

## 2

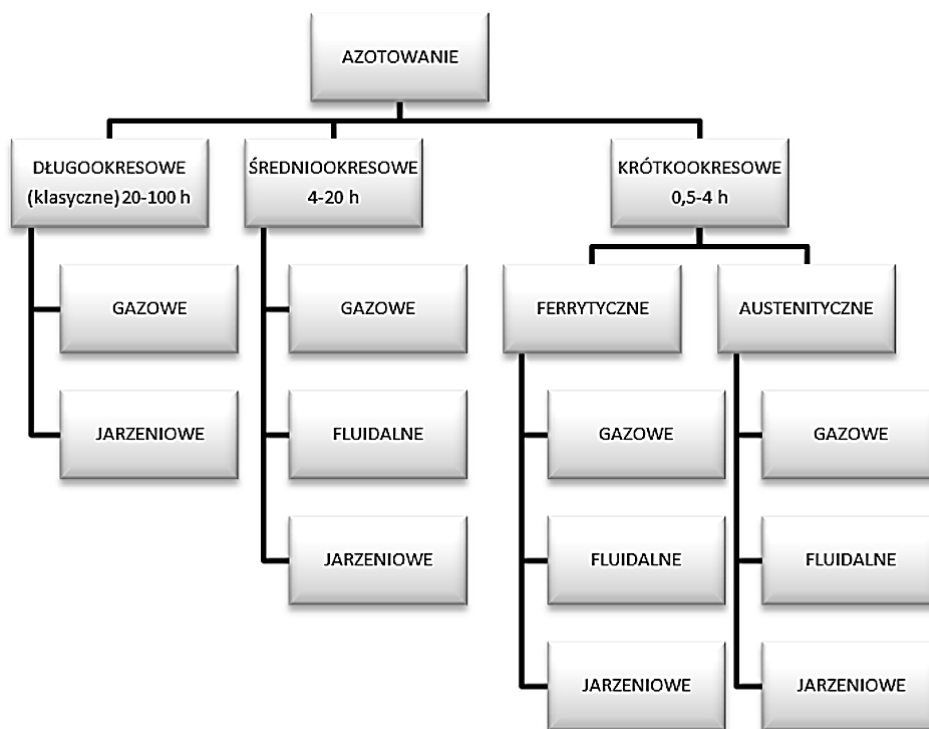
# CHARAKTERYSTYKA AZOTOWANIA JONOWEGO Z ZASTOSOWANIEM EKRANU AKTYWNEGO TRUDNOAZOTUJĄCYCH SIĘ MATERIAŁÓW METALICZNYCH

### 2.1 WPROWADZENIE

Stale austenityczne oraz tytan i jego stopy mają szerokie zastosowanie w technice i przemyśle, przede wszystkim z powodu dobrej odporności korozyjnej, jednak ich zastosowanie jest ograniczone ze względu na małą twardość i odporność na zużycie ściernie. Ciągły rozwój obróbek powierzchniowych umożliwia poprawę właściwości użytkowych przedmiotów wykonanych z tych materiałów.

Jedną z najczęściej stosowanych obróbek powierzchniowych podnoszącą właściwości eksploatacyjne warstwy wierzchniej tych materiałów inżynierskich jest azotowanie. Proces ten może być realizowany kilkoma metodami, przy czym w przypadku trudnoazotujących się materiałów metalicznych najbardziej efektywne i popularne są metody z wykorzystaniem technik jonowych, które umożliwiają usunięcie tworzącej się na ich powierzchni tlenkowej warstwy pasywnej ( $\text{Cr}_2\text{O}_3$  w przypadku stali austenitycznych oraz rutylu –  $\text{TiO}_2$  w przypadku stopów tytanu) [18, 20]. Występujące w obróbkach jonowych zjawisko rozpylania katodowego rozwiązuje problem związany z występowaniem warstwy pasywnej, ponadto możliwość prowadzenia obróbki w niższych temperaturach hamuje powstawanie niekorzystnych procesów dechromizacji zachodzącej w przypadku azotowania stali austenitycznej w zakresie temperatur 500-600°C [10, 16]. Uproszczony schemat klasyfikacji odmian azotowania i obróbek azotujących przedstawia rys. 2.1 [15].

Proces azotowania polega na nasyceniu powierzchniowej warstwy elementów azotem, co prowadzi do wzrostu twardości, poprawy odporności na ścieranie i odporności zmęczeniowej wymienionych materiałów. Warstwy azotowane cechują się ponad to dużą odpornością korozyjną. Procesowi azotowania poddawane są elementy po ulepszeniu cieplnym, dzięki czemu nie wymagają one już żadnej dodatkowej obróbki cieplnej [14].



Rys. 2.1 Schemat klasyfikacji metod azotowania i obróbek azotujących

Źródło: [14]

Popularny i powszechnie stosowany w przemyśle jest proces azotowania jonowego, który wykorzystywano już w latach 30-tych XX wieku [16], próbując poprawiać trwałość luf armatnich metodą zaproponowaną przez Berghausa [9, 13].

