

ZAVISNOST POVRŠINSKE STRUKTURE ČELIČNIH UZORAKA OD ODNOSA IMPULSA I PAUZE PROCESNE PLAZME

Željko Đurišić, Miodrag Zlatanović, Amir Kunosić, Ivan Popović, *Elektrotehnički fakultet u Beogradu*

Sadržaj – U radu je analiziran uticaj odnosa impulsa i pauze (*duty cycle*) na karakteristike površinskih struktura radnih komada od čelika u procesima impulsnog plazma nitriranja. Analiza je sprovedena na osnovu eksperimenata impulsnog plazma nitriranja uzoraka od čelika Č. 4732. Na osnovu odgovarajućih merenja, analizirana je tvrdoća i debljina zone jedinjenja, kao i raspodela mikrotvrdoće na poprečnom preseku uzorka u zavisnosti od odnosa impulsa i pauze.

1. UVOD

Impulsnu plazmu karakteriše veliki broj parametara procesa [1], što omogućava određeni komfor i preciznu kontrolu formiranja površinskih struktura, kako u procesima depozicije tako i u difuzionim procesima, kao što je postupak nitriranja. Zahvaljujući tome, plazma postupci imaju čitav niz prednosti u odnosu na srodne tehnološke postupke jer omogućavaju formiranje površinskih struktura različitih karakteristika i hemijskog sastava pa samim tim i različitih funkcionalnih osobina. Osim toga, za razliku od hemijskih procesa nitriranja, plazma nitriranje spada u ekološki potpuno prihvatljivu tehnologiju. Primena IGBT tranzistora kao osnovnih prekidačkih elemenata u impulsnim plazma generatorima, omogućila je izgradnju impulsnih plazma sistema velike snage, što je doprinelo širokoj primeni impulsne plazma tehnologije u industrijskoj obradi površine materijala.

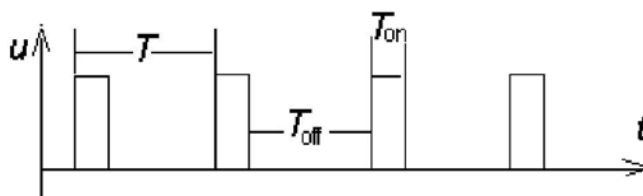
Kod klasičnog postupka plazma nitriranja, primenom kontinualnih DC generatora, javlja se problem lokalnog pregrevanja radnih uzoraka na oštrim ivicama i otvorima manjih dimenzija zbog pojave efekta "šuplje katode" [2]. Na slici 1 prikazan je foto snimak jedne šarže u kojoj se nalaze radni komadi (alati za ekstruziju aluminijuma) na kojima se može vizuelno uočiti efekat "šuplje katode" (jako osvetljene lokacije – mali otvori).



Slika 1 Efekat "šuplje katode" u uskim procepima radnih komada u procesu plazma nitriranja

Problemi lokalnog pregrevanja radnih komada sa složenom geometrijom su gotovo u potpunosti prevaziđeni u plazma procesima sa impulsnim napajanjem. Impulsno napajanje može biti jednosmerno ili naizmenično, a frekvencija primenjenog napona određuje tip pražnjenja. Plazma generatori, koji rade u frekventnom području od neke minimalne frekvencije do 500 kHz, formiraju takozvano impulsno pražnjenje [3].

Unipolarni impulsni generator je najčešće korišćeni generator za obradu električno provodnih materijala. Na slici 2 prikazan je vremenski oblik napona na izlazu iz unipolarnog impulsnog plazma generatora [4].



Slika 2 Vremenski oblik napona na izlazu iz unipolarnog impulsnog plazma generatora.

