



# Wpływ atmosfery stosowanej w segmencie dyfuzji w procesach FIneLPN na właściwości warstw azotowanych na stalach HS6-5-2 oraz X37CrMo51

**Effects of the atmosphere used during the diffusion segment of the FIneLPN technology on the properties of the nitrided layers of steels HS6-5-2 and X37CrMo51**

Prof. dr hab. inż. Piotr KULA, dr inż. Bartłomiej JANUSZEWICZ, dr inż. Emilia WOŁOWIEC, dr inż. Adam RZEPKOWSKI, dr inż. Robert PIETRASIK

Piotr Kula, Emilia Wołowicz, Bartłomiej Januszewicz, Adam Rzepkowski, Robert Pietrasik - Politechnika Łódzka



## W KILKU SŁOWACH

W artykule przedstawiono badania nad opracowaniem modelu fizycznego wielosegmentowego azotowania niskociśnieniowego o strukturze procesu "boost-diffusion". Opracowany model umożliwi przeprowadzenie obróbki cieplnej i niskociśnieniowego azotowania stali narzędziowej i szybkoobrotowej w piecu próżniowym.

## Wprowadzenie

stotną częścią detali obrabianych cieplnie i cieplno-chemicznie w hartowniach usługowych są narzędzia skrawające oraz formy i matryce. Elementy te są poddawane intensywnym obciążeniom zarówno mechanicznym jak i cieplnym. Wysoką trwałość takich narzędzi częściowo zapewnia się przez stosowanie odpowiednich materiałów, jednakże optymalne właściwości można uzyskać tylko poprzez odpowiednią obróbkę cieplną lub cieplno-chemiczną. Jedną z metod podnoszenia trwałości tych narzędzi jest połączenie objętościowej obróbki cieplnej z precyzyjnym azotowaniem realizowanym obecnie w odrębnych urządzeniach. Istnieje jednak możliwość azotowania niskociśnieniowego stali narzędziowych oraz szybkoobrotowych w uniwersalnym piecu próżniowym, pod warunkiem opracowania modelu fizycznego procesu wielosegmentowego, popartego doświadczalną



## SUMMARY

The article discusses studies that have sought to create a physical model of the boost-diffusion multi-segment low-pressure nitriding process. The model would be subsequently used to perform heat treatment and low-pressure nitriding of tool steels and high speed steels in a vacuum furnace.

bazą uczącą, ponieważ parametry obróbki oraz każdy dodatkowy pierwiastek wprowadzony do materiału mają istotne znaczenie dla własności końcowych materiału [1-7]. Powyższe okoliczności były bezpośrednią przyczyną rozpoczęcia badań nad opracowaniem modelu fizycznego wielosegmentowego azotowania niskociśnieniowego o strukturze procesu „boost – diffusion” [2]. Ogólnie rozumiane azotowanie jest procesem obróbki cieplno-chemicznej, polegającym na nasycaniu powierzchni warstwy stalowych elementów maszyn i narzędzi azotem, w celu uzyskania bardzo twardej i odpornej na ścieranie powierzchni z jednoczesnym zachowaniem pożądaných właściwości i struktury rdzenia [1]. Projektowane właściwości materiału po azotowaniu muszą pozostawać w ścisłym związku ze sposobem jego docelowej eksploatacji. Wynika stąd, że temperatura obróbki oraz właściwości i struktura warstwy wierzchniej elementu obrabianego powinny być dobierane dla każdego



przypadku indywidualnie, co wymaga znacznego doświadczenia lub wsparcia w tym zakresie. Dodatkowo odróżnieniu od nawęglania próżniowego, w tym przypadku istnieje potrzeba kontrolowania wzrostu aż trzech warstw:  $\epsilon$ ,  $\gamma'$  i warstwy dyfuzyjnej.

