

AREOLOGIA NIEKONWENCJONALNEGO AZOTOWANIA JARZENIOWEGO STALI AUSTENITYCZNYCH (304 I 316L)

TADEUSZ FRĄCZEK^{1*}, ZBIGNIEW PASZENDA², ZYGMUNT
NITKIEWICZ¹, MONIKA GWOŹDZIK¹, MARCIN BASIAGA²

¹ POLITECHNIKA CZĘSTOCHOWSKA, WYDZIAŁ INŻYNIERII
PROCESOWEJ, MATERIAŁOWEJ I FIZYKI STOSOWANEJ,
INSTYTUT INŻYNIERII MATERIAŁOWEJ,

² POLITECHNIKA ŚLĄSKA,
WYDZIAŁ MECHANICZNO-TECHNOLOGICZNY,
INSTYTUT MATERIAŁÓW INŻYNIERSKICH I BIOMEDYCZNYCH
*E-MAIL: FRACZEK@MIM.PCZ.CZEST.PL

Streszczenie

W pracy dokonano oceny wpływu azotowania jarzeniowego na własności warstwy wierzchniej stali austenitycznej gatunku 304 i 316L. Proces azotowania jarzeniowego przeprowadzono w urządzeniu do azotowania typu JON-600. Azotowanie przeprowadzono w temperaturze 733 K (460°C), przy ciśnieniu $p=150\text{Pa}$ i w czasie $t=64,8\text{ks}$ (18 h). Do realizacji procesu azotowania zastosowano atmosferę reaktywną składającą się z mieszaniny 25% azotu, 75% wodoru (natężenie przepływu $250\text{ml/min N}_2+750\text{ml/min H}_2$).

[Inżynieria Biomateriałów, 69-72, (2007), 30-32]

Wstęp

Areologia jest obszarem wiedzy podstawowej i stosowanej, którego głównym zadaniem jest badanie zjawisk zachodzących na powierzchni ciał stałych, w celu zwiększenia trwałości eksploatacyjnych warstw powierzchniowych wyrobów [1].

Materiały konstrukcyjne stosowane w medycynie oraz w budowie elementów maszyn, aparatów i armatury dla przemysłu spożywczego, spełniać muszą bardzo wysokie wymagania sanitarno – higieniczne przy jednoczesnym spełnieniu wysokich wymogów wytrzymałościowych i fizycznych [2].

Stosowane najczęściej w tych dziedzinach grupy stali austenitycznych: 18-8 oraz 17-14-2L, posiadają zbliżone własności wytrzymałościowe, natomiast odporność korozyjna stali 17-14-2L jest wyższa, ze względu na większą zawartość niklu oraz 2% dodatek molibdenu [2]. Mankamentem stosowania stali z grupy 17-14-2L jest jednakże to, że elementy z niej wykonane są znacznie droższe od stali typu 18-8.

Alternatywnym rozwiązaniem może być modyfikacja warstw wierzchnich relatywnie tanich stali austenitycznych z grupy 18-8, powodująca zwiększenie trwałości eksploatacyjnej tych stali.

Coraz większe wymagania stawiane technologom i konstruktorom odnośnie uszlachetniania materiałów sprawiły, że preferowane są te z metod obróbki cieplnej i powierzchniowej, które oprócz poprawy trwałości eksploatacyjnej i małych kosztów eksploatacyjnych są metodami o niskiej energochłonności i dużej „czystości” z ekologicznego punktu widzenia [3,4]. Jedną z metod polepszenia własności warstw wierzchnich materiałów jest azotowanie.

