

# AKTÍV ERNYŐS PLAZMANITRIDÁLÁS BIAS FESZÜLTSGÉNEK HATÁSA NITRIDÁLHATÓ ACÉL NITRIDÁLT RÉTEGÉRE

## INFLUENCE OF ACTIVE SCREEN BIAS VOLTAGE ON PLASMA NITRIDED LAYERS OF LOW ALLOYED NITRIDABLE STEEL

Szilágyiné Biró Andrea\*, Dr. Tisza Miklós\*\*

### ABSTRACT

*In most cases the surfaces of engineering parts have an important role in increasing lifetime: surface needs to be wear and/or corrosion resistant, while the rest of the part needs to be tough/ductile. The surface engineering can help to fulfil these complex requirements. Using this heat treatment technology, it is possible to produce a hard surface layer on the components*

*Nitriding is a widely used process to alloy the surface with nitrogen. Plasma technology is an environmental-friendly process with some difficulty, which causes by electric field around the edges/corners. In the last few years, application of active screen plasma nitriding is an important area of the top research fields.*

*During our experiments we applied active screen plasma nitriding using different bias voltage, to investigate the role of this parameter in layer structure formation.*

### 1. BEVEZETÉS

Mindaddig, amíg az alkatrészek felületével szemben a kopásállóság elvárásaként felmerül, a nitridálás technológiája fontos hőkezelési technológia lesz az ipari gyakorlatban és a hőkezelési kutatásban egyaránt.

E publikáció célja napjaink hőkezelési kutatásainak középpontjában álló aktív ernyős plazmanitridálás során alkalmazott BIAS feszültség rétegszerkezetre gyakorolt hatásának bemutatása az elvégzett kísérletek alapján.

#### 1.1. A nitridálás jelentősége

Az alkatrészek termokémiai kezeléseik között a karbon felvételével járó cementálás, a nitrogén felvételével járó nitridálás és a bór felvételével járó boridálás rendre a három leggyakrabban alkalmazott technológia.

A nitridált alkatrész legfontosabb felhasználói tulajdonságai [1][2]:

- nagy felületi keménység,

- növelt kopásállóság,
- növelt fáradási élettartam és korróziós ellenállás,
- a felületi réteg nagyobb hőmérsékleten is stabil (mint betétedzésnél).

#### 1.2. A nitridált réteg szerkezete

Az Fe-N kétalkotós állapotára a nitrogén vashoz való viszonyának a karbonéhoz való hasonlósága miatt hasonló az Fe-C rendszerhez. Azonban a nitrogén olyan rendezett rácsú szilárd oldatokat hoz létre, amelyek termodinamikailag stabil állapotban vannak, így magasabb (a réteg keletkezés kori) hőmérsékleten is megtartják szilárdságukat [3].

A nitridálás hőmérsékletén először a ferrites állapotú acél nitrogéntartalma növekszik annak oldhatósági határáig. Amikor a nitrogéntartalom meghaladja az oldhatósági határt (0,115%), helyileg  $\gamma'$  csírák képződnek és növekednek, amíg összefüggő réteggé nem alakulnak. E fázis oldhatósági határát elérve (6,1%) a folyamat további részében  $\epsilon$  csírák képződnek és növekednek réteggé a felületen. Más fázisok nem keletkeznek.

Acélok nitridálása során a karbon és a nitrogén egymást helyettesíthetik, karbonitrid fázisokat alakítva ki. Ötvözött acélok esetén a jelenlévő ötvözők csökkentik a nitrogén diffúzióját, azonban növelik az elérhető keménységet. Az ötvözők között a legstabilabb nitrideket a Zr, a Ti és az Al képezi, míg a Cr, Mo, V a közepesen erős nitridképzők közé tartoznak. Az ilyen elemeket tartalmazó acélok esetében az elérhető maximális keménység nagy, meghaladhatja az 1000 HV-t. A nagy keménység mellett azonban mivel ezek az elemek megkötik a nitrogént, az elérhető rétegmélység kisebb, 0,1-0,4 mm a nitridálás szokványos paramétereinek mellett. Ugyanilyen paraméterek mellett a gyenge nitridképzőket tartalmazó, vagy erős nitridképzőkkel csak kis mértékben ötvözött acélok nitridált rétege akár 1 mm is lehet.

