

NITRIRANJE V PULZIRAJOČI PLAZMI

Vojteh Leskovšek, Inštitut za kovinske materiale in tehnologije, Lepi pot 11, 61000 Ljubljana, Slovenija

Pulse Plasma Ionitriding

ABSTRACT

Pulse Plasma Ionitriding, one of the IONIT processes of METAPLAS IONON GmbH, is a modern and environmentally clean nitriding, which meet the material and case hardness requirements of the components. Microprocessor control permits a fully automatic nitrogen-diffusion process using ion bombardment under vacuum, a process exclusively applied for IMT in Slovenia. The work pieces to be nitrided are either suspended from a fixture or placed directly on the furnace heart. The pumping system produces the programmed vacuum level and the work pieces are then heated to the proper temperature for the surface treatment. The gas composition, the gas pressure and the temperature determine what type of the surface treatment will take place. A pulsed voltage is applied between the work pieces and the furnace wall. This voltage accelerates electrons to very high velocities (in this special case, very high velocities are functionally equivalent to very high temperatures) permitting them to ionize and activate normally inert gases like nitrogen so that the specified surface treatment can take place. The high energy but thermally low temperature ionized gas mixture is called the plasma. The high electron energy in the plasma permits physical and chemical reactions to take place that would normally require much higher surface temperatures. The PULSE PLASMA IONITRIDING system allows the temperature of the work pieces and the surrounding inert gas to remain relatively low during the entire surface treatment so the work pieces can retain their original core properties.

POVZETEK

Nitriranje v pulzirajoči plazmi je najsodobnejši postopek podjetja METAPLAS IONON GmbH, imenovan IONIT. Izpolnjuje skoraj vse zahteve, ki so povezane z utrjevanjem površin orodij in strojnih delov, povečuje trajno nihajno trdnost ter je okolju prijazen. Mikroprocesorsko krmiljenje omogoča avtomatsko vodenje procesa difuzije dušika med ionskim obstreljevanjem površin v vakuumu. Orodja ali strojne dele, ki jih nitriramo, pritrdimo na posebno ogrodje, ali pa jih naložimo na osnovno ploščo komore. V vakuumskem sistemu dosežemo programiran vakuum, čemur sledi vpuščanje dušika in konvekcijsko segrevanje orodij ali strojnih delov na temperaturo, ki je 50°C nižja od temperature nitriranja. Postopek nitriranja v pulzirajoči plazmi poteka v vakuumu pri tlakih 0,01 do 13 mbar. V komoro običajno dovajamo zmes vodika in dušika, orodja ali strojni deli pa so priključeni na negativno enosmerno pulzirajočo napetost nekaj kV, ki povzroči ionizacijo plinske mešanice, tako da lahko poteka željena kemotermična obdelava. Ionizirano plinsko mešanico imenujemo plazma. Ioni z visoko energijo omogočajo v plazmi potek fizikalnih in kemičnih reakcij, ki bi sicer zahtevale višje temperature na površini orodij ali strojnih delov. Okrog orodij ali strojnih delov se na ta način ustvari tlenje v plazmi in pri gostoti toka 0,1 do 10 mA/cm² se ti segrejejo do temperature nitriranja. V takih razmerah se orodja ali strojni deli nitrirajo od 1 do 24 h, odvisno od velikosti, njihove mase in željene globine nitriranja. Dobljena spojinska plast τ' ali ϵ je debela od 2 do 10 μ m, difuzijska plast pa seže od 0,03 do 0,8 mm globoko. Dosežena trdota na površini je 750 do 1250 HV, odvisno od materiala. Postopek NITRIRANJA V PULZIRAJOČI PLAZMI je posebej prirejen za potrebe IMT. Nizke temperature nitriranja omogočajo, da jedra orodij oziroma strojnih delov ohranijo tudi po nitriranju svoje prejšnje mehanske lastnosti. S spremembo parametrov postopka pa lahko uravnavamo tudi hrapavost nitrirane površine.

1 Uvod

Tehnologija nitriranja v pulzirajoči plazmi je nova in se v slovenskih orodjarnah in strojogradnji še ne uporablja. Vse več orodjarn in proizvajalcev strojnih delov se preusmerja na zahtevna tržišča, kupci pa pogosto naročila orodij in strojnih delov tudi z možnostjo tovrstne

kemotermične obdelave. Uporabniki storitev vakuumске toplotne obdelave so pokazali velik interes, da na IMT uvedemo in osvojimo tehnologijo ionskega nitriranja v pulzirajoči plazmi na nivoju pilotne proizvodnje, kajti dosedanje izkušnje z uvedbo vakuumske toplotne obdelave so pokazale, da je na ta način možen kakovosten prenos tehnologije v prakso.

Nakup peči za nitriranje v pulzirajoči plazmi sta omogočila s sovlaganjem KOLEKTOR, Idrija in GORENJE ORODJA, Velenje ob veliki finančni pomoči MZT, drugi uporabniki storitev pa so finančno podprli projekt osvajanja tehnologije nitriranja v pulzirajoči plazmi.

Kratek kronološki pregled tehnike nitriranja

Tradicionalna tehnika nitriranja, ki jo uporabljamo za povečanje obrabne obstojnosti in izboljšanje trajne nihajne trdnosti pri orodjih in strojnih delih, se uporablja že več kot šestdeset let. Zgodovina ionskega nitriranja je skoraj enako dolga. Kratek kronološki pregled je naslednji:

Čas	Opis
1920	Zasnovo segrevanja kovinskih kosov s plazmo v nevtralnem plinu je odkril Franz Skaupy v Nemčiji.
Sredi 1920	Egan, ZDA, predlaga zasnovo ionskega nitriranja.
Konec 1920 Začetek 1930	Bernard Berghaus, Nemčija, uspešno demonstrira postopek ionskega nitriranja ter ugotovi večino tehnoloških parametrov.
Druga svetovna vojna	V Nemčiji ionsko nitrirajo notranjo površino topovskih cevi.
Po drugi svetovni vojni	Napredek v elektroniki, problemi zaščite okolja in visoki stroški pri tradicionalnih postopkih nitriranja ter dokazano boljše metalurške lastnosti, ki jih omogoča ionsko nitriranje, so temu postopku omogočili široko uporabnost na različnih industrijskih področjih v Nemčiji, Japonski, Kitajski, Franciji itd.