Obecnie azotowanie realizowane jest przemysłowo najczęściej w piecach atmosferycznych lub jonowych, lecz istnieje możliwość stosowania azotowania realizowanego w uniwersalnych piecach próżniowych, szczególnie w przypadku wymaganych relatywnie niewielkich grubości warstw. Istotną zaletą tak prowadzonego azotowania próżniowego jest redukcja ilości urządzeń do obróbki, ponieważ cała obróbka cieplna przeprowadzana jest kompleksowo w jednym cyklu pieca, przechodząc po kolei przez: hartowanie, wielokrotne odpuszczanie i finalnie azotowanie [7,8,9]. Z uwagi na niskie ciśnienia atmosfery azotującej, panujące w piecu HPGQ podczas procesu azotowania próżniowego, znajduje ono główne zastosowanie w obróbce form, matryc oraz innych elementów wykonanych ze stali narzędziowych. Możliwa jest także obróbka narzędzi wykonanych ze stali szybko tnących. Krótkie, (kilkugodzinne) procesy azotowania tych stali powodują powstanie bardzo twardej i cienkiej warstwy, co poprawia parametry użytkowe. Ponadto warstwy azotowane próżniowo są mniej kruche od warstw azotowanych gazowo, zarówno w ograniczonej strefie związków azotowych, jak i w strefie azotowania wewnętrznej.

#### Azotowanie próżniowe metodą FineLPN

Procesom azotowania próżniowego poddano próbki wykonane ze stali HS6-5-2 (SW7M) oraz X37CrMo51 (WCL). Materiały podłoża przed procesami azotowania poddane zostały hartowaniu oraz odpuszczaniu w celu uzyskania właściwej struktury rdzenia. Procesy azotowania segmentowego przeprowadzono w piecu uniwersalnym VPT, w temperaturze 560°C, w czasie 4 godzin, w atmosferze amoniaku przy ciśnieniu 25mbar. Próbki przygotowano w postaci krążków o wymiarach  $\varnothing 25 \times 6$  mm. Procesy azotowania zrealizowano w systemie "boost-diffusion" według założeń opracowanych w ramach realizacji projektu badawczego i przedstawionych w [1]. Proces FineLPN charakteryzuje się

Thermal Ceramics Polska działająca na rynku polskim od 1999 roku oferuje swoim klientom pełną gamę lekkich, energooszczędnych, wysokiej jakości materiałów ogniotrwałych. Morgan Thermal Ceramics posiada oddziały sprzedaży w ponad 40 krajach na świecie produkując swoje wyroby w bez mała 30 z nich.

Procesy termiczne stosowane są obecnie w prawie wszystkich gałęziach przemysłu. Są one niezbędne przy produkcji i obróbce stali, aluminium i innych metali nieżelaznych, szkła, ceramiki, tworzyw sztucznych oraz produktów petrochemicznych. W procesach tych osiągane są temperatury do 1800 °C, często w ekstremalnych warunkach fizycznych.

Firma Thermal Ceramics Polska w oparciu o doświadczenie i zaplecze ponad 160 firm na świecie należących do wspólnej rodziny Morgan Crucible jest partnerem w dostawie kompleksowych rozwiązań na które składają się:

- wiedza techniczna i doświadczenie +
- opracowania projektowe +
- dobór materiałów +
- prefabrykacja +
- pomoc w instalacji +
- serwis

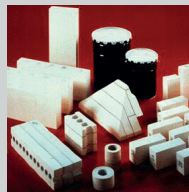
Standardowe grupy produktów oferowanych przez Thermal Ceramics Polska

Wysokotemperaturowe włókna szklane typu SUPERWOOL o temperaturze klasyfikacyjnej do 1300 °C oraz

Włókna Ceramiczne o temperaturze klasyfikacyjnej do 1600 °C

Lekkie prostki i kształtki ogniotrwałe do 1790 °C

Betony izolacyjne i ogniotrwałe do 1800 °C



Thermal Ceramics Polska Sp. z o. o.  
ul. Towarowa 9, 44 – 100 Gliwice  
tel.: 32 30531 13, 30531 14; faks 32 30531 15;  
tel.kom.: 604 507351, 602 251351  
polska.tc@morganplc.com

[www.morganthermalceramics.com](http://www.morganthermalceramics.com)



## APAG Sp. z o.o.

### PRZEMYSŁOWE INSTALACJE GAZOWE

#### PIECE PRZEMYSŁOWE OPALANE GAZEM:

- piece komorowe
- piece z wysuwnym trzonem
- piece przepychowe
- małe piece kuzienne
- piece badawcze i specjalne

Piece są wyposażone  
w palniki klasyczne  
i rekuperacyjne.

