



Eltérő nitridálási eljárásokkal kezelt melegalakító szerszámacél vizsgálata ciklikus hőterhelést követően

Examination of a Hot-Work Tool Steel Treated with Different Nitriding Processes after Cyclic Heating

Oláh Klaudia,¹ Korsós Krisztián,² Kovács Dorina³

¹ Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem, Gépészmérnöki Kar, Anyagtudomány és Technológia Tanszék, Budapest, Magyarország, olah.klaudia@edu.bme.hu

² Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem, Gépészmérnöki Kar, Anyagtudomány és Technológia Tanszék, Budapest, Magyarország, krisztian.korsos@edu.bme.hu

³ Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem, Gépészmérnöki Kar, Anyagtudomány és Technológia Tanszék, Budapest, Magyarország, kovacs.dorina@gpk.bme.hu

Abstract

This research examines the effect of salt bath, and nitriding processes on hot forming tool steel. The chosen steel is BÖHLER W350 ISOBLOCK hot forming tool steel, which is widely used in the industry for pressure casting. After surface treatment, some samples were exposed to cyclic heat and corrosion effects in a molten aluminium medium, thus simulating the conditions experienced during pressure casting. Microhardness measurements were performed on the samples treated with different procedures. The results were compared using a scanning electron microscope and energy-dispersive X-ray spectrometry.

Keywords: *plasma nitriding, salt bath nitriding, hot work tool steel.*

Összefoglalás

Kutatásunk során a nitridálás két fő technológiai változatának, a sófürdős és plazmanitridáló eljárásnak melegalakító szerszámacélra gyakorolt hatását hasonlítjuk össze. A választott acél a BÖHLER W350 ISOBLOCK melegalakító szerszámacélja, melyet az iparban széles körben alkalmaznak nyomásos öntészetnél. A minták egy részét a felületkezelést követően olvadt alumínium közegben ciklikus hő- és korróziós hatásoknak tettük ki, ezzel szimulálva a nyomásos öntés során tapasztalható körülményeket. A különböző eljárásokkal kezelt mintákon ezt követően mikrokeménység-mérést végeztünk, majd a pásztázó elektronmikroszkóppal, valamint az energiadisziperzív röntgenspektrometriával végzett vizsgálatok eredményei alapján hasonlítottuk össze az eljárásokat.

Kulcsszavak: *plazmanitridálás, sófürdős nitridálás, melegalakító szerszámacél.*

1. Bevezetés

Manapság a gépjármű-alkatrészek jelentős hányadát teszik ki az alumíniumöntvények. Az alumínium könnyűfém, melynek alkalmazása lehetővé teszi a könnyű gépalkatrészek gyártását azok szilárdsági jellemzőinek romlása nélkül.

Ezen alkatrészek gyártásakor az öntőszerszám kiemelkedő szerepet játszik: nagy hőmérsékleten történő alkalmazása során is nagy ellenállóságot kell mutasson mind mechanikai, mind korróziós

hatásokkal szemben. Az ipar melegalakító szerszámacélt alkalmaz az öntőszerszám alapanyagaként, mely az alumínium olvadáspontján is megőrzi hőállóságát. A szerszám minőségének hosszú távú megőrzése érdekében elengedhetetlen annak felületkezelése.

A nitridálás termokémiai felületkezelés, mely során diffúziós úton nitrogént juttatunk a munkadarab felületébe kemény, kopásálló, nitrideket tartalmazó réteg létrehozásának céljából [1, 2].

A nitridálásnak számos változata terjedt el, melyek az iparban, eltérő alkalmazásokban használatosak az adott felhasználási terület követelményeinek megfelelően.

Korábbi kutatások 1.2343 és 1.2344 számjelű acélok termikus kifáradási élettartamának javulásáról számoltak be különböző nitridálási kezelések után [3, 4]. Yucel Birol [5], 1.2365 jelzésű acélnál vizsgálta a plazmanitridálás hatását a hőfáradással szemben. A 450 °C és 750 °C között végzett, 500 cikluson át tartó hőfáradási vizsgálat során a felületkezelt acél eredeti 1084 HV0.02 felületi keménysége 250 HV0.02 értékre csökkent. A jelenséget a szerzők a felületi vegyületi réteg termikus károsodásának, a nitrogén tartalomcsökkenésének, illetve a szubsztrát mikroszerkezeti átalakulásának tulajdonították. Egy másik kutatás során Guang Chen és társai [6] eltérő hőmérsékleteken (430, 450 és 470 °C) és kezelési ideig (4, 6 és 8 óra) történő sófürdős nitridálással felületkezelt, 1.2344 számjelű acélon végeztek hasonló kísérletet. A próbatesteket 30 percen keresztül 750 °C-on tartották olvadt alumíniumban. Kutatásuk eredményeként megállapítható, hogy a minták keménységi értékei 1050–1317 HV0.1 közötti értékekről 855–891 HV0.1 értékekre csökkentek.