\* tanársegéd,

\*\* egyetemi tanár

Miskolci Egyetem, Anyagszerkezet-tani és Anyagtechnológiai Intézet

A nitridált réteg két, mikroszkópi képen is jól elkülöníthető részből áll:

- a felületi  $\gamma'$  és  $\epsilon$  fázisok mikroszkópi képen Nital marószerral (2%-os  $\text{HNO}_3$  oldat) jól megkülönböztethetően alkotja a vegyületi réteget, amely elsősorban az alkatrész kopásállóságát biztosítja,
- a vegyületi réteg alatt a nitrogént tartalmazó ferrit az ún. diffúziós zóna, amelynek keménysége kisebb, mint a vegyületi rétegé, azonban az oldott nitrogén miatti nyomófeszültségnek köszönhetően növeli az alkatrészek fáradással szembeni ellenállását.

## 2. A PLAZMANITRIDÁLÁS TECHNOLÓGIÁJA

A nitridálásnak három fő eljárásváltozata terjedt el a gyakorlatban [1][2][4]:

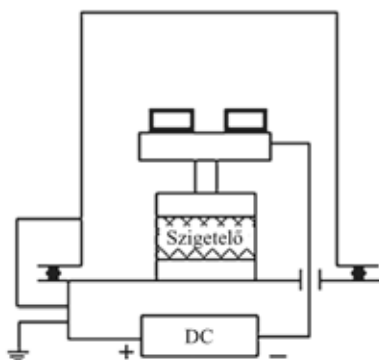
- gáznitridálás (amelynél ammónia a nitrogénleadó közeg: ennek folyamatos áramoltatása szükséges),
- sófürdős nitridálás (amelynek kezelési ideje a sófürdő anyagátadási hatékonysága miatt lényegesen rövidebb a többi eljárásváltozatnál),
- plazmanitridálás (amely esetben nitrogéngáz biztosítja a vákuumkemencében villamos körben elhelyezett alkatrészek kezelését).

A technológiák közös paraméterei:

- a kezelés ideje,
- a kezelés hőmérséklete,
- a nitrogénleadó közeg összetétele.

### 2.1. Hagyományos plazmanitridálás

Plazmanitridálás során a darabokat az alacsony nyomású (1-2mbar) katódként kapcsolt kemence falától elszigetelve anódként kapcsolják (1. ábra). Az alkalmazott feszültség 500-1000V. A kezelés során a nitrogén gáz ionjai a munkadarab felülete felé gyorsulnak, majd becsapódnak. A becsapódott ionok egyrészt felmelegítik a munkadarabok felületét, másrészt abszorbeálódnak, így ötvözve azt. A becsapódáskor keletkező lila fény a technológia természetes kísérő jelensége.



1. ábra. Hagyományos plazmanitridálás elrendezési vázlatja [5]

Az eljárás főbb technológia-specifikus paraméterei:

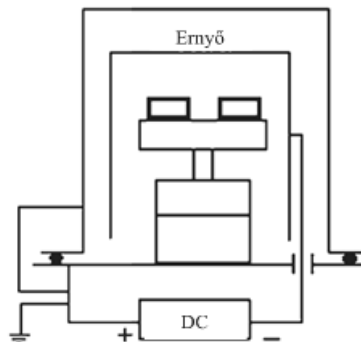
- nyomás,
- feszültség.

