

PROTIOBRABNE LASTNOSTI JEKLA 42CrMo4, NITRIRANEGA V PLAZMI IN PREKRITEGA S TRDO ZAŠČITNO PREVLEKO

WEAR PROPERTIES OF PLASMA NITRIDED AND HARD COATED 42CrMo4 STEEL

**Bojan Podgornik¹, Jože Vižintin¹, Vojteh Leskovšek², Olle Wänstrand³,
Mats Larsson³, Sture Hogmark³**

¹Center za tribologijo in tehnično diagnostiko, Bogiščeva 8, 1000 Ljubljana, Slovenija

²Inštitut za kovinske materiale in tehnologije, Lepi pot 11, 1000 Ljubljana, Slovenija

³The Ångström Laboratory, Uppsala, Sweden

Prejem rokopisa - received: 1999-11-22; sprejem za objavo - accepted for publication: 1999-12-20

V okviru našega dela smo raziskali tribološke lastnosti jekla 42CrMo4, nitriranega v plazmi in prekrita s dvema različnima zaščitnima prevlekama (TiN in TiAlN). Pred tribološkimi preizkusi smo z metalografijo, elektronsko in optično mikroskopijo, z merjenjem mikrotvdote in topografije površine ter oprijemljivosti prevlek ovrednotili kontaktno tehnično površino. Tribološke preizkuse smo opravili na napravi valjček-disk pri suhem drsenju. Za ugotovitev vpliva nitriranja, njegove globine in spojinske plasti na tribološke lastnosti kompozita prevleka-podlaga smo trdi zaščitni prevleki nanесли na kaljeno jeklo kakor tudi na jeklo, nitrirano v plazmi. Samo nitriranje v plazmi pa je bilo izvedeno pri dveh različnih okoliščinah, v atmosferi z zelo nizko vsebnostjo dušika ter v klasični atmosferi z 25%N₂. Rezultati kažejo, da v primerjavi s kaljenjem plazemsko nitriranje jekla 42CrMo4 izboljša protiobrabno odpornost nanesenih trdih zaščitnih prevlek. Čeprav so predhodne raziskave pokazale negativen vpliv spojinske plasti, pa natančno vodeno plazemsko nitriranje omogoča nastanek homogene spojinske plasti s pozitivnim učinkom na protiobrabne lastnosti plazemsko nitriranega jekla 42CrMo4, prekrita s trdo zaščitno prevleko.

Ključne besede: nitriranje v plazmi, jeklo, trde zaščitne prevleke, drsenje, obraba

In our study samples made of 42CrMo4 steel pre-treated by plasma nitriding and coated by two different PVD coatings (TiN and TiAlN) were investigated with respect to the microhardness, surface roughness, scratch adhesion and the dry sliding wear resistance. Wear tests in which duplex treated pins were mated to hardened ball bearing steel discs were performed on pin-on-disc machine. To examine the influence of nitrided zone on the performance of coating-substrate composite coatings were deposited on hardened as well as on plasma nitrided samples nitrided under two different nitriding conditions; in conventional 25%N₂ and in N₂ poor gas mixture. Results show that compared to hardening plasma nitriding improves sliding wear resistance of hard coated 42CrMo4 steel. Although previous investigations showed a negative effect of the compound layer, it was found that a precisely controlled plasma nitriding process can lead to a dense, uniform and well-adherent compound layer with a positive effect on the wear properties of pre-nitrided and hard-coated AISI 4140 steel.

Key words: plasma nitriding, steel, hard coatings, dry sliding, wear

1 UVOD

Mehanski sistemi delujejo v vedno težjih razmerah, zato so kontaktne tehnične površine izpostavljene vedno večjim tribološkim obremenitvam. Za povečanje obrabne odpornosti tehnične površine kovinskih materialov se uporabljajo različne kemotermične obdelave^{1,2} kakor tudi postopki nanašanja trdih zaščitnih prevlek³. Ker so trde keramične prevleke zelo tanke, debeline nekaj mikrometrov, mora podlaga nositi večino obremenitve, medtem ko prevleka izboljšuje tribološke lastnosti. Če podlaga ni dovolj toga, nastane plastična deformacija le-te, ki lahko plastično deformira prevleko in jo s tem predčasno poškoduje^{4,5}. V zadnjih letih je bila velika pozornost posvečena raziskavam dupleks postopkov priprave tehnične površine, ki združujejo kemotermično obdelavo podlage in nanos trde zaščitne prevleke⁶. Predvideva se, da ta tehnologija, ob pravilnem nadzoru in kombinaciji posameznih postopkov, povečuje nosilno sposobnost prevleke, poleg tega pa izboljšuje tudi

temperaturno in obrabno odpornost ter odpornosti na utrujanje⁷⁻¹⁰.

