

Profil porazdelitve zaostalih napetosti v nitriranem orodnem jeklu

Bojan POGORNIK, Vojteh LESKOVŠEK

Izvleček: Zaostale napetosti se pojavljajo v inženirskih komponentah kot posledica izdelovalnega procesa, lahko pa jih vnašamo tudi namerno s postopki inženiringa površine. V primeru preoblikovalnih orodij in dinamično obremenjenih strojnih elementov sta še posebej pomembna postopka nitriranja in nitrocementacije, ki z generiranjem tlačnih zaostalih napetosti izboljšujeta lastnosti površine, kot so obrabna in korozijska odpornost ter odpornost na utrujanje.

Poznavanje vrednosti, predvsem pa porazdelitve zaostalih napetosti v inženirskih komponentah je ključnega pomena za razvoj in kontrolo kvalitete izdelkov kakor tudi za natančno napoved odpornosti elementov na utrujanje. Če so maksimalne tlačne zaostale napetosti v območju koncentracije Hertzevih kontaktnih napetosti, bodo le-te znatno izboljšale odpornost površine na utrujanje. Za določitev polja zaostalih napetosti zato potrebujemo zanesljive metode, pri čemer pa ima vsaka tehnika merjenja zaostalih napetosti svoje omejitve.

Cilj predstavljenega dela je bil povezati porazdelitev zaostalih napetosti v nitriranem in nitrocementiranem orodnem jeklu s profilom porazdelitve mikrotrdote. S tem smo želeli ugotoviti, ali je možno relativno enostaven parameter, kot je mikrotrdota oz. njena porazdelitev z globino, uporabiti za napoved lege maksimalnih zaostalih napetosti in na ta način optimizirati parametre nitriranja za dane kontaktne pogoje.

Ključne besede: zaostale napetosti, mikrotrdota, modeliranje, nitriranje, nitrocementacija

1 Uvod

V inženirskih komponentah se zaostale napetosti pojavljajo kot posledica lokalnih volumskih sprememb v materialu, ki lahko nastopijo zaradi termične ekspanzije, plastične deformacije ali fazne transformacije [1]. Zaostale napetosti se tako pogosto pojavljajo med samo izdelavo komponent s postopki, kot so struženje, frezanje, kovanje, varjenje itd. [2, 3]. Zaostale napetosti pa lahko vnašamo tudi namerno kot del postopka priprave površine, kamor spadajo

postopki peskanja, hladne ekspanzije ali kemotermične obdelave. Na ta način v površinski sloj uvajamo tlačne zaostale napetosti, ki se nato uprejo Hertzevim cikličnim obremenitvam [4]. Določitev vrednosti in porazdelitve zaostalih napetosti je tako ključnega pomena za razvoj in kontrolo komponent, predvsem pa za natančno napoved odpornosti površine na utrujanje [5–7].

V primeru orodnih in konstrukcijskih jekel sta nitriranje in nitrocementacija kemotermična postopka, ki igrata izjemno pomembno vlogo pri inženiringu oz. pripravi kontaktnih površin. Najpomembnejše prednosti so močno izboljšana obrabna in korozijska odpornost površine ter odpornost na utrujanje [8, 9]. Med postopkom nitriranja ali nitrocementacije se na površini elementa tvori relativno

debela difuzijska plast in tanka spojinska plast. Spojinska plast, ki jo mehansko podpira spodaj ležeča difuzijska plast, izboljša obrabne lastnosti površine in odpornost na zajedanje, medtem ko difuzijska plast izboljša nosilnost elementa in odpornost na utrujanje [10, 11]. Pri tem je stopnja izboljšanja odvisna od strukture površine, predvsem od globine nitriranja ter nivoja zaostalih napetosti [12]. Raziskave so pokazale, da pri nitriranih jeklih odpornost na utrujanje narašča s povečevanjem globine nitriranja in vrednosti tlačnih zaostalih napetosti [5–7, 12], katerih maksimum bi moral biti lociran v področju koncentracije Hertzevih kontaktnih napetosti [13, 14]. Za optimizacijo parametrov kemotermične obdelave površine je tako nujno poznavanje polja zaostalih napetosti v materialu.

Izr. prof. dr. Bojan Podgornik, univ. dipl. inž.,
prof. dr. Vojteh Leskovšek, univ. dipl. inž., Inštitut za kovinske materiale in tehnologije, Ljubljana

Za meritev zaostalih napetosti obstajajo različne metode [15], ki zajemajo mehanske ali destruktivne metode, metode na osnovi rentgenskih žarkov ali nevtronov ter akustične in magnetne metode. Seveda ima vsaka od teh tudi svoje omejitve, pa naj si bo to zaradi destruktivnosti, dolgotrajnosti, neprenosljivosti, globine ali natančnosti. Na drugi strani pa se je izkazalo, da je tlačna odpornost nitriranih jekel v sorazmerju s trdoto površine [16].

Zatorej je bil cilj predstavljenega dela raziskati povezavo med porazdelitvijo zaostalih napetosti in mikrotrdoto v nitriranem in nitrocementiranem orodnem jeklu in ugotoviti možnosti uporabe relativno enostavnega merjenja porazdelitve mikrotrdote za napoved porazdelitve zaostalih napetosti in s tem optimizacijo parametrov kemotermične obdelave za dane kontaktne pogoje.