Techniki jonowe są procesami obróbki cieplno-chemicznej, przeprowadzanymi w środowisku gazowym z wykorzystaniem zjawiska wyładowania jarzeniowego. Przedmioty obrabiane umieszczane są w komorze roboczej pieca (katoda), natomiast ściany pieca stanowią anodę. Gazem reaktywnym w procesie azotowania jonowego jest najczęściej mieszanina wodoru i azotu ( $H_2+N_2$ ) lub amoniak ( $NH_3$ ). Gaz reaktywny wprowadzany jest do komory roboczej przy ciśnieniu  $100 \div 1300$  Pa, w tzw. próżni dynamicznej (ciągły przepływ danej mieszaniny gazowej przez komorę roboczą) [6, 10].

Wyładowanie jarzeniowe jest zarówno źródłem ciepła, a także wspomaga i przyspiesza procesy fizykochemiczne zachodzące na granicy fazy stałej (wsad) i gazowej (atmosfera robocza). Technologie, w których wykorzystywane jest wyładowanie jarzeniowe, z powodu charakterystycznego świecenia gazu w obszarach przykatodowych (tzw. poświata katodowa) uzyskały nazwę jonowych. Niekiedy nazywane są również plazmowymi bądź jonowymi [10].

Proces azotowania jonowego można podzielić na trzy zasadnicze etapy. Pierwszy etap to wyiskrzanie, drugi etap to nagrzewanie do żądanej temperatury azotowania. Podczas jego trwania w wyniku występowania zjawiska rozpylania katodowego, następuje uaktywnienie powierzchni obrabianych oraz usunięcie pasywnych warstw tlenkowych występujących w stopach tytanu i stalach austenitycznych. Po

osiągnięciu zadanej temperatury procesu, rozpoczyna się właściwy proces azotowania prowadzący do nasycenia obrabianej powierzchni azotem (wytworzenie na jego powierzchni strefy związków oraz strefy azotowania wewnętrznego) [13, 19].

Wytwarzanie warstw azotowanych podczas azotowania jonowego i ich właściwości zależą od takich parametrów technologicznych jak: temperatura procesu, czas procesu, skład atmosfery azotującej, ciśnienie atmosfery reaktywnej [1].

Bezpośrednio przed rozpoczęciem procesu elementy przeznaczone do azotowania jonowego oczyszcza się i odtłuszcza, a następnie umieszcza w komorze roboczej pieca jarzeniowego. Po zamknięciu komory i uzyskaniu próżni, ustawia się właściwy przepływ atmosfery azotującej – powoduje to dokładne oczyszczenie komory z powietrza. Kolejną czynnością podczas procesu azotowania jonowego jest zamknięcie zaworu dozującego atmosferę i włączenie zasilacza prądowego, wynikiem tego jest rozpoczęcie procesu rozpylania katodowego w celu uaktywnienia i dokładnego oczyszczenia powierzchni azotowanego elementu [13].

Nagrzewanie elementu polega na stopniowym podwyższaniu natężenia prądu w komorze pieca. W chwil osiągnięcia zadanych parametrów (ciśnienia, temperatury, natężenia prądu) liczy się właściwy czas procesu. Zabieg chłodzenia elementu prowadzi się w środowisku próżni [13].

Po procesie azotowania jonowego elementy nadają się bezpośrednio do użytku. Ze względu na właściwości uzyskanych warstw wierzchnich dodatkowa obróbka skrawaniem jest niewskazana. Dopuszczalne jest jedynie honowanie (wygładzanie) lub polerowanie [13].

Uzyskane w procesie azotowania jonowego warstwy wierzchnie charakteryzują się polepszeniem właściwości tribologicznych i wytrzymałościowych, a także lepszą plastycznością w odniesieniu do warstw uzyskanych w wyniku azotowania tradycyjnego [10, 21].

W 1999 roku w Stanach Zjednoczonych Georges [2] opracował metodę „active screen plasma nitriding” umożliwiającą azotowanie jonowe elementów bez zachodzenia niekorzystnych zjawisk, które były obserwowane podczas azotowania katodowego (m. in.: wpływ geometrii elementu na rozkład temperatury, efekt krawędziowy powodujący niejednorodność właściwości obrabianych powierzchni, katody wnękowe). Metoda ta polega na umieszczeniu odizolowanego wsadu pod wykonanym z perforowanej blachy ekranem polaryzowanym napięciem katodowym. W takich warunkach element nie jest nagrzewany bezpośrednio w wyniku bombardowania jonowego – lecz przez wypromieniowywanie ciepła z powierzchni nagrzewanego bombardowaniem jonowym ekranu. W wyniku celowo ukierunkowanego strumienia przepływającego gazu, aktywne składniki plazmy dostarczane są pod ekran [8].