AREOLOGY OF UNCONVENTIONAL PLASMA NITRIDING OF AUSTENITIC STEELS (304 AND 316L)

TADEUSZ FRĄCZEK^{1*}, ZBIGNIEW PASZENDA², ZYGMUNT
NITKIEWICZ¹, MONIKA GWOŹDZIK¹, MARCIN BASIAGA

¹ CZESTOCHOWA UNIVERSITY OF TECHNOLOGY, FACULTY OF
PROCESS AND MATERIAL ENGINEERING AND APPLIED PHYSICS,
INSTITUTE OF MATERIAL ENGINEERING,

² SILESIA UNIVERSITY OF TECHNOLOGY,
FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING,
INSTITUTE OF ENGINEERING MATERIALS AND BIOMATERIALS

*E-MAIL: FRACZEK@MIM.PCZ.CZEST.PL

Abstract

The influence of plasma nitriding on properties of surface layer of 304 and 316L austenitic steels was evaluated in this paper. The process of plasma nitriding was carried out in a JON-600 nitriding installation. The nitriding was performed at 733 K (460°C) at pressure $p=150\text{Pa}$ and during 64.8ks (18 h). A reactive atmosphere consisting of a mixture of 25% of nitrogen and 75% of hydrogen (rate of flow $250\text{ml/min N}_2+750\text{ml/min H}_2$) was used to carry out the nitriding.

[Engineering of Biomaterials, 69-72, (2007), 30-32]

Introduction

Areology is the area of basic and applied science, which main task consists of studying phenomena occurring on solids surface, to increase operational life of products surface layers [1].

Construction materials used in medicine and in construction of components of machines, instruments and fittings for the food industry must meet very strict sanitary – hygienic requirements parallel to meeting high strength requirements [2].

Groups of 18-8 and 17-14-2L austenitic steels used most often in those areas have similar mechanical properties, while the corrosion resistance of 17-14-2L steel is higher due to higher nickel content and 2% addition of molybdenum [2]. However, the drawback of using steels from 17-14-2L group is the fact that components made of them are much more expensive than of 18-8 type steel.

Modification of surface layers of relatively cheap austenitic steels from group 18-8, causing increased operational life of those steels may be an alternative solution.

Increasingly high requirements set to process and design engineers in relation to materials refinement made that such thermal and surface treatment methods are preferred, which apart from improvement in operational life and low operational costs are methods of low energy consumption and high “cleanness” from environmental point of view [3,4]. Nitriding is one of methods used to improve properties of materials surface layers.

Nitriding of high-chromium steels is a frequently used treatment aimed at increasing those steels wear resistance. However, this process encounters numerous difficulties due to the existence of a tight layer of chromium oxides on their surface, which make the diffusion of nitrogen more difficult. In practice this difficulty is eliminated through surface pre-

Azotowanie stali wysokochromowych, jest często stosowanym zabiegiem mającym na celu podniesienie odporności na zużycie tych stali. Proces ten napotyka jednak wiele trudności ze względu na istnienie na ich powierzchni szczelnej warstewki tlenków chromu, które utrudniają dyfuzję azotu. W praktyce trudność ta jest eliminowana na drodze wstępnej obróbki powierzchniowej takiej jak trawienie i fosforanowanie, bądź przez wprowadzenie do komory reakcyjnej dodatków takich jak chlorek amonu lub HCl, czy w końcu przez stosowanie takich kosztownych obróbek jak obróbki jarzeniowe czy plazmowe [5].

Azotowanie gazowe stali austenitycznych jest ważną obróbką powierzchniową podnoszącą twardość i odporność na ścieranie, co znacznie rozszerza jej zastosowanie jako materiału konstrukcyjnego. Niestety obróbka ta przeprowadzana w temperaturze powyżej 500°C powoduje wytworzenie azotków chromu i/lub żelaza co wpływa na pogorszenie odporności korozyjnej [6].

W Instytucie Inżynierii Materiałowej Politechniki Częstochowskiej podjęto próbę modyfikacji powierzchni stali austenitycznych poprzez azotowanie jarzeniowe w celu poprawy odporności na zużycie i korozję. Niniejsze opracowanie dotyczy badań warstw wierzchnich uzyskiwanych na wytypowanych do badań stalach austenitycznych.