■ 2 Eksperimentalni podatki

2.1 Priprava preizkušancev

V raziskavi je bilo uporabljeno komercialno orodno jeklo za delo v vročem AISI H11 (electro-slag remelted – ESR) s sledečo nazivno kemijsko sestavo: (wt. %) 0,39 % C, 0,34 % Mn, 1,07 % Si, 0,013 % P, 4,93 % Cr, 1,26 % Mo, 0,35 % V. Vzorci premera 25 mm in dolžine 75 mm so bili vakuumsko toplotno obdelani pri tlaku 0,5 MPa (N_2) in parametru ohlajanja $\lambda_{800-500}$ 8,11 °C/sek. Po predgrevanju na 850 °C je sledilo segrevanje na temperaturo avstenitizacije (1000 °C; 10 °C/min), po 30 minutah plinsko gašenje na 100 °C in nato dvojno štirirno popuščanje pri 540 °C in 585 °C.

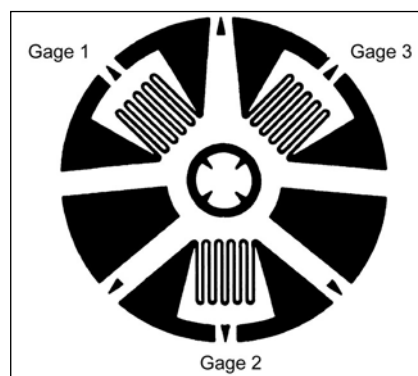
Vakuumsko toplotno obdelani vzorci so bili nadalje mehansko obdelani ($\varnothing$ 25 mm x 15 mm) in izpostavljeni kemotermičnim postopkom v napravi Metaplas Ionon HZIW 600/1000. Nitriranje v plazmi pri 480 °C in 540 °C ter nitrocementacija pri 580 °C so bili izvedeni pri štirih različnih časih, podrobnosti kemotermičnih postopkov pa so podane v preglednici 1.

Preglednica 1. Parametri kemotermičnih postopkov

	Proces	Pulz [kHz]	Plinska mešanica	Tlak [hPa]	Nap. [V]	Temp. [°C]	Čas [h]
A1	Nitriranje v plazmi	2	75 % H_2 /25 % N_2	3,3	490	480	8
A2	Nitriranje v plazmi	2	75 % H_2 /25 % N_2	3,3	490	480	16
A3	Nitriranje v plazmi	2	75 % H_2 /25 % N_2	3,3	490	480	24
A4	Nitriranje v plazmi	2	75 % H_2 /25 % N_2	3,3	490	480	32
B1	Nitriranje v plazmi	2	75 % H_2 /25 % N_2	3,3	530	540	8
B2	Nitriranje v plazmi	2	75 % H_2 /25 % N_2	3,3	530	540	16
B3	Nitriranje v plazmi	2	75 % H_2 /25 % N_2	3,3	530	540	24
B4	Nitriranje v plazmi	2	75 % H_2 /25 % N_2	3,3	530	540	32
C1	Nitrocementacija	2	11 % H_2 /87 % N_2 /2 % CO_2	4,3	570	580	8
C2	Nitrocementacija	2	11 % H_2 /87 % N_2 /2 % CO_2	4,3	570	580	16
C3	Nitrocementacija	2	11 % H_2 /87 % N_2 /2 % CO_2	4,3	570	580	24
C4	Nitrocementacija	2	11 % H_2 /87 % N_2 /2 % CO_2	4,3	570	580	32

2.2. Meritev mikrotrdote in zaostalih napetosti

Meritev profila mikrotrdote je bila izvedena z napravo Fischerscope H100C in uporabo Vickersove metode ter obremenitve 0,02 N (~ 0,002 kg). Porazdelitev zaostalih napetosti pa smo izmerili z metodo vrtnja luknjice po standardu ASTM E 837 [17] in uporabo naprave HBM MTS3000. Metoda vrtnja luknjice temelji na merjenju deformacij površine, ki nastopijo pri sproščanju napetosti med vrtnjem luknjice premera do 2 mm v površino [18], in izračunu pripadajočih zaostalih napetosti. Za merjenje deformacij se uporablja posebna rozeta, sestavljena iz treh merilnih lističev, prikazana na sliki 1.



Slika 1. Merilna rozeta za merjenje zaostalih napetosti po metodi vrtnja luknjice

