

Dr inż. Jacek BOROWSKI, mgr inż. Justyna WENDLAND, dr inż. Agnieszka LAURENTOWSKA
Instytut Obróbki Plastycznej, Poznań
e-mail: borowski@inop.poznan.pl

Mgr inż. Henryk JURCZAK
Albatros Aluminium, Poznań

Struktura przypowierzchniowa matryc do wyciskania profili aluminiowych

Surface structure of dies for extrusion of aluminium profiles

Streszczenie

W pracy przedstawiono proces regeneracji matryc do wyciskania profili aluminiowych, które klasycznie w firmie Albatros Aluminium są poddawane zazwyczaj wielokrotnemu azotowaniu gazowemu, aż do końcowego zużycia. W artykule starano się wyjaśnić przyczynę zwiększonej trwałości matryc po trzecim lub czwartym azotowaniu. Struktura i twardości oceniane podczas badania matryc wykonanych aktualnie stosowaną technologią azotowania pozwalają stwierdzić, że uzyskana grubość warstwy oraz przede wszystkim budowa warstwy (np. stężenie azotu, rodzaj węglikoazotków).

Abstract

In this work, the regeneration process of dies used in the extrusion of aluminium profiles has been presented. Traditionally, at the Albatros Aluminium company, dies are usually subjected to multiple gas nitriding until they are ultimately worn out. In the article, it was sought to explain the cause of increased die durability after the third or fourth nitriding. The structure and hardness assessed during tests of dies made with current nitriding technology make it possible to state that the causes are: the obtained thickness of the layer, and above all, the structure of the layer (e.g. nitrogen concentration, type of carbonitrides).

Słowa kluczowe: azotowanie, matryce do wyciskania, zużycie

Keywords: nitriding, die for extrusion, wear

1. WSTĘP

Wyciskanie profili aluminiowych jest jednym z najbardziej dynamicznie rozwijających się sposobów kształtowania półwyrobów. Metoda wyciskania na gorąco jest zazwyczaj stosowana do otrzymywania długich wyrobów w postaci prętów, rur, drutów itp. Nagrzany do wysokiej temperatury wsad jest wyciskany w prasach poziomych o sile nacisku od 4 do 100 MN przez otwartą matrycę. Proces ten zazwyczaj jest procesem ciągłym dzięki zastosowaniu automatycznego podawania wlewk (wsadu) i łączenia go poprzez obróbkę plastyczną.

1. INTRODUCTION

Extrusion of aluminium profiles is one of the most dynamically developing methods of forming semi-products. The hot extrusion method is usually used to obtain long products in the form of rods, pipes, wires, etc. A charge, heated to a high temperature, is extruded in horizontal presses with a pressure from 4 to 100 MN by a half die. This process is usually a continuous process thanks to the application of automatic feeding of the ingot (charge) and its joining through plastic working.

Jak wykazują dane literaturowe i badania własne wsad oraz matryca nagrzewane są zazwyczaj do temperatury 450-500°C, lecz w wyniku, między innymi, tarcia wewnętrznego materiału i powierzchni kształtujących może zwiększyć się nawet do 620°C [1].

Najczęściej stosowaną stalą na matryce jest stal do pracy na gorąco AISI H13, której polskim odpowiednikiem jest stal WCLV. Z dotychczasowych doświadczeń produkcyjnych wynika, że wytwarzane w matrycach warstwy azotowane nie zapewniają odpowiednio długiej trwałości eksploatacyjnej. Nie zapewniają też powtarzalności wyników. Zjawiska zużycia matryc opisywane są w różnych publikacjach, między innymi w [2], w której wyróżniono zużycie adhezyjne, wykruszenia i zużycie ściernie. Skutki działania wysokiej temperatury na powierzchni roboczej narzędzi powodują, że od kilku lat podejmowane są próby wdrażania technologii modyfikacji powierzchni roboczej matryc metodami PVD/CVD i analizowanie ich odporności na zużycie [3, 4].

