

## PROTOBRABNE LASTNOSTI JEKLA 42CrMo4, NITRIRANEGA V NEPULZIRAOČI IN PULZIRAOČI PLAZMI

### WEAR PROPERTIES OF PLASMA AND PULSE PLASMA NITRIDED 42CrMo4 STEEL

Bojan Podgornik<sup>1</sup>, Jože Vižintin<sup>1</sup>, Vojteh Leskovšek<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Center za tribologijo in tehnično diagnostiko, Bogiščeva 8, 1000 Ljubljana

<sup>2</sup>Inštitut za kovinske materiale in tehnologije, Lepi pot 11, 1000 Ljubljana

Prejem rokopisa - received: 1998-11-10; sprejem za objavo - accepted for publications: 1999-01-11

Raziskali smo tribološke lastnosti jekla 42CrMo4, nitriranega v nepulzirajoči in pulzirajoči plazmi, pri čemer je bilo kaljeno jeklo uporabljeno kot referenca. Z uporabo metalografije, elektronske in optične mikroskopije, merjenja mikrotrdote in topografije površine smo natančno karakterizirali kontaktno površino pred drsnim preizkusom in po njem. Ti preizkusi so bili narejeni na napravi, imenovani valjček-disk, pri suhem drsenju. Med njimi smo spremljali koeficient trenja in količino obrabe v odvisnosti od obremenitve, drsne hitrosti in časa. Rezultati so pokazali, da se je obrabna odpornost jekla 42CrMo4 z nitriranjem izboljšala, kar je postalо pri stopnjevanju preizkušanja vedno bolj izrazito. Ugotovljeno je bilo, da je treba spojinsko plasti z nitrirane površine odstraniti, saj lahko ta plast zaradi svoje krhkosti in visoke trdote celo poslabša obrabno odpornost jekla.

Ključne besede: nitriranje v plazmi, drsenje, obraba

The tribological properties of plasma and pulse plasma nitrided 42CrMo4 steel were investigated and compared to hardened steel. Contact surfaces of the samples were characterised by metallographic, SEM microscopic, microhardness, and profilometric techniques before and after wear testing. Wear tests were performed on a pin-on-disc wear testing machine in which nitrided pins were mated to hardened ball bearing steel discs under dry sliding conditions. The resulting wear loss as well as the coefficient of friction were monitored as a function of load, sliding speed and test time. Results show improvement of the tribological properties of 42CrMo4 steel after plasma and pulse plasma nitriding. Improvement becomes more evident when the testing conditions become more severe. It was also found that the compound layer should be removed from the nitrided surface to avoid impairment of the tribological properties by its fracture followed by the formation of hard abrasive particles.

Key words: plasma nitriding, dry sliding, wear

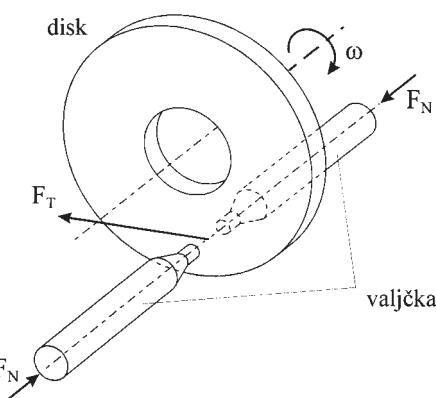
## 1 UVOD

Nitriranje v plazmi je moderen in ekološko čist postopek, ki omogoča popolnoma avtomatiziran in s tem nadzorovan proces difuzije dušika ter nitriranje jekla, izboljšanje njegovih protiobrabnih lastnosti in odpornosti proti utrujanju brez nastanka krhke spojinske ali bele plasti<sup>1</sup>, značilne za konvencionalno plinsko nitriranje<sup>2,3</sup>. Nitriranje v plazmi tako na eni strani znižuje stroške končne obdelave, po drugi pa zmanjša možnost luščenja površine<sup>4</sup>, kar je še bolj pomembno. Najnovejši proces, imenovan nitriranje v pulzirajoči plazmi, še dodatno zniža temperaturo nitrirne površine, omogoča pa tudi krajše čase nitriranja.