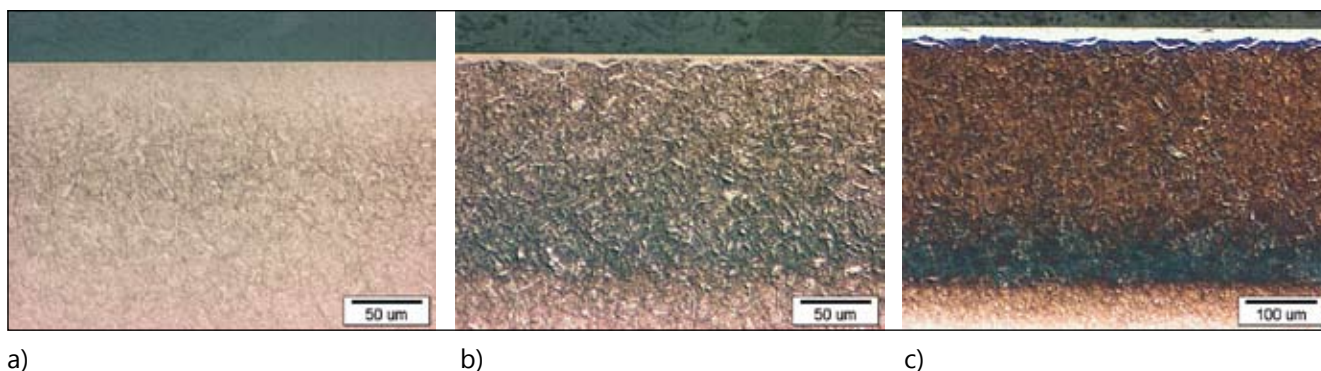
■ 3 Rezultati in diskusija

3.1 Mikrostruktura

Nitriranje v plazmi v plinski mešanici 75 % H_2 in 25 % N_2 in temperaturi nitriranja 480 °C je privedlo do nastanka zgolj difuzijske cone ali plasti (slika 2a), katere debelina je odvisna od časa nitriranja. Po 8 urah nitriranja v plazmi je bila debelina difuzijske cone enaka 109 μ m, po 16 urah 118 μ m, po 24 urah 120 μ m in po 32 urah 127 μ m. Povišanje temperature nitriranja na 540 °C je poleg debelejšje difuzijske cone povzročilo tudi nastanek γ' (Fe_4N) spojinske plasti, debeline do 6 μ m (slika 2b). Tudi uporaba nitrocementacije in višje temperature postopka (580 °C) privede do nastanka debelejšje difuzijske cone, debeline do 400 μ m, in relativno debele spojinske plasti (slika 2c), ki je v primeru nitrocementacije mešanica γ' in ϵ ($Fe_{2-3}(N,C)_{1-x}$) faze. Podaljšanje časa postopka pa v obeh primerih privede do povečanja debeline difuzijske in spojinske plasti. Rezultati so zbrani v preglednici 2.

3.2 Porazdelitev mikrotrdote

Profili porazdelitve mikrotrdote z globino so za nitrirano in nitrocementirano orodno jeklo za delo v vročem prikazani na slikah 3 in



Slika 2. Mikrostruktura orodnega jekla AISI H11 po (a) 32 urah nitiranja v plazmi pri 480 °C (A4), (b) 32 urah nitiranja v plazmi pri 540 °C (B4) in (c) 8 urah nitrocementacije pri 580 °C (C1)

Preglednica 2. Debelina spojinske in difuzijske plasti

Vzorec	Difuzijska plast [µm]	Spojinska plast [µm]	Sestava spojinske plasti
A1	109	–	–
A2	118	–	–
A3	120	–	–
A4	127	–	–
B1	115	3,5	$\gamma' (\text{Fe}_4\text{N})$
B2	150	5,5	$\gamma' (\text{Fe}_4\text{N})$
B3	260	4,5	$\gamma' (\text{Fe}_4\text{N})$
B4	260	5,7	$\gamma' (\text{Fe}_4\text{N})$
C1	320	16	$\gamma' (\text{Fe}_4\text{N}) + \varepsilon (\text{Fe}_{2-3}(\text{N,C})_{1-x})$
C2	320	19	$\gamma' (\text{Fe}_4\text{N}) + \varepsilon (\text{Fe}_{2-3}(\text{N,C})_{1-x})$
C3	370	19	$\gamma' (\text{Fe}_4\text{N}) + \varepsilon (\text{Fe}_{2-3}(\text{N,C})_{1-x})$
C4	410	20	$\gamma' (\text{Fe}_4\text{N}) + \varepsilon (\text{Fe}_{2-3}(\text{N,C})_{1-x})$

4. Nitiranje v plazmi pri 480 °C in 540 °C daje podobne vrednosti trdote površine ($\sim 1300 \text{ HV}_{0,1}$), medtem ko višja temperatura nitiranja vodi do večjih globin, kjer dosežemo trdoto osnovnega materiala. V primeru temperature nitiranja 480 °C dosežemo trdoto osnovnega materiala na globini 75–150 µm in pri 540 °C na globini 120–250 µm, pri