Na slici 2 su označena karakteristična vremena impulsnog napajanja: T -period signala, T_{on} - vreme trajanja impulsa i T_{off} - vreme trajanja pauze. Za istu vrednost frekvencije napona napajanja moguć je različit odnos vremena trajanja impulsa i pauze, pa se ovaj odnos javlja kao nezavisan parametar u procesiranju radnih komada u impulsnoj plazmi. Kvantitativno se ovaj parametar može izraziti kroz odnos trajanja impulsa prema periodu signala, odnosno:

$$d.c.[\%] = \frac{T_{on}}{T_{on} + T_{off}} 100 = \frac{T_{on}}{T} 100. \quad (1)$$

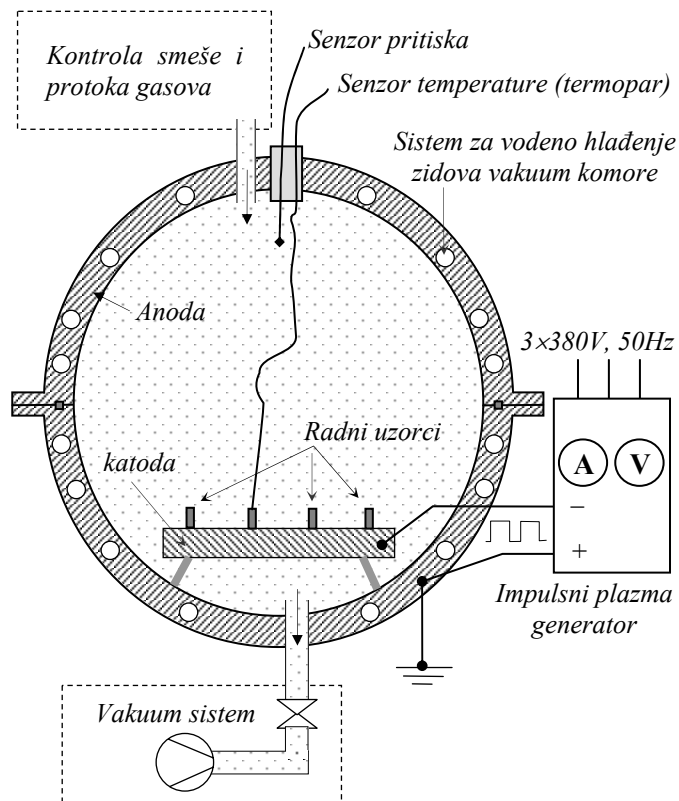
Eksperimenti su pokazali da je promenom odnosa impulsa i pauze moguće precizno kontrolisati temperaturu uzoraka i izbeći lokalna pregrevanja. Međutim, promenom *d. c.* menjaju se i fizički i hemijski procesi u plazmi a time i karakteristike površinskih struktura radnih komada. Dakle, potrebno je analizirati *d. c.* kao parametar kojim se, osim na stabilnost procesa impulsnog plazma nitriranja, deluje i na karakteristike struktura na površini radnih komada.

2. OPIS EKSPERIMENTA I METODOLOGIJA

Uticaj *d. c.* na karakteristike struktura na površini uzorka, formiranih u procesu impulsnog plazma nitriranja, analiziran je kroz eksperiment u kojem je tretiran tipični alatni čelik Č.4732. Uzorci (valjkaste epruvete) od čelika Č.4732 su pre nitriranja termički normalizovani a zatim su, brušenjem i poliranjem, ravne površine uzoraka (bazisi valjka) obrađene na isti stepen hrapavosti .

Eksperiment se sastojao od nekoliko procesa nitriranja u kojima je varirana vrednost *d.c.* od 15% do 95% pri istim uslovima u pogledu temperature uzorka ($t=500\text{ }^{\circ}\text{C}$), sastava gasa (25% N_2 , 75% H_2), radnog pritiska ($p=400\text{ Pa}$) i vremena nitriranja ($\tau=240\text{ min}$). Frekvencija napojnog signala je takođe održavana na konstantnoj vrednosti $f=5000\text{ Hz}$.

U eksperimentu je korišćena vakuum komora sa hladnim



zidovima bez termičkih štitova za smanjenje toplotnih gubitaka, slika 3.

