

TRIBOLOŠKE LASTNOSTI JEKLA NITRIRANEGA V PLAZMI IN PREKRITEGA Z DLC-PREVLEKO

TRIBOLOGICAL PROPERTIES OF DLC-COATED PLASMA-NITRIDED STEEL

**Bojan Podgornik¹, Jože Vižintin¹, Vojteh Leskovšek², Helena Ronkainen³,
Kenneth Holmberg³**

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

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

³VTT Manufacturing Technology, Espoo, Finska
bojan.podgornik@ctd.uni-lj.si

Prejem rokopisa - received: 2000-09-26; sprejem za objavo - accepted for publication: 2000-11-16

Raziskali smo tribološke lastnosti jekla 42CrMo4, nitriranega v plazmi in prekrita z zaščitno prevleko na osnovi trdega ogljika (DLC). Pred tribološkimi preizkusi smo z metalografijo, elektronsko in optično mikroskopijo, merjenjem mikrotredne in zaostalih napetosti ter oprijemljivosti prevleke, ovrednotili kontaktno tehnično površino. Tribološke preizkuse smo opravili pri izmeničnem in enosmernem drsenju brez maziva. Za določitev vpliva nitriranja ter prisotnosti spojinske plasti na tribološke lastnosti kompozita prevleka-podlaga smo trdo zaščitno prevleko nanесли na kaljeno jeklo in na jeklo, nitrirano v plazmi. Nitriranje v plazmi pa je bilo izvedeno pri dveh različnih razmerah, v atmosferi z zelo nizko vsebnostjo dušika ter v klasični 25% dušikovi atmosferi.

Rezultati raziskave so pokazali, da v primerjavi s kaljenjem, nitriranje jekla močno izboljša obrabno odpornost kompozita prevleka-podlaga, kar je bilo ugotovljeno tako za enosmerno kakor tudi izmenično drsenje. Sam nanos prevleke na osnovi trdega ogljika pa vodi do zelo ugodnih tornih lastnosti ($\mu \approx 0,1$). Četudi so predhodne raziskave nakazale negativen vpliv spojinske plasti je bilo ugotovljeno, da spojinska plast, ki nastane pri natančno nadzorovanem procesu nitriranja v plazmi, lahko vodi do močno izboljšane obrabne odpornosti kompozita prevleka DLC-podlaga.

Ključne besede: nitriranje v plazmi, prevleka trdega ogljika, drsenje, obraba

Samples made of AISI 4140 steel were surface treated by plasma nitriding and coated with a hydrogen-free hard-carbon coating. The specimens were investigated in terms of their microhardness, residual stress, coating adhesion and dry-sliding wear resistance. Wear tests in which duplex-treated specimens were mated to hardened ball-bearing steel were performed under unidirectional and reciprocating sliding. To examine the influence of the nitriding conditions on the performance of duplex-treated steel, the coating was deposited on hardened as well as on plasma-nitrided samples, nitrided under two different nitriding conditions.

The results show a greatly improved sliding wear resistance of the plasma-nitrided hard-coated specimens compared with un-coated and pre-hardened specimens, for both unidirectional and reciprocating sliding. Furthermore, a hydrogen-free hard-carbon coating produced a reduction in the coefficient of friction of about one order of magnitude. Although previous investigations showed a negative effect of the compound layer, it was found that this layer may act as an intermediate hard layer, leading to superior tribological properties of the composite.

Key words: plasma nitriding, DLC coating, dry sliding, wear

1 UVOD

Za izboljšanje oprijemljivosti prevleke na podlago in doseganje boljše obrabne odpornosti prevlek se v zadnjih letih vse bolj uveljavlja nitriranje jeklene podlage. Pri tem se večina raziskovalnega dela nanaša na trde zaščitne prevleke, nanese na hitroreznna in orodna jekla, ki se uporabljajo pri izdelavi orodij¹⁻⁶. Pri strojnih elementih pa so zahteve povsem drugačne. Poleg trde, obrabno obstojne površine z ustreznimi tornimi lastnostmi je nujno zagotoviti žilavo jedro. Čeprav poglobljena konstrukcijska jekla zagotavljajo ustrezno žilavost⁷, pa sta nizka trdota površine ter majhna debelina prevleke pogosto razlog za odpoved kompozita prevleka-podlaga⁸, kar še posebej velja za prevleke na osnovi trdega ogljika (DLC). Nitriranje v plazmi zagotavlja ustrezno žilavost materiala, hkrati pa omogoča doseganje relativno visoke trdote na površini