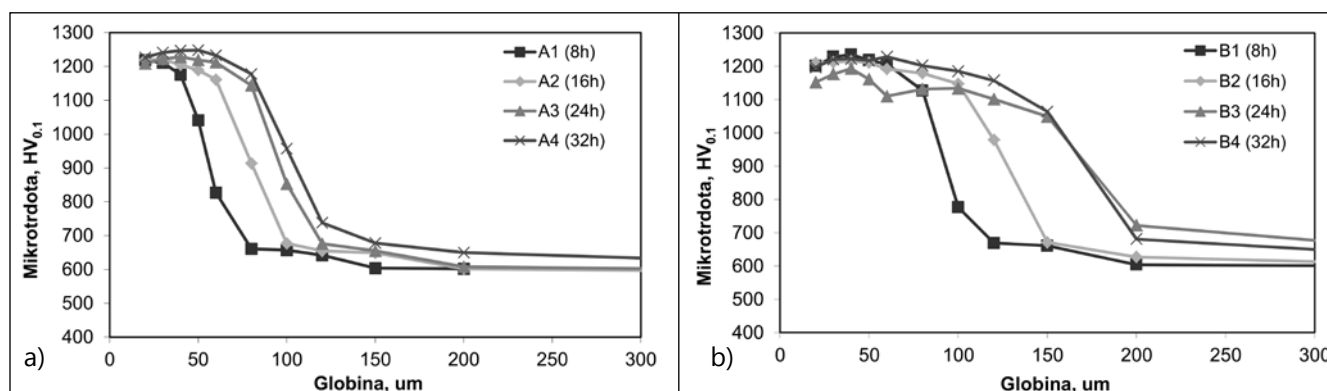
čemur so večje globine dosežene pri daljših časih nitiranja. Na drugi strani pa nitrocementacija vodi do nižjih vrednosti mikrotrdote na površini ($\sim 1100 \text{ HV}_{0,1}$) in precej bolj zmerne padca trdote z globino. Razen 8-urne nitrocementacije, ki daje nekoliko nižje vrednosti mikrotrdote, čas nitrocementacije bistveno ne vpliva na profil in vrednosti mi-

krotrdote orodnega jekla za delo v vročem, kot je razvidno s slike 4.

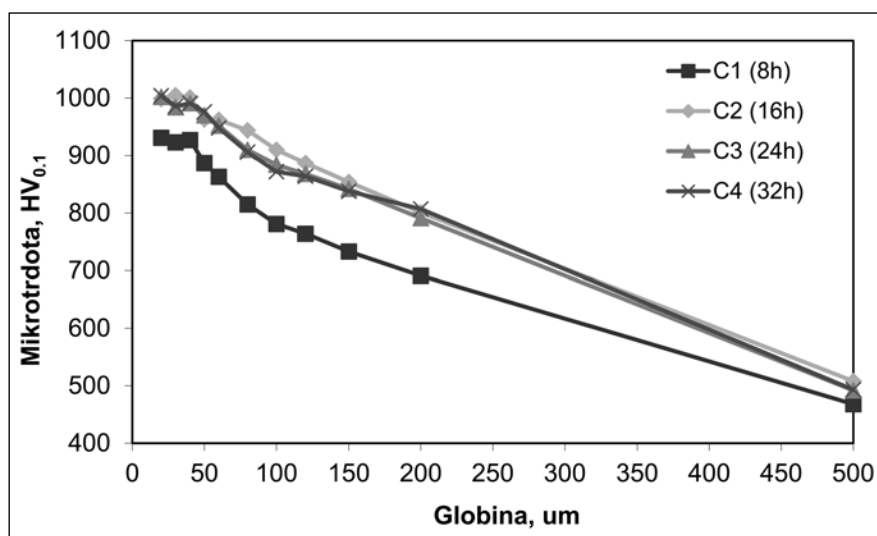
3.3 Porazdelitev zaostalih napetosti

Sliki 5 in 6 prikazujeta porazdelitev zaostalih napetosti z globino za nitirano in nitrocementirano orodno jeklo za delo v vročem. Za oba postopka in vse raziskovane parametre (čas, temperatura) se v površini orodnega jekla pojavi polje tlačnih zaostalih napetosti, katerih maksimalne vrednosti so locirane na določeni globini pod kontaktno površino. Po doseženem maksimumu se tlačne zaostale napetosti z globino zmanjšujejo, dokler na meji med difuzijsko cono in jedrom ne preidejo v natezno področje (sliki 5 in 6).

V primeru nitiranja v plazmi pri temperaturi 480 °C se maksimalne tlačne zaostale napetosti vrednosti 400–700 MPa pojavijo na globini, manjši od 100 µm. Povišanje temperature nitiranja privede tako do



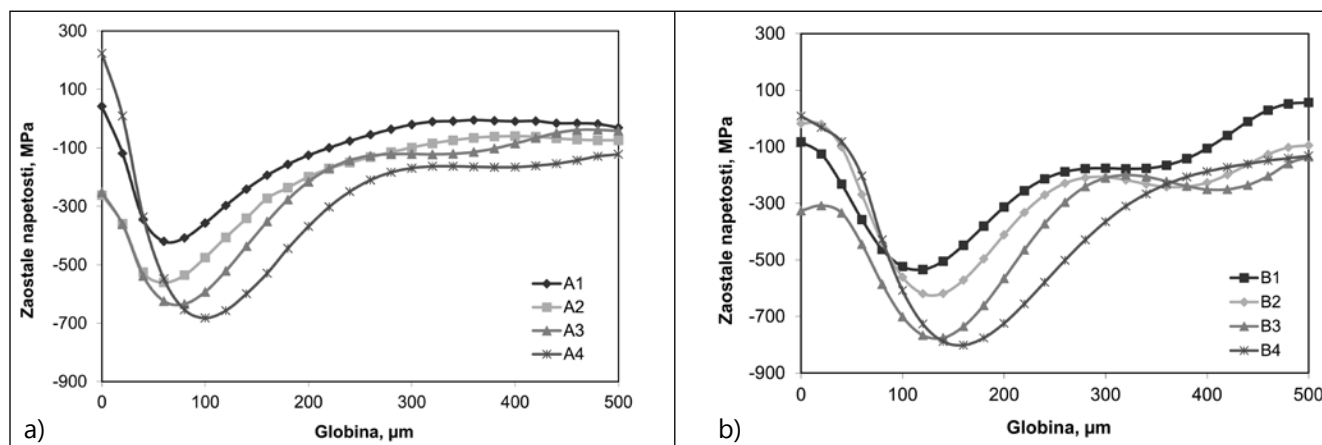
Slika 3. Porazdelitev mikrotrdote pri orodnem jeklu AISI H11 po nitiranju pri temperaturi (a) 480 °C in (b) 540 °C



