

PRECYZYJNE KSZTAŁTOWANIE BUDOWY FAZOWEJ ORAZ GRUBOŚCI WARSTWY AZOTOWANEJ NA PRZYKŁADZIE MATRYC DO CIŚNIENIOWEGO ODLEWANIA ALUMINIUM

ACCURATE CONSTITUTING OF PHASE COMPOSITION AND THICKNESS OF NITRIDED LAYER ON EXAMPLE OF DIES FOR ALUMINIUM PRESSURE CASTING

STRESZCZENIE

W artykule przedstawiono procedurę modyfikacji powierzchni matryc do ciśnieniowego odlewania aluminium wykonanych ze stali WCL (X37CrMoV51). Zaprojektowano proces azotowania, wykorzystując własne narzędzia do modelowania wzrostu warstwy azotowanej oraz do optymalizacji parametrów procesu pod kątem uzyskania warstwy azotowanej odpowiedniej pod powłoki PVD. Przeprowadzono proces azotowania wg parametrów uzyskanych z modelowania monitorując dodatkowo proces czujnikiem magnetycznym (czujnik rezultatu). Po azotowaniu i nałożeniu wielowarstwowej powłoki TiN/TiCN/TiAlN uzyskano trzykrotne zwiększenie trwałości matrycy.

Słowa kluczowe

Azotowanie, projektowanie warstwy azotowanej, powłoki PVD.

SUMMARY

Procedure of duplex surface modification for aluminium pressure casting dies is presented. The dies were made of WCL (X37CrMoV51) steel and the whole process consists of gas nitriding and physical vapor deposition (PVD) of TiN/TiCN/TiAlN coating. Parameters of gas nitriding were obtained using own software for process modeling and optimization for presumed thin, dense compound layer. The nitriding process conducted with parameters obtained from modeling followed by PVD process made durability of treated dies three times higher.

Key words

Nitriding process, nitrided layer design, PVD coatings.

1. WPROWADZENIE

Stosowane w przemyśle formy do ciśnieniowego odlewania aluminium, ze względu na warunki eksploatacji ulegają szybkiej degradacji. Jedną z najefektywniejszych metod poprawiających właściwości użytkowe matryc są technologie typu duplex, obejmujące sekwencyjne stosowanie technologii azotowania i technologii próżniowo-plazmowych, głównie PVD [1], [2].

Otrzymywane tą technologią własności warstw zależą w głównej mierze od synergicznego efektu wynikającego z połączenia dwóch pojedynczych procesów. W mniejszym stopniu na własności warstwy wpływa addytywne połączenie efektów pojedynczych procesów. Na przykład, nieodpowiednie połączenie i/lub niewłaściwa kontrola procesów może prowadzić do pogorszenia, a nie polepszenia efektu końcowego. Istotna jest właściwa identyfikacja reakcji, tak żeby efekty wynikające z pierwszego procesu nie zostały zredukowane przez drugi proces.

¹ Politechnika Koszalińska

² Instytut Mechaniki Precyzyjnej, Warszawa

³ Instytut Technologii Eksploatacji – PIB, Radom

Jak wiadomo, w wyniku połączenia azotowania + PVD uzyskuje się niskie tarcie i zużycie (charakterystyczne ceramiczne powłoki) i wysoką odporność obciążeniową oraz wysoką wytrzymałość charakteryzujące warstwy azotowane [1]. W dodatku może również być osiągnięta podwyższona odporność adhezyjna i korozyjna, jeżeli te dwa procesy są właściwie połączone i dokładnie kontrolowane.

W artykule przedstawiono procedurę modyfikacji powierzchni matryc do ciśnieniowego odlewania aluminium wykonanych ze stali WCL (EN: X37CrMoV51). Jest to stal na narzędzia, które są przeznaczane do pracy na gorąco. Jej skład chemiczny (tabl. 1) został dobrany pod kątem ograniczenia spadku plastyczności po odpuszczaniu oraz dodatkowo umożliwiający poprzez specjalne procedury obróbki cieplnej po procesie kucia uzyskanie drobnoziarnistej mikrostruktury zapewniającej odporność na obciążenia dynamiczne i termiczne.

TABLICA 1. Skład chemiczny stali WCL (X37CrMoV51) [%wag.]

TABLE 1. Chemical composition of the X37CrMoV51 steel [%wt.]