V tem prispevku so prikazani rezultati tribološkega vedenja jekla 42CrMo4 po nitriranju v nepulzirajoči in pulzirajoči plazmi. Poudarek je predvsem na primerjavi protiobrabnih lastnosti jekla po nitriranju in kaljenju brez ustvarjanja kakršnih koli dodatnih stroškov za brušenje oziroma poliranje površine po tem postopku. Raziskan pa je bil tudi vpliv spojinske ali bele plasti na tribološke lastnosti nitriranega jekla.

## 2 TRIBOLOŠKI PREIZKUSI

Za raziskavo triboloških lastnosti jekla 42CrMo4, nitriranega v nepulzirajoči in pulzirajoči plazmi, smo uporabili standardno napravo "valjček-disk", shematično prikazano na sliki 1. Tribološke lastnosti so bile določene za dve drsnih hitrosti, 0,1 in 1 ms<sup>-1</sup>, ter tri obremenitve, 60, 80 in 100 N, pri čemer smo spremljali linijsko obrabo valjčkov ter koeficient trenja. Vsi



Slika 1: Shematični prikaz preizkušancev

Figure 1: Schematic representation of the pin-on-disc test configuration

**Preglednica 1:** Uporabljeni kemotermični postopki in njihovi parametri

Postopek	Medij	Temperatura (°C)	Čas (h)	Pulziranje (s)	Debelina spojinske/difuzijske plasti (μm)
Kaljenje	A olje	870/650	2/3	-	-
Nitriranje v plazmi	B 99,4%H <sub>2</sub> -0,6%N <sub>2</sub>	540	17	-	0/300
Nitriranje v pulz. plazmi	C 75%H <sub>2</sub> -25%N <sub>2</sub>	540	28	-	5/500
	D 99,4%H <sub>2</sub> -0,6%N <sub>2</sub>	540	17	0,48/0,02	0/300
	E 75%H <sub>2</sub> -25%N <sub>2</sub>	540	28	0,48/0,02	5/500

preizkusi so bili izvedeni brez mazanja pri relativni vlažnosti okoliškega zraka ~50% in sobni temperaturi ~20°C.

Valjčki so bili izdelani iz komercialnega jekla 42CrMo4, poboljšanega na trdoto 300HV, brušeni na stopnjo hrapavosti N5 ter nitrirani v navadni oz. pulzirajoči plazmi pri dveh različnih pogojih nitriranja, **preglednica 1**. Kot referenca je bila uporabljena primerjava med postopkoma nitriranja in kaljenja. Protilelementi valjčkov, diskov, 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 uporabnost pri strojnih delih.

### 3 Rezultati in diskusija

#### 3.1 Površina

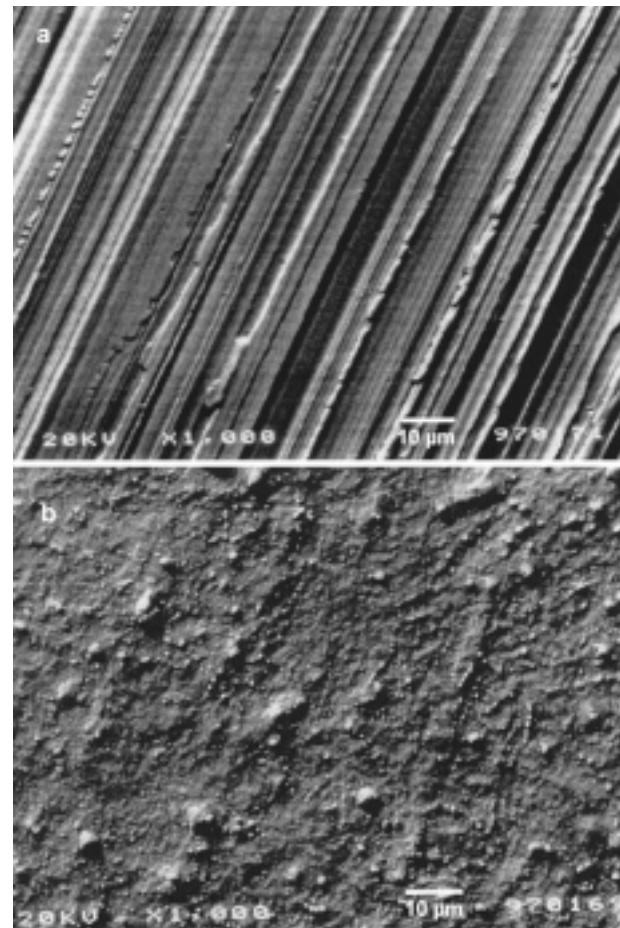
Mikrostruktorna analiza je pokazala, da nitriranje v plinski mešanici 99,4%H<sub>2</sub> in 0,6%N<sub>2</sub> (postopek B in D; preglednica 1), povzroči nastanek zelo tanke, do 1μm debele, neenakomerne spojinske plasti na površini. Pri nitriranju v plinski mešanici 75%H<sub>2</sub> in 25%N<sub>2</sub> (postopek C in E) pa je na površini opazna bolj enakomerna spojinska plast debeline 4 - 5μm. Ne glede na razmere pri nitriranju pa primerjava mikrostrukture jekla po nitriranju v nepulzirajoči in pulzirajoči plazmi ni pokazala nikakršnih razlik med obema postopkoma.

