1) Č.1530 sa približno 0,45% C i 0,65% Mn, garantovane zatezne čvrstoće $\sigma_M \sim (650 \div 800)$ MPa i granice razvlačenja $\sigma_v = 400$ MPa. Proizvođač ovog čelika ga preporučuje za izradu vozila, bicikla, osovina i sličnih delova. Tvrdoća nenitriranog čelika je oko 250 HV = 250 H_B, a nitriranjem je površinska tvrdoća povećana do oko 500 HV.

2) Č. 4732 poznatog hemijskog sastava (0,38 ÷ 0,45)% C, (1,6÷1,9)% Mn, (0,9÷1,2)% Cr, (0,15÷0,25)% Mo, sa velikom garantovanom zateznom čvrstoćom $\sigma_M \sim 1000$ MPa i granicom razvlačenja $\sigma_v \sim 650$ MPa. Ovaj čelik je predviđen za izradu jako napregnutih delova mašina. Njegova površinska tvrdoća posle termičke obrade je oko 400 HV, a nakon nitriranja iznosila je (800 ÷ 900) HV_{0,05}.

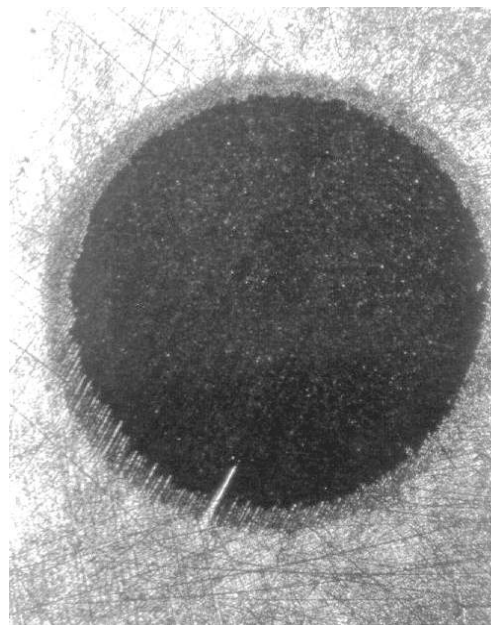
3) Č.4751 sa visokim procentom Cr, Mo i V. Predviđen je za izradu matrica i trnova za presovanje, kalupa za livenje Al, Mg i Zn pod

pritiskom i za alate koji se moraju hladiti vodom. Tvrdoća ovog čelika posle kaljenja je ~ 53 HRC što odgovara približno 600 HV, a nakon nitriranja izmerena je površinska mikrotvrdoća od (1200 ÷ 1400) HV_{0,05}.

2.3 Merenje debljine zone jedinjenja calo-test metodom

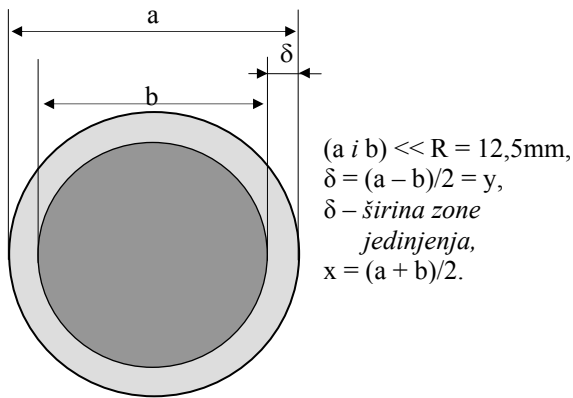
Ovde je prikazana metoda za merenje dubine zone jedinjenja pomoću mikroabrazera (slika 2) i mikroskopa. Rešenje je slično onome iz radova [4,6], uz korišćenje *calo*-testa.

