

Az aktív ernyő geometriai jellemzőinek hatása a plazmanitridált rétegre

Effect of the geometric characteristics of the active screen on the plasma nitrided layer

Kovács Dorina^{1*}, Kemény Alexandra¹, Dr. Dobránszky János²

Kivonat

A kutatás célja az aktív ernyős plazmanitridálásnál alkalmazott ernyő (háló) geometriai jellemzőinek, azaz a perforáltság lyukméretének, valamint a háló felületi telítettségének hatása a 42CrMo4 összetételű nemesíthető acélon kialakult nitridréteg tulajdonságaira. Ezek a változók összefüggésbe hozhatók a vegyületi réteg vastagságával, a diffúziós zónával, a felületi érdességgel és ebből következően a felület hullámosságával, továbbá a felületen kialakult nitridréteg morfológiai egységeinek méretével. Ezeknek a kiértékeléséhez pásztázó elektronmikroszkópot, mikrokeménységmérőt és atomierő-mikroszkópot használtunk. Az eredmények egyértelműen mutatják, hogy a rétegvastagság és a felület hullámossága érzékenyebb a háló telítettségére, mint a lyukátmérőre.

1. Bevezetés

A plazmanitridálás az ipar számos területén (autóipar, vegyipar stb.) alkalmazott termokémiai felületkezelés, amellyel kemény, kopásálló, egyes esetekben korrózióálló réteg hozható létre az alkatrész felszínén. Egyik eljárásváltozata az aktív ernyős plazmanitridálás, amelyet közel 30 éve egyre elterjedtebben használnak a világon. Ebben az elrendezésben a munkadarab elektromosan el van szigetelve az árambevezetés helyétől, a plazma a körülötte elhelyezett hálón képződik. A munkadarab hevítése sugárzással és a felületére áramlással eljutó plazmaösszetevők által történik. A háló, mint porlasztott katód felületéről nitrogén- és vasatomok, illetve -ionok szabadulnak fel, és a vákuumrendszer által kényszerített áramlásuk révén ezek biztosítják a minta nitridálásához szükséges elemek eljutását a munkadarab felületére.

Korábbi kutatások már bemutatták a hagyományos és az aktív ernyős plazmanitridálás közötti előnyöket és hátrányokat, nagy hangsúlyt fektetve az élhatalás és az üreg katód jelenségére. Ahogyan ezekből a kutatásokból is látszik, a különböző nitridálási tényezők, úgymint hőmérséklet és idő, nagymértékben befolyásolják a kialakult nitridréteg keménységet és a felületi minőséget [1]. Többek, továbbfejlesztve ezeket a kísérleteket, már nem csak az alapváltozókat vizsgálták, hanem az aktív ernyő geometriáját is, ami leginkább a munkadarab és az ernyő közötti távolságot foglalja magába.

A következőkben néhány korábbi kutatás eredménye olvasható. Nishimoto és társai eleinte különböző rozsdamentes acélból készült aktív ernyővel dolgoztak. Csőből, fóliából, valamint dróthálóból készítettek ernyőket. Az első kettő perforáltsága kör keresztmetszetű, az míg utóbbié négyzet. Megfigyelték, hogy a háló lyukmérete kismértékben befolyásolja a felületi tulajdonságokat: csak a felületi érdesség csökkenését vették észre a huzalos hálóval nitridált próbatestenél [2]. A későbbiekben vizsgálták az ernyő telítettségének befolyásolását, vagyis az ernyő teli és üres részeinek arányát. Rozsdamentes acélon végzett kísérletek után megfigyelték, hogy minél nagyobb a telítettség, annál vastagabb nitridált réteg keletkezik a felületen. Nem csak a vegyületi rétegre érvényes ez, hanem a keménységre is. Minél nagyobb a telítettség, annál nagyobb maximális keménységet értek el. A felépített elméleti modelljük szerint, a nagyobb telítettségénél a nitridálásban résztvevő részecskék megnőnek, mivel az ernyő lefedett részei közelebb vannak egymáshoz, így több leválasztott részecske jut a felületre [3].

Közkedvelt témakör az ernyő és a próbatest közötti távolság hatásának vizsgálata. Ezekben általában két lyukátmérőt használnak, azonban a hatásuk nem kimutatható, mivel két paraméter vizsgálata folyik egyszerre. Általános megállapítás, hogy minél közelebb van az ernyő a próbatesthez, annál vastagabb réteg hozható létre a felületen, valamint a keménysége is nagyobb [4–6].