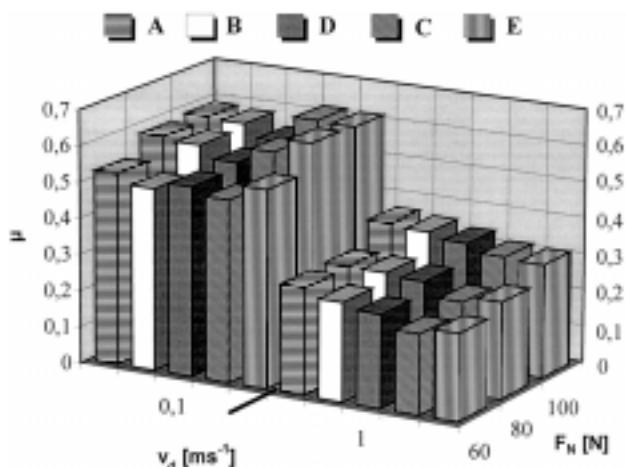
Vpliv nitriranja na mikrotrdoto in hrapavost površine je prikazan v razpredelnici 2. Pri nitriranju v plazmi se je površina utrdila, pri čemer se je trdota površine s 300 HV povečala na 705 po nitriranju v plinski mešanici 99,4%H<sub>2</sub> in 0,6%N<sub>2</sub> (postopek B) oz. na 940 HV po nitriranju v plinski mešanici 75%H<sub>2</sub> in 25%N<sub>2</sub> (postopek C). Na drugi strani pa nitriranje v pulzirajoči plazmi omogoča doseganje višjih trdot površine: 710 HV pri nitriranju v plinski mešanici 99,4%H<sub>2</sub> in 0,6%N<sub>2</sub> (postopek D) in 970 HV pri nitriranju v plinski mešanici 75%H<sub>2</sub> in 25%N<sub>2</sub> (postopek E). V obeh primerih se zaradi difuzijske narave tega procesa trdota materiala z globino zmanjšuje, dokler ne doseže trdote osnovnega materiala.

**Preglednica 2:** Povprečne vrednosti trdote in hrapavosti kontaktne površine valjčka po nitriranju

Postopek	Osnova	B	C	D	E
HV <sub>0,5</sub>	300	705	940	710	970
R <sub>a</sub> (μm)	0,35	0,65	1,27	0,67	1,32
R <sub>max</sub> (μm)	2,86	9,52	11,01	9,80	11,09

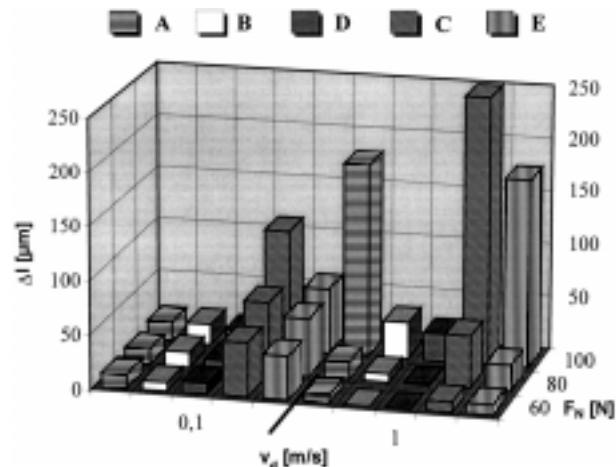
Meritve hrapavosti površine s kontaktnim merilnikom hrapavosti kažejo, da se z nitriranjem ne poveča le trdota, temveč tudi hrapavost površine, in to tako R<sub>a</sub> kakor tudi R<sub>max</sub>. Nitriranje v plinski mešanici