V tem prispevku so prikazani rezultati tribološkega vedenja jekla 42CrMo4, nitriranega v plazmi in prekrita s trdo zaščitno prevleko, pri čemer je bil raziskan tako vpliv vrste toplotne obdelave podlage kakor tudi parametrov nitriranja.

2 EKSPERIMENT

Za raziskavo triboloških lastnosti jekla 42CrMo4, nitriranega v plazmi in prekrita s trdo zaščitno prevleko smo uporabili napravo "valjček-disk". Tribološke lastnosti so bile določene pri drsni hitrosti 1 ms⁻¹ ter obremenitvi 60N, pri čemer je bil čas preizkušanja 17 minut, kar ustreza drsni poti 1000 m. Koeficient trenja smo merili med preizkusom, medtem ko je bila obraba valjčkov izmerjena po njem. Vsi preizkusi so bili izvedeni brez mazanja, ob relativni

Preglednica 1: Uporabljeni kemotermični postopki in njihovi parametri

Postopek		Medij	Temp. [°C]	Tlak [kPa]	Čas [h]	Debelina difuzijske plasti [μm]	Debelina spojinske plasti [μm]
Nitriranje v plazmi	A	75%H ₂ -25%N ₂	540	0,289	28	550	5
	B	99,4%H ₂ -0,6%N ₂	540	0,254	17	300	0
Kaljenje	C	olje	870/250	-	2/1	-	-

Preglednica 2: Povprečne vrednosti trdote površine jekla 42CrMo4 po kemotermični obdelavi in nanosu trde prevleke

Postopek		Mikrotrdota			Nanotrđota			
		Trdota površine HV _{0,5}			Trdota [GPa]		Modul elastičnosti [GPa]	
		Podlaga	TiN	TiAlN	TiN	TiAlN	TiN	TiAlN
Nitriranje v plazmi	A	935	1725	1970	28±2	31±3	386±26	407±37
	B	705	1690	1950				
Kaljenje	C	610	1300	1570				

vlažnosti okoliškega zraka ~50% in sobni temperaturi ~20°C.

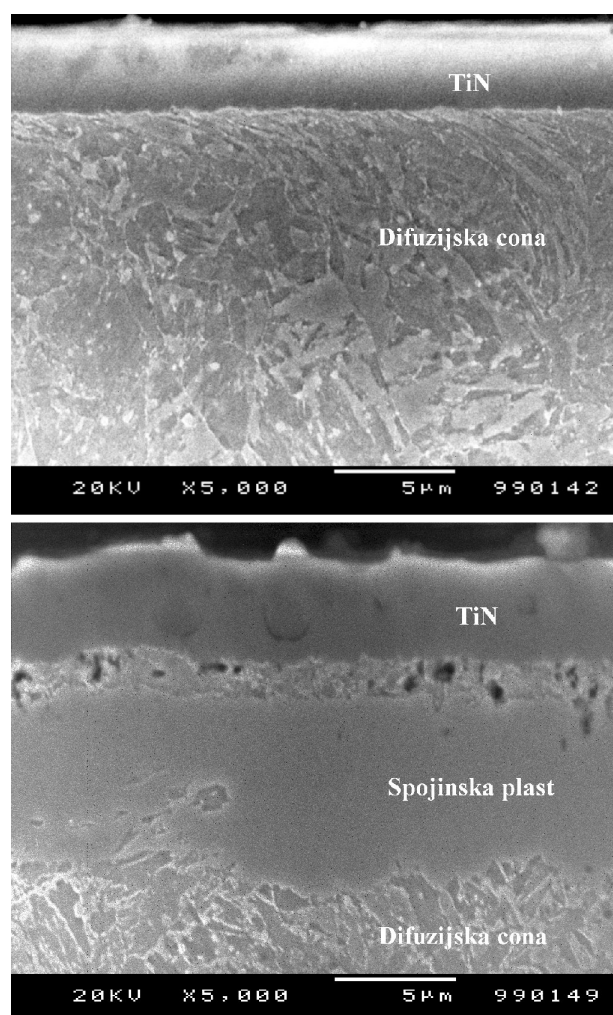
Valjčki so bili izdelani iz komercialnega jekla 42CrMo4, poboljšani na trdoto 300HV ter brušeni na stopnjo hrapavosti N5, čemur je sledilo oplemenitenje površine z uporabo "duplex"-tehnologije. Oplemenitenje površine valjčkov je bilo izvedeno v dveh korakih. V prvem so bili valjčki nitrirani v plazmi pri dveh različnih pogojih nitriranja, **preglednica 1**. Kot referenca in primerjava pri postopkih nitriranja je bilo uporabljeno kaljenje. V drugem koraku je bila z uporabo vakuumskega nanašanja iz parne faze na kemotermično pripravljeno površino, katere lastnosti so opisane v predhodno objavljeni raziskavi¹¹, nanesena prevleka TiN oz. TiAlN debeline 3 do 4 μm. Prevleki sta bili naneseni v podjetju Balzers Sandvik Coating AB po njihovem lastnem postopku BALINIT® (TiN - A in TiAlN - FUTURA). Protielementi valjčkom, diski, so bili izdelani iz jekla 90MnCrV8, kaljeni na trdoto 700HV ter brušeni na stopnjo hrapavosti N5. Glavni razlog za izbiro kromovega jekla kot protimateriala je njegova široka uporaba za izdelavo strojnih delov.