Slika 3 Principijelna šema sistema za impulsno plazma nitriranje koji je korišćen u eksperimentu

U vakuum komori sa hladnim zidovima, s obzirom da ne postoje infracrveni grejači, zagrevanje radnih uzoraka se vrši isključivo jonskim bombardovanjem. Pozitivni joni, koji se formiraju u gasu, pod dejstvom električnog polja se ubrzavaju i udaraju u katodu predajući joj svoju kinetičku energiju, što se manifestuje porastom temperature radnih uzoraka. Istovremeno se odvija i proces hlađenja uzoraka i to, u ovom slučaju, dominantno u vidu zračenja. Stacionarno stanje se uspostavlja pri nekoj temperaturi koja je definisana snagom gasnog pražnjenja i emisionim karakteristikama uzoraka. Dakle, za održavanje konstantne temperature uzorka na nekom željenom nivou, potrebno je obezbediti da srednja snaga gasnog pražnjenja bude konstantna. Matematički se prethodna konstatacija može definisati sledećom relacijom:

$$\int_0^T i(\tau)u(\tau) d\tau = \text{const.} \quad (t = \text{const.}) \quad (2)$$

Promena odnosa impulsa i pauze, pri konstantnoj periodičnosti T i konstantnoj temperaturi uzorka t , zahteva promenu amplitude napona napajanja (a time i promenu amplitude struje) u cilju zadovoljenja relacije (2).

U slučaju kratkotrajnih impulsa (mala vrednost *d.c.*) potrebno je postići i do deset puta veću trenutnu snagu plazme radi održavanja iste temperature radnog komada u odnosu na snagu u režimu kontinualnog DC napajanja (*d.c.*=100%). Za vreme trajanja signala (T_{on}) u slučaju malog *d.c.*, zbog relativno velike jačine električnog polja, stvoreni su uslovi za pojačanu jonizaciju u odnosu na kontinualno DC napajanje. U takvim uslovima, u toku vremena T_{on} , formirani pozitivni joni intenzivno bombarduju radne uzorke (katodu). U toku trajanja pauze, zbog odsustva spoljašnjeg električnog polja, dolazi do intenzivne rekombinacije jona, međutim, trajanje procesa rekombinacije jona je uporedivo sa vremenom trajanja beznaponske pauze T_{off} , pa se i u vremenu odsustva napona imaju uslovi za odvijanje hemijskih procesa nitriranja. Dakle, procesi u plazmi se značajno razlikuju za slučaj malog odnosa impulsa i pauze i za kontinualno DC napajanje.

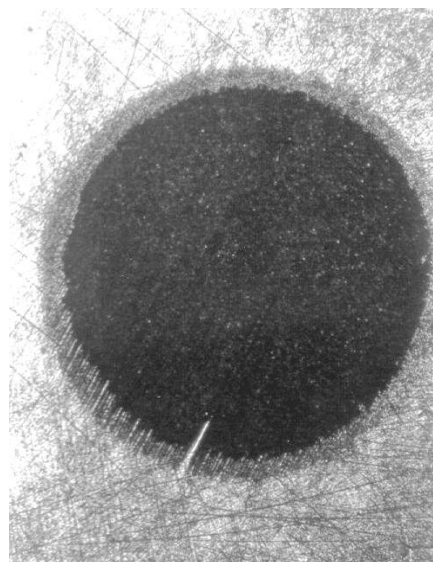
3. REZULTATI MERENJA I NJIHOVA ANALIZA

U cilju utvrđivanja uticaja *d.c.* na karakteristike površinskih struktura radnih uzoraka izvršena su merenja:

- širine zone jedinjenja,
- mikrotvrdoće površine uzorka,
- raspodele mikrotvrdoće na poprečnom preseku uzorka.

3.1 Zavisnost širine zone jedinjenja od odnosa impulsa i pauze

Merenje širine zone jedinjenja je izvršeno na uzorcima metodom *calo-testa*. Nakon hemijskog nagrizanja formirane sferne lezije, stvoreni su uslovi za detektovanje i merenje debljine zone jedinjenja pomoću optičkog mikroskopa. Na slici 4 dat je mikroskopski snimak površine uzorka sa formiranom kalotom na mikroabrazeru.