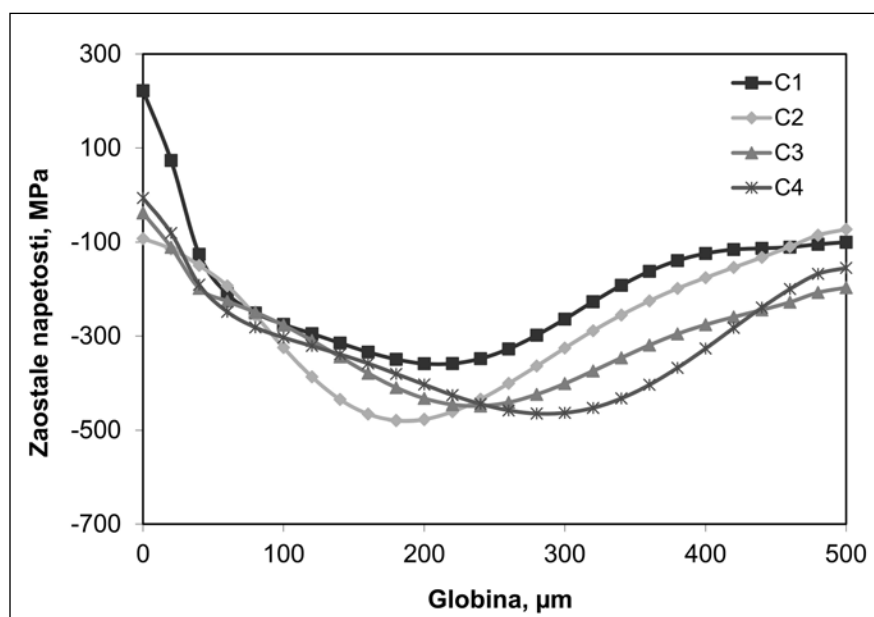
Slika 4. Porazdelitev mikrotrdote pri orodnem jeklu AISI H11 po nitrocementaciji pri temperaturi 580 °C

višjih vrednosti zaostalih napetosti (500–800 MPa) kakor tudi do večjih globin, kjer se pojavi maksimum tlačnih zaostalih napetosti (120–170 μm). Pri tem daljši časi nitriranja pomenijo višje vrednosti tlačnih zaostalih napetosti in večje globine, kjer se te pojavijo (slika 5). Nitro cementacija na drugi strani privede do nižjih vrednosti zaostalih napetosti (300–450 MPa), ki so prav tako kot pri nitriranju tlačne, a do večjih globin, kjer se pojavijo maksimalne vrednosti (200–300 μm), slika 6.

Primerjava izmerjenih profilov mikrotrdote in zaostalih napetosti nakazuje možno korelacijo med obema. Kot je razvidno s slike 7, strm padec mikrotrdote z globino sovpada s strmim



Slika 5. Porazdelitev zaostalih napetosti pri orodnem jeklu AISI H11 po nitriranju pri temperaturi (a) 480 °C in (b) 540 °C

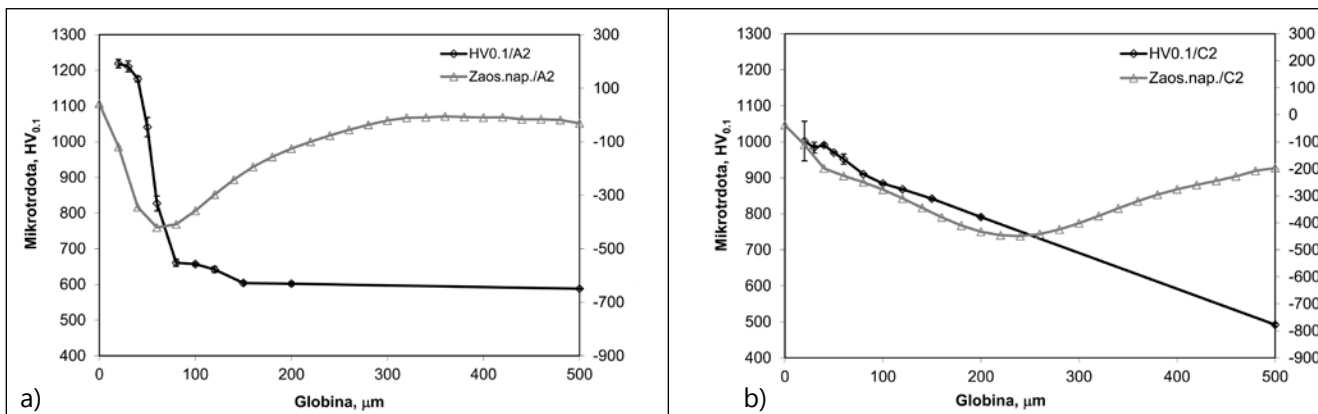


Slika 6. Porazdelitev zaostalih napetosti pri orodnem jeklu AISI H11 po nitro cementaciji pri temperaturi 580 °C