A technológiának van néhány alkalmazási nehézsége, amelynek legfőbb oka a darabokra kapcsolt nagy feszültség:

- egyenetlen hőmérséklet a kemencén belül: az eltérő geometriájú próbatestek különbözőképpen hevülnek, és a próbatestek nem megfelelő elhelyezése miatt előfordulhat, hogy egyes felületek leárnyékolódás miatt nem a kívánt hőmérsékletet éri el;
- ívképződés: nemfémes zárványok és szennyeződések okozhatnak a kezelés első szakaszában olyan helyi zárlatokat, amelyek felhevülést, akár a felület helyi megolvadását eredményezhetik, ezzel rontva a kialakuló réteg minőségét,
- üregkatód hatás: kisméretű furatokban vagy nem megfelelő távolságban elhelyezett munkadarabok között az ionok megrekedhetnek, oda-vissza csapódhatnak a felületek között, ami jelentős túlhevülést eredményez,
- élfatás: plazmanitridálás során a több irányból való diffúzió mellett a munkadarabokra kapcsolt feszültség miatt az éleken kialakuló elektromos mező a réteg látható inhomogenitását okozza.

### 2.2. Aktív ernyős plazmanitridálás

Az aktív ernyős technológia során a munkadarabok köré helyezett ernyőre kapcsolják a munkafeszültséget, míg a darabok vagy egy kisebb feszültségen vannak (2. ábra), vagy egyes esetekben nem kapcsolnak rájuk feszültséget – ez a lebegő potenciál esete.



2. ábra. Aktív ernyős plazmanitridálás elrendezési vázlatja [5]

Ez a technológiaváltozat a plazmanitridálásnál felsorolt nehézségeket minimálisra csökkenti:

- mivel a nagy feszültség az ernyőre van kapcsolva, így a próbadarabok sugárzással hevülnek fel, ami egyenletesebb hőmérsékletet jelent,
- az ívképződés jelensége a munkadarabokon teljesen megszűnik, így egyúttal csökken a felület tisztaságával szemben támasztott követelmények szigorúsága [6],
- a kisebb vagy lebegő feszültségen lévő darabok esetén nagymértékben lecsökken az üregkatód hatás kialakulásának esélye,

- ugyancsak a kisebb vagy lebegő feszültség miatt nincs éhatás [7].

Az aktív ernyős technológia azon túl, hogy segít kiküszöbölni a közvetlen ívből adódó nehézségeket [8], tovább bővíti a nitridálás alkalmazhatóságának körét is: akár nem vezető anyagok, még polimerek felülete is nitridálható ezzel a változattal [9][10].

A főfeszültség munkadarabokról ernyőre való áthelyezése miatt további technológiai paraméterek befolyásolják a kialakuló réteg szerkezetét:

- a BIAS feszültség értéke [6],
- az ernyő és a munkadarabok távolsága [6][11][12],
- az ernyő geometriája [11][13].

Az aktív ernyős plazmanitridálás egy speciális változata a „katódketreces” (cathodic cage) kezelés, amely során a munkadarabok köré egyesével (3. ábra), vagy kisebb csoportonként helyezik az ernyőt. Ez a technológia főleg speciális alakú vagy igényű darabok esetén lehet indokolt.



3. ábra „Katódketrec” [14]

### 3. ELVÉGZETT KÍSÉRLETEK

Mivel az aktív ernyős plazmanitridálás során alkalmazott BIAS feszültségnek kulcsszerepe lehet a kezelés eredményességében, így a kísérletek során ennek hatását vizsgáltuk.

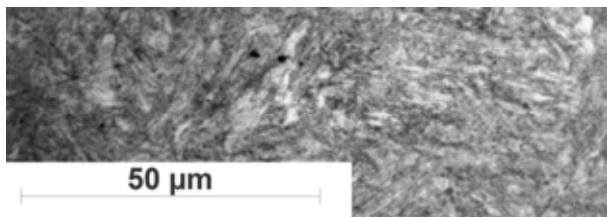
#### 3.1. Felhasznált anyag és alkalmazott technológiák

A kísérletek során a 34CrAlNi7 (W-Nr: 1.8550) nitridálható acélt nitridáltunk (1. táblázat). Bár minden acél nitridálható, a kifejezetten erre a célra kifejlesztett acélok erős nitridképzőket tartalmaznak, amelyek nagyobb maximálisan elérhető keménységet biztosítanak.