Nem áll azonban rendelkezésünkre szakirodalmi adat, mely a két nitridálási eljárást azonos körülmények mellett végzett hőfáradási kísérletek eredményei alapján hasonlítaná össze. Kutatásunk során plazmanitridálással, valamint sófürdős nitridálással kezelt próbatesteken végeztünk ciklikus hőfárasztó vizsgálatot, majd a kezelési eljárásokat a keménységértékek csökkenési mértékében, a nitrogénkoncentráció változásában hasonlítottuk össze.

2. Vizsgálati módszertan

2.1. A vizsgált acél és kezelése

A kutatás során vizsgált anyag BÖHLER W350 ISOBLOCK jelzésű megalakító szerszámacél, melynek vegyi összetétele az 1. táblázatban látható.

Az alapanyagot 20×20 mm keresztmetszetű acélrúd formájában szereztük be, majd vízhűtéses abrazív vágótárcsás vágógéppel 5 mm vastagságú próbatestekre vágtuk. A megalakító szerszámacél kiválóan keményíthető, így hőkezelési ciklusában három megeresztés jelenik meg. Tekintettel arra, hogy a harmadik megeresztési hőmérséklet egybeesik a nitridálás hőmérsékletével, így a két folyamatot egy lépésben végeztük el. A próbatestek előzetes hőkezelése az 1. ábrán látható.

A sófürdős kezelést kis cianidtartalmú, karbonitridáló közegben végezték 580 °C-on, 2,5 órán keresztül. A plazmanitridálás 520 °C-on, 1:3 arányú nitrogén és hidrogén gázkeverékében 25 órán keresztül történt. Mindkét technológia során 10 µm vastagságú vegyületi és 100 µm vastagságú diffúziós réteg létrehozása volt a cél.

Az alumíniumnyomásos öntés során 650–700 °C-on olvadt alumíniumot fecskendeznek az öntőszerszám üregeibe, mely gyakran a 30 m/s sebességet is meghaladja, akár 1300 bar nyomáson [6]. A szerszám felülete ezáltal erős mechanikai terhelésnek, súlyos korróziós hatásoknak van kitéve. Az összetett romlási mechanizmusok okozta károsodások a hőfáradás, a kopás és a korrózió.

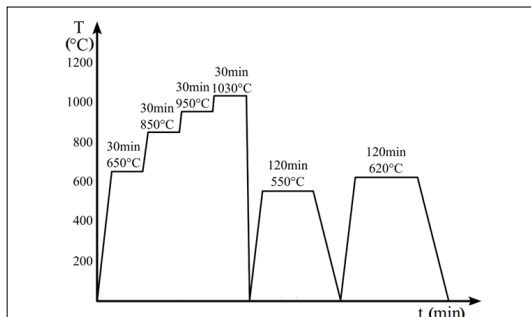
A kutatás során a mintákat olvadt alumínium közegben végzett ciklikus hő- és korróziós hatások érték. A próbatesteket 5 percre 700 °C-os alumíniumközegbe merítettük, majd 5 percen keresztül hűtöttük levegőn, összesen 10 cikluson keresztül. A mintákat a felületkezelés és korróziós vizsgálat után a felületre merőlegesen elvagtuk. Ezt követően beágyasztuk azokat, majd a vágott felületüket csiszoltuk, políroztuk. A minták a hivatkozás megkönnyítése érdekében kódnevet kaptak, a 2. táblázatban látható módon.

1. táblázat. Az ötvözők tömegaránya (%)

C	Si	Mn	Cr	Mo	V
0,38	0,20	0,55	5,00	1,80	0,55

2. táblázat. A minták jelölései

Minta	Név
Referencia	R1
Referencia, hőterhelt	R2
Sófürdősén nitridált	S1
Sófürdősén nitridált, hőterhelt	S2
Plazmanitridált	P1
Plazmanitridált, hőterhelt	P2



1. ábra. A minták előzetes hőkezelése

2.2. A vizsgálati módszerek

A mintákon Vickers-keménységmérést végeztünk az ISO 18203:2016, felületkezelt kéregvastagságának meghatározására vonatkozó szabvány szerint. Először a magkeménységet mértük a minták közepén végzett három mérés átlagából. Ezután a további mérési pontokat a minta felületéről befelé haladva 0,05 mm-enként vettük fel, két mérési sorban, egymástól 0,025 mm-rel eltolva. Egy mintán összesen 20 mérés készült.