2 Opis procesa

2.1 Izvor različnih nazivov za postopek ionskega nitriranja

Nitriranje je postopek, ki se uporablja za površinsko utrjevanje delov, pri katerih je pomembna obrabna obstojnost in izboljšanje trajne nihajne trdnosti. Pri večini kovin nitrirana plast izboljša korozijsko obstojnost. Trdote, ki jih dosežemo po nitriranju v plazmi, se tudi pri

povišanih temperaturah ne zmanjšajo. Spojinsko plast z debelino do 75 μm in veliko trdoto tako dosežemo brez dodatnih toplotnih obdelav; na ta način se izognemo deformaciji izdelkov, ki jih nitriramo. Nitriramo lahko nizko legirana jekla z vsebnostjo aluminija in kroma, jekla za poboljšanje in cementacijo, orodna jekla, nerjavna jekla, jekleno, sivo, nodularno in temprano litino, titan in titanove zlitine ter aluminij in aluminijeve zlitine.

Pri tradicionalni tehniki nitriranja uporabljamo delno disociiran amonijak pri temperaturah med 480°C in 650°C. Časi obdelav so dolgi, nitriranje do željene globine lahko traja do 50 ur. Trdoto po nitriranju dosežemo brez dodatnih toplotnih obdelav.

Nitriranje v plazmi je proces, ki spremeni lastnosti površine in je podoben procesu oksidacije v plazmi. V nasprotju s kisikom pa dušik ne tvori negativnih ionov v plazmi ali v bližini površine, ki jo nitriramo. Zato ni pomembnega prispevka k procesu nitriranja iz gibanja negativnih ionov proti medplastju nitrid-kovina, ki bi bil podprt z učinkom električnega polja. Nitriranje v plazmi je izpopolnjen katodni proces, pri katerem orodja ali strojne dele obstreljujemo s pozitivnimi ioni dušika. Pri nitriranju v plazmi orodja ali strojne dele šaržiramo v komoro, v kateri dosežemo in vzdržujemo vakuum med 0.01 in 13 mbar. Tlak med 3 in 8 mbar lahko krmilimo tako, da optimiramo prodiranje tlenja v votline. V komori za nitriranje priključimo med osnovno ploščo, na katero nalagamo obdelovance (katoda), in steno komore (anoda) enosmerno napetost. Na ta način ustvarimo plazmo, ki jo lahko smatramo kot približno nevtralno mešanico pozitivno in negativno nabitih delcev, ki se nahajajo v področju tlivnega razelektrenja na katodi. Od tu izhaja naziv "Plasma/Ion process". Priključena enosmerna napetost je med 100 in 1500 V. Plazmo vzdržujemo znotraj področja izjemnega tlenja. Orodja ali strojne dele segrevamo z obstreljevanjem s pozitivnimi ioni, dosežene temperature 400-600°C pa so odvisne od priključene enosmerne napetosti.

K procesu nitriranja prispevata svoj delež tako atomski kot molekularni dušik. Pri nizkih temperaturah, ko so hitrosti difuzije majhne, rast nitrirane plasti pospešuje obstreljevanje z ioni. Za hitro rast nitrirane plasti je potreben povečan tok in gostota toka, kar dosežemo v področju izjemnega tlenja. Pri nitriranju v plazmi so značilne gostote toka med 0,1-10 mA/cm², napetosti pa med 500 - 1000 V. Veliko število parametrov, ki jih lahko ločeno kontroliramo, omogoča, da dobimo na površini orodij ali strojnih delov različne vrste nitridnih plasti, ki so pri tradicionalnih postopkih nitriranja nedosegljive. Peči za ionsko nitriranje imajo delovno prostornino od 0,1-8 m³. Obdelovanci, ki jih ionsko nitriramo, so velikosti 0,7 mm (kroglica pri kemičnem svinčniku) do posameznih kosov z maso več ton.

Nitriranje v plazmi poteka bodisi v čistem dušiku ali mešanici dušika in vodika, ob absorbiranju nevtralnih plinskih delcev so obdelovanci še dodatno obstreljevani z ioni dušika. Domnevamo, da igrajo odločilno vlogo molekularni dušiko-vodikovi ioni (NH⁺). Zamenjava vodika z argonom zmanjša globino nitrirane plasti, razprševanje površine (bolj učinkovito z argonom kot vodikom) je pri tem drugotnega pomena. Najboljše rezultate pri ionskem nitriranju dosežemo s plinsko mešanico dušika in vodika. Pri tlivnem razelektrenju se

največji padec napetosti zgodi le nekaj milimetrov od katode. Tako večina atomov ionizira v neposredni bližini katode, torej v področju katodnega padca, zato je nitriranje površine orodij ali strojnih delov praktično neodvisno od razdalje med njimi in steno komore. Tlenje je omejeno na področje okoli orodij ali strojnih delov in sledi njihovi konfiguraciji, vključno z zarezi in izvrtinami. Enakomerno obstreljevanje obdelovancev z ioni omogoča doseganje enakomerne globine nitrirane plasti.

Nitriranje v plazmi je rezultat različnih procesov, ki potekajo v reaktorju, kot so: razprševanje, segrevanje in kondenzacija. Energetsko bilanco iona, ki trči ob površino kovine in povzroči izbitje enega ali več atomov s površine, lahko izrazimo z naslednjo enačbo:

$$W_{\text{ion}} = W_f + W_{\text{kin}} + Q \quad (1)$$

kjer je:

W_{ion} = kinetična energija vpadnega iona

W_f = opravljeno delo za izbitje enega atoma iz površine

W_{kin} = kinetična energija razpršenega atoma

Q = preostanek energije, ki se pretvori v toploto.