ter visokih tlačnih napetosti v materialu^{9,10}. S tem se izboljša nosilna sposobnost podlage, oprijemljivost prevleke nanjo in odpornost prevleke na utrujanje, izboljšajo pa se tudi tribološke lastnosti kompozita^{11,12}.

Namen predstavljenega dela je bil raziskati možnosti uporabe zaščitnih prevlek na osnovi trdega ogljika za mehanske sisteme. Raziskava je vključevala jeklo 42CrMo4, nitrirano v plazmi pri dveh različnih pogojih ter nanos zaščitne prevleke na osnovi trdega ogljika (DLC). Tribološke lastnosti kompozita prevleka-podlaga so bile ugotovljene pri suhem drsenju pri enosmernem in izmeničnem gibanju.

2 EKSPERIMENTALNI DEL

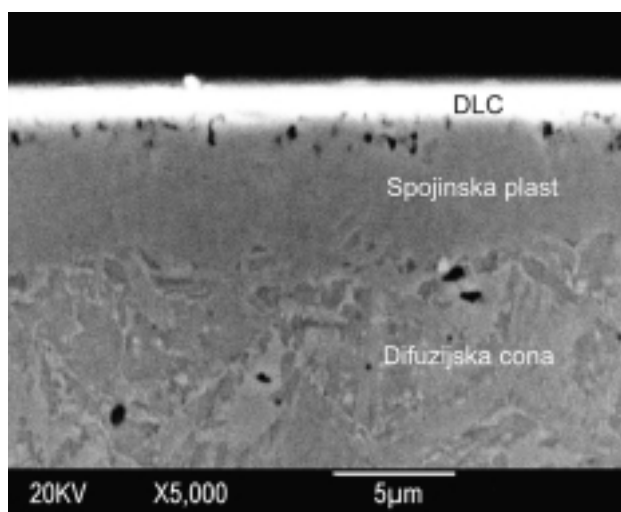
Vzorci smo izdelali iz komercialnega jekla 42CrMo4, ki smo jih nato oplemenitili po "duplex"-postopku. V prvi fazi oplemenitjenja smo površino

preizkušancev kemotermično poboljšali. Ena skupina preizkušancev je bila nitrirana v plazmi z nizko vsebnostjo dušika ($99,4\%H_2-0,6\%N_2$) 17 h, s čimer smo preprečili nastanek spojinske plasti ter dosegli globino nitriranja 0,3 mm. Pri drugi skupini preizkušancev smo povečali koncentracijo dušika v plinski mešanici ($75\%H_2-25\%N_2$) in podaljšali čas nitriranja na 28 h. S tem smo zagotovili globino nitriranja 0,55 mm ter nastanek homogene spojinske plasti γ' debeline do 5 μm . Tretja skupina preizkušancev, ki je bila uporabljena kot referenca, je bila kaljena ter popuščana v olju pri temperaturi 250 °C. Podroben opis postopkov kemotermičnega poboljšanja jekla 42CrMo4 je opisan v predhodno objavljeni raziskavi ¹³.

V drugi fazi je bila površina kemotermično poboljšane jekla prekrita z $\approx 0,5 \mu m$ debelo DLC-prevleko (slika 1), poznano tudi kot tetraedralni amorfni ogljik (ta-C). Prevleka je bila nanosena s pulznim obločnim naprevanjem pri temperaturi podlage 20 do 80 °C ¹⁴. Za zagotovitev ustrezne oprijemljivosti prevleke na podlago je bila pred nanosom DLC-prevleke kemotermično poboljšana površina podlage polirana ($R_a \approx 0,02 \mu m$), atomarno očiščena in prekrita s tanko plastjo Ti debeline 30 nm.