**Slika 2:** Topografija osnovne površine po brušenju (a) in po nitriranju v plazmi (b)**Figure 2:** Surface topography (SEM-BEI) after grinding (a), and plasma nitriding (b)



**Slika 3:** Povprečna vrednost koeficienta trenja  $\mu$  v odvisnosti od drsne hitrosti  $v_d$  in obremenitve  $F_N$  za različne postopke poglobljanja površine (Preglednica 1)

**Figure 3:** Average coefficient of friction  $\mu$  as a function of sliding speed  $v_d$  and test load  $F_N$  for different surface treatments (see Table 1)



**Slika 4:** Linijska obraba para valjčkov  $\Delta l$  v odvisnosti od drsne hitrosti  $v_d$  in obremenitve  $F_N$  za različne postopke poglobljanja površine (Preglednica 1)

**Figure 4:** Linear wear of the pin pair  $\Delta l$  as a function of sliding speed  $v_d$  and test load  $F_N$  for different surface treatments (see Table 1)

99,4%H<sub>2</sub> in 0,6%N<sub>2</sub> povzroči povečanje hrapavosti brušene površine ( $R_a = 0,35\mu\text{m}$ ) za celoten kakovostni razred, medtem ko nitriranje v 75%H<sub>2</sub> in 25%N<sub>2</sub> poslabša situacijo. Stopnja hrapavosti osnovne brušene površine se je z N5 poslabšala na N7. Primerjava hrapavosti površine po nitriranju v nepulzirajoči in pulzirajoči plazmi kaže nekoliko višje vrednosti hrapavosti pri slednji.

Nitriranje povzroči poleg povečanja hrapavosti površine povzroči tudi nastanek povsem specifične topografije površine<sup>5</sup>, za katero je značilno veliko število koničastih vršičkov, **slika 2**. Povečanje deleža dušika v plinski mešanici ter podaljšanje časa nitriranja (postopka C in E) pa privedeta do nastanka večjih vršičkov.

### 3.2 Koeficient trenja

Povprečna vrednost izmerjenega koeficienta trenja  $\mu$  je odvisna od uporabljenega kemotermičnega postopka oplemenitenja površine, drsne hitrosti  $v_d$  in normalne obremenitve  $F_N$ , kar je prikazano na sliki 3. Povečanje normalne obremenitve povzroči tudi zvečanje koeficienta trenja, ki doseže maksimalno vrednost pri največji obremenitvi 100N. Nasproten in precej bolj očiten vpliv pa ima spremembu drsne hitrosti. Pri 0,1  $\text{ms}^{-1}$  je vrednost koeficienta trenja med 0,5 in 0,6, pri 1  $\text{ms}^{-1}$  pa med 0,25 in 0,35. Očitno je, da ima ta spremembu zelo močan vpliv na koeficient trenja, kar pomeni, da se z njo spremenijo tudi kontaktne razmere.

