

Roman OLIK, Jerzy RATAJSKI, Tomasz SUSZKO

Politechnika Koszalińska, Instytut Mechatroniki, Nanotechnologii i Techniki Próżniowej

Jerzy DOBRODZIEJ

Instytut Technologii Eksploatacji – PIB w Radomiu

Dariusz LIPIŃSKI

Politechnika Koszalińska, Wydział Mechaniczny

Jerzy MICHALSKI

Instytut Mechaniki Precyzyjnej w Warszawie

PROJEKTOWANIE I MONITOROWANIE PROCESU AZOTOWANIA GAZOWEGO

Słowa kluczowe

Projektowanie, sterowanie i wizualizacja in-situ procesem azotowania gazowego.

Streszczenie

W artykule przedstawiono zasadę działania oraz modele analityczne i algorytmiczne czujnika magnetycznego przeznaczonego do pomiarów in-situ w trybie on-line kinetyki warstwy azotowanej w zadaniach projektowania, kontroli i wizualizacji procesów azotowania gazowego. W koncepcji komputerowego projektowania wykorzystano m.in. metody sztucznej inteligencji ze względu na trudności w rozwiązywaniu analitycznym lub numerycznym złożonych zagadnień termodynamicznych dotyczących m.in. przemian fazowych. W rezultacie otrzymano możliwości polioptymalizacji oraz wieloparametrycznych symulacji procesu połączone z wizualizacją zmian wartości parametrów w funkcji czasu oraz możliwości predykcji właściwości warstw azotowanych. Do wizualizacji in-situ wzrostu warstwy azotowanej opracowano procedury komputerowe wykorzystujące korelację pomiędzy sygnałem napięciowo-czasowym czujnika rezultatu procesu (czujnika magnetycznego), bezpośredniego oraz różniczkowe-

go, a kinetyką wzrostu warstwy. Procedury komputerowe umożliwiają integrację rejestrowanych w trybie on-line sygnałów napięciowo-czasowych z modelem teoretyczno-eksperymentalnym procesu.

Wstęp

W budowie i eksploatacji maszyn, w tym w inżynierii warstwy wierzchniej, jednym ze światowych trendów w pracach naukowych, badawczych i konstrukcyjnych jest problematyka dotycząca metrologii nieniszczących badań właściwości fizykochemicznych, technologicznych i eksploatacyjnych warstw lub powłok wieloskładnikowych dla materiałów konstrukcyjnych, w szczególności materiałów wielofunkcyjnych. Na potrzeby badań nieniszczących właściwości konstytuowanych warstw opracowano zarówno instrumentarium, jak i techniki pomiarów bazujące między innymi na interferometrii, kolorymetrii lub zjawiskach magnetycznych. Przykładem może służyć opracowana w Instytucie Technologii Eksploatacji metodyka oceny powtarzalności składu chemicznego cienkich warstw osadzanych metodami PAPVD i PACVD na podstawie analizy barwy lub czujnik magnetyczny, rozwiązanie innowacyjne unikalne w skali światowej, przeznaczony do pomiarów in-situ kinetyki warstwy w procesach azotowania gazowego wykonany w Instytucie Mechatroniki, Nanotechnologii i Techniki Próżniowej Politechniki Koszalińskiej. Generatorem tych prac jest ciągle zwiększający się zakres wymagań odnośnie do wytwarzanych warstw. Spełnienie ich implikuje konieczność rozwijania układów kontroli i wizualizacji gwarantujących otrzymywanie w powtarzalny sposób zaprogramowanej morfologii i struktury warstwy.

Powtarzalność wartości parametrów i charakterystyk warstw uzyskiwanych w procesach obróbek cieplno-chemicznych, w tym w procesach azotowania gazowego, jest jednym z najistotniejszych problemów, których rozwiązanie wymaga umiejętnego i precyzyjnego sterowania procesem. W klasycznej koncepcji regulacji procesów azotowania gazowego steruje się parametrami procesu [1, 2], ale mimo minimalizacji błędów pomiarowych i zwiększenia częstotliwości pomiarów nie zawsze zachowywane jest kryterium powtarzalności wartości parametrów fizykochemicznych, technologicznych lub eksploatacyjnych wytwarzanych warstw azotowanych. Dlatego też autorzy podjęli prace badawcze, których celem było:

Opracowanie metodyki projektowania, kontroli i wizualizacji in-situ procesów azotowania gazowego przy zastosowaniu czujnika magnetycznego jako układu dostarczającego w trybie on-line informacji dla systemu sterowania o rezultatach procesu azotowania.