Autorzy pracy [5] udowodnili, że kształt matrycy ma istotny wpływ na równomierność, grubość i jakość warstwy azotowanej oraz na twardość; zarówno mierzoną na powierzchni, jak i na jej rozkład, od powierzchni w głąb materiału. Zaobserwowano, że narożniki zewnętrzne wykazują szeroką warstwę azotowaną z powodu dyfuzji jednoczesnej, z dwóch zbieżnych kierunków, zjawisko to nazywane jest „efektem naroża” (ang. „corner effect”). Natomiast w przypadku narożników wewnętrznych dyfuzja jest utrudniona i tym samym tworzy się cienka warstwa azotowana. Efekt ten powoduje zmniejszenie twardości, a tym samym zmniejszenie wytrzymałości warstwy. Wyniki ich doświadczeń uwydatniają konieczność uwzględnienia wpływu kształtu profilu matrycy na warstwę azotowaną przy projektowaniu nowych typów narzędzi do wyciskania aluminium o podwyższonej trwałości [5]. Regulowane azotowanie gazowe, pozwoli na dobór parametrów procesu, wykluczający tworzenie się warstwy bogatej w węglikoazotki żelaza, zwłaszcza w narożach powierzchni roboczej.

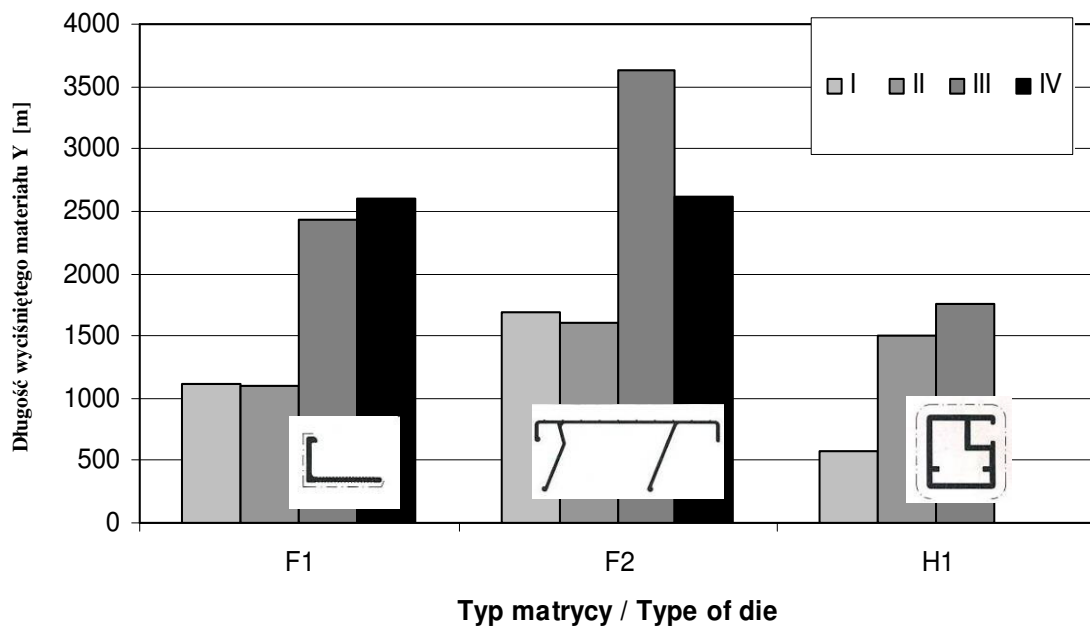
As indicated in data from the literature and by own studies, the charge and die are usually heated to a temperature of 450-500°C, however, as a result of internal friction of the material and forming surfaces, among other things, this temperature can increase to 620°C [1].

The steel most often used for dies is AISI H13 steel for hot working, of which the Polish counterpart is WCLV steel. It results from experience in production gained up to this point, that nitrided layers produced in dies do not provide the appropriately long operating life. They also do not provide repeatability of results. Die wear phenomena are described in various publications, among others, in [2], where adhesive wear, abrasive wear, and chipping are distinguished. The effects of high temperature on the working surface of tools have given rise, over the last several years, to attempts to implement technology for modification of the working surface of dies using PVD/CVD methods and to analysis of their wear resistance [3, 4].

The authors of work [5] proved that the shape of the die has a significant influence on uniformity, thickness, and quality of the nitrided layer as well as on hardness; measured on the surface as well as its distribution from the surface to deeper parts of the material. It was observed, that exterior corners exhibit a broad nitrided layer due to simultaneous diffusion, from two convergent directions, this phenomenon is called the “corner effect”. However, in the case of interior corners, diffusion is impeded, and a thin nitrided layer is formed. This effect causes a decrease of hardness and reduction of the strength of the layer at the same time. The results of the authors’ experiments emphasize the necessity to consider the effect of the die profile on the nitrided layer during design of new types of tools for extrusion of aluminium with improved durability [5]. Regulated gas nitriding will allow for selection of process parameters that eliminate the formation of a layer rich in iron carbonitrides, especially in the corners of the working surface.