W przedstawionym przypadku mechanizm azotowania różni się od konwencjonalnego azotowania katodowego – w związku z brakiem polaryzacji – nie następuje bombardowanie jonowe. Do powierzchni docierają cząstki rozpylone z

powierzchni ekranu. Stosując do azotowania nowy, nie używany wcześniej ekran, wchodzące w jego skład atomy pierwiastków metali są z niego wybijane. Po pewnym czasie trwania procesu, gdy ekran zostanie naazotowany lub gdy na jego powierzchni osiadą azotki – z jego powierzchni będą wybijane fazy azotkowe [12]. W wyniku oddziaływania powierzchni o wysokiej temperaturze oraz zderzeń z innymi docierającymi cząsteczkami – zaadsorbowany azot może ulegać desorpcji lub dyfundować w głąb podłoża. W etapie końcowym procesu uwolniony azot może reagować chemicznie z podłożem tworząc azotki. Napyłone cząstki azotkowe stają się nośnikami azotu – ulegając redukcji – są źródłem dodatkowych atomów azotu [5, 7, 23].

## 2.2 MATERIAŁ DO BADAŃ I METODYKA

Do badań nad intensyfikacją procesu azotowania z wykorzystaniem ekranu aktywnego wytypowano dwie grupy trudnoazotujących się materiałów metalicznych. W pierwszej grupie znalazły się dwa rodzaje stali austenitycznej: stal chromowo-niklowa (X5CrNi18-10) oraz stal chromowo-niklowo-molibdenowa (X2CrNiMo17-12-2). Drugą grupę materiałów stanowił tytan techniczny (Ti99.2) oraz stop tytanu (Ti6Al4V).

Wytypowane do procesu azotowania materiały metaliczne mają bardzo szerokie zastosowanie ze względu na swoje właściwości użytkowe.

Gatunek stali austenitycznej X5CrNi18-10 (AISI 304) jest najbardziej popularnym ze względu na fakt, że znalazł on wiele zastosowań w różnych dziedzinach przemysłu. Główne zastosowanie tej stali odnosi się do przechowywania i obróbki artykułów spożywczych, dostawy żywności oraz wyposażenia szpitalnego. Stanowią one również standardowe materiały stosowane na wyposażenie w inżynierii chemicznej i są szeroko wykorzystywane na przybory i urządzenia domowe. Są również przeznaczone na zbiorniki zasobnikowe mleka, kadzie piwne i elementy dla browarnictwa, zlewozmywaki oraz kompletne zestawy wyposażenia gastronomicznego, wnętrza zmywarek do naczyń oraz ościeżnice drzwiowe, przybory kuchenne, sztucce i naczynia gospodarcze. Gatunek ten jest tak szeroko stosowany ze względu na swą chemiczną obojętność w kontakcie z wieloma rodzajami pożywienia, a także w kontakcie z różnorodnymi detergentami stosowanymi przy jego oczyszczaniu [24].

Ze względu na swoje właściwości austenityczna stal chromowa-niklowo-molibdenowa ma szerokie zastosowanie w wielu gałęziach przemysłu. Wykorzystywana jest przy produkcji części pomp, instalacji i rurociągów, części chłodziw, specjalnych zbiorników, wymienników ciepła, mieszadeł, narzędzi chirurgicznych, protez, elementów maszyn w przemyśle farmaceutycznym, chemicznym, petrochemicznym, kriogenicznym, celulozowym oraz w przetwórstwie spożywczym [25]. Stal ta znalazła swoje zastosowanie także w przemyśle: browarniczym, papierniczym, medycznym, kwasów tłuszczowych, przy produkcji związków kwasu octowego, do wyrobu części mających styczność z nawozami

sztywnymi, kotły do gotowania keczupu, przemysł fosforanowy, wyposażenie do obróbki filmów, kominy, zbiorniki w stacjach zmiękczenia wody, rury do drożdży; w środowisku morskim [25].

Szerokie zastosowanie tytanu i jego stopów wynika ze szczególnych właściwości fizycznych i chemicznych tego metalu, a także z coraz liczniejszych metod inżynierii materiałowej doskonalących proces jego wytwarzania i kształtowania właściwości. Stopy tytanu mają szerokie zastosowanie jako biomateriały w chirurgii kostnej, szczękowo-twarzowej oraz kardiologicznej. Czysty tytan stosowany jest w protetyce stomatologicznej [4, 9]. Ze względu na swoje właściwości wytrzymałościowe w podwyższonych temperaturach stopy tytanu cieszą się zainteresowaniem przemysłu lotniczego i kosmicznego [4]. Stopy tytanu znajdują też zastosowanie w przemyśle okrętowym na konstrukcje kadłubów i nadbudówek okrętów nawodnych jak i podwodnych, wykonuje się z nich elementy wyposażenia platform wiertniczych, elementy układów napędowych okrętów oraz elementy wyposażenia układów siłowych [17]. Stopy tytanu wykorzystywane są także w energetyce jako materiały konstrukcyjne do budowy elementów turbin, kondensatorów pary oraz systemów odzysku ciepła [3]. W przemyśle samochodowym stopy tytanu stosowane są coraz częściej do wykonywania elementów zespołu korbowo-łokowego, wahaczy, zawieszania, popychaczy, drążków kierowniczych, kół zębatych itp. [22]. W zakładach chemicznych stopy tytanu mogą zastępować stale kwasoodporne, ponieważ są one odporne na działalność korozyjną wszystkich naturalnych środowisk [4].