Objętość pieców: 0,5 do 30 m<sup>3</sup>

Temperatury procesowe:  
400-1300°C

61-139 Poznań, ul. Jana Pawła II nr 14  
tel.: (61) 872 00 56 i 65 70 555  
telefaks: (61) 87 50 164  
e-mail: [biuro@apag.com.pl](mailto:biuro@apag.com.pl)



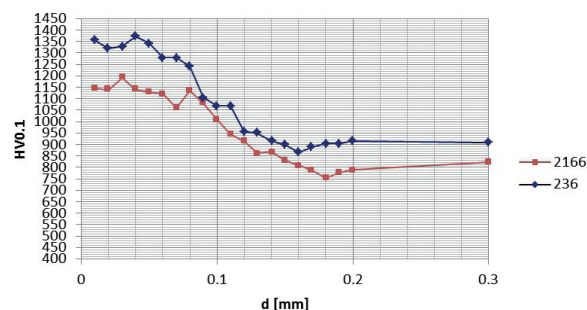


podziałem na kolejno następujące po sobie segmenty nasycania i dyfuzji. Segmenty dyfuzji realizowane mogą być zarówno w próżni jak i w atmosferze azotu (jako gazu w temperaturach obróbki, obojętnego). Dla badanych stali przeprowadzono procesy różniące się jedynie atmosferą podczas segmentu "diffusion". Pozostałe parametry porównywanych procesów pozostały bez zmian. Po wykonanych obróbkach zbadano twardość powierzchniową, powierzchniowe naprężenia własne, strukturę oraz rozkład mikrotwardości, porównując te parametry dla procesów z wygrzewaniem w próżni i w azocie.

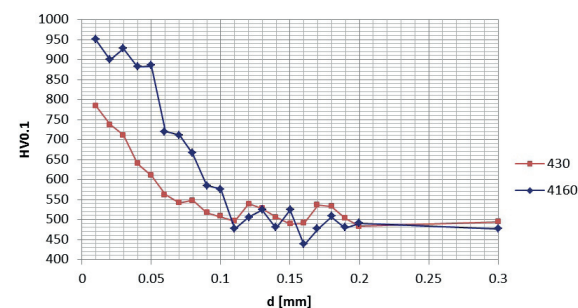
Twardość powierzchnią badano na twardościomierzu uniwersalnym KB Pruftechnik przy obciążeniu 10kG, rozkład mikrotwardości wykonano na mikrotwardościomierzu automatycznym KB stosując obciążenie 100g, mikrostrukturę ujawniono na poprzecznych szlifach metalograficznych, które po wytrawieniu w odczynniku Mi1Fe obserwowano na mikroskopie optycznym Nikon. Badania naprężeń własnych wykonano metodą rentgenowską  $\sin^2\psi$  przy użyciu aparatu PROTO iXRD. W przypadku badanych próbek zastosowano promieniowanie  $\text{CrK}\alpha$  o długości fali  $\lambda=2,289\text{Å}$ , kąt  $2\theta=156^\circ$  umożliwiający analizę refleksów od płaszczyzny (211) Fe $\alpha$ , pomiary przeprowadzono dla 11 różnych kątów  $\beta$  w zakresie od  $-30$  do  $+30^\circ$  (kąt opisujący położenie goniometru względem powierzchni próbki). Na rysunkach 1-6 przedstawiono wyniki badań. W przypadku pomiarów rozkładu mikrotwardości oraz poziomu naprężeń własnych dla ilustracji różnic wybrano przypadki najbardziej różniące się w przebiegu mikrotwardości.

### Dyskusja wyników badań

Przeprowadzone badania stali HS6-5-2 oraz X37CrMo51 po procesach azotowania FineLPN wskazały że atmosfera stosowana w trakcie segmentu dyfuzji ma istotny wpływ na właściwości warstw wierzchnich obrabianych materiałów. Bardzo znaczące różnice widoczne są w przypadku rozkładu twardości w warstwach azotowanych. Podłoża dla których segmenty dyfuzji prowadzono w azocie generalnie mają wyższą twardość powierzchniową oraz łagodniejszy przebieg rozkładu w obszarze azotowania wewnętrznego. Jednak całkowita grubość warstw