1. táblázat 34CrAlNi7 anyagminőség szabványos (MSZ EN 10027-1:1994) kémiai összetétele, tömeg%

C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni
0,3-0,37	≤0,4	0,4-0,7	≤0,025	≤0,035	1,5-1,8	0,15-0,25	0,85-1,15

A nitridálás előtti szövetszerkezetet a 4. ábra mutatja.



4. ábra Alapszövet (N=1000x, marószers: Nital)

Az alapanyag előnemesített állapotú (mért keménység: 300HV<sub>0,1</sub>). A gyártó (Böhler-Uddeholm Hungary Kft.) által garantált tulajdonság:

- R<sub>m</sub>=800-1050N/mm<sup>2</sup>
- R<sub>ch</sub>=650 N/mm<sup>2</sup>

A nitridált próbatest méretei: Ø 50x10mm.

A technológiai paraméterek:

- T=520°C
- t=8h
- p=2mbar
- gázkeverék: N:H=1:3 (bontott ammónia, krakkoló hőmérséklet: 700°C)
- aktív ernyő: Rv 8-12 perforált acéllemez
- U<sub>erő</sub>=600V
- U<sub>BIAS</sub>= 70,90,105,125,150 V
- ernyő-felület távolság: 40 mm.

A kísérleteket a Miskolci Egyetem Anyagszerkeztani és Anyagtechnológiai Intézetében található Nitron 10 típusú plazmanitridáló berendezéssel (5. ábra) végeztük. A berendezés gyártója: SC. PLASMATERM SA.

Főbb jellemzők:

- hasznos tér Ø 450 x 1800 mm
- maximális adag: 200 kg
- kisülés tápfeszültség:e 500-1000 V
- névleges teljesítmény: 15kW



5. ábra. Plazmanitridáló berendezés

A nitridálás után a próbatestek ¼ részét vágtuk ki keresztcsiszolat készítéséhez. Mivel a nitridált réteg csi-szoláznál és polírozásánál könnyen lemunkálódhat, így a próbatesteket befogóba helyeztük, egy rézlemez használva a felület megtámasztásaként (6. ábra).

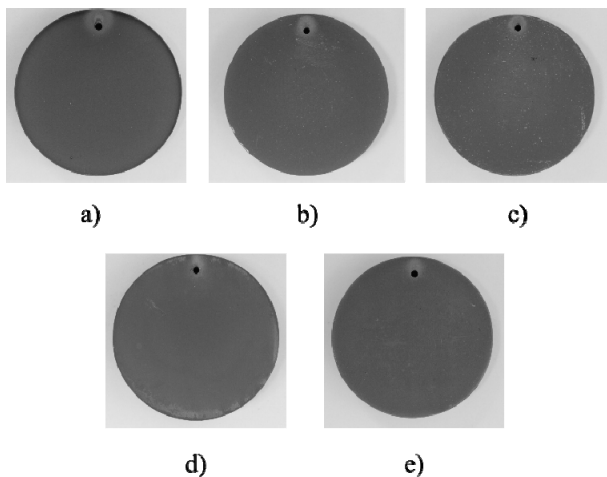


6. ábra Próbatest befogóban

A mikrokeménység mérése során MituToyo mikrokeménység-mérőt, a szövetszerkezet vizsgálatához Ziess Axion Observer D1m inverz mikroszkópot használtunk.

### 3.2. Felület és felületi keménység

A korábban leírtak alapján fontos jellemző, hogy a kezelés után a felület egyenletes színű volt, élhatás/sarokhatás nem volt megfigyelhető (7. ábra).