Procesy azotowania jonowego zostały wykonane w półprzemysłowym piecu do obróbek jonowych typu JON-600. Podstawowym elementem urządzenia jest komora próżniowa o ścianach chłodzonych wodą. Wewnątrz komory na specjalnych izolowanych przepustach prądowych (katoda) umieszczone są elementy poddawane obróbce. Elementy te są podłączone do ujemnego bieguna stałoprądowego zasilacza wyładowania jarzeniowego i stanowią katodę. Metalowe ściany pieca podłączone są do uziemionego bieguna dodatniego zasilacza – stanowią anodę. Zespół dozujący oraz zespół pompowy realizują w komorze próżniowej odpowiedni cykl zmian ciśnienia, przepływu i składu gazu roboczego.

Warunki procesów azotowania dobrano uwzględniając kryterium intensyfikacji prędkości wzrostu głębokości warstwy azotowanej, w zależności od warunków wyładowania jarzeniowego w różnych obszarach komory roboczej urządzenia do azotowania. Przyjęto dwa warianty położenia azotowanych elementów w komorze jarzeniowej:

- bezpośrednio na katodzie,
- na katodzie z użyciem ekranu aktywnego.

Proces azotowania jonowego przeprowadzono zgodnie z parametrami zamieszczonymi w tabeli 2.1.

**Tabela 2.1 Zestawienie parametrów procesu azotowania wybranych materiałów metalicznych**

Badany materiał	Zakres temperatur	Czas procesu	Skład atmosfery roboczej	Rodzaj procesu
X5CrNi18-10	325-400°C	2-4 h	75%H <sub>2</sub> + 25%N <sub>2</sub>	proces krótkookresowy i niskotemperaturowy
X2CrNiMo17-12-2	325-400°C	2-4 h		proces długookresowy i wysokotemperaturowy
	430-490°C	5-17 h		
Tytan i jego stopy	530-590°C	5-17 h	75%N <sub>2</sub> + 25%H <sub>2</sub>	proces krótkookresowy i niskotemperaturowy

Po przeprowadzonych procesach azotowania wykonano badania użytkowe uzyskanych warstw azotowanych. Wykonano badania: głębokości dyfuzji azotu (spektrometr emisyjny z wyładowaniem jarzeniowym), pomiaru twardości powierzchniowej (metoda Knoppa) oraz zużycia ściernego (test odporności na zużycie ściernie w warunkach tarcia suchego w układzie rolka-klocek).

### 2.3 ANALIZA OTRZYMANYCH WYNIKÓW

Dla każdej badanej stali określano:

- głębokość dyfuzji azotu – na podstawie analizy składu chemicznego pierwiastków w warstwie wierzchniej (optyczny spektrometr emisyjny z wyładowaniem jarzeniowym HORIBA Jobin Yvon GD-Profilier HR, z wyładowczą lampą Grimm`a o średnicy katody 4 mm,
- twardość – metoda Knopp`a, HK0,025 (obciążenie 25 G), HK0,05 (obciążenie 50 G), HK0,1 (obciążenie 100 G),
- odporność na zużycie ściernie – 30 min, 60 min, 90 min, 120 min, (tester T-05; układ rolka  $\varnothing$  0,5 mm, wykonana ze stali 100Cr6, o twardości 62 HRC/próbka, klocek 4x8x12 mm).