W pracach badawczych [3–9], wprowadzając niezbędne uproszczenia odnośnie do modeli fenomenologicznych, opisujących zjawiska fizyczne zachodzące

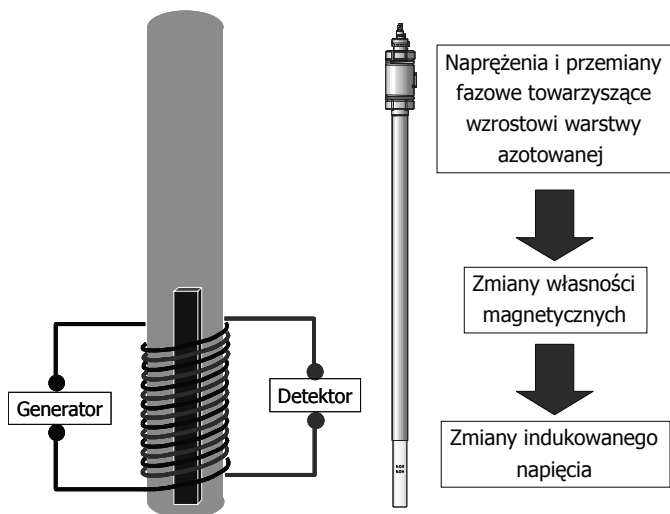
dzące w procesie azotowania gazowego, ale zgodnie z regułami analizy eidentycznej, skoncentrowano się na rozwiązaniu dwóch następujących kluczowych zagadnień:

- identyfikacji zależności między parametrami procesu azotowania a budową warstwy, służących do opracowania modeli komputerowych do wizualizacji *in-situ* kinetyki wzrostu warstwy oraz sterowania procesem zapewniającego otrzymanie optymalnej warstwy ze względu na zakładane jej właściwości fizykochemiczne, w szczególności jej twardość powierzchniową oraz grubość i skład fazowy;
- opracowania komplementarnego współdziałania modelu matematycznego i wskazań czujnika magnetycznego rejestrującego zmiany sygnału napięciowego będące efektem dyfuzji azotu i przemian fazowych.

Wykorzystując uzyskane wyniki opracowano modele analityczne umożliwiające separacje tła temperaturowego z sygnału pozyskiwanego z czujnika magnetycznego, identyfikację momentu zarodkowania azotków oraz detekcję właściwego stadium tworzenia się warstwy.

Zasada działania czujnika

Czujnik magnetyczny (rys. 1) jest urządzeniem pomiarowym, przez które przepływa gazowa atmosfera azotująca powodująca tworzenie się warstwy azotowanej na umieszczonej w czujniku próbce z takiego samego materiału jak materiał podłoża. Czujnik jest umieszczany w retorcie pieca.



Rys. 1. Schemat ideowy i zasada działania czujnika magnetycznego – czujnika rezultatu procesu azotowania