Iz enačbe (1) je razvidno, da ioni, ki trčijo in prodirajo v površinsko plast kovine, prenesejo del svoje energije Q na orodja ali strojne dele in jih segrevajo. Dosežena temperatura je odvisna od energije iona (priključena napetost) in gostote iona (tok).

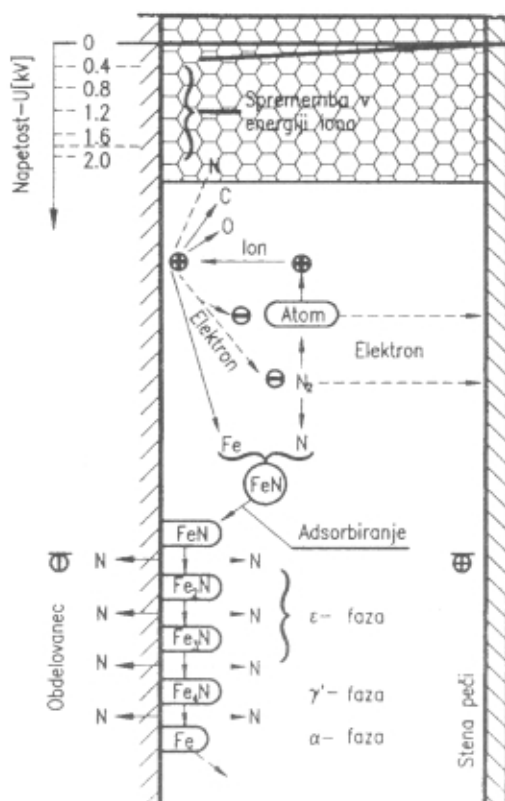
Pri procesu nitriranja je le majhen delež rezultat direktne vgradnje dušikovih atomov v površino, ki jo nitriramo. Pri nitriranju jekla reagirajo razpršeni ioni železa s površine z visoko aktivnimi atomi dušika v plazmi in tvorijo železov nitrid (FeN), ki se ponovno napari na površino. Ta nitrid je nestabilen in razpade na nižje nitride: Fe₂N, Fe₃N, Fe₄N, kot je to prikazano na sliki 1.

Dušik, ki se je sprostil z razpadom FeN, difundira v kovino. Bogata oskrba z dušikom že na začetku procesa ustvari veliko razliko v koncentraciji. Rezultat difuzije dušika v kovino je, da se železo nasiti z dušikom, nastajajo novi železovi nitridi, ki na površini tvorijo trdo površinsko plast železovih nitridov, imenovano tudi spojinska ali bela plast. Sočasno poteka difuzija dušika v notranjost, pri čemer se v obliki nitridov izločajo prisotni legirni elementi, ki tvorijo t.i. difuzijsko plast, v kateri se pojavijo tlačne napetosti.

To je fizikalna slika nitriranja s tlivno razelektivno (Glow Discharge Nitriding Process), ki ga poznamo tudi pod imenom Plasma/Ion Nitriding™, Ion Nitriding ali Plasma Nitriding.

Proces nitriranja v plazmi je mnogo hitrejši kot tradicionalne tehnike nitriranja zato, ker se ustvari že na začetku procesa visoka koncentracija dušika na površini kovine. Še več, sestavo nitrirane plasti lahko kontroliramo s posameznimi parametri plazme, kar je nesporna prednost v primerjavi s tradicionalnimi pos-

topki nitiranja, saj so lastnosti nitirane plasti izrecno odvisne od njene sestave. Vpliv nižjih temperatur nitiranja v plazmi v primerjavi s tradicionalnimi postopki nitiranja se v splošnem kažejo v višji dimenzijski stabilnosti obdelovancev, zato je ta postopek še posebej primeren za utrjevanje površin strojnih elementov, ki so izdelani v ozkem tolerančnem območju.



Slika 1. Reakcije na površini jekla med nitiranjem v plazmi [1]

2.2 Nitiranje v pulzirajoči plazmi

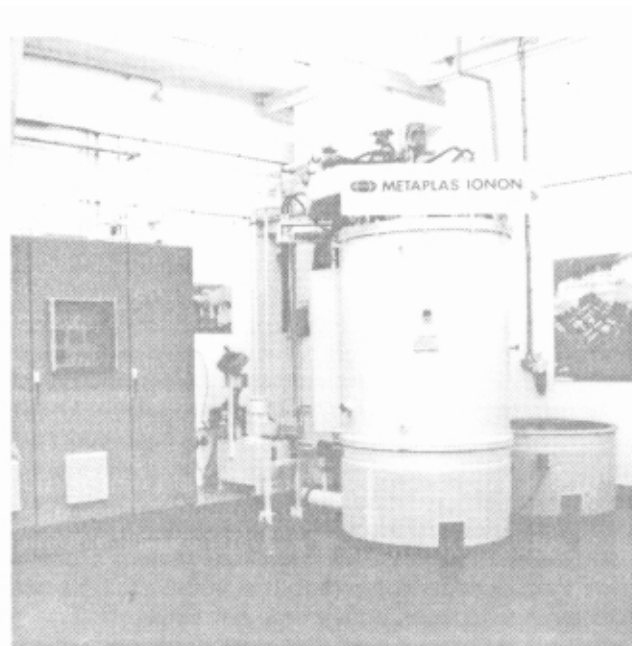
Peč za nitiranje v pulzirajoči plazmi (slika 2), ki smo jo postavili v Centru za vakuumsko toplotno in kemotermično obdelavo (CVT&KTO) na IMT, je sestavljena iz elektronskega komandno-kontrolnega dela, močnega dela ter vakuumске peči (dva podstavka in zvon).