Material i metodyka badań

Procesom azotowania jarzeniowego poddano wytypowane do badań z grupy stali austenitycznych 18-8 i 17-14-2L stale 304 i 316L wg. ASTM.

Proces azotowania przeprowadzono w urządzeniu do obróbek jarzeniowych z chłodzoną anodą typu JON-600, stosując cztery warianty azotowania:

1. wariant I - próbki umieszczono na katodzie,
2. wariant II - próbki umieszczono na powierzchni odizolowanej przy pomocy labiryntu ceramicznego zarówno od katody jak i anody, czyli w tzw. „potencjale plazmy”,
3. wariant III - próbki umieszczone na katodzie zostały przykryte ekranem wspomagającym, wykonanym z perforowanej blachy tytanowej,
4. wariant IV - próbki umieszczone w potencjale plazmy zostały przykryte ekranem wspomagającym jak w przypadku wariantu powyżej.

W pierwszym przypadku powierzchnia próbek bombardowana jest jonami o energiach wynikających z wartości spadku katodowego (około 800V) natomiast do podłoża odizolowanych od katody i anody docierające jony mają niewielką energię, ponieważ posiadają ujemną polaryzację względem plazmy rzędu 20V, tak więc nie występuje w tym przypadku efekt rozpylania [7,8]. W dwóch pozostałych wariantach następuje zintensyfikowanie procesów powierzchniowych w wyniku powstawania na perforowanych ekranach katod wewnętrznych, co powoduje wzrost temperatury azotowanych próbek.

Pomiary twardości powierzchniowej oraz rozkłady mikro-twardości warstw azotowanych wykonano metodą Knoppa na mikrotwardościomierzu firmy Future Tech. Corporation FM7 przy obciążeniu 100G (980,7mN).

Badania trybologiczne w warunkach tarcia suchego przeprowadzono na testerze typu T-05 o układzie par trących rolka – klocek.

Wyniki badań

Azotowanie jarzeniowe dla każdego z zastosowanych wariantów powoduje, przy przyjętych parametrach procesu, wzrost twardości powierzchniowej w przypadku wytypowanych do badań stali austenitycznych. Najmniejszy blisko

treatments such as etching and phosphatising, or through introduction to the reactive chamber of such additions as ammonium chloride or HCl, or finally by the use of such costly treatments like ion or plasma treatments [5].

The ammonia nitriding of austenitic steels is an important surface treatment, increasing the hardness and abrasion resistance, what substantially expands their application as a construction material. Unfortunately this treatment carried out above 500°C causes creation of chromium and/or iron nitrides, resulting in deterioration of corrosion resistance [6].

At the Institute of Material Engineering of Czestochowa University of Technology an attempt was made to modify the surface of austenitic steels via plasma nitriding to improve the wear and corrosion resistance. This paper refers to surface layers obtained on austenitic steels selected for tests.

Material and methodology of tests

304 and 316L steels, acc. to ASTM, selected for tests from the group of 18-8 and 17-14-2L austenitic steels, were subject to plasma nitriding.

The process of nitriding was carried out in a water-cooled JON-600 installation for ion treatments, using four nitriding variants:

1. variant I – specimens were located on the cathode,
2. variant II – specimens were located on a surface insulated, by means of ceramic maze, both from the cathode and anode, i.e. at so-called “plasma potential”,
3. variant III – specimens located on the cathode were covered with an assisting screen, made of perforated titanium sheet,
4. variant IV – specimens placed at plasma potential were covered with an assisting screen, like in the above variant.

In the first case the surface of specimens is bombarded with ions of energies resulting from the cathode fall (approx. 800 V), while ions reaching substrates insulated from the cathode and anode have a low energy, because they have negative bias of around 20V against plasma, so in this case the effect of sputtering does not occur [7,8]. In the other two variants the surface processes are intensified as a result of hollow cathodes originating on perforated screens, what results in increase of nitrided specimens temperature.