povečanjem tlačnih zaostalih napetosti in obratno. Zmerno zmanjšanje mikrotrdote ustreza zmernemu povečanju zaostalih napetosti. Nadalje se pri nitriranih vzorcih maksimalne tlačne zaostale napetosti pojavljajo ravno na mestu, kjer se prične strm padec mikrotrdote.

3.4 Modeliranje zaostalih napetosti

Očitna korelacija med profilom mikrotrdote in porazdelitvijo zaostalih napetosti (slika 7), kakor tudi poročila o povezavi med tlačno trdnostjo in trdoto orodnih jekel [16] kažejo na možnost modeliranja zaostalih napetosti kot funkcije mikrotrdote. Z odvodom profila mikrotrdote po globini dobimo novo serijo profilov, ki izkazujejo podobnost s porazde



Slika 7. Primerjava izmerjenih profilov mikrotrdote in zaostalih napetosti pri (a) nitriranem in (b) nitrocementiranem orodnem jeklu AISI H11

litvijo zaostalih napetosti, kakor je razvidno s slike 8. Odvodi profila mikrotrdote po globini so za različne temperature in čase kemotermične obdelave orodnega jekla prikazani na sliki 9.

V primeru orodnega jekla, nitriranega 8 ur pri temperaturi 480 °C, je pod površino viden izrazit padec vrednosti odvoda profila mikrotrdote, ki doseže minimum na globini 50 μm. Pri istem vzorcu se maksimalne tlačne zaostale napetosti pojavijo na isti globini, kot je razvidno s slike 9a. S povečanjem časa (slika 9a) ali temperature nitriranja (slika 9b) se minimum odvoda profila mikrotrdote pomakne bolj v globino, kar sovpada z lego maksimalnih tlačnih zaostalih napetosti. Na drugi strani pa odvod profila mikrotrdote po

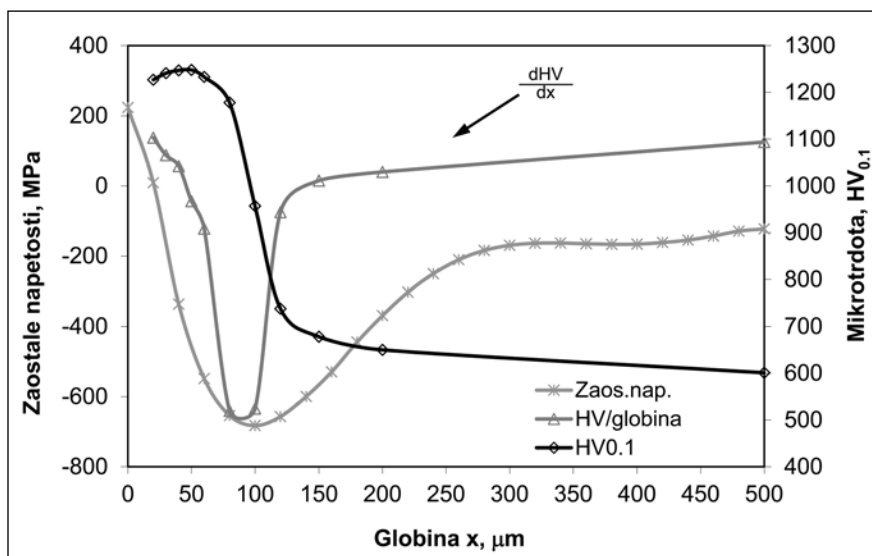
globini pri nitrocementiranem orodnem jeklu kaže izrazit padec vrednosti v prvih 50 μm pod površino, medtem ko je profil porazdelitve zaostalih napetosti precej drugačen, z bolj blago odvisnostjo od globine (sliki 6 in 9c).

Z upoštevanjem rezultatov za nitrirano orodno jeklo lahko opazimo očitno korelacijo med odvodom profila mikrotrdote po globini in porazdelitvijo tlačnih zaostalih napetosti. Pri vseh časih in temperaturah nitriranja se minimum odvoda profila mikrotrdote pojavlja na mestu maksimalnih tlačnih zaostalih napetosti, ki pa se s povečevanjem časa in/ali temperature nitriranja pomikajo globlje od površine (sliki 5 in 9). To pomeni, da bi z določitvijo profila mikrotrdote lahko napovedali lego maksimalnih