Iz vakuumске peči z vakuumiranjem odstranimo nezaželene pline (zrak), temu sledi vpuščanje dušika. Za segrevanje orodij ali strojnih delov lahko izbiramo med konvekcijskim segrevanjem v dušiku, elektroprovodnim v vakuumu in segrevanjem v plazmi. Konvekcijsko segrevanje v dušiku nam omogoča zelo hitro in izenačeno segrevanje orodij ali strojnih delov različnih dimenzij do temperature, ki je 50°C nižja od temperature nitiranja, do temperature nitiranja 400-580°C pa kose segrejemo v plazmi. Za vžig in vzdrževanje tlenja uporabljamo generator z enosmerno pulzirajočo napetostjo med 800 in 1000 V, ki jo lahko pulziramo s frekvenco do 33 kHz. Dolžino odmora in širino pulza lahko izbiramo v μ s, ms ali s. Plinsko mešanico, ki jo lahko sestavljajo štirje plini, in sicer H_2 , N_2 , CO_2 in N_2O , pripravljamo v posebni mešalni komori, ki omogoča

poljubne deleže posameznih plinov in omogoča stabilen dovod plinske mešanice v vakuumsko peč.

Tlenje znotraj želenega območja napetosti nam pomaga vzdrževati sistem za krmiljenje tlaka med 10^{-1} in 10^{-2} mbar. Z elektronskim komandno-kontrolnim in registrirnim sistemom krmilimo postopek nitiranja v pulzirajoči plazmi. Po končanem nitiranju vložek ohladimo do sobne temperature s prisilno cirkulacijo dušika, kar močno skrajša čas ohlajanja.

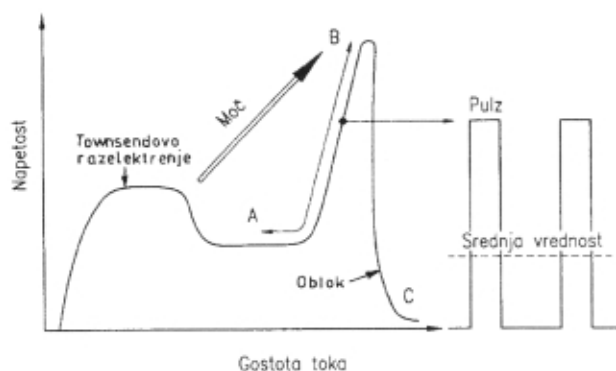
Razelektrjenje je odvisno predvsem od vrste in tlaka plina, od napetosti med elektrodama in geometrije. Pri ionskem nitiranju v pulzirajoči plazmi nas zanima le enosmerna napetost in območje, kjer je tok približno sorazmeren napetosti. Imenujemo ga območje izjemnega tlenja (abnormal glow). Manjši tokovi za ionsko nitiranje niso zanimivi.



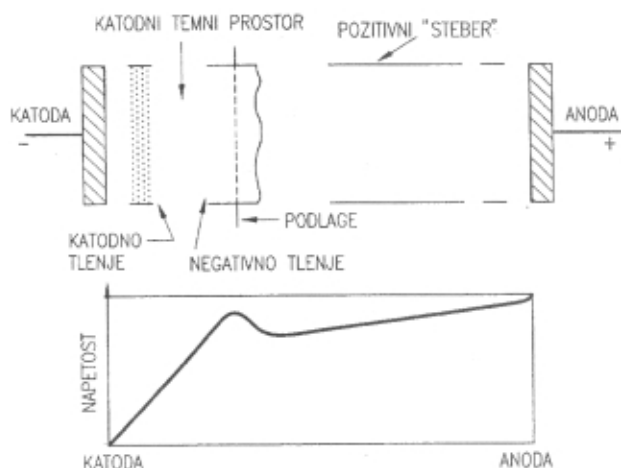
Slika 2. Peč za nitiranje v pulzirajoči plazmi

Med osnovno ploščo, na katero postavimo orodja ali strojne dele, in steno zvona priključimo enosmerno pulzirajočo napetost. Osnovna plošča predstavlja negativni pol, t.j. katodo, zvon pa pozitivnega, t.j. anodo. Ko priključimo pulzirajočo napetost, steče tok na način, ki ga poznamo pri plinski ali tlivni razelektritvi v diodi, npr. v elektroniki z živosrebrnimi parami.

Diagram na sliki 3 prikazuje zvezo med napetostjo in tokom za plinsko mešanico dušika in vodika (75% H_2 /25% N_2). Ionsko nitiranje začne potekati, ko jakost toka doseže področje izjemnega tlenja, ki je na diagramu prikazano med točkama A in B. V tem področju je gostota toka okoli celotne površine katode enakomerna. V tem režimu se ustvari okoli orodij ali strojnih delov enakomerno vijoličasto tlenje. Pri povečevanju toka znotraj področja izjemnega tlenja se povečuje tudi njegova gostota, kar ne vpliva na enakomernost tlenja.



Slika 3. Značilna odvisnost med napetostjo in tokom v pečih za nitiranje v pulzirajoči plazmi [2/]



Slika 4. Značilna porazdelitev tlenja in napetosti med katodo in anodo [3/]

Visoko stopnjo ponovljivosti rezultatov nitiranja in preprečevanje poškodb površine izdelkov zagotovimo z obratovanjem v področju izjemnega tlenja, in sicer na nivoju, ki je višji od točke A, mora pa biti nižji od B in ne sme doseči C. Na tak način dosežemo enakomerno nitiranje površine brez vročih točk (področja s povečano temperaturo). Pojav obloka in s tem vročih točk, ki je v preteklosti močno omejeval uporabo tega postopka, so uspešno rešili z uvedbo enosmerne pulzirajoče napetosti. To omogoča, da postopek nitiranja vodimo blizu točke B brez nevarnosti ustvarjanja vročih točk ali pregrevanja tankih presekov pri tako visokih energijah. Enakomerno nitridno plast dosežemo tako, da so orodja ali strojni deli med pulzom celovito obdani s plazmo. Odmor med dvema pulzoma pa omeji vnos energije na površino do najnižje, še sprejemljive vrednosti, ki omogoča zeleno enakomerno porazdelitev temperature v vložku in najboljšo kakovost površine ob najmanjši porabi energije, plina in hladilne vode.