C	Mn	Si	P	S	Cr	Ni	Mo	W	V	Al	Cu
0,36	0,30	0,90	Max	Max	4,80	-	1,10	-	0,25	-	-
0,42	0,50	1,20	0,030	0,030	5,50	-	1,40	-	0,50	-	-

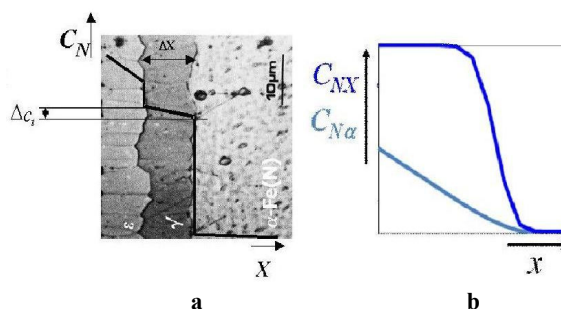
W technologii typu duplex istnieją ściśle zdefiniowane oczekiwania odnośnie własności warstwy wierzchniej matryc otrzymanej w procesie azotowania, obróbki poprzedzającej nanoszenie powłok metodą PVD. Przede wszystkim warstwa musi odgrywać istotną rolę w uzyskaniu dobrej adhezji z wielowarstwową powłoką. Podstawowym warunkiem spełniającym to wymaganie jest otrzymanie warstwy azotowanej bez zewnętrznej strefy węglazotków żelaza, ale jednocześnie ze strefą dyfuzyjną charakteryzującą się możliwie największymi grubościami efektywnymi. Dodatkowo w celu uniknięcia kruchości warstwy należy dążyć do uniknięcia tworzenia się węglików na granicach byłego austenitu [1], [3], [4].

Te rygorystyczne wymagania połączone z bezwzględnym warunkiem otrzymywania w powtarzalny sposób założonej budowy warstwy stymulują badania w kierunku poszukiwań efektywnych metod projektowania algorytmu zmian parametrów procesu oraz poszerzenia spektrum metod kontroli procesu. W nurt ten wpisują się badania zamieszczone w niniejszej pracy, dotyczące rozwoju metod wspomagających projektowanie procesu oraz rozwoju układów kontroli wzbogaconych o czujnik rezultatu procesu. Egzemplifikacją otrzymanych rezultatów jest przedstawiona w pracy procedura

przeprowadzenia procesu azotowania wspomnianych matryc wykonanych ze stali WCL; procesu zapewniającego otrzymanie własności warstwy wierzchniej, adekwatnych dla następnej technologii nanoszenia wielowarstwowych powłok.