3 REZULTATI IN DISKUSIJA

3.1 Lastnosti površine

Mikrostrukturalna analiza je pokazala, da plazemsko nitriranje v plinski mešanici 99,4% H₂-0,6% N₂ (postopek B) povzroči nastanek zelo tanke (0 - 1 μm), neenakomerne spojinske plasti na površini difuzijske cone z debelino 0,3 mm, **slika 1a**. V primeru plazemskega nitriranja v plinski mešanici 75% H₂-25% N₂ (postopek A) pa je poleg debelejšje difuzijske cone (0,55 mm), na površini opazna tudi bolj enakomerna in debelejšja spojinska plast (debelina ~5 μm), **slika 1b**. Ne glede na kemotermično pripravo podlage, pa imata obe prevleki (TiN in TiAlN) stebričasto strukturo.

Nitriranje v plazmi je utrdilo površino, pri čemer se je trdota površine jekla 42CrMo4 s 300HV povečala na



Slika 1: Mikrostruktura jekla 42CrMo4, nitriranega v plazmi (a) brez spojinske plasti in (b) z njo, prekritega s trdo zaščitno prevleko TiN

Figure 1: Microstructure of TiN coated pre-nitrated 42CrMo4 steel (a) without and (b) with a compound layer

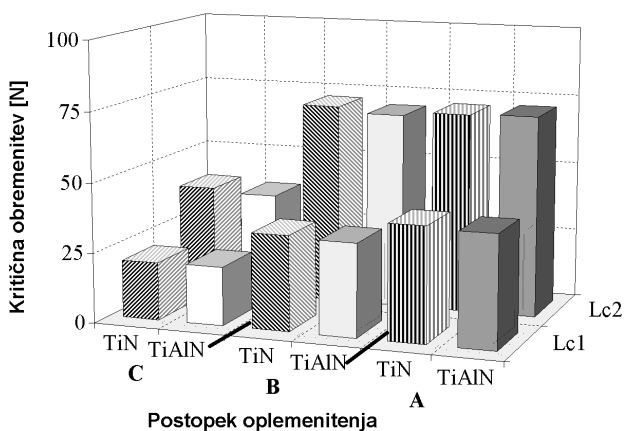
705HV po nitriranju v plinski mešanici 99,4% H₂-0,6% N₂ (postopek B) oz. na 935HV po nitriranju v plinski mešanici 75% H₂-25% N₂ (postopek A). V obeh primerih se zaradi difuzijske narave procesa nitriranja trdota materiala z globino zmanjšuje, dokler ne doseže trdote osnovnega materiala. Na drugi strani pa smo s kaljenjem istega jekla dosegli trdoto 610HV, in to po celotnem prerezu preizkušancev. Z nanosom trde zaščitne prevleke se je trdota tehnične površine še dodatno povečala, pri čemer ima v primerjavi s TiN TiAlN-prevleka tako večjo trdoto kakor tudi modul elastičnosti, ki sta bila določena z metodo merjenja globine odtisa¹², **preglednica 2**.