Peč za ionsko nitiranje v pulzirajoči plazmi je opremljena z opazovalnimi linami, ki omogočajo, da med postopkom nitiranja opazujemo značilnosti in vpliv tlaka na izjemno tlenje. Omogoča pa tudi, da z optičnim pirometrom merimo temperaturo vložka in ugotavljamo njeno izenačenost med različno velikimi orodji ali strojnimi deli.

Značilnosti izjemnega tlenja so v grobem prikazane na sliki 4. Razelektrenje vzdržujejo elektroni, ki jih iz katode izbijajo pozitivni ioni. Energijo, potrebno za ionizacijo, pridobijo ti elektroni v katodnem temnem prostoru, kjer imamo praktično celoten skok potenciala. Vzrok za padec napetosti je velika gostota počasnih (v primerjavi z elektroni) ionov na meji med negativnim tlenjem in katodnim temnim prostorom.

Večina ionov nastane s trki med atomi plina in elektroni v območju negativnega tlenja. Tu praktično ni električnega polja in se ioni gibljejo pretežno zaradi difuzije. Tisti, ki pridejo do roba katodnega temnega prostora, se močno pospešijo v električnem polju in povzročajo razprševanje katode ter emisijo sekundarnih elektronov. Če naj se razelektrenje vzdržuje samo, mora posamezni elektron ionizirati toliko atomov (10 do 20), da potem ioni spet izbijajo vsaj en elektron.

Legi anode ne vpliva bistveno na električne lastnosti razelektrenja, dokler je ne premaknemo na rob katodnega temnega prostora. Tedaj se namreč začne število nastalih ionov zmanjševati in če premaknemo anodo v katodni temni prostor, razelektrenje izgine. Posamezna območja lahko ločimo po svetlosti, saj elektroni atome tudi vzbujajo in le-ti potem sevajo vidno svetlobo pri prehodih v osnovno stanje. Posebno svetlo je področje negativnega tlenja.

Tlivno razelektrenje spremlja vidno tlenje, ki se pojavi okoli katodnega področja. Barva in debelina tlivne korone je odvisna od vrste plina, tlaka, napetosti in toka. Zelo blizu katodne površine je zelo tanka temna plast, sledijo ena ali več tankih svetlih plasti (pri dušiku so rožnato obarvane), nato druga temna plast, tako imenovan Crookesov ali Hittorfov temni prostor, temu pa sledi svetleča difuzna plast (modrikasto/vijoličasta v dušiku), ki jo imenujemo negativno tlenje.

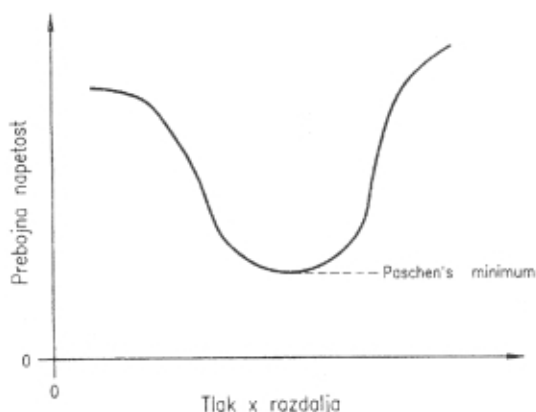
Področje med negativnim tlenjem in katodo igra važno vlogo v mehanizmu tlivnega razelektrenja. V tem področju pride do celotnega padca katodne napetosti, zato je to električno polje tu največje. V smeri proti anodi obstajajo še dodatna temna in svetla področja, ki pa niso pomembna za ionsko nitiranje.

Slika 4 prikazuje padec napetosti v plazmi (od katode do anode). Nakloni in pemske točke krivulje se spreminjajo v odvisnosti od tlaka, napetosti, toka in vrste plina. Kot je razvidno iz krivulje, se največji padec napetosti zgodi blizu katodnega področja, veliko manjši pa blizu anodnega, med njima pa praktično ni električnega polja.

Ko se tok v področju izjemnega tlenja (slika 3) povečuje, se začne pojavljati tlenje, ki pa ne prekrije v celoti površine katode. To kaže na neenakomerno gostoto električnega toka na površini orodij ali strojnih delov, in sicer zato, ker ioni sprejemajo energijo le na lokaliziranih področjih, običajno okoli ostrih robov in izpostavljenih delov orodij ali strojnih delov, ki jih nitiramo. Z nadaljnjim povečevanjem toka v področju izjemnega tlenja se orodja ali strojni deli v celoti obdajo s tlivno

korono, kar kaže na bolj enakomerno gostoto električnega toka. To je torej področje, kjer poteka enakomerno nitriranje orodij ali strojnih delov. Večina intenzitete sevanega elektromagnetnega valovanja je zelo dolgih valovnih dolžin, pretežno v infrardečem področju. V vidnem področju spektra intenziteta pada in postane praktično zanemarljiva v rentgenskem delu. Dejansko je intenziteta sevanja rentgenskih žarkov, ki je bila izmerjena na peči, pod OSHA mejami.

Ko električni tok povečamo preko področja izjemnega tlenja, se pojavijo obloki, t.j. pride do padca napetosti v posameznem plinu. Slika 5 prikazuje značilno krivuljo padanja napetosti v plinu kot funkcijo produkta tlaka in razdalje med anodo in katodo.