Analiza eksploatacji matryc (w firmie Albatros Aluminium) przy produkcji profili otwartych, jak i zamkniętych wykazała, że ich trwałość opisywana ilością wyciskanego materiału, zależy również od kolejnego cyklu regeneracji (rys. 1). Zauważono m.in., że warstwa azotowana wytworzona w trzecim cyklu azotowania (matryce azotuje się kilkakrotnie) wykazuje znacznie większą trwałość eksploatacyjną aniżeli warstwa otrzymana po pierwszym azotowaniu.

Analysis of die exploitation (at the Albatros Aluminium company) during the production of open and closed profiles showed that die durability, expressed by the amount of extruded material, is also dependent on the amount of regeneration cycles (fig. 1). It was observed, among other things, that the nitrided layer produced during the third nitriding cycle (dies are nitrided several times) exhibits a significantly higher operating life than a layer obtained after first nitriding.



Rys. 1. Ilość metrów wyciśniętego profilu w jednym otworze (Y) matrycy po kolejnych cyklach (I-IV) azotowania regeneracyjnego

Fig. 1. Number of meters of extruded profile in one opening (Y) of die after consecutive cycles (I-IV) of regenerative nitriding

Regeneracja matryc do wyciskania profili aluminiowych jest procesem żmudnym i długotrwałym, w którym bezwzględnie konieczne jest właściwe przygotowanie części kalibrującej matryc. Pierwszy i najważniejszy etap to usunięcie pozostałości aluminium. Wykonuje się to poprzez trawienie w sodzie kaustycznej o odpowiednim stężeniu (ok. 30%) i temperaturze (80°C). Czysty i bezpieczny proces można przeprowadzać tylko na urządzeniach specjalistycznych, importowanych. Po przygotowaniu powierzchni i ewentualnej korekcie kształtu, matryce mogą być poddane azotowaniu gazowemu. Taka technologia, jak wykazuje literatura, jest najbardziej ekonomiczna i ma przewagę nad technologiami PVD i CVD. Można ją stosować do profili, nawet tych, o grubości ścianki poniżej 1 mm, jak również przy regeneracji.

Regeneration of dies for extrusion of aluminum profiles is an arduous and long-lasting process, in which it is strictly necessary to appropriately prepare the calibrating part of dies. The first and most important stage is to remove aluminium remnants. This is done by etching in caustic soda of the appropriate concentration (approx. 30%) and temperature (80°C). A pure and safe process can only be performed using specialized imported devices. After preparation of the surface and possible correction of shape, dies can be subjected to gas nitriding. Such technology, as shown in the literature, is the most economic and is more advantageous than PVD and CVD technologies. It can be applied to profiles, even those with a wall thickness of less than 1 mm, as well as for regeneration.

Jak istotnym zagadnieniem jest wzrost trwałości matryc może świadczyć fakt, że średnia trwałość matrycy do wyciskania aluminium wynosi 25 ton przerobionego aluminium. Do wyprodukowania 100 000 ton wyciskanych kształtowników (w Polsce), konieczne jest zastosowanie ok. 4000 matryc o szacunkowym koszcie ich wykonania 10 000 000 €. Obniżenie potrzeb zakupu matryc o min. 10% to potencjalne oszczędności 1÷2 mln €.

Biorąc pod uwagę temperaturę procesu azotowania i temperaturę pracy matryc założono, że podczas eksploatacji może następować wzrost warstwy dyfuzyjnej w wyniku długotrwałego wytrzymywania w temperaturze zbliżonej do temperatury azotowania a to będzie miało wpływ na wzrost trwałości eksploatacyjnej matrycy po trzecim azotowaniu regeneracyjnym.

2. BADANIA WŁASNE

2.1. Przedmiot i metodyka badań

Przedmiotem badań były matryce do wyciskania profili aluminiowych wykorzystywane w procesie produkcyjnym w zakładzie Albatros Aluminium. Badaniom poddano matryce po różnych etapach produkcyjnych, tzn. po pierwszym azotowaniu (matryca nr 1) oraz po regeneracji, czyli drugim i trzecim azotowaniu (odpowiednio matryca nr 2 i nr 3). Obraz otworów roboczych matryc oraz sposób pobrania próbek pokazano na rys. 2-4. Z próbek wykonano zglądy metalograficzne do obserwacji struktury i pomiaru twardości. Próbkę wycięto przy użyciu elektrodrażarki drutowej.