Pomiarowa część czujnika została wyposażona w cewkę dwuuzwojeniową. Przepływający przez uzwojenie pierwotne prąd zmienny o wysokiej częstotliwości wymuszany przez generator (rys. 1) wytwarza pole elektromagnetyczne, które wnika do środka badanej próbki. W efekcie, w uzwojeniu wtórnym indukuje się sygnał napięciowy. Jego wartość rejestrowana w układzie detektora zależy od przewodności właściwej oraz przenikalności magnetycznej azotowanej próbki. W zakresie temperatur procesu azotowania gazowego strefa dyfuzyjna warstwy azotowanej jest ferromagnetyczna w przeciwieństwie do przypowierzchniowej, paramagnetycznej strefy (węgiel)azotków. Jak wykazują przeprowadzone badania przenikalność magnetyczna tych dwóch stref różni się o kilka rzędów. Ponadto w warstwie dyfuzyjnej wartość przenikalności magnetycznej zależy od naprężeń własnych, głównie powierzchniowych makronaprężeń ściskających. W zależności od etapu konstytuowania się warstwy naprężenia własne zmieniają swoją wartość – zwiększają wartość w początkowym okresie tworzenia się warstwy oraz zmniejszają w trakcie wzrostu grubości warstwy. Zmiana morfologii substratu w połączeniu ze zmianą naprężeń własnych skutkuje zmianą przenikalności magnetycznej co w konsekwencji powoduje zmianę wartości mierzonego przez czujnik sygnału napięciowego. Ważnym zagadnieniem technicznym jest odpowiednie dobranie częstotliwości prądu magnesującego w taki sposób, aby w indukowanym sygnale napięciowym odwzorowana została kinetyka wzrostu warstwy azotowanej. Dlatego też sygnał napięciowy pozyskiwany z detektora czujnika (rys. 1) poddawany jest analizie przy użyciu modeli matematycznych oraz algorytmicznych.

1. Modele do wizualizacji rezultatów procesu azotowania z użyciem czujnika magnetycznego

Zgodnie z opisaną zasadą działania czujnika napięcie indukowane w uzwojeniu pomiarowym cewki jest funkcją następujących parametrów:

$$\hat{U} = \hat{U}_0 (1 - \eta + \eta \mu_r \hat{\mu}_{sk}) \quad (1)$$

gdzie:

\hat{U}_0 – napięcie indukowane w uzwojeniu pomiarowym gdy cewka jest pusta,

η – współczynnik wypełnienia cewki,

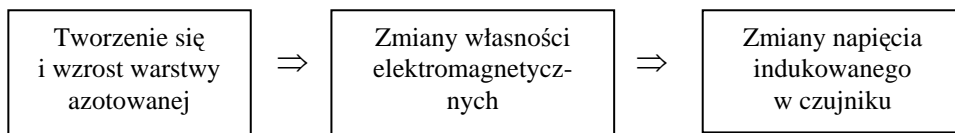
μ_o – przenikalność magnetyczna próżni,

μ_r – względna przenikalność magnetyczna,

x – odległość od powierzchni,

μ_{sk} – przenikalność skuteczna – wprowadzenie jej uniezależnia wartość natężenia pola magnetycznego od odległości od powierzchni próbki.

W celu monitorowania wzrostu warstwy azotowanej z użyciem czujnika magnetycznego, a więc w celu przyporządkowania zmian napięcia indukowanego w uzwojeniu pomiarowym cewki do właściwego stadium tworzenia się warstwy, potrzebna jest znajomość następującego odwzorowania:



W pierwszym stadium tworzenia warstwy azotowanej dyfundujący azot powoduje rozszerzanie się przypowierzchniowej warstwy materiału. Temu rozszerzaniu się przeciwdziała pozostała część materiału o mniejszym stężeniu azotu. Rezultatem tych oddziaływań jest rozwój makronaprężeń powierzchniowych, które dla próbek o grubościach skończonych z punktu widzenia dyfuzji można opisać następującym wzorem:

$$\sigma(x, t) = \frac{\beta \cdot E}{1 - \nu} \{ [\bar{N}(t)] - [N(x, t)] \} \quad (2)$$

gdzie:

$\sigma(x, t)$ – makronaprężenia równoległe do powierzchni, w odległości x od powierzchni,

β – stała Vegarda,

E – moduł Younga,

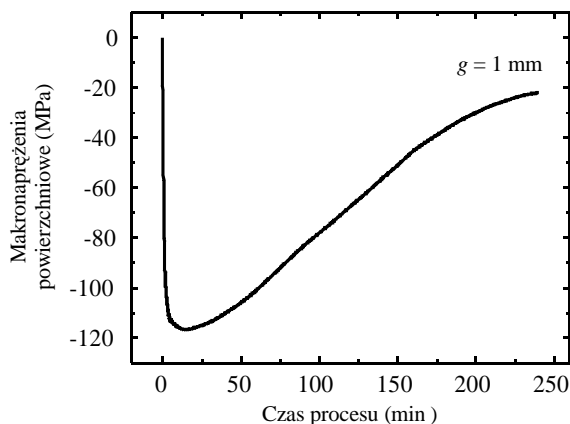
ν – stała Poissona,

$[\bar{N}(t)]$ – średnie stężenie azotu w próbce w czasie t procesu,

$[N(x, t)]$ – powierzchniowe stężenie azotu w odległości x od powierzchni w czasie t procesu.