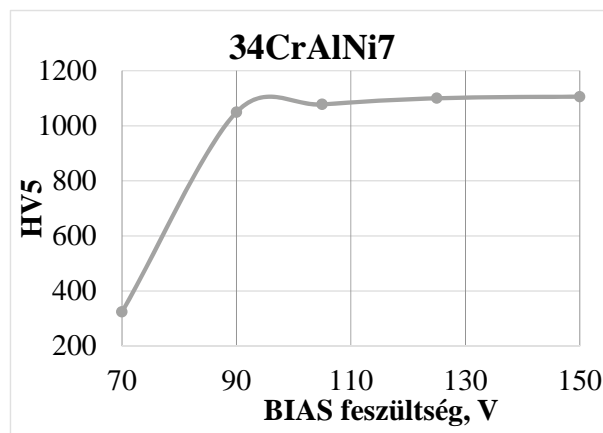


7. ábra Makrofotók

A kialakult réteg egyik fontos jellemzője annak keménysége. Az ipari gyakorlatban elterjedt a felületi keménység mérése is, aminek alkalmazásával kis ron-

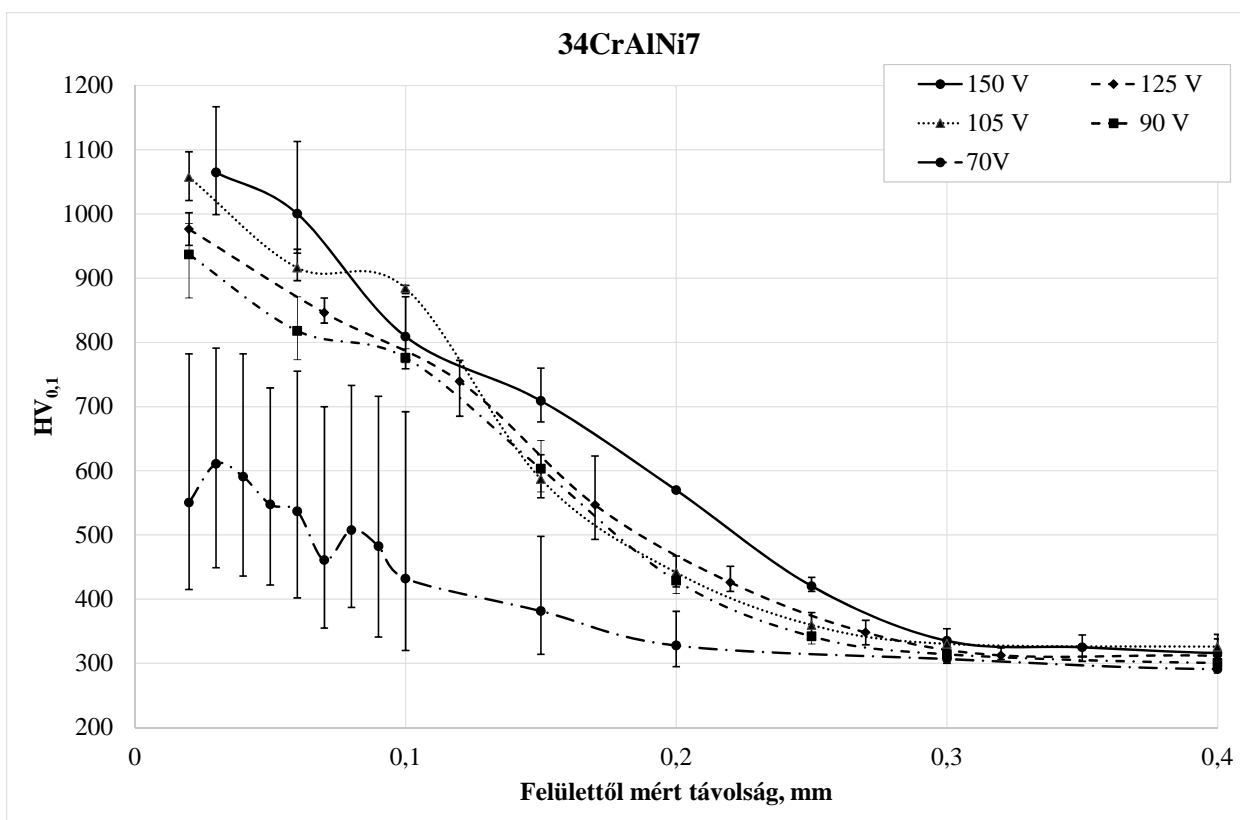
csolás mellett jellemezhető a kialakult réteg. Az eredmények elemzésénél mindig figyelemmel kell lenni arra, hogy a mért érték az egész réteget jellemzi és nem a felületi keménységét.