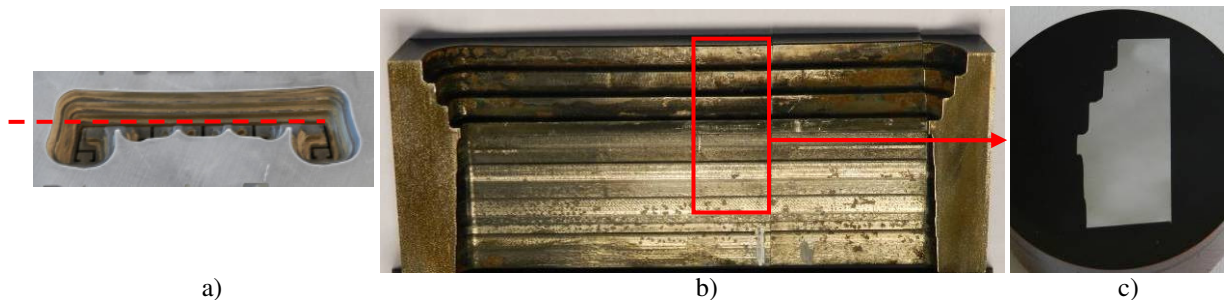
The significance of the improvement of die life is indicated by the fact, that the average life of a die for extrusion of aluminium amounts to 25 tons of processed aluminium. To produce 100,000 tons of extruded profiles (in Poland), it is necessary to use approx. 4000 dies, and the estimated cost of their production is 10,000,000 €. Reduction of the need to purchase dies by a minimum of 10% is a potential saving of 1÷2 million €.

Considering the temperature of the nitriding process and the operating temperature of dies, it was assumed that, during exploitation, growth of the diffusive layer may occur as a result of long-term holding at a temperature nearing the nitriding temperature, and this will have an influence on the improvement of the die's operating life after the third regenerative nitriding.

2. OWN STUDIES

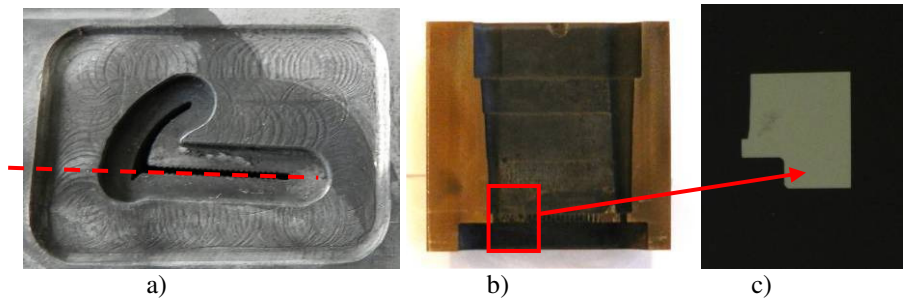
2.1. Subject and methodology of studies

The subject of studies were dies for extrusion of aluminium profiles used in the production process at the Albatros Aluminium establishment. Dies after various stages of production were subjected to studies, that is, after first nitriding (die No. 1) and after regeneration, that is, after the second and third nitriding (die No. 2 and No. 3, respectively). An image of the operating holes of dies and the method of sample acquisition is shown on figs. 2-4. Metallographic specimens were made from samples for observations of structure and hardness measurement. Samples were cut out using a wire electrical discharge machine.



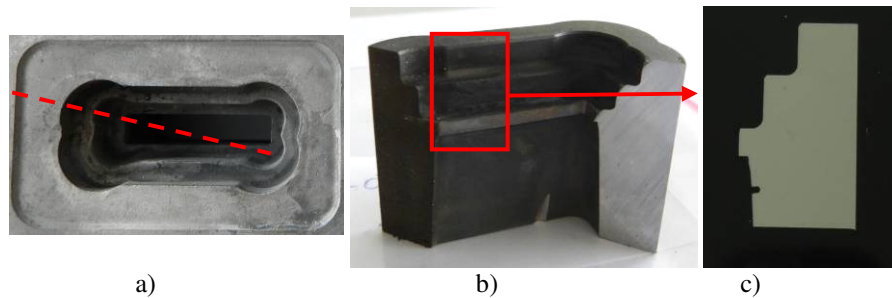
Rys. 2. Miejsce pobrania próbki do badań z matrycy nr 1: a) matryca nr 1 z zaznaczoną linią cięcia, b) rozkrój matrycy z zaznaczonym miejscem pobrania próbki, c) zgląd metalograficzny