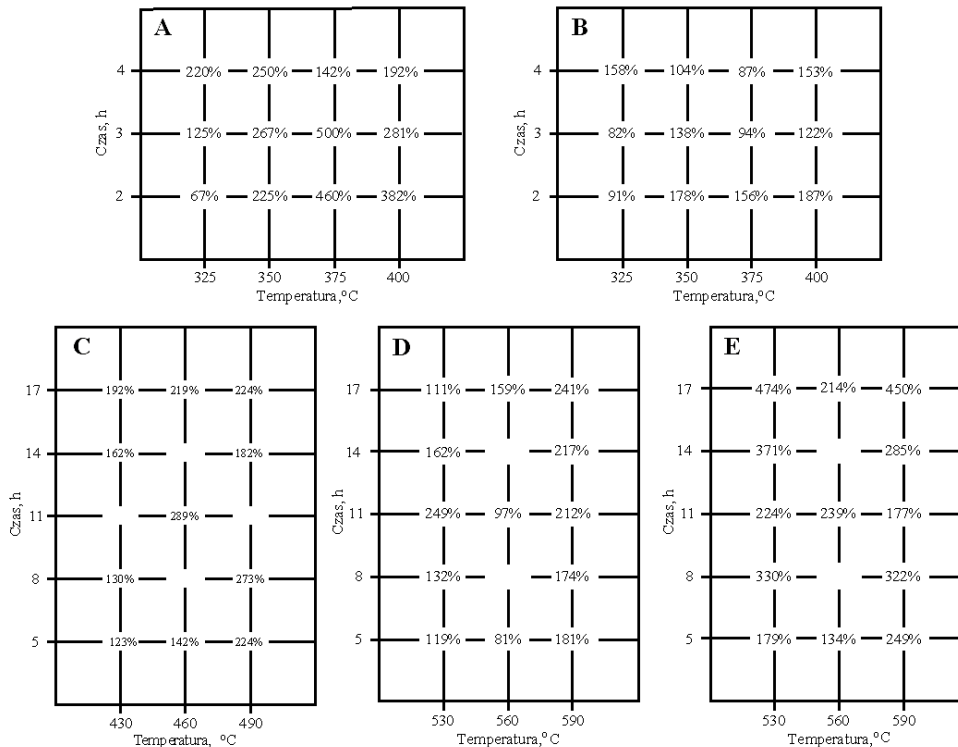
Wszystkie wymienione właściwości posłużyły do określenia efektywności procesu azotowania metodą „active screen”. Określono ją porównując daną cechę warstw wierzchnich uzyskanych pod ekranem do analogicznej cechy warstw wierzchnich uzyskanych na katodzie.

Podstawowym parametrem oceny skuteczności danego procesu azotowania jest głębokość warstwy dyfuzji azotu. Na rysunku 2 przedstawiono procentowy wzrost głębokości dyfuzji azotu w badanych materiałach.

W każdym analizowanym przypadku nastąpił wzrost głębokości dyfuzji azotu, w szczególności:

- stal austenityczna X5CrNi18-10 (325°C-400°C; 2-4 h) – wzrost warstwy azotowanej od 67% do 500% (katoda 0,3-2,5  $\mu$ m; ekran aktywny 0,5-7,3  $\mu$ m) – rys. 2.2a;
- stal austenityczna X2CrNiMo17-12-2 (325°C-400°C; 2-4 h) – wzrost warstwy azotowanej od 82% do 187% (katoda 0,56-2,51  $\mu$ m; ekran aktywny 1,07-6,34  $\mu$ m) – rys. 2.2b;

- stal austenityczna X2CrNiMo17-12-2 (430°C-490°C; 5-17 h) – wzrost warstwy azotowanej od 123% do 289% (katoda 8,1-22,3 μm; ekran aktywny 18,1-72,2 μm) – rys. 2.2c;
- tytan techniczny Ti99.2 (530°C-590°C; 5-17 h) – wzrost warstwy azotowanej od 81% do 249% (katoda 0,31-2,84 μm; ekran aktywny 0,68-9,68 μm) – rys. 2.2d;
- stop tytanu Ti6Al4V (530°C-590°C; 5-17 h) – wzrost warstwy azotowanej od 134% do 474% (katoda 0,28-1,98 μm; ekran aktywny 0,78-10,89 μm) – rys. 2.2e.



**Rys. 2.2 Procentowy wzrost głębokości dyfuzji azotu materiału azotowanego jonowo metodą „active screen” w odniesieniu do azotowania katodowego: a) stal austenityczna X5CrNi18-10; b) stal austenityczna X2CrNiMo17-12-2; c) stal austenityczna X2CrNiMo17-12-2; d) tytan techniczny Ti99.2; e) stop tytanu Ti6Al4V.**

Następną badaną właściwością była twardość warstwy azotowanej. Procentowy wzrost tego parametru przedstawiał się następująco:

- stal austenityczna X5CrNi18-10 (325°C-400°C; 2-4 h) – HK0,025 wzrost twardości od 39% do 269%, stan wyjściowy 2289 HK (katoda 390-1525 HK; ekran aktywny 500-1791 HK); HK0,05 wzrost twardości od 0,6% do 178%, stan wyjściowy 250 HK (katoda 350-1092 HK; ekran aktywny 352-1527 HK);
- stal austenityczna X2CrNiMo17-12-2 (325°C-400°C; 2-4 h) – HK0,025 wzrost twardości od 26% do 121%, stan wyjściowy 230 HK (katoda 438-1183 HK; ekran aktywny 553-1570 HK); HK0,05 wzrost twardości od 21% do 106%, stan wyjściowy 220 HK (katoda 381-867 HK; ekran aktywny 471-1308 HK);
- stal austenityczna X2CrNiMo17-12-2 (430°C-490°C; 5-17 h) – HK0,05 wzrost twardości od 1% do 50%, stan wyjściowy 220 HK (katoda 604-1058 HK; ekran