A három mérés átlagából kapott eredmények láthatók a 8. ábrán.



8. ábra Felületi keménység

A diagram (8. ábra) alapján elmondható, hogy a BIAS feszültség növekedésével nő a felületi keménység, a legnagyobb különbség a 70 és 90V között van.



9. ábra. Keménységprofilok

### 3.3. Keménységtraverzek

A réteg legelterjedtebb jellemzési módja a keresztcsiszolaton mért keménységtraverz: a 9. ábra 3 mérés-sorozat átlagát mutatja. Az ábra alapján elmondható:

- a nitridálás minden esetben eredményes volt,
- az elérhető maximális keménység több mint 1000 HV<sub>0,1</sub>, ami szokásos érték az alkalmazott alapanyag esetében,
- a keménységgörbék alakja minden esetben hasonló: közepes meredekséggel érik el az alapkeménységet.

A BIAS feszültség keménységgörbékre gyakorolt hatásával kapcsolatban elmondható:

- a keménységgörbék alakját a BIAS feszültség nem változtatja meg,
- a maximális keménység csökkenése a BIAS feszültség csökkenésével nem egyértelmű,
- az alkalmazott legkisebb BIAS feszültség alkalmazásával jelentősen kisebb maximális keménység érhető el,
- az alkalmazott legkisebb BIAS feszültség értékénél a mérési eredmények szórása rendkívül nagy, így a paraméter alapján értéke már nem alkalmas megfelelő minőségű réteg létrehozására.

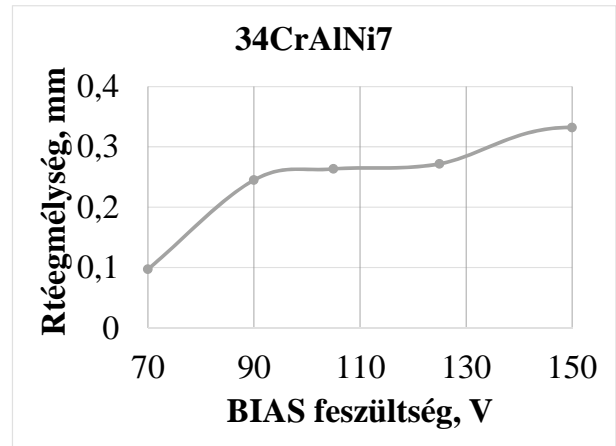
### 3.4. Rétegmélység

Nitridált alkatrészeknél szabványos eljárás a rétegmélységet az alapkeménységnél 50 HV<sub>0,1</sub>-el nagyobb keménységű pontnál kijelölni. Kísérleteinknél ez 350 HV<sub>0,1</sub>. Az ily módon kijelölt effektív rétegmélységet a BIAS feszültség függvényében mutatja a 10. ábra.