Fig. 2. Place where sample was taken for study from die No. 1: a) die No. 1 with marked cutting line, b) halve of die with marked place where sample was taken, c) metallographic specimen



Rys. 3. Miejsce pobrania próbki z matrycy nr 2: a) otwór kształtujący matrycy z zaznaczoną linią cięcia, b) rozkrój matrycy z zaznaczonym miejscem pobrania próbki, c) zgląd metalograficzny

Fig. 3. Place where sample was taken from die No. 2: a) forming hole of die with marked cutting line, b) halve of die with marked place where sample was taken, c) metallographic specimen



Rys. 4. Miejsce pobrania próbki z matrycy nr 3: a) otwór kształtujący matrycy z zaznaczoną linią cięcia, b) rozkrój matrycy z zaznaczonym miejscem pobrania próbki, c) zgląd metalograficzny

Fig. 4. Place where sample was taken from die No. 3: a) forming hole of die with marked cutting line, b) halve of die with marked place where sample was taken, c) metallographic specimen

Obserwacje metalograficzne wykonano za pomocą mikroskopu optycznego Eclipse L150 (Nikon), wyposażonego w program do analizy obrazu NIS Elements. Próbkę wytrawiano roztworem alkoholowym kwasu azotowego, uzyskując wyróżnioną warstwę azotowaną. Badania mikrotwardości HV 0,1 przeprowadzono metodą Vickersa za pomocą twardościomierza MICROMET 2104 firmy Buehler zgodnie z normą PN EN ISO 6507-1:2007 – „Pomiar twardości sposobem Vickersa. Część 1: Metoda badań”.

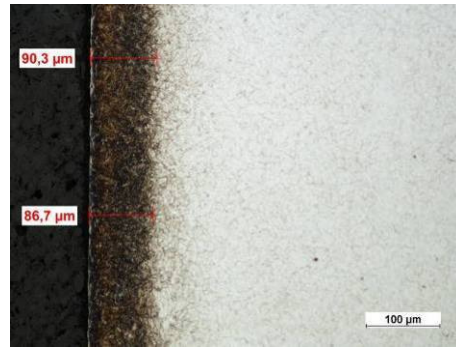
2.2. Wyniki badań

Na podstawie obserwacji mikroskopowej zglądów metalograficznych oszacowano grubość oraz budowę warstwy azotowanej. W matrycach po drugim azotowaniu (rys. 6) wyraźnie widoczna jest „biała warstwa” składająca się z wydzieleni węglikoazotków żelaza typu ϵ i γ . W strefie kontaktu z kształtowanym materiałem widoczna jest zewnętrzna powłoka oddzielająca się od matrycy (rys. 6c). Taką warstwę stwierdzono tylko w jednym przypadku.

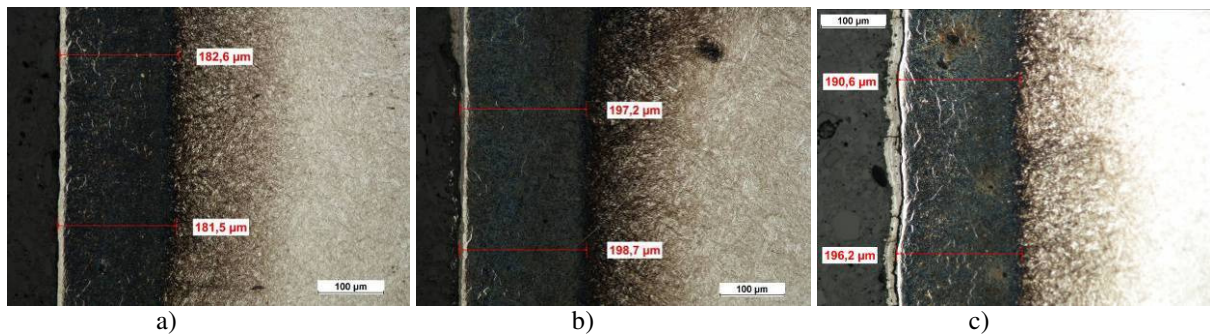
Observations of metallographic specimens were performed using the Eclipse L150 optical microscope (Nikon), equipped with the NIS Elements image analysis software. Samples were etched in an alcohol solution of nitric acid, with a distinguished nitriding layer being obtained. HV 0.1 microhardness tests were performed using the Vickers method by means of the MICROMET 2104 hardness tester of the Buehler company in accordance with standard PN EN ISO 6507-1:2007 – “Vickers hardness testing. Part 1: Test method”.