Analiza oprijemljivosti prevlek, narejena z metodo razenja na napravi podjetja CSEM¹³, je pokazala, da se v primeru kaljene podlage poškodba prevleke prične pri kritični obremenitvi 20N. Tako se je pri prevleki TiN kakor tudi TiAlN poškodba pričela v obliki razpok, ki so se širile od sredine raze proti njenemu robu, čemur je sledilo luščenje prevleke. Podoben mehanizem poškodbe prevleke je bil ugotovljen tudi pri podlagi nitrirani v plazmi, ki pa je zaradi boljše nosilne sposobnosti omogočala doseganje večjih kritičnih obremenitev, **slika 2**.

Pri nitriranih površinah velja pravilo, da spojinska plast poslabša oprijemljivost prevleke na podlago, zaradi česar je treba pred nanosom trde zaščitne prevleke spojinsko plast odstraniti^{7,10,14,15}. Rezultati analize oprijemljivosti prevlek pa so pokazali, da homogena spojinska plast, nastala pri natančno vodenem postopku nitriranja v plazmi, vedno ne vodi do poslabšanja oprijemljivosti trde zaščitne prevleke na podlago, **slika 2**.

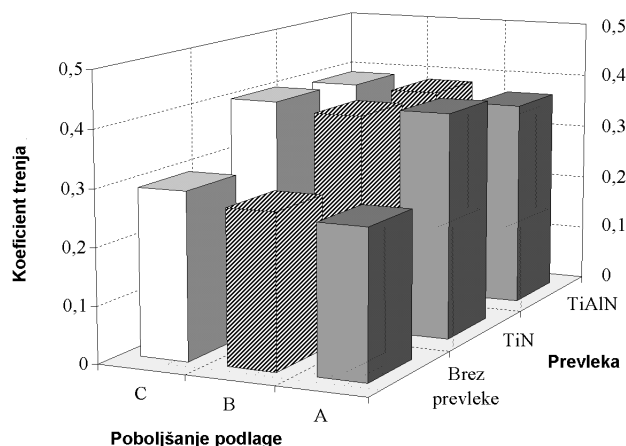
3.2 Tribološke lastnosti

Povprečna vrednost izmerjenega koeficienta trenja je v odvisnosti od uporabljenega kemotermičnega postopka poboljšanja podlage in nanese trde prevleke prikazana na **sliki 3**. Na podlagi rezultatov triboloških preizkusov je bilo ugotovljeno, da nitriranje v primerjavi s kaljenjem



Slika 2: Kritična obremenitev nastanka prve poškodbe (L_{c1}) in popolne odstranitve (L_{c2}) prevleke

Figure 2: Critical loads of the first failure (L_{c1}) and total removal (L_{c2}) of the coating

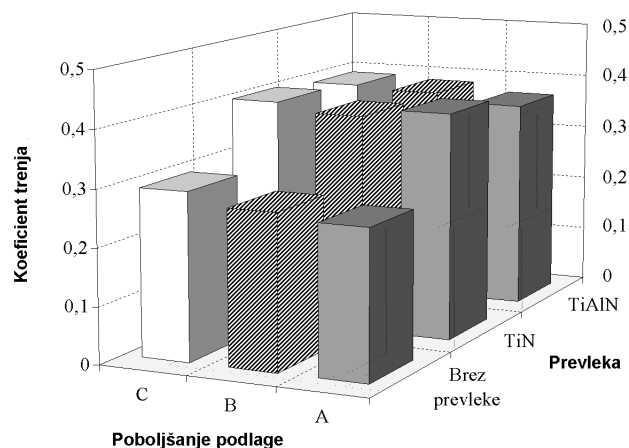


Slika 3: Povprečna vrednost koeficienta trenja v odvisnosti od postopka poboljšanja površine (**Preglednica 1**)

Figure 3: Average coefficient of friction as a function of surface treatment (**Table 1**)