W związku z tym, że dylatacja sieci wywołana dyfundującym azotem jest dodatnia ($\beta > 0$), wynika z powyższego wzoru, że w pobliżu powierzchni występują naprężenia (rys. 2) ściskające $\{ [\bar{N}(t)] < [N(x, t)] \}$, podczas gdy naprężenia rozciągające istnieją w obszarach znajdujących się w dalszej odległości od powierzchni (wzór 2), w których $\{ [\bar{N}(t)] > [N(x, t)] \}$.

Powyższy wzór, przy znajomości zmian profili stężenia azotu w funkcji czasu procesu, umożliwia symulacyjne generowanie makronaprężeń. Zgodnie z relacją (1), zmieniające się wartości indukowanego w czujniku napięcia można w sensie jakościowym porównać ze zmianą profili makronaprężeń w funkcji czasu procesu, zakładając ścisły związek przenikalności magnetycznej z naprężeniami. Profile stężenia azotu można zaś otrzymać rozwiązując fenomenologiczne prawa dyfuzji Ficka, przy założeniu, że w początkowym okresie tworze-



Rys. 2. Przebieg zmian napięcia indukowanego w czujniku (częstotliwość prądu magnesującego $f = 150$ kHz) w funkcji czasu procesu dla próbki z żelaza o grubości 1 mm (a) oraz zmiany powierzchniowych naprężeń ściskających w próbce żelaza o grubości 1 mm ($T = 560^{\circ}\text{C}$)

nia się warstwy dominująca jest międzyfazowa reakcja chemiczna, która implikuje relatywnie wolne osiąganie przez powierzchniowe stężenie azotu wartości równowagowej z atmosferą azotującą.

2. Projektowanie procesu

Zastosowanie czujnika magnetycznego jako urządzenia do pozyskiwania informacji o rezultatach procesu azotowania umożliwia, na podstawie zaplanowanych wartości parametrów wejściowych, dobór odpowiednich wartości parametrów środowiska procesowego w taki sposób, aby uzyskać końcowy produkt (warstwę) o zakładanych właściwościach fizykochemicznych [10–15].

W koncepcji komputerowego projektowania uwzględniono integrację faz planowania, projektowania i dokumentowania procesu azotowania gazowego. Ważnym elementem przedstawionej koncepcji jest wykorzystanie metod sztucznej inteligencji ze względu na trudności w rozwiązywaniu analitycznym lub numerycznym złożonych zagadnień termodynamicznych dotyczących m.in. przemian fazowych. W rezultacie otrzymano możliwości polioptymalizacji oraz wieloparametrycznych symulacji przebiegu procesu połączone z wizualizacją zmian wartości parametrów w funkcji czasu oraz możliwości predykcji właściwości warstw azotowanych.

Opracowany moduł projektowania zawiera następujące modele:

- analityczne – przeznaczone do symulacji grubości poszczególnych stref warstwy azotowanej w oparciu o kinetyczny współczynnik wzrostu (rys. 1a) oraz do symulacji profili stężeń azotu rozpuszczonego w ferrycie

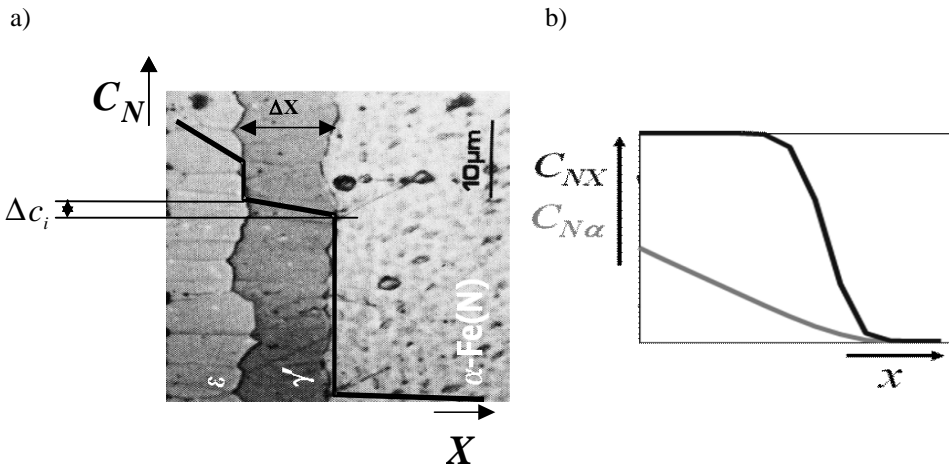
oraz związanego w azotki pierwiastków stopowych w strefie dyfuzyjnej warstwy azotowanej (rys. 3b);