¹ BME – Anyagtudomány és Technológia Tanszék; *dorina@eik.bme.hu

² MTA–BME Kompozittechnológiai Kutatócsoport

Nem csak a keménység és a rétegvastagság a meghatározó tényező, hanem ahogy egy korábbi kutatásnál említettem, a felületi érdesség is. Az aktív ernyős plazmanitridálás befolyásolja a felületi érdességet a bombázásnak köszönhetően. A hagyományos plazmanitridálásnál is fellép ez a jelenség a nitridálási idő növelésével. A nitridálás növeli a felületen kialakult morfológiai egységek – a továbbiakban: részecskék – méretét, amelyek különböző felületi morfológiát eredményeznek [7,8].

Kutatásunk célja a különböző aktív ernyők lyukátmérőjének és telítettségének vizsgálata és e tényezők hatásának megismerése a plazmanitridált réteg tulajdonságaira.

2. Plazmanitridálási kísérletek

A kísérleteket a BME Anyagtudomány és Technológia Tanszékén található laboratóriumi berendezésen végeztük el, 42CrMo4 összetételű nemesíthető acélon. A próbatestek mérete $\varnothing 20 \times 6$ mm. A próbatestek felületét a darabolás után SiC szemcséjű csiszolópapíron csiszoltuk, majd 3 μm -es gyémántsuszpenzióval políroztuk. A polírozott felület a felületi érdesség változásának méréséhez elengedhetetlen.

A nitridáláshoz alkalmazott aktív ernyő ötvözetlen acélból készült, mérete $\varnothing 100 \times 85 \times 0,8$ mm. A perforáltságára vonatkozó értékek az 1. táblázatban láthatók a nitridálási körülményekkel együtt. A próbatestek minden esetben az aktív ernyő közepén helyezkedtek el, a tetejétől 35 mm-re. A hőmérsékletet K típusú termoelemmel mértük a próbatest alatti mintatartóban. Az állandó hőmérséklet a feszültséggel állítható, amely függ a háló telítettségétől.

1. táblázat: Plazmanitridálási körülmények

Minta	Lyuk (mm)	Telítettség (%)	Fesz. (V)	Áram. (I)	Hőm. (°C)	Idő (óra)	Nyomás (mbar)	Gáz keverék
d4,5	$\varnothing 4,5$	50	430	1				
d8	$\varnothing 8$	61	468	1				
d12	$\varnothing 12$	50	485	0,9				
d25	$\varnothing 25$	61	540	0,8				

A keménységmérést Vickers-mikrokeménységméréssel végeztük el 0,01 N terhelés mellett. A keresztcsiszolatokon a rétegvastagság-mérés pásztázó elektronmikroszkóppal készült, valamint a felületi érdességet Veeco atomierő-mikroszkóppal mértük. Utóbbi esetben $2 \times 2 \mu\text{m}$ és $10 \times 10 \mu\text{m}$ területeket vizsgáltunk. Az ISO 25178-2:2012 szabvány alapján a felületi érdességet és a hullámosságot az (1)–(3) képlet alapján számoltuk [9]. A felületen kialakult szemcseméretet Gwyddion 2.36 szoftver segítségével határoztuk meg.

$$S_a = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N |\eta_i| \quad (1)$$

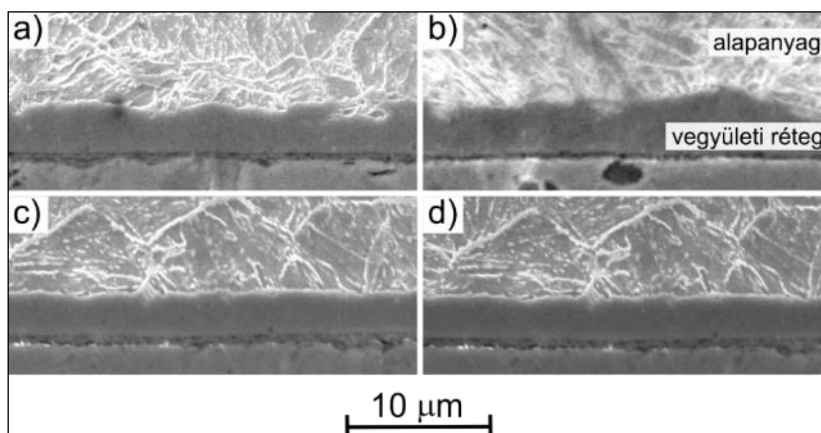
$$S_q = \sqrt{\frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \eta_i^2} = \mu_2^{1/2} \quad (2)$$

$$S_{sk} = \frac{\frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \eta_i^3}{\left(\frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \eta_i^2\right)^{3/2}} = \frac{\mu_3}{\mu_2^{3/2}} \quad (3)$$

3. A vizsgálati eredmények és kiértékelésük

3.1. Rétegvastagság-mérés

A felületen képződött, 2 %-os Nital marószerral láthatóvá tett vegyületi réteg az 1. ábrán, a rétegvastagsága pedig a 2. táblázatban látható.