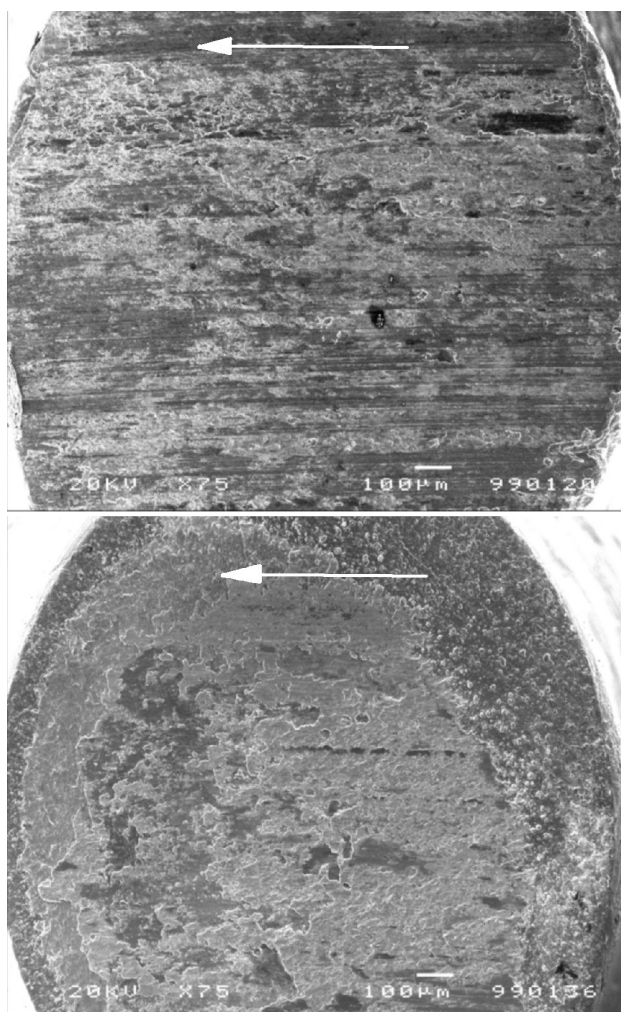
rahlo zniža koeficient trenja (**slika 3**), kar je v skladu z rezultati predhodnih raziskav¹¹. Nanos trde zaščitne prevleke TiN oz. TiAlN na predhodno kemotermično poboljšano podlago povzroči povečanje koeficienta trenja z vrednosti 0,3 na 0,4, pri čemer ni opazne razlike med obema uporabljenima prevlekama. Prav tako je bilo ugotovljeno, da so torne lastnosti jekla 42CrMo4, prekritega s trdo zaščitno prevleko, v glavnem neodvisne od uporabljenega postopka kemotermičnega poboljšanja podlage, **slika 3**.

Volumen obrabe valjčka je prikazan na **sliki 4**. Določili smo ga z merjenjem spremembe dolžine valjčkov po drsnem preizkusu, pri čemer je bila obraba diska zaradi izredno majhnih vrednosti zanemarljiva. V primerjavi s kaljenjem je nitriranje v plazmi v plinski mešanici z nizko vsebnostjo dušika (postopek B) izboljšalo protiobrabno odpornost valjčka. S **slike 4** je prav tako razvidno, da nitriranje v plinski mešanici 75%



Slika 4: Volumen obrabe poboljšane valjčka v odvisnosti od postopka poboljšanja površine (**Preglednica 1**)

Figure 4: Wear volume of the pin as a function of surface treatment (**Table 1**)



Slika 5: Obrabljena površina (a) kaljenega jekla 42CrMo4 in (b) nitriranega v plazmi (postopek A), prekrita s trdo zaščitno prevleko TiN

Figure 5: Worn surfaces of TiN coating deposited on (a) hardened and (b) plasma nitrided (treatment A) 42CrMo4 steel

H₂-25% N₂ (postopek A), ki povzroči nastanek enakomerne spojinske plasti, močno poslabša protiobrabno odpornost raziskovanega jekla. Ugotovljeno je bilo, da se spojinska plast zaradi svoje krhke strukture prične drobiti, pri čemer pride do nastanka trdih abrazivnih delcev in posledično do povečane obrabe¹¹.

Z nanosom trde zaščitne prevleke TiN ali TiAlN se je obraba valjčka še dodatno zmanjšala, pri čemer ni bilo moč opaziti nobene bistvene razlike med obema uporabljenima prevlekama, **slika 4**. Volumen obrabe valjčka, prekrita s trdo zaščitno prevleko, pa je bil močno odvisen od kemotermične priprave podlage. V primerjavi s kaljenjem je nitriranje v plazmi močno zmanjšalo obrabo jekla 42CrMo4, prekrita s trdo zaščitno prevleko. Izboljšanje obrabne odpornosti je moč pripisati predvsem odlični nosilni sposobnosti podlage, nitrirane v plazmi, ki je posledica njene višje trdote¹⁶. Najboljša obrabna odpornost raziskovanega jekla pa je

bila dosežena, ko je bila na nitrirani površini spojinska plast. Ugotovljeno je bilo, da homogena spojinska plast deluje kot vmesna trda plast, ki zniža gradient napetosti in trdote med podlago in prevleko in tako izboljša nosilne sposobnosti kompozita.