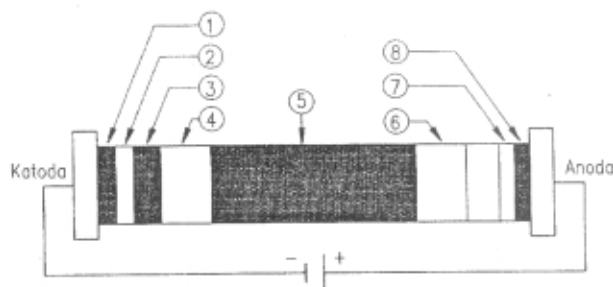
Slika 5. Značilni potek napetosti, ki ponazarja Paschenov zakon padca napetosti v plinu v odvisnosti od produkta tlaka in razdalje med anodo in katodo [4]

Nad krivuljo je področje preboja. Pojav oblokov je včasih viden in ima lahko uničevalen učinek na orodja ali strojne dele, in sicer v obliki jamičenja površine (pitting). Pod krivuljo je področje, ki je zaželeno za nitriranje.

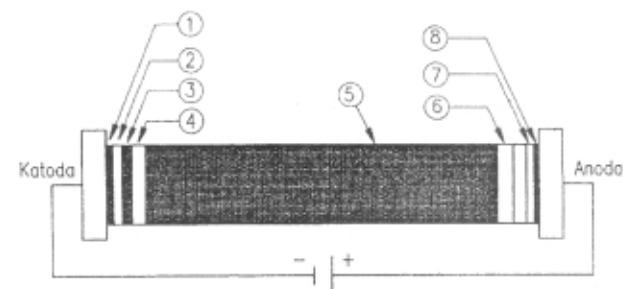
Najnižjo točko krivulje (t.j. najnižji padec napetosti) imenujemo Paschenov minimum, ki je značilen za dani plin. Krivuljo lahko premikamo od leve proti desni s spreminjanjem tlaka ali razdalje, vendar pa je ne moremo pomikati gor in dol. Na nesrečo pri nitriranju krmilimo tlak in razdaljo blizu spodnje točke krivulje. Zato moramo biti previdni, ko postavljamo orodja ali strojne dele z ostrimi konicami blizu roba katodne plošče.

Pri povečevanju tlaka v območju od 0,6 mbar (slika 6a) na 4 mbar (slika 6b) lahko vidimo, da se tlenje približa katodi. Ta pojav v praksi izkoriščamo za nitriranje izvrtin (višji je tlak, bolj se tlenje prilega orodju) ali za preskakanje le-teh tako, da preprečimo nitriranje v izvrtinah (nižji tlak). Pri orodjih ali strojnih delih z zelo razgibano obliko lahko tlak krmilimo tako, da je nitrirana celotna površina ali pa le izbrana površina. Selektivnost je omejena tako, da bodo vse votline oziroma izvrtine nad izbranim nivojem tlaka nitrirane, vse votline in izvrtine

pod izbranim nivojem tlaka pa ne, medtem ko pri tistih, ki se nahajajo vmes, lahko pričakujemo pojav t.i. votle katode, slika 7.



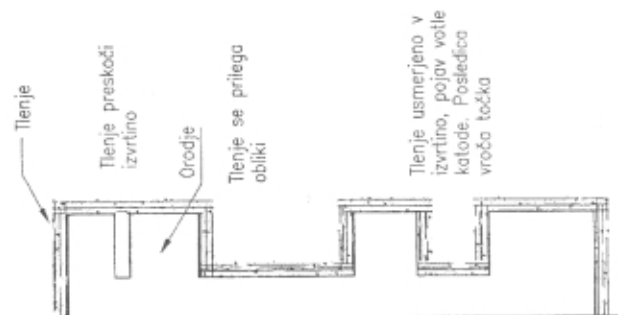
a) Vidna porazdelitev tlenja pri nizkem tlaku



b) Vidna porazdelitev tlenja pri povišanem tlaku

- | | |
|--------------------------|----------------------------|
| 1. Astonov temni prostor | 5. Faradayev temni prostor |
| 2. Katodno tlenje | 6. Pozitivni "steber" |
| 3. Katodni temni prostor | 7. Anodno tlenje |
| 4. Negativno tlenje | 8. Anodni temni prostor |

Slika 6a in b. Vpliv tlaka plinske mešanice na tlenje [3]

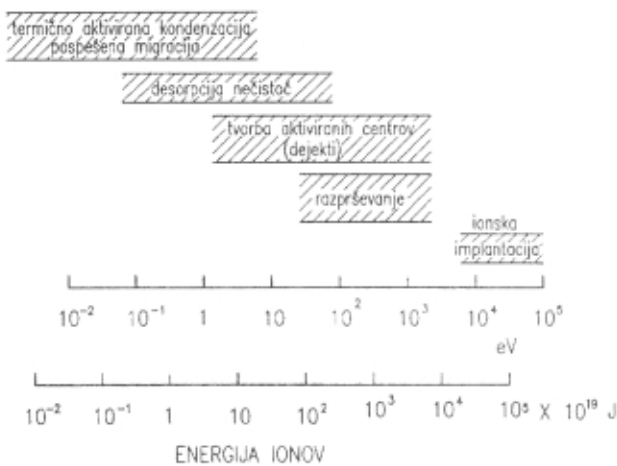


Slika 7. Votla katoda [2]

Nepravilno krmiljenje tlaka pri zelo razgibani obliki orodja ali pri orodjih, ki so postavljena preblizu skupaj, lahko usmeri tlenje v področje, kjer se tlenji nasprotnih površin dotikata ali prekrivata, ujeti ioni pa povzročijo močnejše obstreljevanje in višjo gostoto toka na lokalni površini. Posledica pojava votle katode je lokalno neenakomerno nitrirana plast ali segrevanje posameznih mest na orodjih ali strojnih delih na temperaturo, ki je nad 721°C. Za dušik je pojav votle katode upo-

števanja vreden, kadar produkt širine votline in tlaka pade pod 2,66 mbar.cm, gostota toka pa še naprej narašča, dokler širina ne postane primerljiva z debelino normalnega katodnega padca, ko tlenje ne prodira več v votlino. Ta zadnji pogoj omogoča možnosti enostavnega mehanskega maskiranja, s katerim preprečimo nitriranje, medtem ko se pojavu votle katode često izognemo s pravilno izbranim tlakom plina.