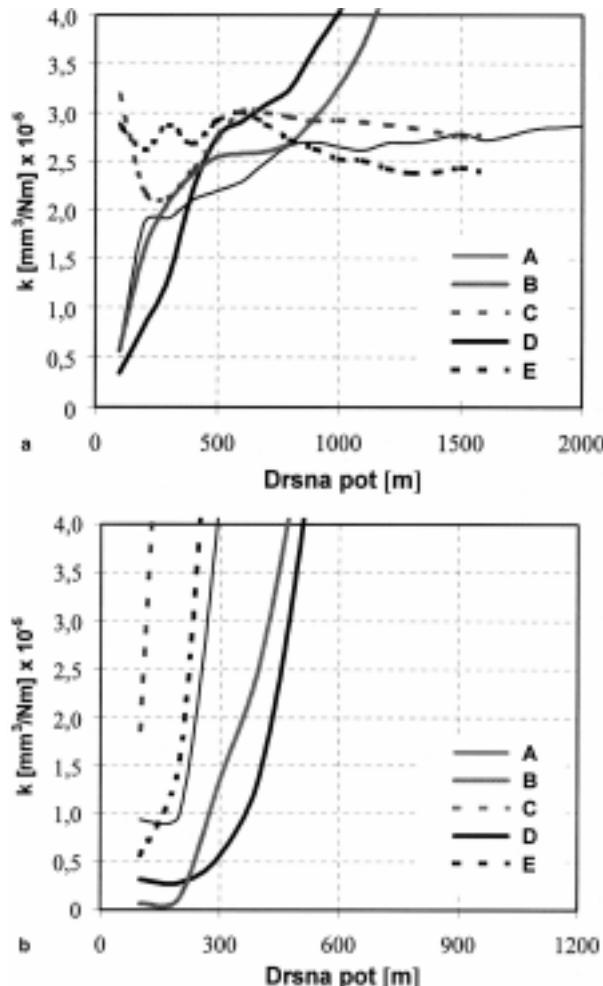
Nitriranje lahko v primerjavi s kaljenjem rahlo zmanjša koeficient trenja, pri čemer praktično ni razlike med obema vrstama nitriranja. Po drugi strani pa navzočnost spojinske plasti, za katero so bile ugotovljene odlične torne lastnosti<sup>6</sup>, lahko celo poslabša te lastnosti površine, kar je pri drsni hitrosti 0,1  $\text{ms}^{-1}$ . Kljub vsemu pa lahko na podlagi rezultatov, prikazanih na **sliki 3**,

trdimo, da so torne lastnosti površine v glavnem neodvisne od uporabljenega postopka kemotermične obdelave.

### 3.3 Obraba

Obraba raziskovanega jekla (**slika 4**) je bila ugotovljena z merjenjem spremembe dolžine valjčkov med drsnim preizkusom, pri čemer je bila obraba diska zaradi izredno majhnih vrednosti zanemarjena. Po pričakovanjih se obraba s povečanjem obremenitve povečuje, pri čemer nitriranje v obeh plazmah (postopka B in D) izboljša obrabno odpornost raziskovanega jekla. Izboljšanje le-te pa v primerjavi s kaljenjem postaja s povečevanjem obremenitve in drsne hitrosti vse bolj izrazito (slika 4). Slike 4 je razvidno, da nitriranje v plinski mešanici 75%H<sub>2</sub> in 25%N<sub>2</sub>, ki povzroči nastanek enakomerne spojinske plasti, močno poslabša obrabno odpornost raziskovanega jekla. Ugotovljeno je bilo, da se prične spojinska plast zaradi svoje porozne in krhke strukture drobiti že na začetku obremenjevanja, pri čemer nastanejo trdi abrazivni delci in posledično povečana obraba<sup>7-9</sup>.

Na **sliki 5a,b** so prikazani koeficienti obrabe nitriranih in kaljenih valjčkov, preizkušenih pri dveh drsnih hitrostih, 0,1  $\text{ms}^{-1}$  in 1  $\text{ms}^{-1}$ , in normalni obremenitvi 80 N, ki potrebujejo vpliv spojinske plasti na povečanje obrabe. Pri 0,1  $\text{ms}^{-1}$  je za nitriranje v plinski mešanici 99,4%H<sub>2</sub> in 0,6%N<sub>2</sub> značilen enakomeren koeficient obrabe pri celotnem preizkusu, medtem ko navzočnost spojinske plasti (postopka C in E) povzroči močno obrabo v začetku drsenja, ki ji sledi področje ustaljene obrabe, **slika 5a**. Rezultati preizkušanja pri drsni hitrosti 1  $\text{ms}^{-1}$  kažejo blago začetno obrabo, ki ji sledi področje močne obrabe, **slika 5b**. Ko pa je na nitrirani površini spojinska plast, dosežemo močno



**Slika 5:** Koeficient obrabe  $k$  pri drsni hitrosti  $0,1 \text{ ms}^{-1}$  (a) in  $1 \text{ ms}^{-1}$  (b) ter normalni obremenitvi  $80\text{N}$  za različne postopke poboljšanja površine (Preglednica 1)

**Figure 5:** Wear rate  $k$  at a sliding speed of  $0,1 \text{ ms}^{-1}$  (a) and  $1 \text{ ms}^{-1}$  (b) and  $80\text{N}$  test load for different surface treatments (see Table 1)

obrabo že na samem začetku preizkusa. Rezultati preizkušanja potrjujejo, da krhka spojinska plast močno poveča obrabo nitriranega jekla, in to predvsem na začetku preizkušanja.