2. PROJEKTOWANIE PROCESU AZOTOWANIA

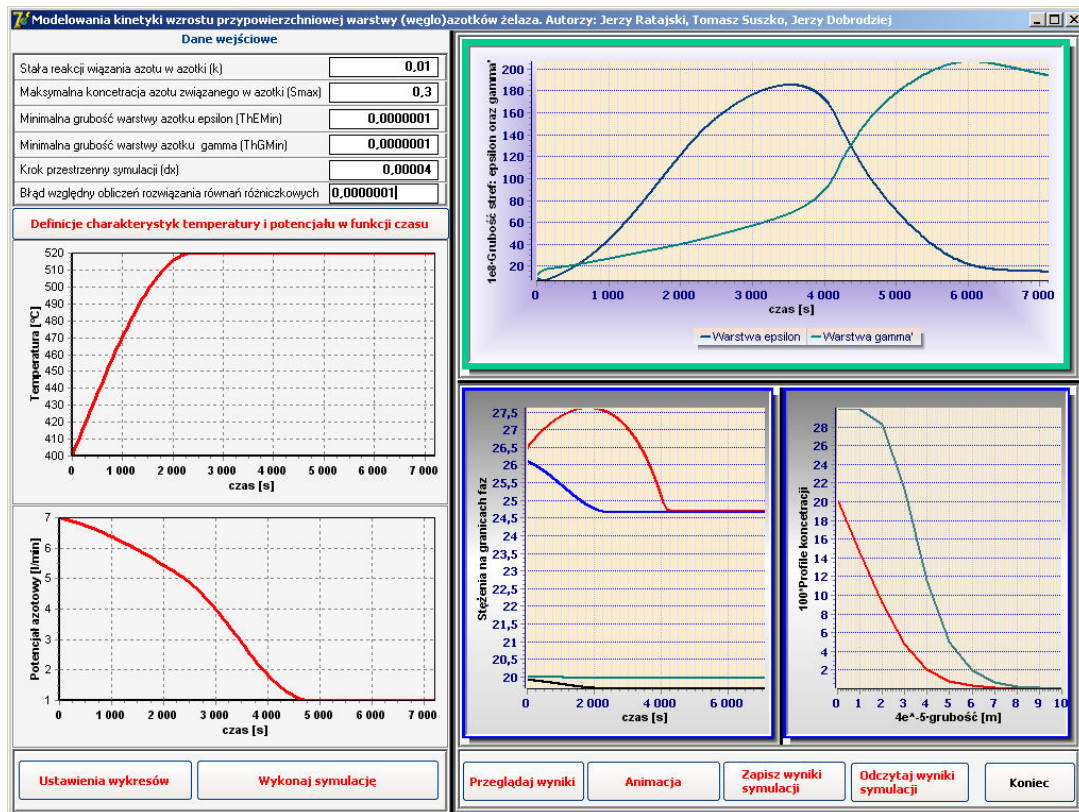
Przy opracowywaniu algorytmu zmian parametrów procesu, tj. potencjału azotowego, temperatury i czasu, zapewniającego otrzymanie założonej budowy warstwy, tj. zbudowanej wyłącznie ze strefy dyfuzyjnej, charakteryzującej się maksymalnymi grubościami efektywnymi oraz pozbawionej wydzieleń węglików na granicach ziaren byłego austenitu skorzystano z opracowanego matematycznego modelu analitycznego (rys. 1a) do obliczeń grubości stref warstwy oraz numerycznego (rys. 1b) umożliwiającego obliczanie profili azotu w strefie dyfuzyjnej warstwy azotowanej [4-6].



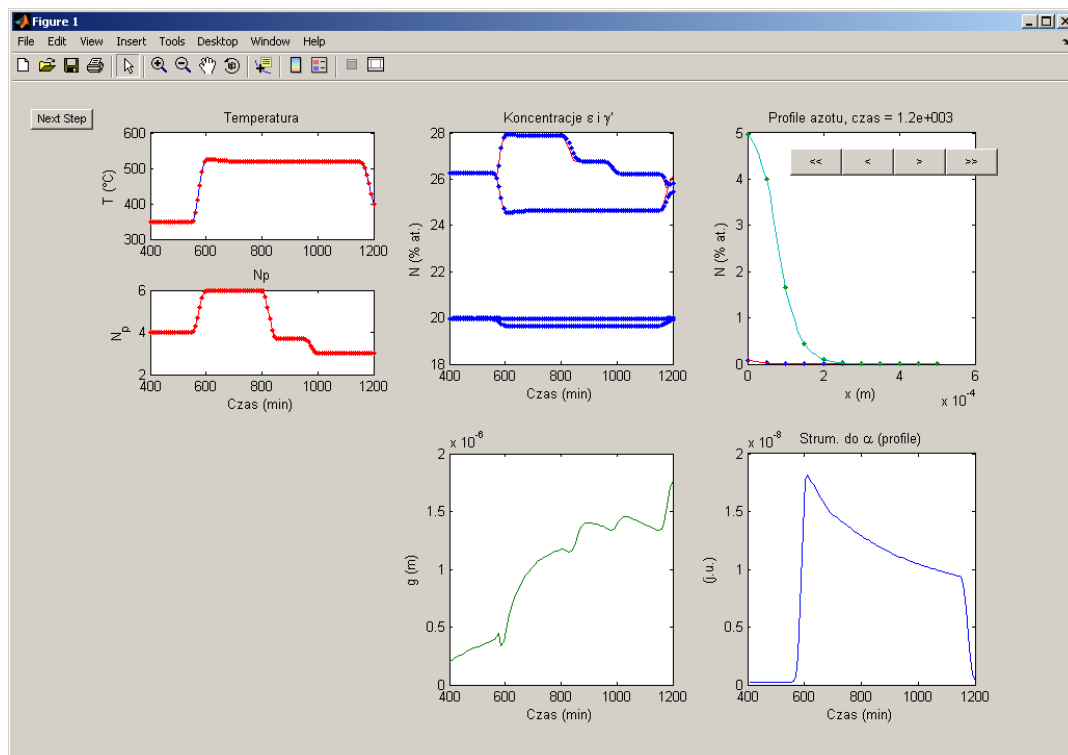
Rys. 1. Model analityczny: a – symulacja grubości stref warstwy azotowanej, b – symulacja profili stężeń azotu w roztworze $\alpha\text{Fe}(\text{N})$ i azotkach pierwiastków stopowych