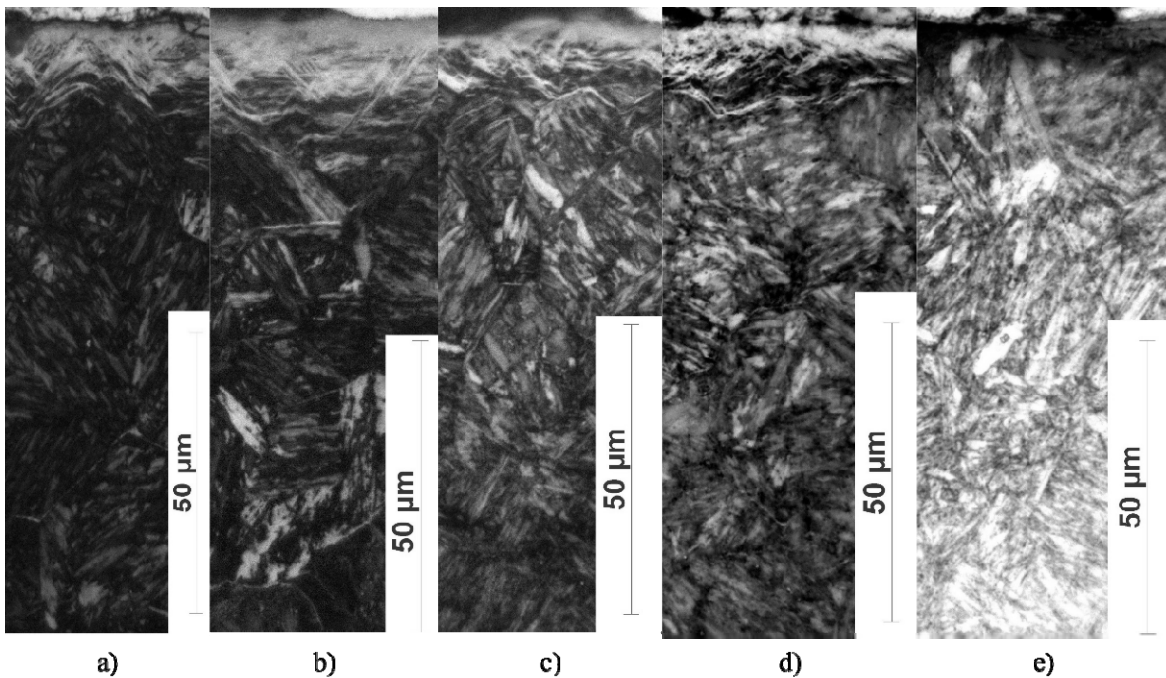
A rétegmélységgel kapcsolatban elmondható:

- a BIAS feszültség növelésével a rétegmélység egyértelműen nő,
- a rétegmélység növekedése a BIAS feszültség növekedésével nem arányos.

A nitridált réteg kopás szempontjából legfontosabb része a közvetlenül a felületen kialakuló vegyületi réteg, amelynek mélysége általában optikai úton maratás után kijelölhető. A kísérletek során használt alapanyag esetében azonban ez nem volt megtehető mivel az összefüggő vegyületi réteg alatt még egy részleges zóna is volt. Ez a jelenség jól megfigyelhető a mikroszkópi képeken, amelyet a 11. ábra mutat.



10. ábra Rétegmélység



11. ábra. Szövetképek (Marószers: Nital, N=1000x)  
a) 150 V b) 125 V c) 105 V d) 90 V e) 70 V

#### 4. ÖSSZEFOGLALÁS

Az elvégzett kísérletsorozat célja az aktív ernyős plazmanitridálás BIAS feszültségének rétegszerkezetre gyakorolt hatásának vizsgálata volt a kifejezetten nitridálás céljára kifejlesztett 34CrAlNi7 acélminőség esetében.

Az elvégzett kísérletek alapján a következő megállapítások tehetők:

- a BIAS feszültség növekedése egyértelműen növeli mind a felületi keménységet, mind az elérhető rétegmélységet;
- az alkalmazott paramétertartományban a 70 V BIAS feszültség értéke már nem alkalmas megfelelő egyenletességű és a többi paraméter eredményeként létrejövő rétegmélységgel összevethető nagyságú réteg létrehozására,
- az alkalmazott acélon a vegyületi réteg nem a nitridálásnál szokásos egyenletes összefüggő felületi zónaként jön létre, hanem egy erőteljes átmeneti terület is megfigyelhető.