Za natančno določitev triboloških lastnosti jekla 42CrMo4, nitriranega v plazmi, smo poleg spremeljanja koeficiente trenja in obrabe naredili tudi analizo obrabljenih površin in nastalih obrabnih delcev. Tako koeficienti obrabe (slika 5) in potek koeficientov trenja (slika 3) kakor tudi generirani obrabni delci in videz obrabljene površine potrjujejo vpliv drsne hitrosti na spremembo kontaktnih razmer. Pri drsni hitrosti  $0,1 \text{ ms}^{-1}$  je prevladujoč obrabni mehanizem tribooksidacija, medtem ko razpoke, ki so nekaj mikrometrov pod površino, in luskam podobni obrabni delci dokazujojo,

da je pri  $1 \text{ ms}^{-1}$  prevladujoč obrabni mehanizem utrujanje površine<sup>10,11</sup>.

#### 4 SKLEPI

- Rezultati raziskave so pokazali, da nitriranje v nepulzirajoči in pulzirajoči plazmi povzroči enake mikrostrukturne spremembe jekla ter zelo podobne spremembe hrappavosti in trdote površine.
- V primerjavi s kaljenjem nitriranje izboljša obrabno odpornost jekla 42CrMo4, ki postaja s povečevanjem obremenitve in drsne hitrosti vedno bolj izrazita, pri tem pa ima jeklo po obeh nitriranjih enake tribološke lastnosti.
- Spojinska plast na površini močno poveča obrabo, ki je posledica luščenja te trde in krhke plasti, ki je izvir trdih abrazijskih delcev. Pred uporabo nitriranih elementov je zatoj treba s površine odstraniti spojinsko plast ali pa nitriranje izvesti tako, da taka plast ne nastane.
- Ugotovljeno je bilo, da sprememba obremenitve vpliva na intenzivnost obrabe, sprememba drsne hitrosti pa povzroči spremembo obrabnega mehanizma. Pri drsni hitrosti  $1 \text{ ms}^{-1}$  je prevladujoč obrabni mehanizem utrujanje površine, pri  $0,1 \text{ ms}^{-1}$  pa blaga oksidacijska obraba.

#### 5 LITERATURA

- 1 T. Lampe, S. Eisenberg and G. Lauden, Compound layer formation during plasma nitriding and plasma nitrocarburising, *Surface Engineering*, 9 (1993) 69-76
- 2 H. Kato, T.S. Eyre and B. Ralph, Sliding Wear Characteristics of Nitrided Steels, *Surface Engineering*, 10 (1994) 65-74
- 3 E. Rabinowicz, Friction and wear of Materials, Wiley, New York, 1965
- 4 M.B. Karamis, Friction and wear behaviour of plasma-nitrided layers on 3% Cr-Mo steel, *Thin Solid Films*, 203 (1991) 49-60
- 5 V. Leskovšek, Nitriranje v pulzirajoči plazmi, *Vakuumist*, 15 (1995) 4-10
- 6 X. Tong, Z. Zheng, Z. Zhang, X. Du and D. Liu, The effect of epsilon phase on the friction and wear of nitrided die steels, Proceedings of 5th World Seminar on Heat treatment and Surface Engineering, Isfahan, Iran (1995) 599-604
- 7 M.B. Karamis, An investigation of the properties and wear behaviour of plasma-nitrided hot-working steel, *Wear*, 150 (1991) 331-342
- 8 M.B. Karamis, Tribological Behaviour of Plasma Nitrided 722M24 Material under Dry Sliding Conditions, *Wear*, 147 (1991) 385-399
- 9 A. Cohen and A. Rosen, The influence of the nitriding process on the dry wear resistance of 15-5 PH stainless steel, *Wear*, 108 (1986) 157-168
- 10 G. Nicoletto, A. Tucci and L. Esposito, Sliding wear behaviour of nitrided and nitrocarburized cast irons, *Wear*, 197 (1996) 38-44
- 11 N.P. Suh, Tribophysics, Prentice-Hall, Englewood Cliffs, New Jersey, 1986