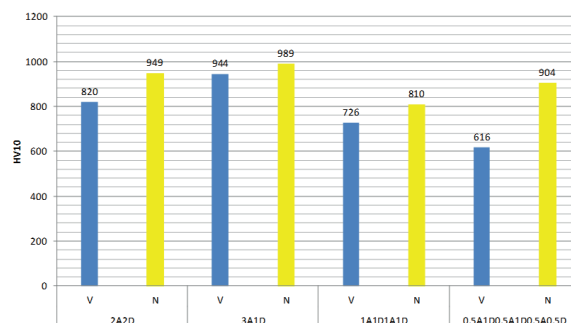
Rysunek 1. Rozkład mikrotwardości w próbkach ze stali HS6-5-2 azotowanych z segmentem dyfuzji w próżni (próbka 2166) oraz z segmentem dyfuzji w azocie (próbka 236)



Rysunek 2. Rozkład mikrotwardości w próbkach ze stali X37Cr-Mo51 azotowanych z segmentem dyfuzji w próżni (próbka 430) oraz w z segmentem dyfuzji w azocie (próbka 4160)

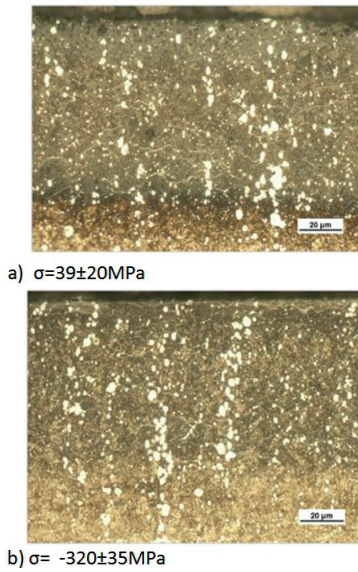


Rysunek 3. Porównanie powierzchniowej twardości HV10 dla stali HS6-5-2 azotowanej przy różnych podziałach procesów na segmenty nasycania (N) i dyfuzji (D). Segmenty dyfuzji prowadzono w próżni (V) bądź w azocie (N)



Rysunek 4. Porównanie powierzchniowej twardości HV10 dla stali X37CrMo51 azotowanej przy różnych podziałach procesów na segmenty nasycania (N) i dyfuzji (D). Segmenty dyfuzji prowadzono w próżni (V) bądź w azocie (N)

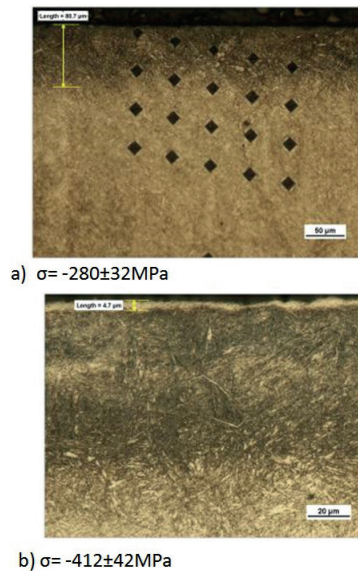




a)  $\sigma=39\pm 20\text{MPa}$

b)  $\sigma= -320\pm 35\text{MPa}$

Rys. 5. Porównanie mikrostruktury próbek ze stali HS6-5-2 po azotowaniu FineLPN z segmentem dyfuzji prowadzonym w próżni (a) oraz w azocie (b). Podano wartość naprężeń powierzchniowych  $\sigma$



a)  $\sigma= -280\pm 32\text{MPa}$

b)  $\sigma= -412\pm 42\text{MPa}$

Rys. 6. Porównanie mikrostruktury próbek ze stali X37CrMo51 po azotowaniu FineLPN z segmentem dyfuzji prowadzonym w próżni (a) oraz w azocie (b). Podane naprężenia powierzchniowe  $\sigma$

dla badanych podłoży i zakresów parametrów nie różni się znacząco bądź nie różni się wcale.

Istotne różnice uwidoczniły się w przypadku badania twardości powierzchniowej HV10. Próbkę dla których segmenty dyfuzji prowadzone były w azocie charakteryzują się wyższymi wartościami tego parametru.