2. ábra: Különböző lyukátmérővel nitridált minták keresztcsiszolati képe.
a) d4,5; b) d12; c) d8; d) d25

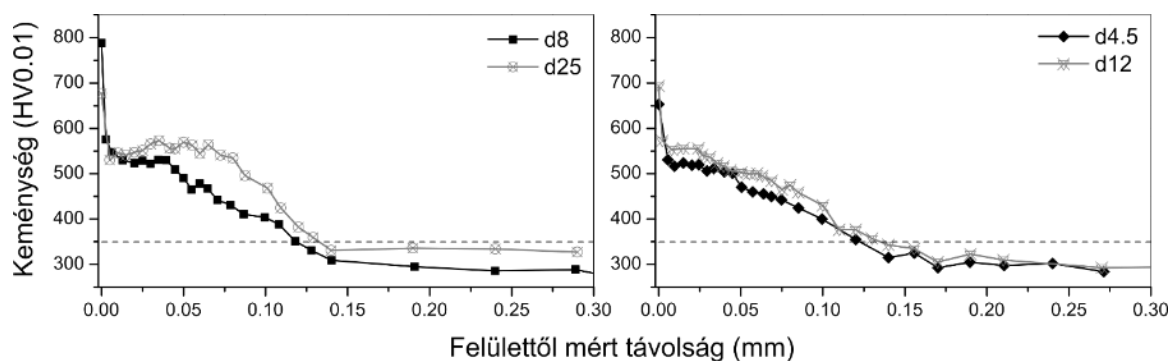
2. táblázat: A vegyületi réteg vastagsága

Minta	Telítettség (%)	Rétegvastagság (µm)
d4.5	50	3,6
d8	61	3,5
d12	50	4,0
d25	61	3,4

Az átlagos rétegvastagság 3–4 µm közötti. Ahogyan a táblázatból is látszik, a vegyületi réteg vastagsága inkább a telítettséggel korrelál. A legvastagabb réteg az 50 %-os telítettségű ernyőnél keletkezett. Megfigyelhető, hogy azonos telítettségen belül, különböző lyukátmérőnél a rétegvastagság eltér.

3.2. Keménységmérés

A keménységlefutási görbék a 2. ábrán láthatók. A szaggatott vonal jelzi a diffúziós zóna határát, melyet az ISO 18203:2016 szabvány szerint az anyag alapkeménysége + 50HV értékhez vettünk fel. A maximális keménységek és a diffúziós zónák nagyságát a 3. táblázat tartalmazza.



3. ábra: Keménységlefutási görbék a különböző lyukátmérővel nitridált próbatesteknél

3. táblázat: Maximális keménységi értékek és a diffúziós zónák nagysága

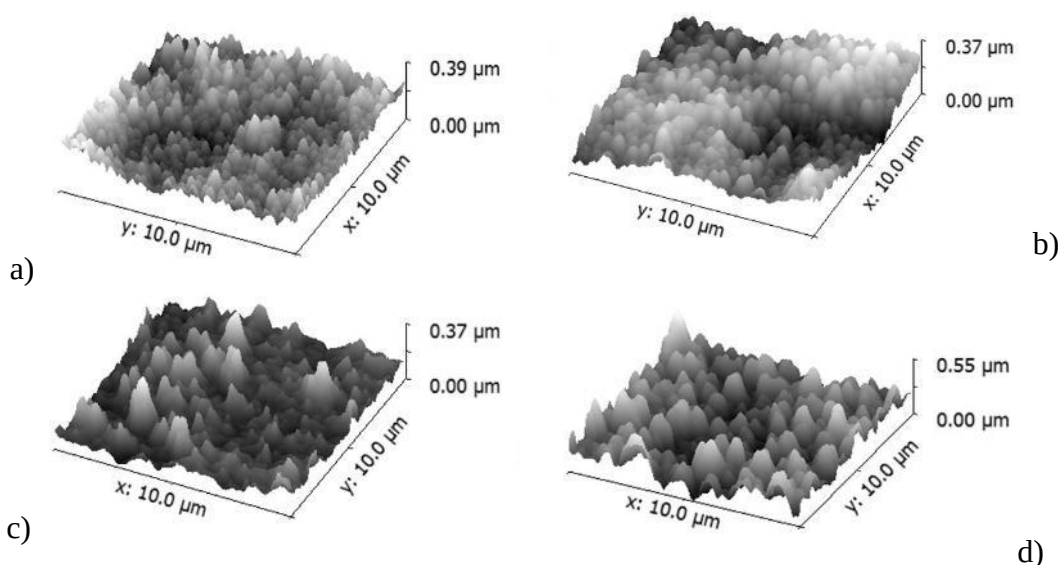
Minta	Max. keménység (HV)	Diffúziós zóna (μm)
d4.5	653	120
d8	788	118
d12	693	132
d25	677	130