Trdoto površine smo izmerili z metodo po Vickers in z merjenjem globine odtisa ¹⁵, medtem ko so bile zaostale napetosti izmerjene z metodo vrtnja luknjice ¹⁶.

Tribološke lastnosti jekla 42CrMo4, nitriranega v plazmi in prekrita z DLC-prevleko, so bile določene pri enosmernem in izmeničnem drsenju brez maziva ob relativni vlažnosti okoliškega zraka 50% in temperaturi okolice 20 °C. Za preizkuse pri enosmernem drsenju smo uporabili napravo "valjček-disk", kjer je kemotermično poboljšan valjček, prekrit z DLC-prevleko (ϕ 2 mm), pritiskal ob rotirajoči disk iz jekla 100Cr6, poboljšan na trdoto 700 HV in brušen na stopnjo



Slika 1: Mikrostruktura jekla 42CrMo4, nitriranega v plazmi ($75\%H_2-25\%N_2$) in prekrita z DLC-prevleko

Figure 1: Microstructure of DLC-coated plasma-nitrided 42CrMo4 steel ($75\%H_2-25\%N_2$)

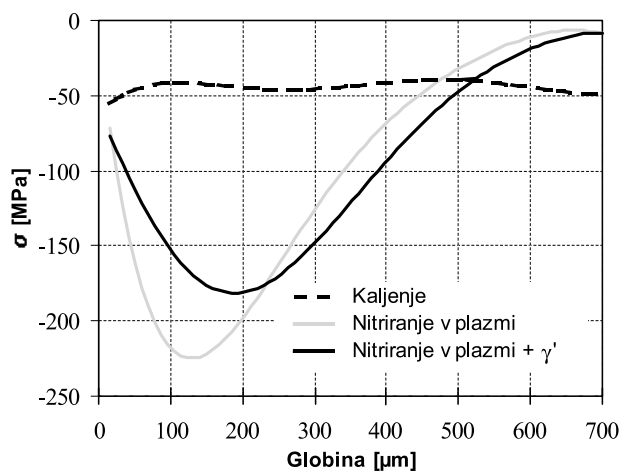
hrapavosti N5. Preizkusi so bili izvedeni pri drsni hitrosti $1 ms^{-1}$ in obremenitvi 30 N. Čas preizkušanja, ki ustreza drsni poti 1000 m, pa je bil 17 minut. Pri izmeničnem drsenju z amplitudo 5 mm in frekvenco 1 Hz je kroglica iz ležajnega jekla 100Cr6 premera 10 mm pritiskala ob kemotermično poboljšano ploščico iz jekla 42CrMo4, prekrita z DLC-prevleko. Normalna obremenitev ob pričetku preizkusa je bila 10 N. Po dveh minutah izmeničnega drsenja smo preizkus ustavili, vstavili novo kroglico in obremenitev povečali za 10 N. Obremenitev smo povečevali toliko časa, dokler ni prišlo do poškodbe prevleke oz. dokler ni bila dosežena maksimalna obremenitev 100 N.