- aktywny 906-1110 HK); HK0,1 wzrost twardości od 2% do 16%, stan wyjściowy 224 HK (katoda 949-1186 HK; ekran 1026-1251 HK); HK 0,05 wzrost twardości od 0% do 6%, stan wyjściowy 224 HK (katoda 1219-1295 HK; ekran 1227-1298 HK);
- tytan techniczny Ti99.2 (530°C-590°C; 5-17 h) – HK0,025 wzrost twardości od 102% do 258%, stan wyjściowy 276 HK (katoda 399-551 HK; ekran 807-1974 HK); HK0,05 wzrost twardości od 56% do 238%, stan wyjściowy 202 HK (katoda 344-486 HK; ekran 573-1644 HK);
  - stop tytanu Ti6Al4V (530°C-590°C; 5-17 h) – HK0,025 wzrost twardości o 83%, stan wyjściowy 346 HK (katoda 558 HK; ekran 1021 HK); HK0,05 wzrost twardości o 60%, stan wyjściowy 337 HK (katoda 478 HK; ekran 767 HK);

Ostatnim analizowanym parametrem była ścieralność, która kształtowała się następująco:

- stal austenityczna X5CrNi18-10 (325°C-400°C; 2-4 h) – ścieralność po 30 min spadek od 8% do 16133%, ubytek masy stali przed azotowaniem 52,1mg (katoda 0,09-50,59 mg; ekran 0,05-46,73 mg); ścieralność po 60 min spadek od 1% do 4503%, ubytek masy stali przed azotowaniem 87,9 mg (katoda 0,17-86,12 mg; ekran 0,09-85,25 mg); ścieralność po 90 min spadek od 0% do 15425%, ubytek masy stali przed azotowaniem 111,2 mg (katoda 0,26-109,6 mg; ekran 0,12-109,6 mg); ścieralność po 120 min spadek od 0% do 4584%, ubytek masy stali przed azotowaniem 128,51 mg (katoda 0,48-120,6 mg; ekran 0,29-118,51 mg);
- stal austenityczna X2CrNiMo17-12-2 (325°C-400°C; 2-4h) – ścieralność po 30 min spadek od 7,45% do 24808%, ubytek masy stali przed azotowaniem 52,85 mg(katoda 0,09-48,74 mg; ekran 0,05-45,36 mg); ścieralność po 60 min spadek od 21,9% do 34160%, ubytek masy stali przed azotowaniem 100,8 mg (katoda 0,63-99,85 mg; ekran 0,13-81,91 mg); ścieralność po 90 min spadek od 11,59% do 23600%, ubytek masy stali przed azotowaniem 136,3 mg (katoda 0,67-129,9 mg; ekran 0,23-116,4 mg); ścieralność po 120 min spadek od 9,53% do 5106,4%, ubytek masy stali przed azotowaniem 162,8 mg (katoda 10,92-157,5 mg; ekran 0,4-143,8 mg);
- stal austenityczna X2CrNiMo17-12-2 (430°C-490°C; 5-17h) – ścieralność po 90 min spadek od 240% do 724,24%, ubytek masy stali przed azotowaniem 160,4 mg (katoda 0,8-5,4 mg; ekran 0,3-1,36 mg);
- tytan techniczny Ti99.2 (530°C-590°C; 5h-17h) – ścieralność po 90 min spadek do 7536%, ubytek masy stali przed azotowaniem 28,6 mg (katoda 8,4 mg; ekran 0,11 mg);
- stop tytanu Ti6Al4V (530°C-590°C; 5h-17h) – ścieralność po 90 min spadek do 6677%, ubytek masy stali przed azotowaniem 23,8 mg (katoda 6,1 mg; ekran 0,09 mg);

Analizując otrzymane wyniki należy mieć na uwadze fakt, iż w przypadku próby odporności na ścieranie zastosowana metoda (rolka-kłoczek) ze względu na małą głębokość wytworzonych warstw azotowanych (kilka  $\mu\text{m}$ ) jest trudna do wykonania



– w niektórych przypadkach mogło nastąpić przetarcie się warstw azotowanych, po których następuje szybkie ścieranie nieutwardzonego materiału podłoża o małej odporności na zużycie ściernie (tytan i jego stopy, stale austenityczne).

## 2.4 PODSUMOWANIE

Zastosowanie ekranu podczas azotowania stali austenitycznych (X5CrNi18-10, X2CrNiMo17-12-2) i tytanu technicznego (Ti99.2) oraz jego stopu (Ti6Al4V) spowodowało – w zależności od parametrów prowadzonych procesów – nawet kilkukrotny wzrost głębokości uzyskanych warstw azotowanych w odniesieniu do klasycznego azotowania katodowego. Biorąc pod uwagę tylko ten parametr, będący podstawowym wskaźnikiem skuteczności azotowania można stwierdzić znaczne zwiększenie efektywności omawianego procesu.