A maximális keménységek eltérő eredményeket mutatnak mind a lyukátmérőre, mind az ernyő telítettségére nézve. Ezzel szemben a diffúziós zónánál látható, hogy azonos telítettségű értéken belül nagyobb lyukátmérővel, nagyobb diffúziós zóna érhető el. 50 %-os telítettségénél a görbék jellege szinte ugyanolyan, míg a 61 %-os telítettségénél teljesen eltérő.

3.3. Felületi érdesség

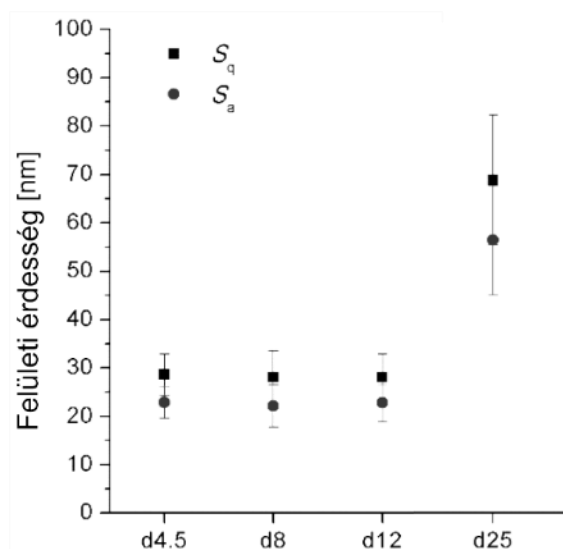
A 3. ábrán látható a felületen kialakult szemcsék AFM-topogramja $10 \times 10 \mu\text{m}$ -es felbontás mellett. A kialakult struktúra eltér a különböző mintáknál. Egyenletesnek mondható szemcseszerkezet látható az 50 %-os telítettségű ernyővel készült mintáknál, valamint láthatók kiemelkedő csúcsos és emellett völgyes szerkezet, a 61 %-os telítettségénél.

A nitridálás okozta felületmódosítás miatt előzetesen egy polírozott minta felületi érdességét is megvizsgáltuk. A nitridált minták felületi érdessége a polírozotthoz képest 30–70-szeres növekedést mutatott, nagyban függve a lyukátmérőtől. Az átlagosan kialakult 3–4 μm -es réteghez képest, a felületen kialakult részecskeméret-különbségek csupán 150–250 nm-esek, tehát ez a rétegvastagság kevesebb mint 10 %-át érinti.



4. ábra: Atomerő-mikroszkóppal készített 3D felületi képek a különböző lyukátmérőjű aktív ernyővel készített minták felületéről, a d4,5 (a); d12 (b); d8 (c); d25 (d) jelű mintán

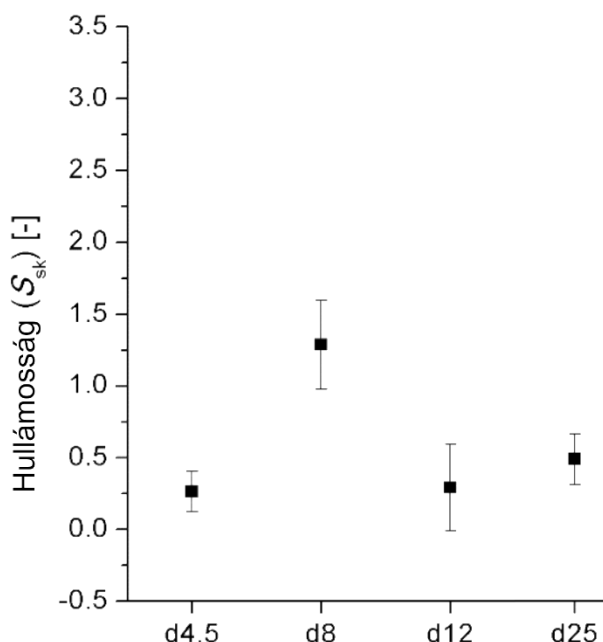
A mennyiségi elemzéseket a 4. ábra mutatja. A felületi érdesség kezdetben kevésbé, majd a d12-es minta után megugrik. A legnagyobb értéket a d25-ös mintánál mértük. Ez alapján levonható az a következtetés, hogy a felületi érdesség érzékenyebb a lyukátmérőre, mint az ernyő telítettségére.