3 REZULTATI IN DISKUSIJA

3.1 Lastnosti oplemenitene površine

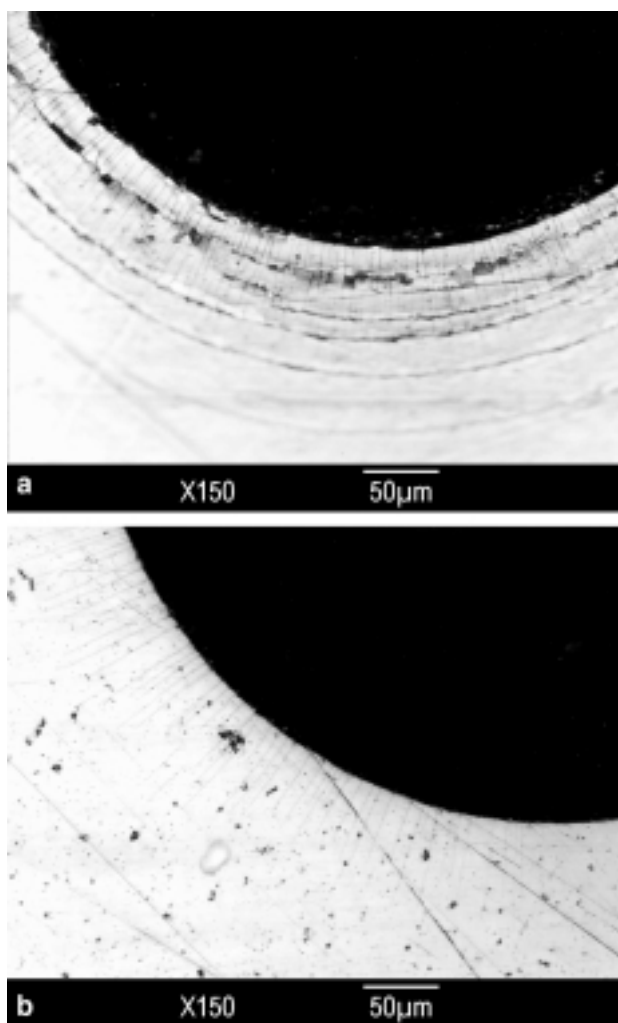
S kaljenjem smo dosegli trdoto površine do 600 HV_{0,5}, z nitriranjem v plazmi z nizko vsebnostjo dušika pa se je trdota površine jekla 42CrMo4, ki smo jo izmerili po poliranju, povečala na 650 HV_{0,5}. Pri uporabi plinske mešanice z višjo vsebnostjo dušika in po daljšem času nitriranja smo dobili trdoto površine 850 HV_{0,5}, prišlo pa je tudi do nastanka homogene spojinske plasti (slika 1). Trdota te plasti, izmerjena po metodi merjenja globine odtisa, je bila preko 10 GPa. Metoda merjenja globine odtisa je bila uporabljena tudi za določitev trdote in modula elastičnosti same DLC-prevleke, ki je imela trdoto 70 ± 7 GPa in modul elastičnosti 571 ± 51 GPa.

Meritve zaostalih napetosti, izvedene po metodi vrtnja luknjice, pa so pokazale, da nitriranje v plazmi povzroči poleg visokih trdot površine tudi nastanek visokih tlačnih zaostalih napetosti v jeklu 42CrMo4. V primerjavi s kaljenjem, kjer dobimo enakomerno porazdelitev tlačnih zaostalih napetosti po globini z vrednostjo ≈ 50 MPa, smo z nitriranjem v plazmi dosegli precej višje vrednosti tlačnih zaostalih napetosti



Slika 2: Porazdelitev zaostalih napetosti nitriranega ter kaljenega jekla

Figure 2: Residual stress distribution of a plasma-nitrided and hardened steel substrate

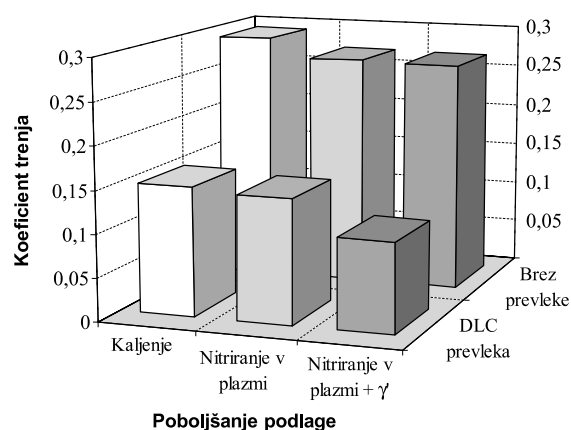


Slika 3: Rezultat preizkusa oprijemljivosti DLC-prevleke, nanese na (a) kaljeno jeklo in (b) jeklo nitrirano v plazmi z nizko vsebnostjo dušika

Figure 3: Indents of the Rockwell-C adhesion test made on a DLC coating deposited on (a) hardened and (b) plasma-nitrided substrates nitrided in a nitrogen-poor atmosphere

neenakomerne porazdelitve. Maksimalno vrednost 220 MPa smo izmerili $\approx 120 \mu\text{m}$ pod površino (slika 2).