Pri kemotermično poboljšanem jeklu 42CrMo4 brez nanosene trde prevleke je prevladujoč obrabni mehanizem utrujanje površine in adhezija¹¹, ki nastopi kot posledica tornega segrevanja v tribološkem kontaktu¹⁷. Nanos trde zaščitne prevleke z visoko obrabno odpornostjo^{3,8,16}, ki deluje kot temperaturna prepreka, pa preprečuje rekristalizacijo in s tem zmečanje podlage, kar vodi do odličnih triboloških lastnosti kompozita. Kljub vsemu pa ima izbira kemotermičnega poboljšanja podlage odločilno vlogo. Tako je v pri kaljeni podlagi, kjer imata prevleki TiN in TiAlN najslabšo oprijemljivost (**slika 2**), opazna najslabša obrabna odpornost površine, **slika 4**. Na kontaktni površini je prišlo do popolne odstranitve prevleke in adhezijske obrabe podlage, **slika 5a**. Pri jeklu, nitriranem v plazmi in prekritem s trdo zaščitno prevleko TiN ali TiAlN, pa se stopnja obrabe zmanjša, pri čemer je prevladujoč obrabni mehanizem razslojevanje prevleke¹⁸ in abrazija površine, **slika 5b**.

4 SKLEPI

V primerjavi s kaljenjem nitriranje v plazmi izboljša tribološke lastnosti jekla 42CrMo4. Protiobrabno odpornost raziskovanega jekla pa je moč z nanosom trde zaščitne prevleke še dodatno izboljšati.

Odlična protiobrabna odpornost jekla 42CrMo4, nitriranega v plazmi in prekrita s trdo zaščitno prevleko, je posledica povišane trdote podlage, ki izboljša njeno nosilnost ter med obratovanjem zniža napetosti v prevleki.

Z natančnim vodenjem postopka nitriranja v plazmi dosežemo nastanek homogene spojinske plasti, ki zniža gradient napetosti in trdote med podlago in prevleko, kar privede do odlične protiobrabne odpornosti kemotermično poboljšanega jekla, prekrita s trdo zaščitno prevleko.

5 LITERATURA

- ¹ H. Kato, T. S. Eyre and B. Ralph, *Surface Engineering*, 10 (1994) 65
- ² T. Lampe, S. Eisenberg and G. Lauden, *Surface Engineering*, 9 (1993) 69
- ³ K. H. Habig, *Tribology International*, 22 (1989) 65
- ⁴ A. Matthews, K. Holmberg and S. Franklin, *Thin Films in Tribology - Tribology Series*, 25 (1993) 429
- ⁵ K. Holmberg, H. Ronkainen and A. Matthews, *Thin Films in Tribology - Tribology Series*, 25 (1993) 399
- ⁶ T. Bell, *Industrial Lubrication and Technology*, 44 (1992) 3
- ⁷ K. T. Rie and E. Broszeit, *Surface and Coatings Technology*, 76-77 (1995) 425
- ⁸ C. Quaeys, M. Kerkhofs, L.M. Stals and M. Van Stappen, *Surface and Coatings Technology*, 80 (1996) 181
- ⁹ T. Bell, H. Dong and Y. Sun, *Tribology International*, 31 (1998) 127

- ¹⁰ H. J. Spies, B. Larisch and K. Hoeck, *Surface Engineering*, 11 (1995) 319
- ¹¹ B. Podgornik, J. Vižintin and V. Leskovšek, *COST 516 Symposium*, 14-15 May, Espoo, Finland, 1998
- ¹² W. C. Oliver and G. M. Pharr, *Journal of Materials Research*, 7 (1992) 1564
- ¹³ LSRH-REVESTEST, Gebrauchsanleitung zur LSRH Kratz-Test Apparatur, CSEM Neuchatel, Suisse, 1981
- ¹⁴ H. J. Spies and K. Holeck, *Surface and Coatings Technology*, 60 (1993) 441
- ¹⁵ K. Hock, H. J. Spies, B. Larisch, G. Leonhardt and B. Buecken, *Surface and Coatings Technology*, 88 (1996) 44
- ¹⁶ Y. Sun and T. Bell, *Trans. Inst. Metal Finishing*, 70 (1992) 38
- ¹⁷ K. H. Zum Gahr, *Microstructure and Wear of Materials - Tribology Series*, 10, Elsevier, 1987
- ¹⁸ N. P. Suh, *Tribophysics*, Prentice-Hall, New Jersey, 1986