5. ábra: A felületi érdesség (S_a , S_q) jellemzői a különböző jelű mintákon mérve

Mivel a felületen kialakult szemcsék között a csúcsok és a völgyek miatt nagy eltérések vannak, ezért hasznos információként szolgál a felület hullámosságának vizsgálata, amelynek eredményei az 5. ábrán láthatók. Általában az egyenletes felületek hullámossága 0-hoz közelít, a mélyedésekkel teli felület negatív tartományba, míg a kiemelkedések, csúcsok pozitív tartományba esnek, ami a mi méréseinkre is igaz.

Megfigyelhető, hogy az 50 %-os telítettségénél, mindkét lyukátmérő mellett a felületi érdesség is és a hullámosság is azonos, amíg a 61 %-os telítettség mellett ez nem mondható el. A d8-as jelű mintán a hullámosság nagyobb, ami azt jelenti, hogy kiugró csúcsok jelentek meg a felületen, ami a 3. ábrán is látható. Azonban ezek a nagyobb csúcsok egyensúlyban vannak a kisebb csúcsokkal, ami a felületi érdességet az átlagolás miatt lecsökkenti, így az egyenletesebb részecskeeloszlású d25-ös minta felületi érdessége nagyobb lesz.



6. ábra: A hullámosság (S_k) értékei a különböző jelű mintákon mérve

4. Összefoglalás

A lyukátmérő és az aktív ernyő telítettsége két meghatározó tényező a plazmanitridált réteg tulajdonságaira nézve. Az eredményekből megállapítható, hogy a nitridált réteg vastagsága elsősorban a telítettségtől függ. Az atomierő-mikroszkóppal végzett mérések azt mutatják, hogy a felületi érdesség nő a lyukátmérő növelésének függvényében, míg a felület hullámosságát a telítettség befolyásolja. A keménységmérés nem korreláltható egyik technológiai változóval sem.

Köszönetnyilvánítás



A kutatómunka az Emberi Erőforrások Minisztériuma ÚNKP-18-3 kódszámú Új Nemzeti Kiválóság Program támogatásával készült. Továbbá köszönettel tartozunk a Richter Gedeon Talentum Alapítványnak, Kovács Dorina kutatómunkájához való hozzájárulásért.

Szakirodalmi hivatkozások

- [1] S.B. Andrea, K.B. Mária, M.B. Mária, *Nitridálás – korszerű eljárások és vizsgálati módszerek Miskolc, Miskolci Egyetem, Miskolc, 2012.*
- [2] A. Nishimoto, A. Tokuda, K. Akamatsu, *Effect of Through Cage on Active Screen Plasma Nitriding Properties, Mater. Trans. 50 (2009) 1169–1173.*
- [3] A. Nishimoto, T. Matsukawa, H. Nii, *Effect of Screen Open Area on Active Screen Plasma Nitriding of Austenitic Stainless Steel, ISIJ Int. 54 (2014) 916–919.*
- [4] R.R.M. de Sousa, F.O. de Araújo, K.J.B. Ribeiro, M.W.D. Mendes, J.A.P. da Costa, C. Alves, *Cathodic cage nitriding of samples with different dimensions, Mater. Sci. Eng. A. 465 (2007) 223–227.*
- [5] M. Naeem, M. Shafiq, M. Zaka-ul-Islam, N. Nawaz, J.C. Díaz-Guillén, M. Zakaullah, *Effect of cathodic cage size on plasma nitriding of AISI 304 steel, Mater. Lett. 181 (2016) 78–81.*
- [6] A. Nishimoto, K. Nagatsuka, R. Narita, H. Nii, K. Akamatsu, *Effect of the distance between screen and sample on active screen plasma nitriding properties, Surf. Coatings Technol. 205 (2010) 8–11.*
- [7] Q. Wang, L. Zhang, H. Shen, *Microstructure analysis of plasma nitrided cast/forged CoCrMo alloys, Surf. Coatings Technol. 205 (2010) 2654–2660.*
- [8] P. Corengia, G. Ybarra, C. Moina, A. Cabo, E. Broitman, *Microstructural and topographical studies of DC-pulsed plasma nitrided AISI 4140 low-alloy steel, Surf. Coatings Technol. 200 (2005) 2391–2397.*
- [9] A. Bonyár, *AFM characterization of the shape of surface structures with localization factor, Micron. 87 (2016) 1–9.*