Measurements of surface hardness as well as of distributions of nitrided layers microhardness were performed using the Knopp method on an FM7 Future Tech. Corporation microhardness tester at the load of 100G (980.7mN).

Tribological tests in conditions of dry friction were carried out on a T-05 tester with an arrangement of roller – block rubbing pairs.

Results of examinations

For all the variants the plasma nitriding results in, at assumed process parameters, an increase in the surface hardness in the case of austenitic steels selected for tests. The lowest, nearly 3-times, hardness increase occurred in the case of nitriding at so-called “plasma potential” of d.c. glow discharge. The highest (around 7-times) increase in the surface hardness occurred in the case of nitriding acc. to variant III; slightly lower values of surface hardness were obtained in the case of conventional plasma nitriding on the cathode. It should be mentioned that nitriding at so-called “plasma potential” using an assisting screen causes also a high, because around 6-times, increase in the surface hardness (FIG.1).

3-krotny wzrost twardości wystąpił w przypadku azotowania w tzw. „potencjale plazmy” wylądowania jarzeniowego prądu stałego. Największy (około 7-krotny) wzrost twardości powierzchniowej wystąpił w przypadku azotowania według wariantu III, Nieco niższe wartości twardości powierzchniowej uzyskano w przypadku konwencjonalnego azotowania jarzeniowego na katodzie. Nadmienić należy, że azotowanie w tzw. „potencjale plazmy” z zastosowaniem ekranu wspomagającego powoduje również wysoki bo około 6-krotny wzrost twardości powierzchniowej (RYS.1).

Azotowanie jarzeniowe badanych stali powoduje wzrost odporności na zużycie ściernie w stosunku do stanu wyjściowego. Największy, około 20-krotny wzrost na zużycie ściernie wystąpił w przypadku azotowania na katodzie z zastosowaniem ekranu wspomagającego, jest to spowodowane prawdopodobnie obecnością w warstwie wierzchniej badanej stali azotków, a zwłaszcza azotków wysokochromowych typu Cr_2N , jak również grubszą strefą azotków (RYS.2).

Podsumowanie

Procesy azotowania jarzeniowego spowodowały znaczny wzrost twardości powierzchniowej wytypowanych do badań stali austenitycznych gatunku 304 i 316L. Największy wzrost twardości powierzchniowej wystąpił dla wariantów z zastosowanymi dodatkowo ekranami wspomagającymi proces azotowania jak również w przypadku azotowania katodowego.

Podobne zależności wystąpiły w przypadku badań odporności na zużycie ściernie naazotowanych jarzeniowo stali austenitycznych z zastosowaniem ekranów wspomagających.

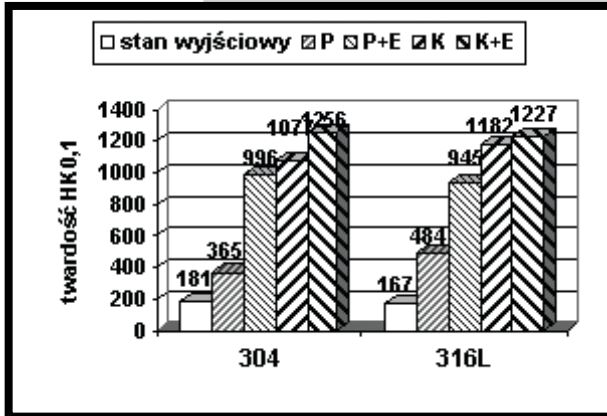
Analizując, uzyskane wartości twardości powierzchniowej oraz odporności na zużycie ściernie w odniesieniu do badanych gatunków stali austenitycznych tj. 304 i 316L, należy stwierdzić, że dla poszczególnych wariantów azotowania są one porównywalne, co jest wydaje się być korzystnym z ekonomicznego punktu widzenia.

Podziękowania

Praca została zrealizowana w ramach projektu badawczego PW-004/ITE/02/2005.