A polírozott mintákon Nital-2 marószerrrel 60–90 másodpercig tartó kémiai maratást végeztünk, mely a szövetszerkezetet tette láthatóvá.

A Zeiss EVO MA 10 típusú pásztázó elektronmikroszkóppal (SEM) végzett vizsgálatokat megelőzően a gyantába ágyazott minta felületét aranyoztuk, majd ezt követően a mintákat kétoldali ragasztós vezető szalaggal erősítettük a mintatartóra. Az elektronmikroszkópos vizsgálatok során energiadiszipatív röntgenspektrometriával (EDS) határoztuk meg a minták kémiai összetételét. E vizsgálatok során az egyes mintákon és a rajtuk található kiválásokon elemanalízist végeztünk, valamint megállapításra került az esetlegesen kialakult vegyületi rétegek anyagi minősége.

3. A vizsgálatok eredményei

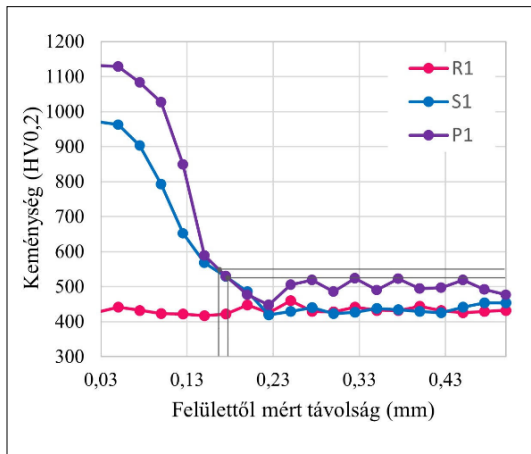
3.1. A mikrokeménység-mérés eredményei

A mikrokeménység-mérés eredményeit a 2. és 3. ábra diagramjai foglalják össze.

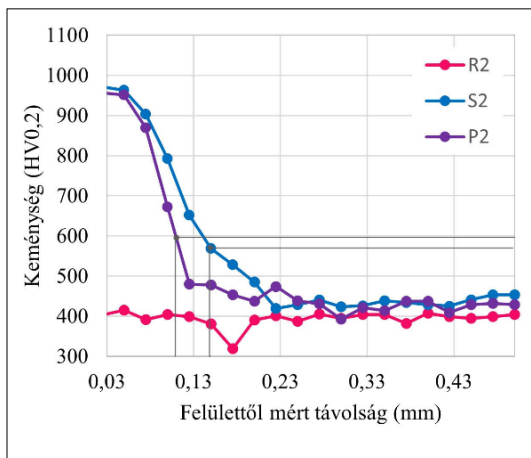
Az eredmények alapján megállapítható, hogy bár a sófürdősen nitridált mintának vastagabb a diffúziós zónája, keménysége kisebb a plazmanitridált mintáénál. Az olvadt alumíniumban kezelt minták esetében a keménységértékek jelentős csökkenését tapasztaltuk. Ez a referenciaminta esetében átlagosan 10%, a sófürdősen kezelt mintánál 0,1 mm rétegmélységig átlagosan 6,3%, a plazmanitridált minta esetében 17,8% csökkenést jelentett.

3.2. A pásztázó elektronmikroszkóppal végzett vizsgálatok eredményei

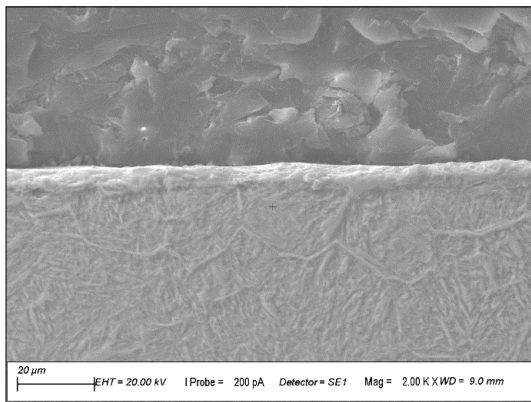
A 4. ábrán megfigyelhető a nitridált minták esetében kialakult hálós szerkezet, ami a sófürdőben kezelt mintáknál erőteljesebben jelenik meg. A minták felületén látható fehér sáv feltehetően a vegyületi réteg, erről azonban csak az elemanalízis után lehet megbizonyosodni. A minták sarkainál a hálók még sűrűbben tűntek fel (5. ábra).