Valjkasti uzorci su mikroabrazerom habani sa ravne nitrirane strane pri čemu su usvojeni sledeći parametri: nagib uzorka $\varphi = 75^\circ$, ugaona brzina kugle $\omega_k \sim 3 \text{ obr/s} = 3 \cdot 2\pi/\text{s} = 19 \text{ rad/s}$ (brzina abrazije $v_k = R\omega_k = 0,0125 \cdot 6\pi \text{ m/s} = 0,24 \text{ m/s}$). Vreme trajanja abrazije bilo je $t = 120 \text{ s}$, pri čemu su dobijene kalote prečnika $a \sim 1 \text{ mm}$. Abrazija je rađena dijamantskom pastom sa česticama prečnika (3÷10) μm . Nakon abrazije kalote su nagrizane nitalom. Hemijski nagrizane kalote su posmatrane optičkim mikroskopom. Na slici 4 je prikazan mikroskopski snimak hemijski nagrizane kalote, koja je formirana mikroabrazerom na površini plazma-nitriranog uzorka od čelika Č.1530. Jasno se uočava presek zone jedinjenja u vidu svetlog prstena.



Slika 4. Mikroskopski snimak hemijski nagrizane kalote formirane mikroabrazerom na površini čeličnog plazma-nitriranog uzorka od Č.1530

Merenjem prečnika spoljašnje kalote a i unutrašnjeg prečnika b na optičkom mikroskopu može se relativno pouzdano utvrditi debljina zone jedinjenja, kao što je ilustrovano na slici 5.



Slika 5. Ilustracija merenja debljine zone jedinjenja

Debljina zone jedinjenja h_1 se može izračunati prema sledećoj relaciji:

$$h_1 = \frac{a^2 - b^2}{8R} = \frac{(a+b)(a-b)}{2} \frac{1}{2R} = \frac{xy}{2R}$$

Ukupna visina kalote je $h_2 = a^2/8R$. Prečnici a i b su mereni na dva mikroskopa, uz uvećanja $32\times$, $56\times$ i $96\times$, pri čemu je manje uvećanje podesejnije za merenje $\delta = y$. Rezultati merenja su dati u tabeli 2 i odgovaraju slici 4. Pri tome su odabrana samo 3 od približno 50 analiziranih uzoraka.

Tabela 2. Calo-test eksperimenti na uzorcima od nitriranih čelika. Trajanje abrazije $t = 120$ s. Sve mere su u milimetrima

Uzorak	a	b	δ	h_1	h_2
Č. 1530/114	1,025	0,890	0,068	0,0026	0,011
Č. 4732/105	0,987	0,900	0,044	0,0016	0,0097
Č. 4751/110	0,975	0,900	0,038	0,0014	0,0095

Ako se prečnici osnove formirane kalote a i b mere sa tačnošću od 1%, što je realno za mikroskop na kojem su vršena merenja (uvećanje $100\times$), tada se dubina zone jedinjenja h_1 dobija sa greškom do 4%.

Boja i sjaj oblasti unutar i oko kalote variraju u zavisnosti od vrsta čelika i, naravno, od načina nagrizanja površine

Uz kontrolu vremena hemijskog nagrizanja nitalom, zona jedinjenja na Č. 1530 ostaje bela (oko kalote). Difuziona zona se malo razlikuje od osnovnog materijala. Kod drugog čelika Č. 4732 nakon hemijskog nagrizanja zona jedinjenja postaje sivkasta, difuziona zona potamni, a osnovni materijal je beo. Na trećem čeliku, Č. 4751, nakon hemijskog nagrizanja zona jedinjenja ostaje bela, difuziona zona je crna, a osnovni materijal je beo.

Greška u određivanju debljine zone jedinjenja predloženom metodom može biti uzrokovana

nejasno definisanom granicom zone jedinjenja, pa je radi smanjenja ove greške potrebno obezbediti što je moguće veću razliku u nijansama boja površinskih struktura pod optičkim mikroskopom. Iz tog razloga veoma je bitno pravilno odabrati vreme hemijskog nagrizanja formirane kalote na uzorku. Pored vremena nagrizanja, razlike u nijansi boje zone jedinjenja, difuzione zone i osnovnog materijala zavise i od izabranog ugla osvetljenja. U tom pogledu pokazalo se da je dnevna svetlost najpogodnija za rad, odnosno da omogućava najpouzdanije rezultate.