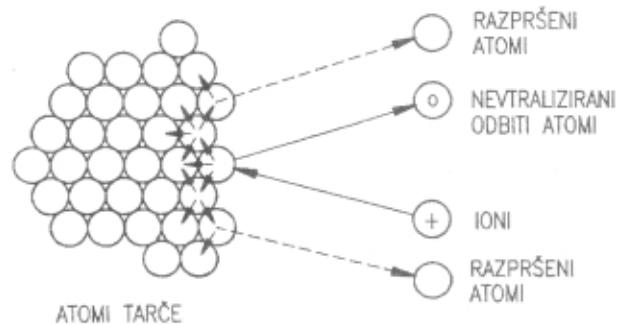
Druga pomembna lastnost tlivnega razelektrenja je razprševanje - ionsko jedkanje (ion sputtering). Ta pojav izkoriščamo pri čiščenju površin orodij pred nitriranjem. Pri postopku razprševanja uporabljamo argon ali vodik. Obstreljevanje površin orodja z ioni plina poteka pri nizkem tlaku, npr. 1.5 mbar, in visoki napetosti 700 V. Na ta način odstranimo morebitne nečistoče ali oksidno zaščitno plast pri nerjavnih jeklih s površin, ki jih želimo nitrirati. Ko obstreljujemo površino kovin z ioni, pride do različnih pojavov. O tem, kateri bo prevladal oziroma je sploh možen, odloča predvsem kinetična energija vpadlih delcev. Na sliki 8 so označeni nekateri važnejši pojavi na površinah v odvisnosti od energije ionov.



Slika 8. Energijska območja nekaterih važnejših pojavov pri obstreljevanju površin [3]

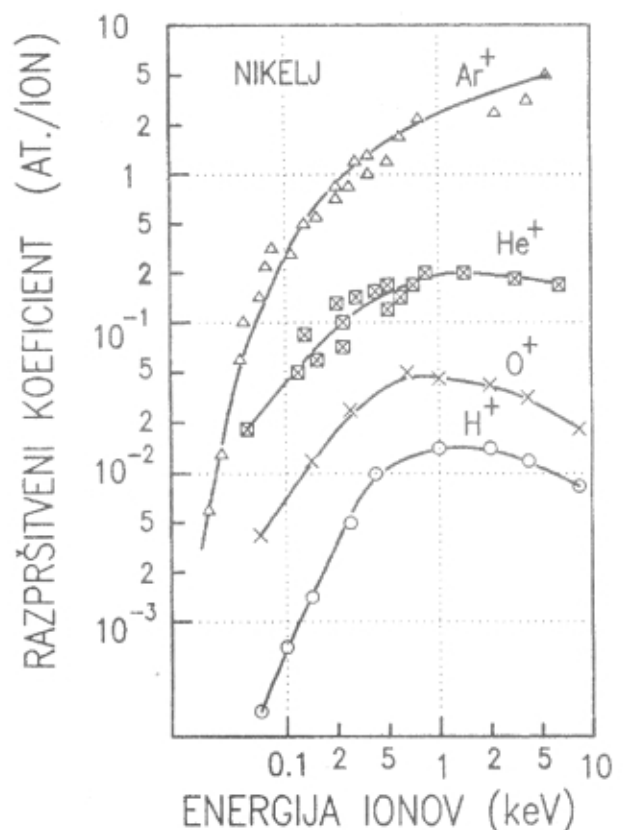
Pri delcih s kinetično energijo pod 6 eV je interakcija z orodji ali strojnimi deli omejena na prvo plast atomov na površini. V tem primeru so pomembni potencialna energija vpadlih delcev in z njo povezani elektronski prehodi ter preurejanje kemijskih vezi. Pojavi, ki prevladujejo, so desorpcija nečistoč, kemijske reakcije, polimerizacija itd. Če kinetična energija vpadlih ionov presega vezavno energijo atomov (ki je približno enaka sublimacijski energiji), pride pri preurejanju atomov do novega pojava - delci lahko odletijo s površine orodij ali strojnih delov. V splošnem lahko ugotovimo, da se potencialna energija vpadlih delcev porabi za elektronske interakcije, medtem ko gre kinetična energija v nihanje atomov mreže oziroma v njihove premike. Večji del energije vpadlih delcev se porabi za segrevanje orodij ali strojnih delov, manjši pa za razprševanje. Razprševanje je vedno povezano s površinsko migracijo atomov in s poškodbami mreže. V poenostavljeni sliki razprševanje

spominja na tridimenzionalno biljardno igro z atomi, v kateri se gibalna količina vpadlega iona prenaša na atome orodja. Shematično je mehanizem prikazan na sliki 9.



Slika 9. Trkovni procesi pri razprševanju - ionskem jedkanju (puščice označujejo prenos gibalne količine) [3]

Proces razprševanja opišemo z razpršitvenim koeficientom, ki pomeni povprečno število atomov, ki jih izbije en ion. Izkaže se, da je hitrost razprševanja odvisna od vrste materiala, od energije vpadlega delca, pa tudi od njegove mase in vpadnega kota. Na sliki 10 so prikazani razpršitveni koeficienti v odvisnosti od energije ionov.



Slika 10. Razpršitveni koeficient za različne ione [3]

2.3 Maskiranje in merjenje temperature

Maskiranje površin na delih, kjer nitiranje ni zaželeno, izvedemo hitro in poceni z uporabo tehnike mehanskega maskiranja. Rezultati so primerljivi po učinkovitosti z dragim in zamudnim postopkom elektropliranja, ki ga uporabljamo za maskiranje površin pri plinskem nitiranju. Mehanske maske v obliki plošč in valjev standardne velikosti imamo vedno na razpolago, v posebnih primerih uporabljamo tudi folijo iz nerjavnega jekla. Mehanske maske izbiramo tako, da se prilegajo na del površine orodja ali strojnega dela z režo, ki ni večja od 0,8 mm (pojav votle katode).