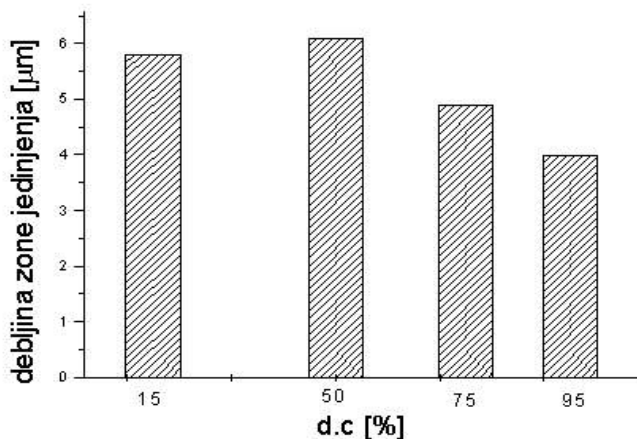


Slika 4 Mikroskopski snimak hemijski nagrižene kalote na površini čeličnog plazma-nitriranog uzorka

Na snimku se jasno uočava svetla zona, koja predstavlja zonu jedinjenja. Jasna vizuelna granica između zone jedinjenja i difuzione zone je omogućila relativno pouzdano

merenje spoljašnjeg i unutrašnjeg prečnika na formiranoj kaloti. Za poznati prečnik abrazivne kugle i poznato uveličanje optičkog mikroskopa na kojem je vršeno merenje, može se jednostavnim računom, sa relativno velikom preciznošću odrediti širina zone jedinjenja.

Rezultati merenja širine zone jedinjenja u zavisnosti od odnosa impulsa i pauze za analiziranu vrstu čelika su prikazani na slici 5.



Slika 5 Zavisnost širine zone jedinjenja od odnosa impulsa i pauze za čelik Č. 4732

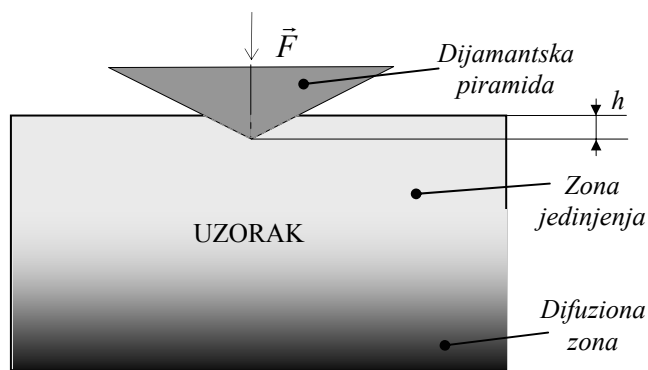
Na osnovu rezultata merenja može se zaključiti da je širina zone jedinjenja neuniformno zavisna od odnosa impulsa i pauze. Ovakva zavisnost se može objasniti postojanjem dva suprotna efekta na površini uzorka za vreme formiranja zone jedinjenja. U uslovima male vrednosti *d. c.*, odnosno kada su naponski impulsi sa većom amplitudom a kraćim trajanjem, zbog velike jačine električnog polja (u toku vremena T_{on}), formira se relativno veliki broj aktivnih čestica, koje utiču pozitivno na rast debljine zone jedinjenja. Sa druge strane, kinetička energija, koju imaju formirani pozitivni joni koji bombarduju uzorke, raste sa porastom napona, pa je u slučaju male vrednosti *d. c.* izražen efekat raspršivanja (*sputtering effect*) katode odnosno izbijanja slabo vezanih struktura sa površine uzorka, čime se onemogućava stvaranje debljeg sloja zone jedinjenja. Pri većim vrednostima *d. c.* potrebno je smanjivati napon, shodno relaciji 2, pa se smanjuje i efekat raspršivanja, ali i intenzitet stvaranja aktivnih čestica. Dakle, u pogledu širine zone jedinjenja, ima se određena vrednost *d. c.*, unutar opsega njegove moguće promene, pri kojoj je, za usvojene preostale parametre procesa, širina zone jedinjenja najveća.

3.2 Zavisnost mikrotvrdoće zone jedinjenja od odnosa impulsa i pauze

Tvrdoća zone jedinjenja je merena direktno, merenjem površinske mikrotvrdoće nitriranih uzoraka. Površinska mikrotvrdoća je merena Vickersovom metodom sa standardnom dijamantskom piramidom. Merenja su vršena silom intenziteta $F = 0,5 N$. Ovakva mala sila je obezbeđivala relativno plitak prodor vrha piramide (*h*) u zonu jedinjenja uzorka, što je ilustrovano na slici 6.