Oprijemljivost prevleke na podlago smo določili po metodi vtiskovanja¹⁷. Slika 3 prikazuje rezultate preizkusa oprijemljivosti DLC-prevleke nanese na kaljeno podlago in podlago nitrirano v plazmi z nizko vsebnostjo dušika. Pri kaljeni podlagi so opazne radialne in krožne razpoke v prevleki ter pričetek luščenja prevleke na robu vtiska (slika 3a). Pri DLC-prevleki, nanese na nitrirano podlago brez spojinske plasti, pa je prišlo le do nastanka radialnih razpok ob vtisku brez kakršnih koli znakov o luščenju prevleke (slika 3b). Enak mehanizem poškodbe DLC-prevleke je bil ugotovljen tudi v primeru DLC-prevleke, nanese na nitrirano podlago s spojinsko plastjo.

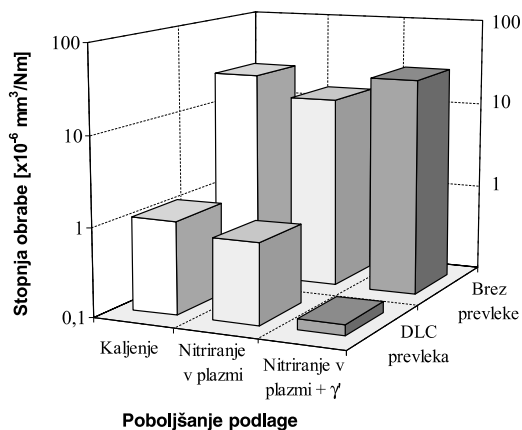


Slika 4: Koefficient trenja DLC-prevleke pri enosmernem drsenju

Figure 4: Coefficient of friction of DLC-coating in unidirectional sliding

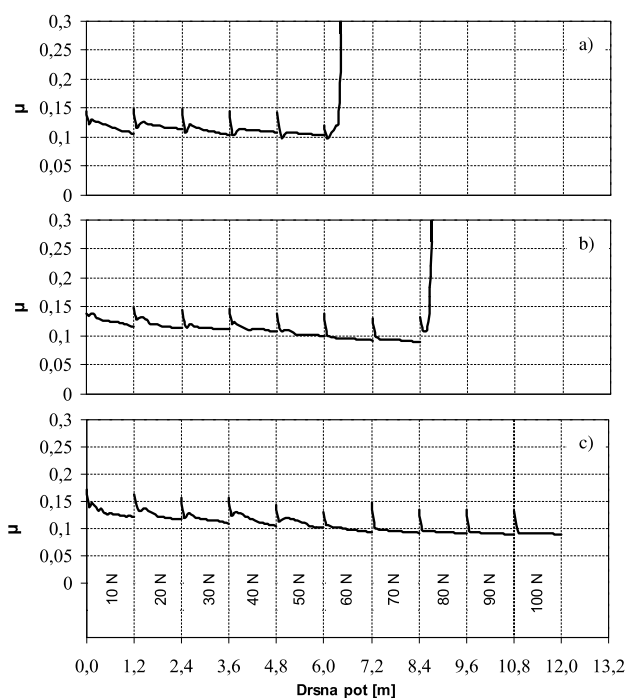
3.2 Tribološke lastnosti

Vrednosti koefficienta trenja, ki smo jih izmerili pri enosmernem drsenju, so prikazane na sliki 4. Iz rezultatov je razvidno, da nanos DLC-prevleke zniža koefficient trenja raziskovanega jekla z $\approx 0,3$ na vrednosti med 0,1 in 0,15. Pri kaljenem jeklu in jeklu, nitriranem v plazmi z nizko vsebnostjo dušika, smo izmerili koefficient trenja s povprečno vrednostjo 0,15. Najugodnejše torne lastnosti z zelo enakomernim koefficientom trenja vrednosti $\approx 0,1$ pa smo izmerili pri DLC-prevleki, ki je bila nanese na nitrirano jeklo z vmesno spojinsko plastjo (slika 4). Poleg tornih lastnosti, nanos DLC-prevleke izboljša tudi obrabno odpornost jekla 42CrMo4. Velikost obrabe je odvisna od uporabljenega postopka kemotermičnega poboljšanja jekla (slika 5). V primerjavi s kaljenjem, nitiranje v plazmi z nizko vsebnostjo dušika izboljša obrabno obstojnost kompozita prevleka-podlaga za 20-30%. Spojinska plast, ki deluje kot vmesna trda plast, pa še dodatno izboljša obrabno odpornost kompozita prevleka-podlaga (slika 5).



Slika 5: Volumen obrabe poboljšane valjčka prekritega z DLC-prevleko, določen na napravi "valjček-disk"

Figure 5: Wear rates of coated pins investigated in pin-on-disc tests



Slika 6: Koeficient trenja DLC-prevleke pri izmeničnem drsenju; (a) kaljena podlaga ter podlaga, nitrirana v plazmi, (b) brez in (c) z belo plastjo