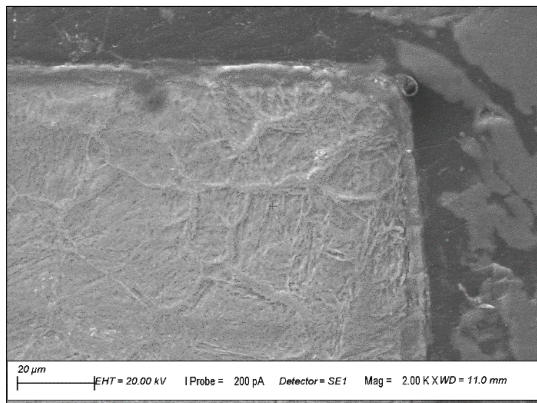
2. ábra. Az egyes eljárások eredményeinek összevetése alumíniumos kezelés előtt



3. ábra. Az egyes eljárások eredményeinek összevetése alumíniumos kezelés után



4. ábra. Az S1 minta metszeti képe



5. ábra. Az S2 mintán kialakult hálós szerkezet

3.3. Az energiadisziperzív röntgenspektrometria eredményei

A mintákon látható hálók nagy nitrogéntartalmukból adódóan nitridhálók, melyek a szemcsehatár mentén váltak ki. A sarkok mentén a nitrogén nagyobb tömegszázalékban volt jelen. Ez a jelenség annak tudható be, hogy a minták sarkain a nitrogénnek több irányból adódik lehetősége az alapanyagba diffundálni, az így fellépő helyi túltelítettség hatására a szemcsehatárok mentén kiválások formájában jelenik meg a többlet nitrogénmennyiség [7]. Ez az úgynevezett élhatás elsősorban a plazmanitridálás során figyelhető meg. A nitridált minták mindegyikén nagyobb nitrogéntartalom mutatható ki. Az EDS-vizsgálat eredményei alapján a plazmanitridált minták esetében ez a mennyiség közel kétszerese a sófürdőben kezelt minták nitrogéntartalmának.

A nitridált minták sarkai az élhatás következtében feltehetően keményebbek, azonban ridegebbek. A jelenség nem minden esetben kívánatos, mivel dinamikus igénybevételű szerszámoknál könnyen lepattoghat az elridegedett anyag. A kemény élek azonban jó tribológiai tulajdonságaiknak köszönhetően kopással szemben jó ellenálló képességgel rendelkeznek. A nitridált minták sík felületeinek vizsgálata során megállapíthattuk, hogy azok nitrogéntartalma közel azonos. Ennek lehetséges oka, hogy bár a két eljárás különböző gyártási paraméterekkel történt, mindkét esetben azonos diffúziós és vegyületiréteg-vastagság elérése volt a cél. A 2-es indexű nitridált mintáknál a nitrogéntartalom jelentős csökkenése tapasztalható. A különböző mintákon és területeken mért értékeket a 3. táblázat szemlélteti.

3. táblázat. Az egyes minták nitrogénkoncentrációjának változása

Minta	Nitrogéntartalom (%)		
	1	2	Δ (%)
S (síkfelületen)	4,6	2,8	39,1
S (sarkon)	5,7	3,5	38,6
P (síkfelületen)	5,8	1,9	67,2
P (sarkon)	10,5	3,6	65,7

A táblázatba foglalt eredmények alapján megállapítható, hogy ameddig a sófürdős minták nitrogéntartalma mindössze közel 40%-ot csökkent, a plazmanitridált minták ennél sokkal jelentősebb mennyiségű nitrogént vesztek, 66–67%-ban csökkent a nitrogéntartalmuk.

Ez a jelenség azzal a ténnyel magyarázható, hogy a sófürdős nitridálás során képződő ϵ -nitridek feltehetően termodinamikailag stabilabbak, jobb a hőállóságuk [8]. Az állítást a keménységmérés során nyert eredmények is alátámasztják, ahol a sófürdőben kezelt minta esetében sokkal kisebb mértékben csökkent a keménységmérték a hőfárasztás hatására. A bomlás során diffúziós folyamatok indulnak meg a nitrogénben szegényebb területek felé, amely ebben az esetben a próbatesteket körülvevő környezet volt. A folyamat hatására a nitridált kéreg nitrogénben elszegényedetté vált. A referenciamintával ellentétben sem a plazma-, sem a sófürdős nitridáláson átesett próbatest felületén nem fedeztük fel az alapanyag vagy a nitridált réteg teljes feloldódását.