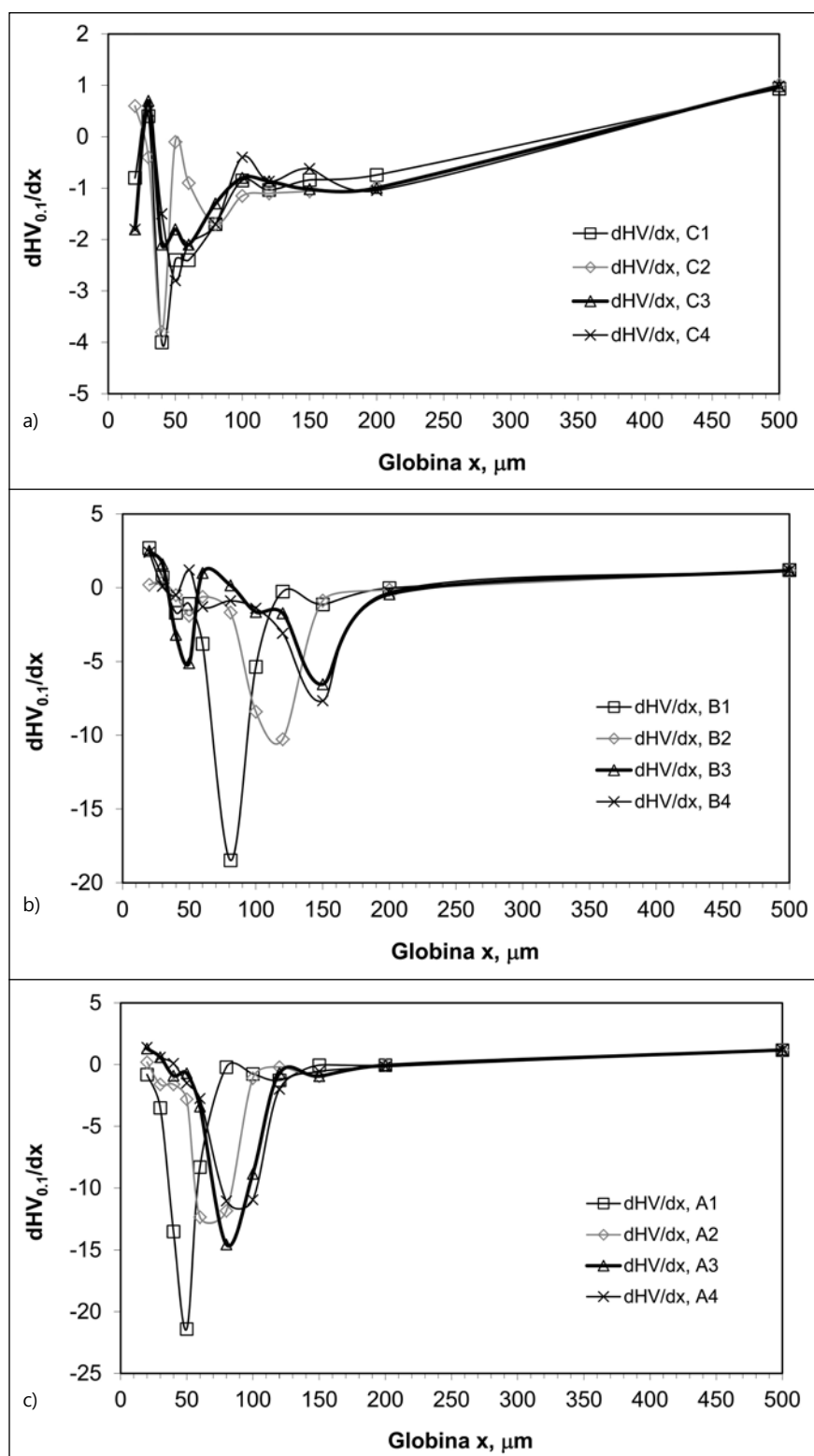
tlačnih zaostalih napetosti, ne da bi jih dejansko izmerili. Žal pa nismo odkrili nikakršne povezave med profilom mikrotrdote in zaostalimi napetostmi pri postopku nitrocementacije, pri čemer razlog ni povsem jassen. Možno je, da hkratno delovanje ogljika in dušika pri oblikovanju mikrostrukture v difuzijski coni vpliva tudi na zvezo med mikrotrdoto in zaostalimi napetostmi. Predpostavlja pa se, da bi opisano metodologijo lahko uporabili pri postopkih nitriranja in kaljenja.

4 Zaključki

- Sprememba parametrov nitriranja, kot so plinska mešanica, čas in temperatura, vodi do sprememb v globini nitriranja, profilu mikrotrdote in legi maksimalnih tlačnih zaostalih napetosti.
- Daljši časi nitriranja dajejo debelejšo difuzijsko cono in višje tlačne zaostale napetosti, ki se pomikajo globlje od površine. Višje temperature nitriranja imajo podoben vpliv. Nitrocementacija pa na drugi strani daje nižje trdote in nižje vrednosti zaostalih napetosti, a globljo difuzijsko cono in bolj enakomeren profil mikrotrdote in zaostalih napetosti.
- Odvod profila mikrotrdote nitriranega orodnega jekla po globini kaže zelo dobro korelacijo z izmerjeno porazdelitvijo zaostalih napetosti, pri čemer minimum odvoda profila mikrotrdote sovpada z lego maksimalnih tlačnih zaostalih napetosti. To pa žal ne velja za postopek nitrocementacije.