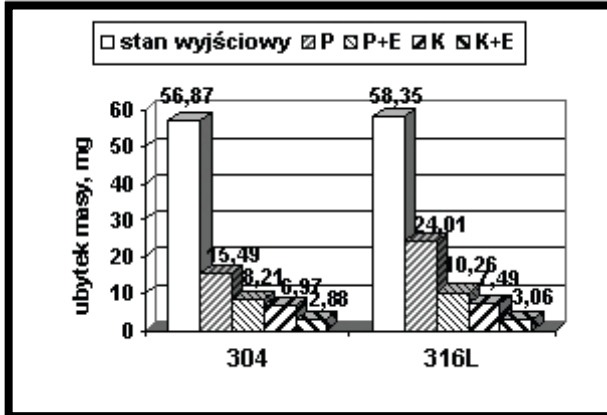
Piśmiennictwo

- [1] Burakowski T.: Możliwości areologii. Inżynieria Materiałowa, 2006, Nr 5, s. 890-897.
- [2] Pałka K., Weroński A.: Chromowanie dyfuzyjne stali austenitycznych w budowie maszyn spożywczych. Inżynieria Materiałowa, 2003, Nr 6, s. 537-538.
- [3] Burakowski T., Sala A.: Racjonalizacja zużycia energii w obróbce cieplnej metali. Wydawnictwo IMP. Warszawa. 1980
- [4] Sala A.: Zmniejszenie energochłonności. Wydawnictwo MC-NEMT. 1993



RYS.1. Twardość powierzchniowa azotowanych jarzeniowo stali austenitycznych; P – plazma, P+E – plazma + ekran wspomagający, K – katoda, K+E – katoda + ekran.

FIG.1. Surface hardness of plasma nitrided austenitic steels; P – plasma, P+E – plasma + assisting screen, K – cathode, K+E – cathode + assisting screen.



RYS.2. Wyniki badań odporności na zużycie stali austenitycznych po azotowaniu jarzeniowym.

FIG.2. Results of tests on resistance to wear of plasma nitrided austenitic steels.

Plasma nitriding of tested steel results in an increase in resistance to abrasive wear as against the initial state. The highest, around 20-times increase in resistance to abrasive wear occurred in the case of nitriding on the cathode using an assisting screen, what was probably caused by the existence on the surface layer of tested steel of nitrides, in particular high-chromium Cr_2N type nitrides, as well as by a thicker nitrides layer (FIG.2).

Summary

Plasma nitriding processes caused a substantial increase in the surface hardness of 304 and 316L austenitic steels chosen for testing. The highest increase in surface hardness occurred for variants with additionally applied screens assisting the nitriding as well as in the case of cathode nitriding.

Similar relationships occurred in the case of tests on resistance to abrasive wear

of plasma nitrided austenitic steels with the use of assisting screens.

While analysing the obtained values of surface hardness and of resistance to abrasive wear with regard to tested austenitic steel grades, i.e. 304 and 316L, it should be stated that individual nitriding variants are comparable, what seems favourable from economic point of view.

Acknowledgements

Praca została zrealizowana w ramach projektu badawczego PW-004/ITE/02/2005.

References

- [5] Baranowska J., Szczeciński K., Wsiecki M.: Azotowanie stali wysokochromowych. Inżynieria Materiałowa, 1999, Nr 5, s. 279-281. Inżynieria Materiałowa, 2005, Nr 5, s. 448-451.
- [6] Baranowska J.: Mikrostruktura warstw azotowanych na stali austenitycznej.
- [7] Michalski J.: Journal of Materials Science Letters, 19, (2000), 1411-1414.
- [8] Frączek T, Michalski J.: Rola potencjału plazmy w warunkach wylądowania jarzeniowego prądu stałego w procesie azotowania stali EJ96, Inżynieria Materiałowa, (2002), (Nr 5), 299-301.