- inergetyczny – dedykowany predykcji właściwości warstwy na podstawie wartości parametrów podłoża i środowiska procesowego (rys. 4, 5).

$$\Delta x_i = k_i \sqrt{t}$$

$$k_i = f_i(D_1, D_2, \dots, D_n, \Delta c_1, \Delta c_2, \dots, \Delta c_n, T)$$

$$i = 1, 2, 3 \quad 1 - \varepsilon; 2 - \gamma'; 3 - \alpha$$



$$\frac{\partial}{\partial t}(C_{NX}(x,t)) = D_{N\alpha} \frac{\partial}{\partial x^2}(C_{N\alpha}(x,t) - C_{NX}(x,t))$$

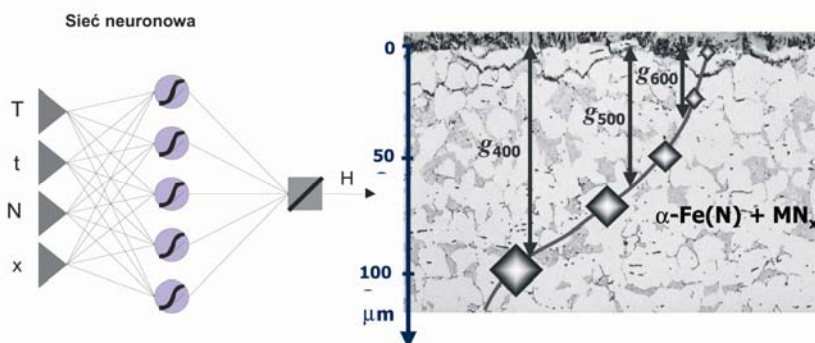
$$\frac{\partial}{\partial t}(C_{NX}(x,t)) = k(C_{NXmax} - C_{NX}(x,t))C_{N\alpha}(x,t)$$

Rys. 3. Model analityczny: a) symulacja grubości stref warstwy azotowanej oraz b) symulacja profili stężeń azotu w roztworze $\alpha\text{Fe}(\text{N})$ i azotkach pierwiastków stopowych

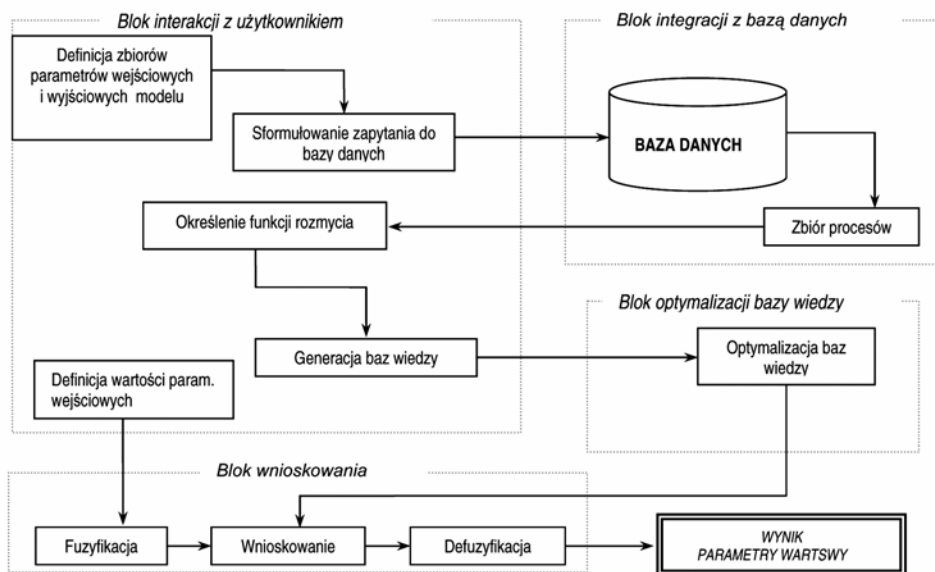
Model inergetyczny obejmuje:

- model sztucznej sieci neuronowej do prognozowania profili twardości i określania grubości stref utwardzonych g_{600} , g_{500} , g_{400} – (rys. 4);
- system ekspertowy z bazami reguł rozmytych (rys. 5), zawierający bloki funkcjonalne:
 - interakcji z użytkownikiem umożliwiającą m.in.: definiowanie przez technologa zbiorów parametrów wejściowych i wyjściowych modelu,

- integracji z bazą danych umożliwiającą automatyczne generowanie baz wiedzy na podstawie danych faktograficznych o zrealizowanych procesach azotowania gazowego,
- optymalizacji baz wiedzy przeznaczony do usuwania reguł nadmiarowych lub sprzecznych oraz umożliwiający grupowanie reguł,
- wnioskowania, zawierający procedury analityczne funkcji rozmywających i wyostrażających oraz procedury składania reguł.



Rys. 4. Prognozowanie profili twardości za pomocą sztucznej sieci neuronowej

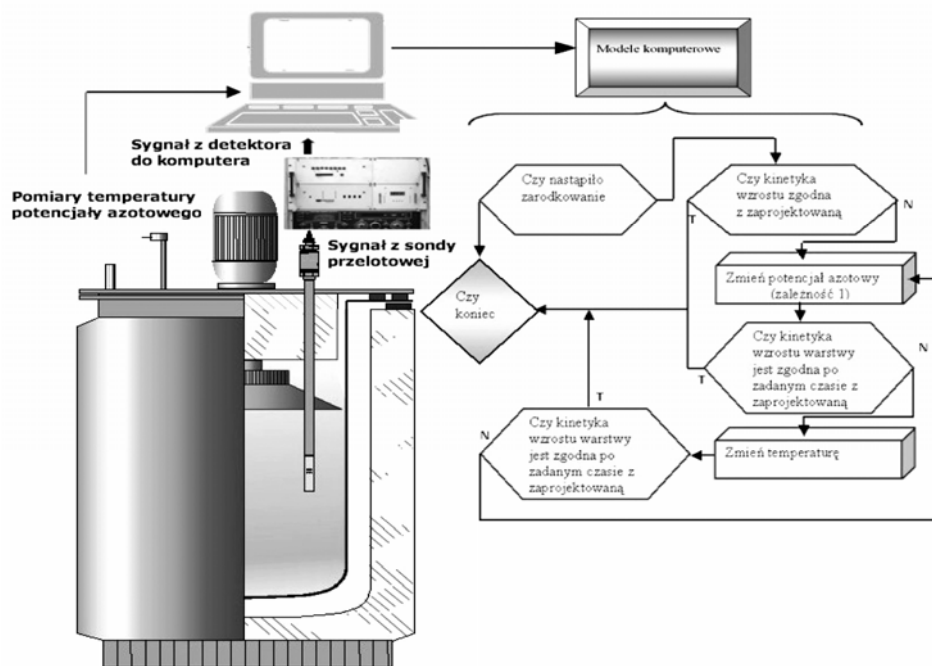


Rys. 5. Struktura modelu logiki rozmytej do predykcji właściwości warstwy azotowanej na podstawie wartości parametrów podłoża i środowiska procesowego

Modele do projektowania procesów azotowania gazowego przy wykorzystaniu informacji pozyskanych z czujnika magnetycznego są szczególnie użyteczne w predykcji kinetyki wzrostu warstwy azotowanej oraz jej struktury. Umożliwiają na ilościowe wyznaczenie kinetyki wzrostu warstwy, a także jakościową interpretację zmian morfologii i struktury geometrycznej w projektowanej warstwie azotowanej.