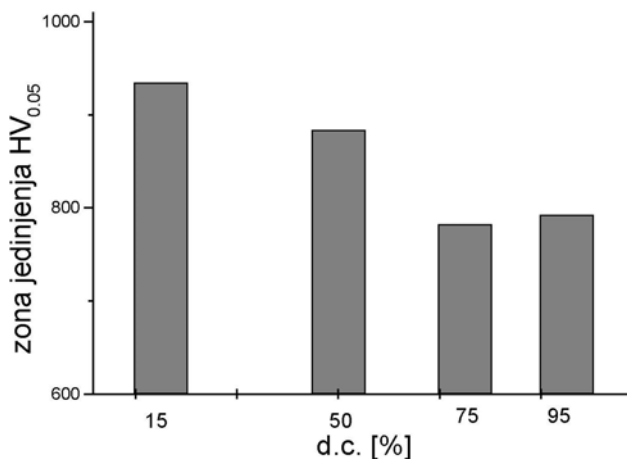
Pokazalo se, na osnovu rezultata merenja debljine zone jedinjenja i merenja otisaka piramide na mikroskopu, da je pri svim merenjima tvrdoće površine vrh piramide bio

duboko u zoni jedinjenja. Dakle, merenjem mikrotvrdoće površine je zapravo merena tvrdoća zone jedinjenja.



Slika 6 Ilustracija merenja mikrotvrdoće površine Vickersovom metodom

Na slici 7 su prikazani rezultati merenja površinske mikrotvrdoće odnosno mikrotvrdoće zone jedinjenja u funkciji odnos impulsa i puze.

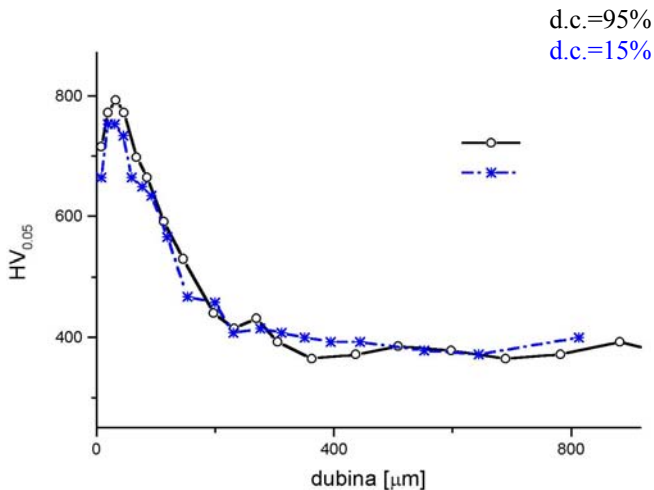


Slika 7 Zavisnost mikrotvrdoće zone jedinjenja od odnosa impulsa i pauze za čelik Č. 4732

Na osnovu rezultata merenja može se zaključiti da je mikrotvrdoća zone jedinjenja veća, ukoliko je odnos impulsa i pauze manji. Ovakva zavisnost se slaže sa teorijskim očekivanjima. Naime, pri malim vrednostima *d.c.*, odnosno većim vrednostima napona, kinetička energija koju poseduju joni je relativno velika, pa je izražen efekat raspršivanja katode. U procesu raspršivanja bivaju izbijene sa površine slabije vezane strukture, dok se jake, odnosno kompaktne strukture zadržavaju što pozitivno utiče na povećanje mikrotvrdoće zone jedinjenja.