Radi što preciznijeg utvrđivanja granice zone jedinjenja bilo je sprovedeno trostruko kontrolisano merenje dimenzija kalote: a) na metalografskom mikroskopu pri uvećanju $96\times$ b) na stereo mikroskopu sa uvećanjima $56\times$ i $32\times$ i c) na mikroskopu uvećanja $21\times$. Sva merenja su potvrdila rezultate date u tabeli 2.

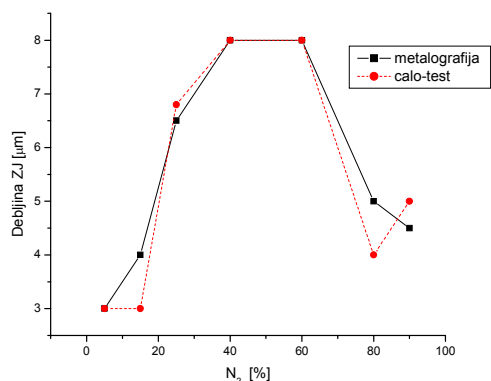
2.4 Poređenje calo-test metode sa klasičnim postupcima

Jedna od uobičajenih metoda za određivanje debljine zone jedinjenja je metalografsko merenje na poprečnom preseku nitriranog sloja. Ova metoda daje mogućnost relativno preciznog merenja debljine zone na mikroskopu, ali zahteva veoma kvalitetnu metalografsku pripremu uzorka. S obzirom da je metalografska priprema uzorka destruktivna, često se javlja problem oštećenja dobijenih slojeva pri pripremi uzorka za metalografsku analizu. Osim mehaničke destrukcije, u pripremi uzorka može doći i do termičke destrukcije odnosno promene strukture materijala u zoni rezanja. Samim tim prisutna je nesigurnost u određivanju, odnosno merenju debljine, pre svega zone jedinjenja kao površinskog sloja koji je najizloženiji destrukciji pri pripremi uzorka.

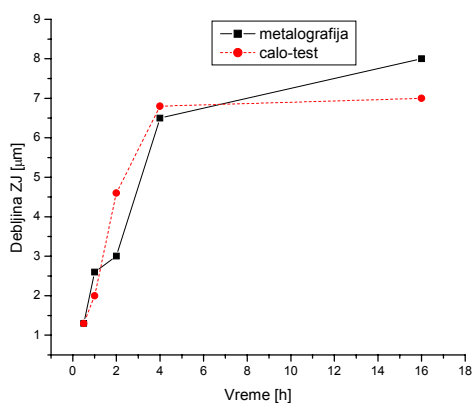
Ovaj nedostak metalografske metode nije prisutan kod calo-test metode koja je analizirana u ovom radu. Ona ne zahteva destruktivnu pripremu uzorka, kao što su pre svega rezanje i brušenje. Abrazija površine može se, zavisno od finoće primenjenog abrazivnog sredstva, vršiti na način kojim se izbegava značajnija destrukcija ispitivane površine. Osim toga kontrola brzine abrazije (podešavanjem brzine obrtanja kugle, slika 2) omogućava potpuno isključenje lokalnog pregrevanja uzorka.

Još jedna bitna razlika u poređenju ove dve metode je sadržana u tome, što je kod metalografske metode merenje debljine sloja praktično lokalno i jednodimenzionalno. Kod calo-test metode, s obzirom na to da se abrazija vrši prostorno, u

značajnoj meri je smanjena greška u merenju debljine zone jedinjenja usled mogućnosti neravnomerne debljine sloja po nitriranoj površini.



a)



b)

Slika 6. Rezultati uporednih merenja debljine zone jedinjenja na uzorcima od Č.1530

Prednost calo-test metode je i u njenoj praktičnoj primenljivosti, jer omogućava relativno brzo merenje u pogonskim uslovima tj. ne zahteva laboratorijsku pripremu uzorka.