Szczególnie atrakcyjne wydaje się być wykorzystanie technologii „active screen” w przypadku trudnoazotujących się materiałów metalicznych – występowanie warstwy pasywnej oraz zakres stosowanych temperatur preferują wykorzystanie technik jonowych. Implementowanie proponowanej metody do warunków przemysłowych jest prostym niemal bezkosztowym zabiegiem (koszty związane z wytworzeniem ekranu aktywnego). Jednocześnie przeprowadzona wstępnie analiza ekonomiczna [11] jednoznacznie wskazuje, iż najbardziej optymalnym wariantem jest proces azotowania jonowego (z ekranem) prowadzony w możliwie najkrótszym czasie (w zakresie warunków określonych parametrami prowadzonych eksperymentów). Zwiększenie głębokości warstwy dyfuzyjnej powinno być związane najpierw ze wzrostem temperatury azotowania, a dopiero później ze zwiększeniem czasu ekspozycji próbki.

## LITERATURA

1. N. Agarwal, H. Kahn, A. Avishai, G. Michal, F. Ernst, A. H. Heuer, *Enhanced fatigue resistance in 316L austenitic stainless steel due to low-temperature araequilibrium carburization*. Acta Materialia 55 (2007), s. 5572-5580.
2. T. Burakowski, *Kierunki rozwoju obróbki cieplnej. 40 posiedzenie Sekcji podstaw technologii komitetu budowy maszyn PAN*, IMP, Warszawa 1988.
3. A. Bylica, J. Sieniawski, *Tytan i jego stopy*. Warszawa: Państwowe Wydawnictwo Naukowe, 1985.
4. L. A. Dobrzański, *Podstawy nauki o materiałach i metaloznawstwo*. Gliwice – Warszawa: Wydawnictwo Naukowo-Techniczne, 2002.
5. T. Frączek, *Niekonwencjonalne niskotemperaturowe azotowanie jarzeniowe materiałów metalicznych*. Wyd. WIPMiFS, Częstochowa 2011.
6. P. Hubbard, J. G. Partridge, E. D. Doyle, D. G. McCulloch, M. B. Taylor, S. J. Dowey, *Investigation of nitrogen mass transfer within an industrial plasma nitriding system I: The role of surface deposits*. Surface & Coatings Technology 204 (2010), s. 1145-1150.
7. A. Kiełsa, A. Marciniak, E. Roliński, T. Karpiński, *Azotowanie jonowe stali*. XVI Sepinarium IMP, zeszyt 2, 1977, s. 108-118.
8. S. Kowalski, Z. Łataś, Z. Rogalski, T. Sobusiak, J. Trojanowski, *Obróbka cieplna metali. Technika atmosferyczna, fluidalna, próżniowa, jarzeniowa*. IMP, Warszawa 1987.

9. J. Marciniak, *Stopy tytanu nowej generacji do zastosowań medycznych. Tytan i jego stopy. Przetwórstwo i zastosowania w technice i medycynie*. Częstochowa: Wydawnictwo Politechniki Częstochowskiej, 2002.
10. J. G. Molleja, L. Nosei, J. Ferrón, E. Bemporad, J. Lesage, D. Chicot, J. Feugeas, *Characterization of expanded austenite developed on AISI 316L stainless steel by plasma carburization*. *Surface & Coatings Technology* 204 (2010), s. 3750-3759.
11. M. Ogórek, *Efektywność azotowania jonowego stali austenitycznej X5CrNi18-10 metodą „active screen”*. Praca doktorska. Politechnika Częstochowska, Częstochowa 2014.
12. W. Olszański, I. Sułkowski, J. Tacikowski, J. Zyśk, *Obróbka cieplno-chemiczna*. Poradnik dla słuchaczy Studium Korespondencyjno-Słuchowego, Warszawa 1979.
13. J. Qu, P. J. Blau, B. C. Jolly, *Tribological properties of stainless steels treated by colossal carbon supersaturation*. *Wear* 263 (2007), s. 719-726.
14. K. Przybyłowicz, *Metaloznawstwo*. Warszawa: Wydawnictwo Naukowo-Techniczne, 1999.
15. Z. Rogalski, *Zarys stanu technik azotowania i obróbek azotujących stopów żelaza*. XXIX seminarium IMP 1995.
16. E. Skołek-Stefaniszyn, J. Kamiński, J. Sobczak, T. Wierzchoń, *Modifying the properties of AISI 316L steel by glow discharge assisted low-temperature nitriding and oxynitriding*. *Vacuum* 85 (2010), s. 164-169.
17. J. R. Sobiecki, T. Karpiński, T. Wierzchoń, J. Rudnicki, *Zmiany mikrostruktury i właściwości stopu Ti-1Al-1Mn poddanego azotowaniu i tlenoazotowaniu w warunkach wyładowania jarzeniowego*. *Inżynieria Materiałowa*, nr 6, listopad-grudzień, 2000.
18. R. M. Souza, M. Ignat, C. E. Pinedo, A. P. Tschiptschin, *Structure and properties of low temperature plasma carburized austenitic stainless steels*. *Surface & Coatings Technology* 204 (2009), s. 1102-1105.
19. B. S. Suh, W. J. Lee, *Surface hardening of AISI 316L stainless steel using plasma carburizing*. *Thin Solid Films* 295(1997), s. 185-192.
20. F. Taherkhani, A. Taherkhani, *Surface characterization of through cage plasma nitriding on the surface properties of low alloy steel*. *Mechanical Engineering* 17 (2010) 4, s. 253-263.
21. S. Taktak, *Some mechanical properties of borided AISI H13 and 304 steels*. *Materials and Design* 28 (2007), s. 1836-1843.
22. T. Wierzchoń, E. Łunarska, M. Ossowski, *Struktura i właściwości warstw powierzchniowych z faz międzymetalicznych Ti-Al na stopach tytanu wytworzonych w warunkach wyładowania jarzeniowego*. *Inżynieria Materiałowa*, nr 6, listopad-grudzień, 2000.
23. J. Zdanowski, *Wyładowania elektryczne w gazach*. Wyd. Politechniki Wrocławskiej, Wrocław 1975.
24. [www.stalenierdzewne.pl](http://www.stalenierdzewne.pl) – data wejścia 13.09.2018
25. [www.virgamet.pl](http://www.virgamet.pl) – data wejścia 25.09.2018