2.2. Test results

Based on observation of metallographic specimens under a microscope, the thickness and structure of the nitrided layer were estimated. In dies after second nitriding (fig. 6), a “white layer” is clearly visible, made up of iron carbonitride precipitations of the ϵ and γ type. In the area of contact with the shaped material, the exterior coat separating from the die is visible (fig. 6 c). Such a layer was observed in only one case.

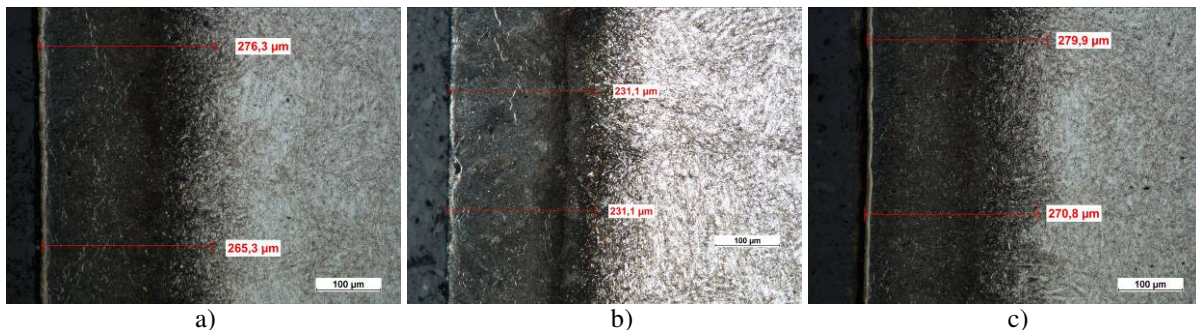


Rys. 5. Struktura matrycy nr 1 (po pierwszym azotowaniu) z zaznaczoną grubością warstwy azotowanej
 Fig. 5. Structure of die No. 1 (after first nitriding) with marked thickness of the nitrided layer



Rys. 6. Struktura matrycy nr 2 (po drugim azotowaniu) z zaznaczoną grubością warstwy azotowanej: a) obszar wstępnie kształtujący profil, b) obszar kalibrujący profil, c) obszar bez kontaktu z profilem

Fig. 6. Structure of die No. 2 (after second nitriding) with marked thickness of nitrided layer: a) area of initial profile forming, b) bearings surface on the die, c) area without contact with the profile



Rys. 7. Struktura matrycy nr 3 (po trzecim azotowaniu) z zaznaczoną grubością warstwy azotowanej: a) obszar wstępnie kształtujący profil, b) obszar kalibrujący profil, c) obszar bez kontaktu z profilem

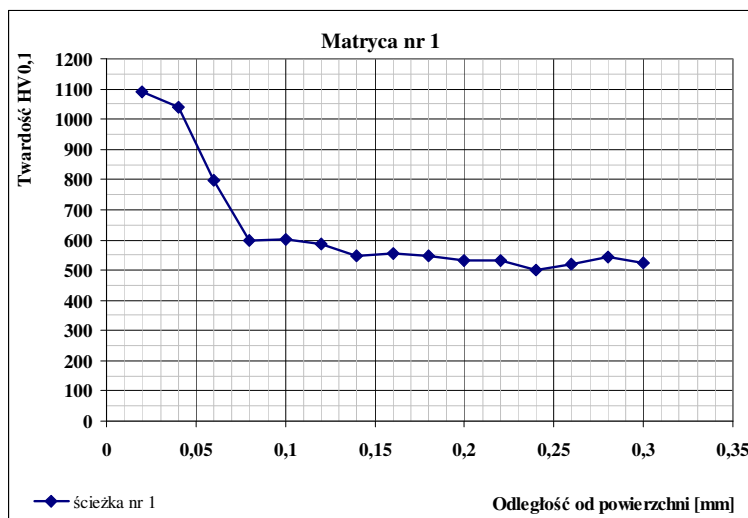
Fig. 7. Structure of die No. 3 (after third nitriding) with marked thickness of nitrided layer: a) area of initial profile forming, b) bearings surface on the die, c) area without contact with the profile