Fig. 1. Analytical model: a – simulation of nitride layers thickness, b – simulation of nitrogen concentration profiles in solution $\alpha\text{Fe}(\text{N})$ and nitrides of alloying elements

Obliczone, w zależności od zmian parametrów procesu profile azotu, tj. profile azotu związanego w azotki pierwiastków stopowych oraz profile azotu rozpuszczonego międzywęzłowo w matrycy (rys. 2), posłużyły do obliczeń maksymalnego strumienia azotu dyfundującego do środka azotowanej stali (rys. 3). Innymi słowy, obliczono maksymalne zapotrzebowanie na azot przez strefę dyfuzyjną zmieniające się wraz z czasem procesu. A zatem, żeby spełnić przyjęte założenia odnośnie budowy warstwy, tj. otrzymać warstwę azotowaną zbudowaną wyłącznie ze strefy dyfuzyjnej, podaż azotu ze strony atmosfery azotującej nie może przekraczać zapotrzebowanie na azot ze strony strefy dyfuzyjnej. Na podstawie tego warunku i przeprowadzonych stosownych symulacji opracowano algorytm zmian potencjału azotowego w funkcji czasu procesu, determinujący strumień azotu przez powierzchnię azotowanego materiału (rys. 3).



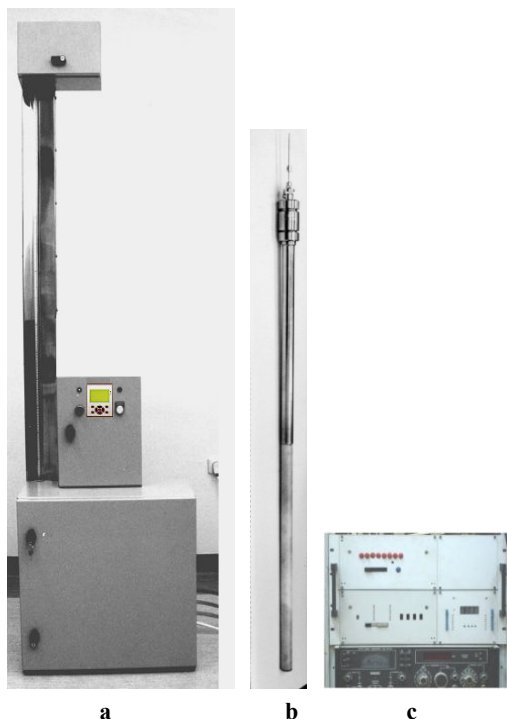
Rys. 2. Modelowanie kinetyki wzrostu warstwy azotowanej oraz profili koncentracji azotu
 Fig. 2. Simulation of the kinetics of growth nitride layers and nitrogen concentration profiles



Rys. 3. Modelowanie strumienia azotu dyfundującego do strefy azotowania roztworowego
 Fig. 3. Simulation of the flow of nitrogen into aFe(N) zone

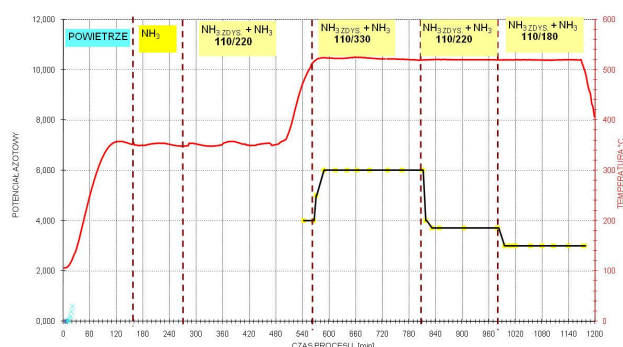
3. REALIZACJA PROCESU AZOTOWANIA

Proces azotowania przeprowadzono na stanowisku opisanym w pracach [7], [8]. Oprócz standardowych układów regulacji składem atmosfery azotującej oraz temperatury, stanowisko to wyposażone zostało w automatyczny dysocjometr wodny dokonujący pomiaru stopnia dysocjacji amoniaku i określający potencjał azotowy a także czujnik rezultatu procesu (czujnik magnetyczny) – rys. 4. Obydwa urządzenia zostały opracowane i wykonane w Politechnice Koszalińskiej [9-11].