3.3 Raspodela mikrotvrdoće na poprečnom preseku uzorka

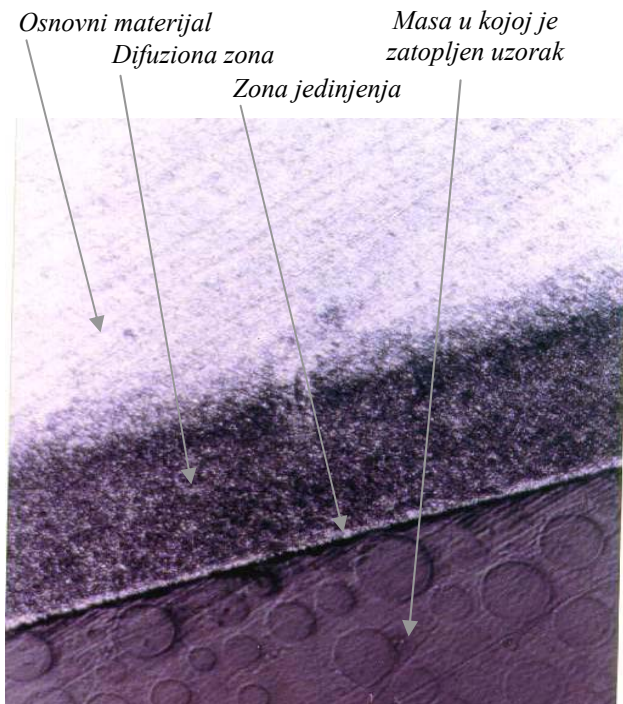
Merenje raspodele mikrotvrdoće je vršeno Vickersovom metodom na poprečnom preseku aksijalno rezanih uzoraka. I pri ovom merenju je sila, kojom je delovano na dijamantsku piramidu, podešena na $F = 0,5 N$. Rezultati merenja su dati dijagramima na slici 8.



Slika 8 Raspodela mikrotvrdoće na poprečnom preseku uzorka od čelika Č.4732 u zavisnosti od odnosa impuls-pauza

Merenjem promene tvrdoće na poprečnom preseku više uzoraka ustanovljeno je da je raspodela mikrotvrdoće na poprečnom preseku uzorka praktično nezavisna od odnosa impulsa i pauze. Dakle, odnos impulsa i pauze za analizirani čelik praktično ne utiče na karakteristike difuzione zone, kako u pogledu njene debljine tako i u pogledu njene mikrotvrdoće.

Na slici 9 je prikazan poprečni presek jednog uzorka na kome se jasno mogu uočiti promene strukture u zoni površine nastale u procesu impulsnog plazma nitiranja.



Slika 9 Snimak poprečnog preseka uzorka na optičkom mikroskopu

4. ZAKLJUČAK

Na osnovu analize rezultata eksperimenata koji su prikazani u ovom radu mogu se izvesti sledeći zaključci u

pogledu uticaju odnosa impulsa i pauze na karakteristike površinskih struktura plazma - nitiranih uzoraka od čelika:

- Mikrotvrdoća zone jedinjenja je veća, ukoliko je odnos impulsa i pauze manji,
- Zavisnost širine zone jedinjenja od odnosa impuls-pauza nije uniformna,
- Raspodela mikrotvrdoće na poprečnom preseku uzorka pokazuje da debljina difuzione zone praktično ne zavisi od odnosa impulsa i pauze.

Ovakva zavisnost parametara koji karakterišu površinu procesiranu u impulsnoj plazmi pokazuje da se izborom *d. c.* može uticati na karakteristike zone jedinjenja, praktično nezavisno od karakteristika difuzione zone.

Napomena – Ovaj rad je delimično rezultat projekta Ministarstva za nauku i tehnologiju Srbije MIS.3.02.0174.B.

LITERATURA

- [1] M. Zlatanović, I. Popović, Ž. Đurišić, A. Zlatanović, "Identifikacija procesnih parametara za akviziciju podataka u eksperimentima sa pulsirajućom plazmom", IT Žabljak, februar 2003.
- [2] I. Popović, Ž. Đurišić, "Karakteristike nestabilnosti gasnog pražnjenja pri impulsnom napajanju", PSMN'02, III/1, (2002)
- [3] Ž. Đurišić, I. Popović, A. Kunosić, "Odnos impuls-pauza kao parametar procesiranja površine čeličnih uzoraka u impulsnoj plazmi", PSMN'02, III/2, (2002)
- [4] M. Zlatanović, I. Popović, A. Zlatanović, "Glow discharge response to D.C. pulse biasing", SPIG'02 (2002), Contributed Papers, pp. 254-257

Abstract - The dependence of the surface structure properties on the pulse pause ratio in pulse plasma surface treatment was studied. The samples made of construction steel grade were exposed to nitrogen-hydrogen plasma. It was found that diffusion zone thickness and microhardness distribution were not influenced by the power supply duty cycle. The surface microhardness of compound layer may be controlled by changing duty cycle independently of the other process parameters.

INFLUENCE OF PULSE PLASMA DUTY CYCLE ON CONSTRUCTION STEEL PROPERTIES

Ž. Đurišić, M. Zlatanović, A. Kunosić, I. Popović