Slika 8. Korelacija med profilom mikrotrdote in porazdelitvijo zaostalih napetosti pri nitriranem orodnem jeklu AISI H11



Slika 9. Odvod profila mikrotrdotne po globini za orodno jeklo po (a) nitriranju v plazmi pri 480 °C, (b) nitriranju v plazmi pri 540 °C in (c) nitrocementaciji pri 580 °C

– S poznavanjem profila mikrotrdotne, dobljenega z meritvami ali modeliranjem procesa nitriranja, lahko napovemo lego maksimalnih tlačnih zaostalnih napetosti oz. izberemo ustrezne parametre

nitriranja, da maksimalne tlačne zaostale napetosti lociramo na mestu koncentracije Hertzevih kontaktnih napetosti in na ta način izboljšamo obstojnost kontaktne površine na utrujanje.

Literatura

- [1] B. Kämpfe and E. Auerswald: Determination of Residual Stresses in Microsystems Using X-RAY Diffraction, Materials week 2000, Munich, Germany (2000), p. 1.
- [2] G. Bernstein and B. Fuchsbaue: Werkstofftechnik Vol. 13 (1979), p. 103.
- [3] C. Achmus: FEM-Berechnung von Festwalzeigenspannungen, 8. Deutschsprachiges ABAQUS – Anwender-Treffen, Hannover, Germany (1996), p. 55.
- [4] L. Vergani: *Meccanica dei Materiali* (McGraw Hill, NY, 2001).
- [5] M. D'Acunto: Characterization of residual stress and roughness of steel components, 3rd AIMETA Int. Tribology Conference, Salerno, Italy (2002), p. 9.
- [6] G. A. Webster: Mater. Sci. Forum Vol. 347–349 (2000), p. 1.
- [7] J. Grum: J. Mat. Processing Technology Vol. 114 (2001), p. 212.
- [8] T. Bell, V. Korotchenko: Heat Treat. Met. Vol. 4 (1978), p. 88.
- [9] B. Edenhofer: Heat Treat. Vol.1 (1974), p. 23.
- [10] B. K. Jones, J. W. Martin: Met. Technol. Vol. 5 (19778), p. 217.
- [11] T. Bell, N. L. Loh: J. Heat Treat. Vol. 2 (1982), p. 232.
- [12] T. Bell, Y. Sun: Surf. Eng. Vol. 6 (1990), p. 133.
- [13] P. Buchhagen, B. L. Mordike: Surf. Eng. Vol. 11 (1995), p. 152.
- [14] J. Zurn, C. Razim, J. Gosch: The effect of residual stress in case hardening, 6th International Congress on Heat Treatment of Materials (1988), p. 279.
- [15] F. A. Kandil, J. D. Lord, A. T. Fry, P. V. Grant: A Review of Residual Stress Measurement Methods, Measurement of Residual Stress in Components, NPL Report, UK (2002).
- [16] J. Frankel, W. Scholz: Review of Progress in Quantitative Non-destructive Evaluation, Vol. 6 (1986), p. 1577.
- [17] ASM E 837 Standard: Determining Residual Stresses by the Hole Drilling Strain-Gage Method (ASTM, 1983).
- [18] C. Ruud: Handbook of Residual Stresses and Deformation of Steel (ASM, 2002), p. 99.

Residual stress distribution in nitrided tool steel

Abstract: Residual stresses may be present in engineering components as an unintended consequence of manufacturing processes, but they may also be introduced deliberately to beneficial effect during surface engineering procedures. Plasma nitriding and nitrocarburizing are such processes, which are of particular importance for tool-steel components used in tool, die and machine applications. These processes afford significant advantages, such as greatly improved wear and corrosion resistance, as well as fatigue strength resulting from the generation of near-surface compressive residual stresses.

A precise knowledge of the level and distribution of the residual stresses that exist in such engineering components is necessary for product development and quality-control purposes, as well as for the accurate prediction of a component's fatigue resistance. If located at the same depth as the Hertzian stress concentrations, compressive residual stresses can greatly improve the fatigue properties of loaded surfaces. Therefore, reliable methods for residual stress determination are required, with residual stress measurement techniques having their limitations.

The aim of the present paper was to correlate the residual stress distribution in plasma-nitrided and nitrocarburized tool steel with the microhardness depth profile, in order to determine whether a relatively simple microhardness-related parameter could be used to predict the depth of the maximum compressive residual stresses, and to thereby to enable optimization of the nitriding parameters for specific contact conditions.

Key words: Plasma nitriding, Nitrocarburizing, Residual stress, Microhardness, Modelling

 **JAKŠA**
MAGNETNI VENTILI
od 1965

- vrhunska kakovost izdelkov in storitev
- zelo kratki dobavni roki
- strokovno svetovanje pri izbiri
- izdelava po posebnih zahtevah
- širok proizvodni program
- celoten program na internetu



www.jaksa.si



Jakša d.o.o., Šlandrova 8, 1231 Ljubljana

T (0)1 53 73 066, F (0)1 53 73 067, E info@jaksa.si