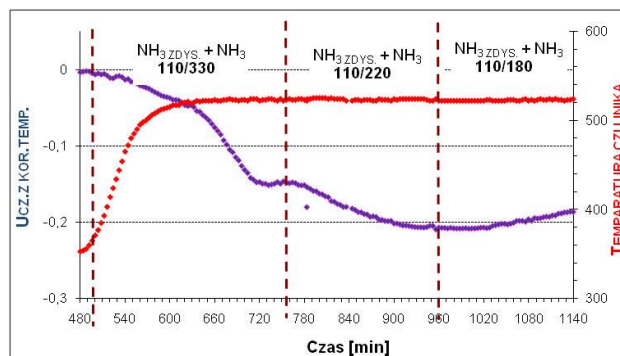
Rys. 4. Automatyczny dysocjometr wodny (a) oraz czujnik magnetyczny (b) z układem zasilania i detekcji (c)

Fig. 4. The automatic water dissociometer device (a), magnetic sensor (b) with supply and detection unit



Rys. 5. Zaprojektowany przebieg temperatury oraz potencjału azotowego w trakcie procesu azotowania

Fig. 5. The projected course of temperature and nitrogen potential values during nitriding process



Rys. 6. Zapis zmian sygnału czujnika magnetycznego w trakcie procesu azotowania stali WCL (numeryczna kompensacja wpływu temperatury)

Fig. 6. The experimental course of sensor signal during the nitriding process of X37CrMoV51 steel with numerical compensation of the effect of temperature

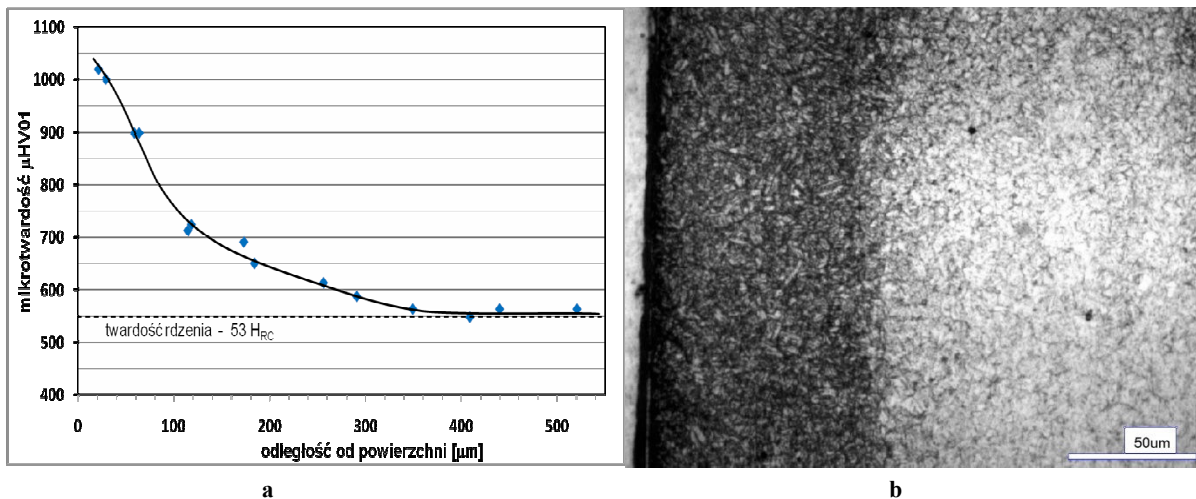
Niezależnie od doboru zmian potencjału azotowego, a następnie kontroli parametrów procesu zapewniających uzyskiwanie jego wartości w trakcie trwania procesu, monitorowano i kontrolowano właściwy przebieg procesu za pomocą czujnika magnetycznego. Realizowano to poprzez porównywanie przebiegu bieżącego rejestrowanego przez czujnik z przebiegiem wzorcowym odwzorowującym tworzenie się warstwy azotowanej na stali WCL zbudowanej wyłącznie ze strefy dyfuzyjnej.