Figure 6: Coefficient of friction vs. normal load for DLC-coated specimens tested in reciprocating sliding mode: (a) hardened, and plasma-nitrided substrate (b) without and (c) with a compound layer

Pri izmeničnem drsenju smo spremljali spremembo koeficienta trenja v odvisnosti od normalne obremenitve (**slika 6**). DLC-prevleka, nanesena na kaljeno podlago, je imela enakomeren potek koeficienta trenja s povprečno vrednostjo $\approx 0,1$ vse do obremenitve 50 N. Nadaljnje povečanje obremenitve je privedlo do nenadnega povečanja koeficienta trenja (**slika 6a**) in odpovedi DLC-prevleke. Na preizkušancih, ki so bili nitrirani v plazmi z nizko vsebnostjo dušika, je prišlo do odpovedi prevleke pri obremenitvi 80 N (**slika 6b**), medtem ko je kombinacija nitrirane podlage s spojinsko plastjo in DLC-prevleko prenesla maksimalno obremenitev 100 N (**slika 6c**).

Rezultati raziskave so pokazali, da oplemenitenje površine z nitriranjem v plazmi in nanosom zaščitne prevleke na osnovi trdega ogljika, precej izboljša tribološke lastnosti jekla 42CrMo4 pri enosmernem in izmeničnem drsenju. Nitriranje v plazmi povzroči nastanek visokih tlačnih zaostalnih napetosti v podlagi, poveča trdoto podlage ter izboljša oprijemljivost prevleke na podlago. Večja trdota podlage pomeni boljšo nosilno sposobnost podlage ter s tem bolj učinkovito podporo prevleki in znižanje gradienta trdote na meji prevleka-podlaga. Bolj enakomeren prehod trdote ter zaostalnih napetosti na meji prevleka-podlaga pomeni tudi nižje napetosti v obremenjeni prevleki in s tem njeno večjo obstojnost^{18,19}.

Spojinska plast γ' , nastala med nitriranjem, navadno vodi do poslabšanja oprijemljivosti prevleke na podlago¹⁹⁻²². Za zagotovitev ustrezne obstojnosti ter triboloških lastnosti prevleke je treba spojinsko plast pred nanosom prevleke odstraniti. Rezultati predstavljene raziskave pa kažejo, da natančno voden postopek nitriranja v plazmi lahko privede do nastanka homogene spojinske plasti, ki nima negativnega vpliva na mikrostrukturo ali oprijemljivost DLC-prevleke. V tem primeru spojinska plast deluje kot vmesna trda prevleka, ki zniža gradient trdote med žilavo podlago in trdo, obrabno obstojno DLC-prevleko. Tako dosežemo odlično obrabno odpornost kompozita, hkrati pa se izognemo potrebi po dodatni mehanski obdelavi nitrirane površine pred nanosom trde prevleke.