Temperaturo nitiranja merimo z dvema termoelementoma Ni-CrNi, ki ju namestimo tako, da merimo tudi temperaturo v jedru orodja ali strojnega dela, kadar koli je to mogoče. Pojav oblokov preprečujemo s kontrolnim sistemom, ki elektronsko nadzoruje razelektrivno napetost. Ta sistem zazna navzočnost lokalne neenakomernosti v gostoti toka ter v trenutku zmanjša ali prekine električni tok tako, da se ponovno lahko vzpostavi ravnotežne razmere.

3 Sklep

Ta članek daje le osnovno informacijo o postopku nitiranja v pulzirajoči plazmi, ki bo v pomoč širšemu krogu strokovnjakov različnih profilov pri načrtovanju orodij in strojnih delov vrhunske kakovosti, pri katerih je možno napovedati in zagotoviti njihovo vzdržljivost.

Nitiranje v pulzirajoči plazmi je najsodobnejši postopek nitiranja, ki je posebej prirejen za najzahtevnejšo kemotermično obdelavo orodij in strojnih delov, ki tovrstnim izdelkom poveča vzdržljivost za večkrat. Zasnova peči za nitiranje v pulzirajoči plazmi je prilagojena

potrebam slovenskega orodjarstva, ki je že danes močno prisotno na zahtevnih tujih tržiščih. Prodor in obstanek na teh tržiščih pa je v veliki meri odvisen od vrhunske kakovosti, rokov izdelave in cene orodij. Istočasno pa izbrana konfiguracija peči za nitiranje v pulzirajoči plazmi zaradi prožnosti omogoča tudi prodor na področje raziskav tehnike površin (surface engineering), ki je danes v orodjarstvu in pri izdelavi strojnih elementov nepogrešljiv dejavnik doseganja vrhunske kakovosti.

Dolgoletno intenzivno raziskovalno-razvojno delo na področju vakuumske toplotne obdelave, ki smo jo dopolnili še s kemotermičnim postopkom nitiranja v pulzirajoči plazmi, je z ustanovitvijo Centra za vakuumsko toplotno in kemotermično obdelavo (CVT & KTO) na Inštitutu za kovinske materiale in tehnologije (IMT) temelj, ki slovenskim orodjarjem omogoča doseganje vrhunske kakovosti orodij.

Okolje, v katerem center deluje, kadrovska zasedba in opremljenost laboratorijev IMT ter zasnova CVT&KTO dolgoročno zagotavljajo kontinuiteto raziskovalno-razvojnega dela na področju optimiziranja različnih vrst toplotne obdelave in tehnike površin (surface engineering) ter kakovosten prenos rezultatov v prakso.

4 Literatura

- 1/1. Alfred Grill, Cold Plasma in Materials Fabrication, IEEE PRESS, New York 1993
- 1/2. Pasma/ion nitriding™ Process manual, Heat-Vac Systems Division of Consarc Corporation, Scotland
- 1/3. A. Žabkar, Mehanizmi nanašanja tankih plasti v plazmi, Institut J. Stefan, Univerza v Ljubljani
- 1/4. W. Kovacs, W. Russell, An introduction to ion nitriding, Elatec Inc. Woburn, Massachusetts, USA

Srečanje raziskovalcev s področja optičnih interferenčnih prekritij 5.-9. junij 1995, Tucson, Arizona, ZDA

V Tucsonu, mestu na jugu Arizone, blizu (cca 100 km) mehiške meje, smo se v začetku junija letos srečali strokovnjaki, ki se ukvarjamo z optičnimi prekritji. Srečanje je organizirala OSA (Optical Society of America) s pomočjo SPIE (International Society of Optical Engineering), EOS (European Optical Society) in SVC (Society of Vacuum Coaters).

Udeležencev srečanja, šestega po vrsti, je bilo približno 250 s celega sveta, od tega več kot polovica Američanov. Poleg 25 vabljenih predavanj, ki so bila večinoma pregledna, je bilo predstavljenih še 125 prispevkov s pet minutnim govornim delom kot uvodom h kasnejši posterski predstavitvi. Program srečanja je bil razdeljen na naslednje teme: Teorija in oblikovanje prekritij, Nanos optičnih prekritij (v glavnem vakuumski postopki nanašanja), Karakterizacija, Materiali in Uporabe optičnih prekritij. Vsak dan je bil namenjen drugi temi. Zadnji dan, petek, pa je bil namenjen izbranim vabljenim predavanjem.

Srečanje je spremljala majhna razstava, ki so jo pripravila podjetja iz Arizona Optics Industry Association. V združenje je včlanjenih več kot 115 podjetij (npr. Wyko - metrologija in software, Photometrics - CCD kamere in sistemi, IBM - optični pomnilniki, Dataforth - modemi in multipleksi za optična vlakna, Boeckeler Instruments - mikroskopi in precizna merilna oprema, Lightpath Technologies - steklo z gradientnim lomnim količnikom, Coherent, Hughes), ki tvorijo t.i. Optics Valley v Tucsonu. Včlanjena je tudi univerza iz Arizone, Optical Science Center iz Tucsona, ki je poleg univerze v Rochesteru, NY drugi najmočnejši center za optiko v ZDA.

Srečanje je bilo v prijetnem rekreacijskem centru Loews Ventana Canyon Resort sredi puščave z ogromnimi, več kot sto let starimi kaktusi saguaro, tako da je teden dni, kljub vročini 40°C, prehitro minil.

mag. Andrej Demšar
Fotona d.d.
Ljubljana