Rzeczywiste przebiegi zmian temperatury i składu wejściowego atmosfery azotującej, zgodne z zaprojektowanymi oraz sygnał czujnika magnetycznego odwzorowujący kinetykę tworzenia warstwy – przedstawiono na rys. 5 i 6.

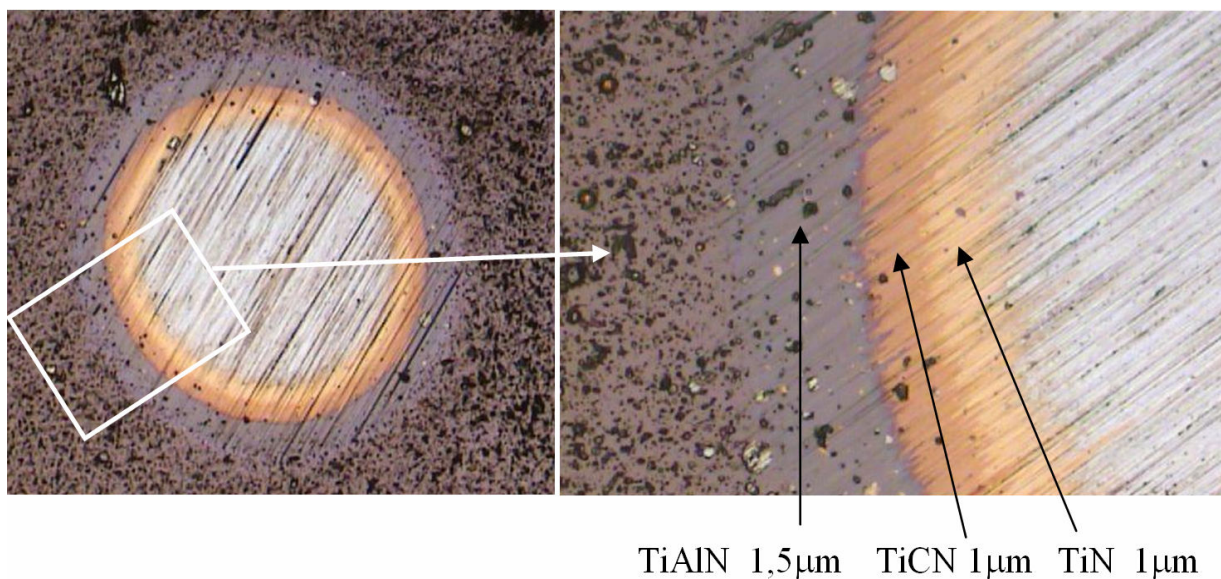
4. NAKŁADANIE TWARDEJ POWŁOKI PVD NA MATRYCE DO CIŚNIENIOWEGO ODLEWANIA ALUMINIUM - DRUGA OBRÓBKA TECHNOLOGII DUPLEX

Po obróbce cieplno-chemicznej zmodyfikowaną warstwę wierzchnią matryc weryfikowano na podstawie pomiarów twardości na przekroju poprzecznym (rys. 7a) oraz badań mikrostruktury za pomocą mikroskopii optycznej (rys. 7b). Przed właściwym procesem nanoszenia powłoki metodą PVD, powierzchnie były aktywowane jonowo przez 10 min. w atmosferze argonu o ciśnieniu 0,5 Pa oraz przy napięciu podłoża – 600 V.

Ostatecznie budowa otrzymanej wielowarstwowej powłoki, ujawniona za pomocą metody Calotest, jest przedstawiona na rys. 8. Jest to powłoka trójwarstwowa składająca się z warstw TiN, TiCN oraz TiAlN. Ogólny widok matryc po technologii duplex zaprezentowano na rys. 9.



Rys. 7. Profil twardości w warstwie (a) i mikrostruktura azotowanej stali WCL (b)
 Fig. 7. The hardness profile (a) and microstructure of nitrided layer of X37CrMoV51 steel (b)



Rys. 8. Wytarcie powłoki metodą Kalotest oraz jej architektura (z prawej)
 Fig. 8. The image of the Kalotest thickness test and the architecture of deposited multilayer coating



Rys. 9. Wkładki matrycowe po procesie azotowania i nakładania powłoki metodą PVD
 Fig. 9. The casting dies after nitriding process and PVD deposition

5. PODSUMOWANIE

Kojarzenie procesu azotowania z innymi technikami, np. PVD w procesach „duplex” poszerza spektrum możliwości kształtowania właściwości mechanicznych, chemicznych oraz eksploatacyjnych części maszyn i narzędzi. W dążeniu do maksymalnych, możliwych do otrzymania korzyści w wyniku stosowania tego procesu, w układach powłoka ceramiczna – azotowana warstwa, jednym z najistotniejszych warunków jest otrzymanie warstwy azotowanej charakteryzującej się maksymalnymi grubościami efektywnymi oraz, w zależności od zastosowań, pozbawioną zewnętrzną warstwą węglazotków lub z tą warstwą ale o grubości nie przekraczającej kilku mikrometrów.