4 SKLEPI

Nanos prevleke na osnovi trdega ogljika izboljša obrabno odpornost jekla 42CrMo4, vodi pa tudi do odličnih tornih lastnosti površine s koeficientom trenja $\approx 0,1$.

V primerjavi s kaljenjem nitriranje v plazmi izboljša oprijemljivost prevleke na podlago ter poveča trdoto in zaostale napetosti v njej. Tako se znižajo napetosti v prevleki med obremenitvijo in izboljšajo tribološke lastnosti kompozita prevleka-podlaga.

Z natančnim vodenjem postopka nitriranja v plazmi dosežemo nastanek homogene spojinske plasti γ' , ki zniža gradient napetosti in trdote med podlago in prevleko, to pa privede do odlične protiobrabne odpornosti kemotermično poboljšane jekla, prekrita z DLC-prevleko.

5 LITERATURA

- A. Erdemir, F. A. Nichols, X. Z. Pan, R. Wei and P. Wilbur, *Diamond and Related Materials*, 3 (1993), 119
- M. Maillat and H. E. Hintermann, *Surface and Coating Technology*, 68-69 (1994), 638
- J. Michalski, E. Lunarska, T. Wierzchon and S. AlGhanem, *Surface and Coating Technology*, 72 (1995), 189
- Y. Liu, E. Erdemir and E. I. Meletis, *Surface and Coating Technology*, 94-95 (1997), 463
- D. F. Lii, *Surface Engineering*, 14 (1998), 305
- H. Ronkainen, S. Varjus and K. Holmberg, *Wear*, 222 (1998), 120
- Metals Handbook*, Vol. 4: Heat Treating, American Society for Metals, Metals Park, Ohio, 1981
- A. Matthews, K. Holmberg, S. Franklin, *Thin Films in Tribology - Tribology Series*, 25 (1993), 429
- T.M. Muralledharan and E. I. Meletis, *Thin Solid Films*, 221 (1992), 104
- H. Kato, T. S. Eyre and B. Ralph, *Surface Engineering*, 10 (1994), 65
- E. I. Meletis, A. Erdemir and G. R. Fenske, *Surf. Coat. Technol.*, 73 (1995), 39
- T. Bell, H. Dong, Y. Sun, *Tribology International*, 31 (1998), 127
- B. Podgornik, J. Vižintin and V. Leskovšek, *Wear*, 232 (1999), 231
- H. Ronkainen, J. Koskinen, S. Varjus, K. Holmberg, *Tribology Letters* 6 (1999), 63

- ¹⁵W. C. Oliver and G. M. Pharr, *Journal of Materials Research*, 7 (1992), 1564
- ¹⁶Test method for determining residual stresses by the hole-drilling strain-gage methods, ASTM E 837, American Society for Testing & Materials, 1995
- ¹⁷H. Jehn, G. Reiners and N. Siegel, *DIN Fachbericht 39, Charakterisierung dünner Schichten*, Beuth Verlag, Berlin, 1993
- ¹⁸H. J. Spies, B. Larisch, K. Höck, E. Broszeit and H. J. Schröder, *Surface and Coating Technology*, 74/75 (1995), 178
- ¹⁹R. Damaschek, I. L. Strydom, H. W. Bergmann, *Surface Engineering*, 13 (1997), 128
- ²⁰K. Hock, H. J. Spies, B. Larisch, G. Leonhardt, B. Buecken, *Surface and Coating Technology*, 88 (1996), 44
- ²¹H. J. Spies, B. Larisch and K. Hoeck, *Surface Engineering*, 11 (1995), 319
- ²²W. S. Baek, S. C. Kwon, S. R. Lee, J. J. Rha, K. S. Nam and J. Y. Lee, *Surface and Coating Technology*, 114 (1999), 94