3. Moduł sterujący atmosferą azotującą w oparciu o wskazania czujnika magnetycznego

Przedstawiony zakres zrealizowanych działań umożliwił opracowanie innowacyjnego modułu systemu sterowania procesu atmosferą azotującą wykorzystujący wskazania czujnika wzrostu warstwy azotowanej. Schemat modułu przedstawiono na rysunku 6.



Rys. 6. Blokowy schemat modułu sterowania atmosferą azotującą w oparciu o sygnał czujnika magnetycznego

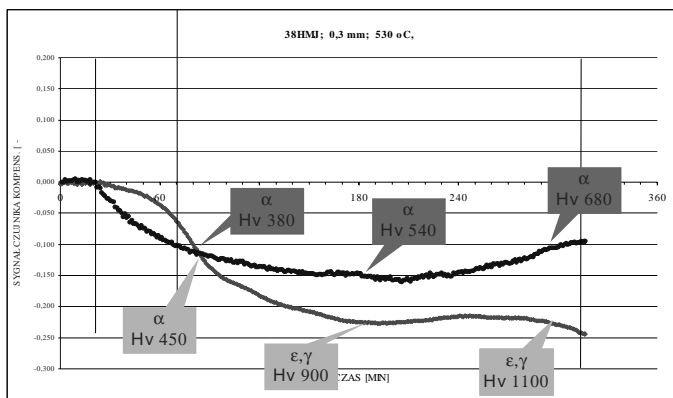
Komplementarność współdziałania czujnika magnetycznego i modeli matematycznych umożliwia wymuszenie w systemie sterowania odpowiednich charakterystyk dynamicznych środowiska procesowego, przede wszystkim

temperatury procesu, potencjału i składu atmosfery azotującej, co determinuje optymalizację kinetyki wzrostu warstwy azotowanej i zapewnia uzyskanie warstw o odpowiednich, powtarzalnych parametrach, grubości efektywnej (odległości od powierzchni do miejsca o określonej twardości np. HV500), grubości strefy (węglo)azotków żelaza.

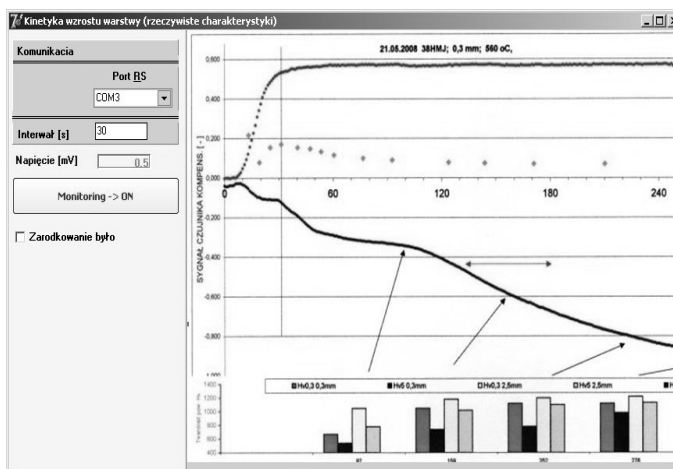
Podsumowanie

Opracowane modele na potrzeby układu wizualizacji wzrostu warstwy, uzupełnione o modele statystyczne i aproksymujące, pozwalają na ilościowe wyznaczanie kinetyki wzrostu warstwy, a także jakościową interpretację zmian

a)



b)



Rys. 7. Wizualizacja procesu azotowania: a) kalibracja sygnału czujnika, b) okno graficznej komunikacji z operatorem

naprężeń wywołanych w konstytuującej się warstwie azotowanej: wzrost powierzchniowego stężenia azotu (zmniejszenie się sygnału napięciowego) wskazuje na ściskające makronaprężenia powierzchniowe, natomiast relaksacja naprężeń na zmniejszenie się różnicy pomiędzy wartością powierzchniowych stężeń azotu a jego średnią zawartością w warstwie (rdzeniu).

Układ wizualizacji połączony z czujnikami składu atmosfery azotującej stanowi podstawę opracowanego modelu kontroli i sterowania procesem azotowania w oparciu o wskazania czujnika rezultatu procesu – rys. 7.