Opisany w niniejszej pracy innowacyjny układ sterowania procesem zawiera moduł projektowania procesu umożliwiający dobór algorytmu zmian parametrów procesu, który zapewnia otrzymanie założonej budowy warstwy. Eliminuje się w ten sposób kosztowną iteracyjną procedurę prób i błędów. Niezależnie, unikatową wartością układu jest moduł monitorowania in-situ przebiegu wzrostu warstwy działający w oparciu o komplementarne współdziałanie czujnika rezultatu procesu (czujnika magnetycznego) i modeli matematycznych. Funkcjonowanie obu modułów przedstawiono w artykule na przykładzie azotowania matryc do ciśnieniowego odlewania aluminium wykonanych ze stali WCL.

W szczególności:

- założono określoną budowę warstwy azotowanej,
- zaprojektowano algorytm zmian parametrów procesu,
- wytworzono warstwę azotowaną o założonych parametrach na matrycach monitorując jej wzrost,
- naniesiono powłokę PVD o złożonej architekturze TiAlN/TiCN/TiN.

Tak modyfikowane matryce do ciśnieniowego odlewania aluminium stosowane w VISTEON Poland SA Praszka wykazały ponad trzykrotny wzrost trwałości eksploatacyjnej w porównaniu do niemodyfikowanych technologią duplex.

Badania współfinansowane ze środków Europejskiego Funduszu Rozwoju Regionalnego w ramach Programu Operacyjnego Innowacyjna Gospodarka 2007-2013, Działanie 1.3.

LITERATURA

- [1] Burakowski T., Wierzchoń T.: Surface engineering of metals: principles, equipment, technologies, Taylor and Francis Group, LLC, 2008.

- [2] Dobrzański L.A., Madejski J.: Prototype of an expert system for selection of coatings for metals, *Journal of Materials Processing Technology* 175, 2006, s. 163-172.
- [3] Mazurkiewicz A.: Mechanisms of knowledge transformation in the area of advanced technologies of surface engineering. Incorporating Heat Treatment of Metals International Heat Treatment and Surface Engineering 1, 3, 2007, s. 108-113.
- [4] Dobrodziej J., Mazurkiewicz A., Ratajski J., Suszko T., Michalski J.: The methodology of fuzzy logic application in the modelling of thermodiffusive and PVD processes - Intelligent tools for support of designing in surface treatments, International Federation of Heat Treatment and Surface Engineering (IFHTSE) Congress, Brisbane, Australia, 2007.
- [5] Ratajski J., Suszko T.: Modelling of the nitriding process, *Journal of Materials Processing Tec.* 195, 2008, s. 212-217.
- [6] Lipiński D., Ratajski J.: Modelling of the microhardness profile in nitrided layer by artificial network, *Lecture Notes in Computer Science* 4682, 2007, s. 245-249.
- [7] Ratajski J., Tacikowski J., Olik R., Suszko T., Łupicka O.: Intelligent control system for gaseous nitriding process, *Metallurgia Italiana* 6, 2006.
- [8] Ratajski J.: Monitoring nitride layer growth using magnetic sensor, *Surface Engineering* 17, 2001, s. 193-198.
- [9] Ratajski J., Olik R., Liliental W.: New development trend: magnetic sensor to monitor nitride layer growth in process. Second International Conference on Carburizing and Nitriding with Atmospheres, Cleveland, Ohio 1995, s. 309-314.
- [10] Ratajski J., Olik R., Baranov A.: Control system in-situ of nitrided layer growth and deposited layer in PVD processes. *Problemy eksploatacji* 2, 2005, s. 93-105.
- [11] Ratajski J., Tacikowski, J., Somers M.A.J.: Development of the compound layer of iron (carbo) nitrides during nitriding of steel. *Surface Engineering* 2003, 3, s. 87-93.