4. Az eredmények összefoglalása

A mikrokeménység-mérési vizsgálatok során megállapítottuk az egyes nitridálási eljárásokkal elért eltérő keménységeket és rétegmélységeket. Megállapítható, hogy a plazmanitridált mintának ugyan nagyobb a felületi keménysége, de a kialakult réteg vastagsága valamivel kisebb, mint a sófürdős eljárással előállított minták esetén.

Az alumíniumfürdőben végzett ciklikus kezelést követően az elektronmikroszkópos vizsgálat megmutatta, hogy a nitridált réteg megvédte mind a két nitridált mintát az intermetallikus vegyületek kialakulásától. Ugyanakkor mindkét kezelés esetén jelentős változás figyelhető meg a minták keménységében és a nitridált réteg vastagságában. E tekintetben megállapítható, hogy a kezelést követően a sófürdőben nitridált minta mind keménységi, mind rétegvastagsági tekintetben

kisebb károsodást szenvedett el a ciklikus hőterhelés alatt.

Az elemvizsgálat alátámasztotta a korábbi méréseknél tett feltételezéseket, valamint további megállapításokat tehettünk a minták összetételét illetően. A nitridált minták hálós szövetszerkezetének nagy nitrogénkoncentrációjából megállapíthattuk, hogy az éllátás miatt fellépő nitridhátlósságról beszélhetünk.

Az olvadt alumíniumban korróziót szenvedő nitridált minták esetében azt a kijelentést tehetjük, miszerint a sófürdősen kezelt minta kisebb mértékben veszít nitrogéntartalmából a plazmanitridált darabhoz képest. Ezt a különböző nitridek különböző termodinamikai stabilitásával, valamint a bomlást követő diffúziós folyamatokkal magyaráztuk.

Köszönetnyilvánítás

Jelen munkát a Nemzeti Kutatási, Fejlesztési és Innovációs Hivatal (NKFIH) támogatta az OTKA-PD_21 142307 támogatási szerződés keretében.

A Doktoranduszi Kiválósági Ösztöndíj Program (DKÖP) által támogatott projekt a Kulturális és Innovációs Minisztérium Nemzeti Kutatási Fejlesztési és Innovációs Alapból nyújtott, valamint a Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem közös támogatásával, a Nemzeti Kutatási, Fejlesztési és Innovációs Hivatallal kötött támogatási szerződés alapján valósult meg.

Szakirodalmi hivatkozások

[1] Conci M. D., Bozzi A. C., Franco A. R.: *Effect of plasma nitriding potential on tribological behaviour*

of AISI D2 cold-worked tool steel. Wear, 317/1–2. (2014) 188–193.

<https://doi.org/10.1016/j.wear.2014.05.012>

[2] Dai M., Li C., Chai Y.: *Rapid Salt Bath Nitriding of Steel AISI 1045*. Metal Science and Heat Treatment, 60. (2018), 454–456.

<https://doi.org/10.1007/s11041-018-0300-8>

[3] Hawryluk M., Dolny A., Mrozinski S.: *Low cycle fatigue studies of WCLV steel (1.2344) used for forging tools to work at higher temperatures*. Archives of Civil and Mechanical Engineering, 18. (2018) 465–478.

<https://doi.org/10.1016/j.acme.2017.08.002>

[4] Kohli A. H., Hanief M., Jagota, V.: *A retrospection of the effect of nitriding processes on the AISI H13 tool steel*. Advances in Materials and Processing Technologies, 9/2. (2022) 425–440.

<https://doi.org/10.1080/2374068X.2022.2093012>

[5] Yucel B.: *Response to thermal cycling of plasma nitrided hot work tool steel at elevated temperatures*. Surface and Coatings Technology, 205/2. (2010) 597–602.,

<https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2010.07.035>

[6] Guang C., Jun W., Hongyuan F., Danqi W., Xiaoying L., Hanshan.: *Combat molten aluminum corrosion of AISI H13 steel by low-temperature liquid nitrocarburizing*. Journal of Alloys and Compounds, 776. (2019) 702–711.

<https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2018.10.298>

[7] Pye D.: *Practical Nitriding and Ferritic Nitrocarburizing*. ASM International, 2003.

<https://doi.org/10.31399/asm.tb.pnfn.9781627083508>

[8] Fang C., van Huis M., Zandbergen H.: *Stability and structures of the ϵ -phases of iron nitrides and iron carbides from first principles*. Scripta Materialia, 64. (2011) 296–299.

<https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2010.08.048>