Data przesłania artykułu do Redakcji: 09.2018

Data akceptacji artykułu przez Redakcję: XX.2018

## CHARAKTERYSTYKA AZOTOWANIA JONOWEGO Z ZASTOSOWANIEM EKRANU AKTYWNEGO TRUDNOAZOTUJĄCYCH SIĘ MATERIAŁÓW METALICZNYCH

**Streszczenie:** W artykule dla wybranej grupy materiałów trudnoazotujących się (stale austenityczne: X5CrNi18-10; X2CrNiMo17-12-2; tytan techniczny Ti99.2; stop tytanu Ti6Al4V) porównano właściwości warstw wierzchnich (głębokość dyfuzji azotu, twardość, ścieralność) uzyskanych w wyniku procesu azotowania jonowego próbki umieszczonej bezpośrednio na katodzie i próbki umieszczonej na katodzie z użyciem ekranu aktywnego („active screen”). Otrzymane wyniki jednoznacznie wskazują, iż w tym przypadku metoda „active screen” jest bardziej efektywna. O atrakcyjności tej innowacyjnej metody dodatkowo może świadczyć fakt, iż implementowanie jej do warunków przemysłowych jest prostym niemal bez kosztowym zabiegiem (koszty związane z wytworzeniem ekranu aktywnego).

**Słowa kluczowe:** azotowanie jonowe, ekran aktywny, materiały trudnoazotujące się, efektywność

## CHARACTERISTICS OF ION NITRIDING WITH THE ACTIVE SCREEN OF NON-NITRIDING METALLIC MATERIALS

**Abstract:** In the article for a selected group of non-nitrite materials (austenitic steels: X5CrNi18-10, X2CrNiMo17-12-2, technical titanium Ti99.2, titanium alloy Ti6Al4V), the properties of the surface layers (nitrogen diffusion depth, hardness, abrasiveness) obtained as a result of the nitriding process were compared an ionic sample placed directly on the cathode and a sample placed on the cathode using the active screen. The obtained results clearly indicate that in this case the "active screen" method is more effective. The attractiveness of this innovative method can be additionally demonstrated by the fact that implementing it to industrial conditions is a simple almost cost-free operation (costs associated with the creation of an active screen).

**Key words:** ion nitriding, active screen, non-nitriding materials, efficiency

**dr inż. Marzena Ogórek**

Politechnika Częstochowska  
Wydział Inżynierii Produkcji  
i Technologii Materiałów  
Katedra Zarządzania Produkcją i Logistyki  
Al. Armii Krajowej 19,  
42-200 Częstochowa, Polska  
e-mail: ogorek.marzena@wip.pcz.pl

**dr inż. Zbigniew Skuza**

Politechnika Częstochowska  
Wydział Inżynierii Produkcji  
i Technologii Materiałów  
Katedra Zarządzania Produkcją i Logistyki  
Al. Armii Krajowej 19,  
42-200 Częstochowa, Polska  
e-mail: skuza.zbigniew@wip.pcz.pl

**dr hab. inż. Tadeusz Fraczek, prof. PCz**

Politechnika Częstochowska  
Wydział Inżynierii Produkcji  
i Technologii Materiałów  
Katedra Zarządzania Produkcją i Logistyki  
Al. Armii Krajowej 19,  
42-200 Częstochowa, Polska  
e-mail: fraczek.tadeusz@wip.pcz.pl