#### 5. KÖSZÖNETNYILVÁNÍTÁS

A cikkben ismertetett kutató munka a TÁMOP-4.2.1.B-10/2/KONV-2010-0001 projekt valamint a TÁMOP-4.2.2/A-11/1-KONV-2012-0029 jelű projekt eredményeire alapozva az Európai Unió támogatásával, az Európai Szociális Alap társfinanszírozásával valósult meg.

#### 6. IRODALOMJEGYZÉK

- [1] PYE D.: Practical Nitriding and Ferritic Nitrocarburizing, ASM International, December 1, 2003., ISBN: 978-0871707918
- [2] KRAUSS G.: Heat Treatment and Processing Principles, ASM International, 1997. ISBN: 0-87170-370-X, p. 305-315
- [3] ASM Handbook, Volume 4: Heat Treating, ASM International, ISBN: 978-0-87170-379-8, 1991, p. 880-968.
- [4] TOTTEN G. E., HOWES M. A. H.: Steel Heat Treatment Handbook, 1997, ISBN: 9780824797508
- [5] ZHAO C., LI C.X., DONG H., BELL T.: Study on the active screen plasma nitriding and its nitriding mechanism, Surface & Coatings Technology 201 (2006) 2320–2325
- [6] LI C. X.: Active screen plasma nitriding – an overview, Surface Engineering 2010 Vol. 26, No. 1–2 135-141
- [7] NISHIMOTO A., TOKUDA A., AKAMATSU K.: Effect of Through Cage on Active Screen Plasma Nitriding Properties, Materials Transactions, Vol. 50, No. 5 (2009) pp. 1169 - 1173 Prabhudev, K.H.: Handbook of Heat Treatment of Steels. 2009, Tata McGraw-Hill, ISBN 9780074518311
- [8] LI C. X., GEORGES J., LI X. Y.: Active Screen Plasma Nitriding of Austenitic Stainless Steel, Surface Engineering Volume 18, 2002 - Issue 6, p. 453-457
- [9] LI C. X., BELL T.: Potential of plasma nitriding of polymer for improved hardness and wear resistance, Journal of Materials Processing Technology 168 (2005) p. 219–224
- [10] KAULING A. P., SOARES G. V., FIGUEROA C. A., de OLIVEIRA R. V. B., BAUMVOL I. J.R., GIACOMELLI C., MIOTTI L.: Polypropylene surface modification by active screen plasma nitriding, Proceedings of the 2nd "French-Brazilian-Polymer" FBPOL2008 Conference, Materials Science and Engineering: C, Volume 29, Issue 2, 1 March 2009, p. 363–366
- [11] BURLACOV, I., SPIES H., BIERMANN H., KÖHLER S., THIEN H. L.: Investigation on the active screen plasma nitriding, Conference Proceedings, Nitriding and Nitrocarburising, 29 – 30 April 2010, Aachen, Germany
- [12] AHANGARANI S., MAHBOUBI F., SABOURA A. R.: Effects of various nitriding parameters on active screen plasmanitriding behavior of a low-alloy steel, Vacuum 80 (2006) 1032–1037
- [13] GALLO S. C., DONG H.: On the fundamental mechanisms of active screen plasma nitriding, Vacuum 84 (2010) 321–325
- [14] VENTURINI L. F. R., ARTUSO F. B., LIMBERGERI da F., JAVORSKY C. de S.: Differences on the Nitrided Layer Between Classic Active Screen Plasma Nitriding and Active Screen Plasma Nitriding with a Semispherical Cathodic Cage, IFHTSE 19th Congress, Glasgow, 2011