Występują także różnice w budowie mikrostrukturalnej warstw. Dla stali HS6-5-2 (mikrostruktury przedstawione na rysunku 5) w przypadku wygrzewania, w segmentach dyfuzji, w azocie, widoczne są pojedyncze wydzielenia fazy  $\gamma'$  w przypowierzchniowym obszarze. W próbce wygrzewanej w próżni warstwa

azotowana składa się ze strefy azotowania wewnętrznej a pojedyncze wydzielenia fazy  $\gamma'$  są widoczne są w pewnej odległości od powierzchni. Występuje także istotna różnica w poziomie naprężeń własnych w warstwie przypowierzchniowej. Dla próbki wygrzewanej w próżni występują naprężenia rozciągające (na poziomie około 40MPa) podczas gdy dla próbki wygrzewanej w azocie są one ściskające (na poziomie około -320MPa). Grubość wytworzonych warstw jest porównywalna.

Dla stali X37CrMo51 zależności pomiędzy parametrami procesów a twardością powierzchniową, rozkładem twardości w warstwie azotowanej wytworzonych warstw i grubością są podobne jak dla stali HS6-5-2. Większa różnica widoczna jest w przypadku struktury. Podłoża wygrzewane w azocie charakteryzują się obecnością na powierzchni cienkiej warstewki  $\gamma'$ .

Jej obecność z punktu widzenia zastosowania tej stali (matryce) jest pożądana. Wpływa ona również na wartość twardości powierzchniowej oraz poziom naprężeń własnych w warstwie przypowierzchniowej, które dla przedstawionych próbek były ściskające, przy czym dla podłoża wygrzewanego w azocie na poziomie około -410MPa. W warstwie wierzchniej podłoża wygrzewanych w próżni w segmencie dyfuzji, widoczna jest jedynie strefa azotowania wewnętrznej. Przyczyny różnic w powyżej omawianych parametrach należy upatrywać w następującej w segmencie dyfuzji, redystrybucji pierwiastków stopowych oraz węgla i azotu. Ponieważ zmiany w mikrostrukturze oraz całkowitej grubości warstw są stosunkowo niewielkie, a zmiany w twardości i poziomie naprężeń istotne, wskazuje to na zmiany w mechanizmie umacniającym warstwę azotowaną - istnienia bądź nie różnego rodzaju wydzieleni azotowych w osnowie. Prace mające na celu dokładne wyjaśnienie tego zjawiska są obecnie prowadzone.

Z przedstawionych wyników badań wynika, że rodzaj atmosfery w segmencie dyfuzji ma wpływ na właściwości warstwy wierzchniej i może być istotnym parametrem w kontroli procesu azotowania FineLPN.

Literatura

[1] P. Kula, „Inżynieria warstwy wierzchniej”, Politechnika Łódzka, Łódź, 2000.  
 [2] P. Kula, R. Pietrasik, E. Wołowicz, M. Korecki "Aplikacje azotowania w uniwersalnych piecach próżniowych", XV Seminarium Grupy SECO/WARWICK Polska 20-21 IX 2012  
 [3] P. Kula, E. Wołowicz, A. Rzepkowski, B. Januszewicz, M. Wentlandt, „Możliwości azotowania stali narzędziowych w uniwersalnym piecu próżniowym”, Material Engineering 4 (182) (2011) 506-509.  
 [4] P. Kula, M. Korecki, R. Pietrasik, E. Wołowicz, K. Dybowski, Ł. Kołodziejczyk, R. Atraszkiewicz, M. Krasowski „FineCarb – the flexible system for low pressure carburizing”, Journal of The Japan Society for Heat Treatment 49 (2009) 133-136.  
 [5] M. Kulka, A. Pertek, L. Klimek, „The influence of carbon content in the borided Fe-alloys on the microstructure of iron borides”, Materials Characterization 56/3 (2006) 232-240.  
 [6] A. Pertek, M. Kulka “Two-step treatment carburizing followed by boriding on medium-carbon steel”, Surface and Coatings Technology 173 (2003) 309-3141.  
 [7] M. Korecki, P. Kula, J. Olejnik, „New capabilities in HPGQ vacuum furnaces”, Industrial Heating 3/2011 (2011).  
 [8] M. Korecki, J. Olejnik, M. Bazel, P. Kula, R. Pietrasik, E. Wołowicz, „Multi-purpose LPC+LPN+HPGQ 25 bar N2/He single chamber vacuum furnaces”, 3rd International Conference on Heat Treatment and Surface Engineering of Tools and Dies, Wels, Austria (2011) 161-168.

Badania sfinansowano w ramach grantu badawczego nr 5216/B/T02/2010/39.