Weryfikacja opracowanych modeli została przeprowadzona w badaniach empirycznych dla materiałów podłoża wykonanych ze stali 40HM i 38HMJ jako reprezentatywnych gatunków stali często wykorzystywanych w przemyśle w procesach azotowania gazowego. Potwierdzono, że opracowane modelu umożliwiają otrzymanie ilościowych informacji o kinetyce warstwy tworzącej się na tych stalach, tj. grubości warstwy (węglo)azotków żelaza, twardości powierzchniowej oraz profilach twardości.

Bibliografia

1. Edenhofer B.: Carburizing and Nitriding Industry in the Eastern Hemisphere, Prof. of the Second Intern. Conf. on Carburizing and Nitriding with Atmospheres, Cleveland, Ohio, December, 1995.
2. Lohmann M.: HTM, 54, 1999, 271.
3. Ratajski J.: Monitoring nitride layer growth using magnetic sensor, Surface Engineering Vol. 17 No. 3, (2001), p. 193.
4. Ratajski J.: Czujnik magnetyczny wzrostu warstwy azotowanej jako element sterowania procesem azotowania gazowego. Inżynieria Powierzchni 2 (2004), s. 22–25.
5. Ratajski J., Olik R., Baranov A.: Control system in-situ of nitrided layer growth and deposited layer in PVD processes. Problemy eksploatacji, 2/2005, 93–105.
6. Ratajski J., Tacikowski J., Olik R., Suszko T., Łupicka O.: Intelligent control system for gaseous nitriding process, Metallurgia Italiana 6. 2006, 1b.
7. Ratajski J.: Monitorowanie wzrostu warstwy azotowanej za pomocą czujnika magnetycznego – podstawy metody. Inżynieria Powierzchni, 3'99, 11–21.
8. Ratajski J.: Nowe trendy w kontroli procesu azotowania gazowego. Przegląd Mechaniczny, 4'00, 19–23.
9. Ratajski J.: Monitorowanie wzrostu warstwy azotowanej za pomocą czujnika magnetycznego – przykłady zastosowań. Inżynieria Powierzchni, 1'2001, 56–66.
10. Dobrzański L.A., Madejski J., Malina W., Sitek W.: The prototype of an expert system for the selection of high-speed steels for cutting tools; Journal of Materials Processing Technology 56 (1996), 873–881.

11. Dobrzański L.A., Madejski J.; Prototype of an expert system for selection of coatings for metals; *Journal of Materials Processing Technology* 175 (2006), 163–172.
12. Kumar S., Singh R.; A short note on an intelligent system for selection of materials for progressive die components; *Journal of Materials Processing Technology* 182 (2007), 456–461.
13. Zhecheva, Malinov S., Sha W.; Simulation of microhardness profiles of titanium alloys after surface nitriding using artificial neural network; *Surface and Coatings Technology* 200 (2005), 2332–2342.
14. Genel K.; Use of artificial neural network for prediction of iron nitrided case depth in Fe-Cr alloys; *Materials and Design* 24 (2003), 203–207.
15. Malinov S., Sha W.; Software products for modelling and simulation in materials science; *Computational Materials Science* 28 (2003), 179–198.

Praca naukowa finansowana ze środków Ministra Nauki i Informatyzacji, wykonana w ramach realizacji Programu Wieloletniego pn. Doskonalenie systemów rozwoju innowacyjności w produkcji i eksploatacji w latach 2004–2008.

Recenzent:
Jerzy SMOLIK

Keywords

Design, in-situ control and visualization of nitriding process.

Summary

In this article, a comprehensive system of design, visualisation and in-situ control of gas nitriding process has been presented. The methods of artificial intelligence for the concept of computer design were used because of the difficulty in the numerical and analytical solution of complex issues including the thermodynamic of phase transformation. The results are tools to polioptimalisation and multiparameters simulation of the process course allowing prediction of the properties of nitrided layers. The procedures for in-situ visualisation of growth of the nitrided layer was developed using the results of correlation of voltage-time courses registered by result sensor (magnetic sensor), direct and differential with the appropriate stage of growth layer. The computer procedures allow correlation, during the process, of the voltage-time courses with theoretical-experimental model of the process.