Nedostatak ove metode u odnosu na klasičnu metalografiju je što ona ne omogućava detekciju i merenje slojeve veće dubine, kao što je zona difuzije.

U svrhu poređenja calo-test metode sa metalografskom metodom izvršena su i metalografska merenja na istim uzorcima. Rezultati merenja na uzorcima od čeliku Č.1530, nitriranim u impulsnoj plazmi pri različitim uslovima, prikazani su na dijagramima datim na slici 6.

3. ZAKLJUČAK

Nakon većeg broja eksperimenata na tri osnovna materijala Č.1530, Č.4732 i Č.4751, utvrdili smo:

1° Nitriranje čelika impulsnom plazmom, do dubine $h_1 = 1,5-3 \mu m$, povećava mikrotvrdoću za (30-50)%, a otpornost na abrazivno habanje dijamantskom pastom za (3-5)%.

2° Debljina zone jedinjenja h_1 može se pouzdano odrediti kombinovanjem calo-testa i naknadnog hemijskog nagrizanja nitrirane površine nitalom, sa ciljem povećanja kontrasta i lakšeg i preciznijeg merenja prečnika a i b (slike 4 i 5).

3° Greška od 1% u merenju prečnika kalota a i b dovodi do određivanja debljine $h_1 = \frac{a^2 - b^2}{8R}$ sa greškom:

$$h_1 + \Delta h_1 = \frac{a^2(1 \pm 0,01)^2 - b^2(1 \pm 0,01)^2}{8R}$$

Dakle, greška je:

$$\Delta h_1 = \frac{a^2 + b^2}{8R} (\pm 0,02) \approx \frac{\pm 0,04}{100} = 4 \cdot 10^{-4} mm$$

Maksimalna apsolutna greška je $4 \cdot 10^{-4} mm = 0,4 \mu m$. Za $h \sim 4 \mu m$ ta greška iznosi 10%. To znači da je prosečna greška oko 5%. Ova greška se može tolerisati, jer se h_1 kreće u intervalu $h_1 = (1,5 \div 5) \mu m$.

4° Na osnovu poređenja merenja debljine bele zone dvema metodama (slika 6) može se zaključiti da njihovi rezultati pokazuju dobro slaganje za različite debljine formirane zone jedinjenja pri različitim uslovima plazma nitriranja.

LITERATURA

- [1] H. -R. Stock, F. Seidel, P. Mayer, J. Senf, G. Berg, ... "Ionen-und plasmagestützte Verfahren der Oberflächentechnik für die Rand-schicht – behandlung von Leichtmetall-werkstoffen“, Mat.-Wiss. u. Werkstofftech. 29, 537-544, WILEY-VCH Verlag GmbH, D-69451, Weinheim, 1998.
- [2] K. L. Rutherford, I. M. Hutchings, Surface & Coatings Technology, 79 (1996) 231-239.
- [3] Overview of Mechanical Testing Standards, Application Bulletin, No. 18, Sept. 2002.
- [4] R. Beloševac, M. Zlatanović, D. Mikičić, A. Kunosić, "Investigation of hard coating microabrasive wear resistance using calo-test method“, Proc. 5th International Conference on Tribology, Kopaonik 1997., p.111
- [5] D. Chicot, J. Lesage, "Absolute hardness of films and coatings“, Thin Solid Films 254 (1995) 123-130.
- [6] D. Mikičić, M. Zlatanović, R. Beloševac, A. Kunosić, "A Micro-abrasive Wear Test for Two Layers Coated Systems“, XLIV ETRAN, Sokobanja, Jun 2000., Zbornik, sveska IV, str. 368-369.