Jak wykazały badania za pomocą mikroanalizy rentgenowskiej jest to powłoka składająca się aluminium i wysokiej zawartości azotu i żelaza. Świadczy to o tym, że proces oczyszczania i polerowania matrycy przed azotowaniem nie został dobrze wykonany. Takie pozostałości wyciskanego aluminium są prawdopodobnie efektem zablokowania się wypływu profilu i mogą spowalniać proces dyfuzji azotu.

As shown in studies using X-ray micro-analysis, this is a coat made up of aluminium and has a high content of nitrogen and iron. This indicates that the die cleaning and polishing process before nitriding was not performed well. Such remainders of extruded aluminium are probably the effect of blocking of the profile's outflow and may slow down the nitrogen diffusion process.

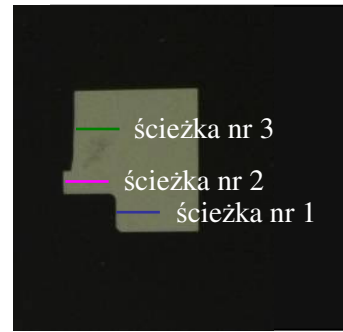
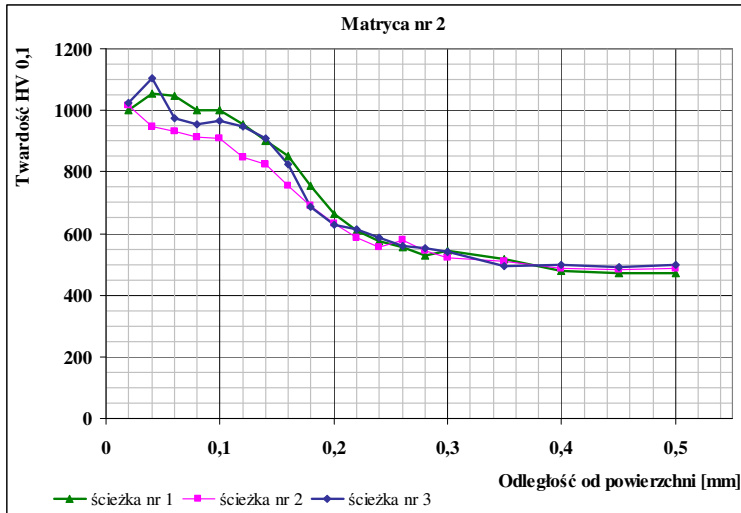
Przyrost grubości warstwy w matrycach 2 i 3-krotnie azotowanych (rys. 8-11), spowodowany jest prawdopodobnie nie tylko kolejnymi procesami azotowania, ale również dyfuzją azotu podczas eksploatacji matryc, pod wpływem temperatury procesu wyciskania. Potwierdzenie tej tezy wymaga jednak dodatkowych badań. Autorzy pracy zakładają, że krótsza eksploatacja (mniejsze rozpuszczenie azotu w roztworze w wyniku wytrzymywania w temperaturze zbliżonej do temperatury azotowania) powoduje, że przy kolejnym azotowaniu zwiększa się ryzyko powstania dużej ilości azotków powodujących wykruszenia np. w strefach narożnikowych. Zjawisko wykruszenia, opisywane w literaturze, zostało stwierdzone w matrycach, poddanych azotowaniu gazowemu, regenerującemu 3 lub 4 razy (rys. 12); świadczy to o nieprawidłowo dobranych parametrach azotowania.

The increase of layer thickness in dies nitrated 2 and 3 times (fig. 8-11) is probably caused not only by consecutive nitriding process, but also by diffusion of nitrogen during die exploitation under the influence of the temperature of the extrusion process. Confirmation of this thesis requires additional studies, however. The authors of the work assume that a shorter time of exploitation (less dissolved nitrogen in solution as a result of holding at a temperature near nitriding temperature) increases the risk of formation of a large amount of nitrides during successive nitriding, causing chipping in e.g. corner areas. The phenomenon of chipping, described in the literature, has been observed in dies subjected to regenerative gas nitriding 3 or 4 times (fig. 12); this indicates improperly selected nitriding parameters.



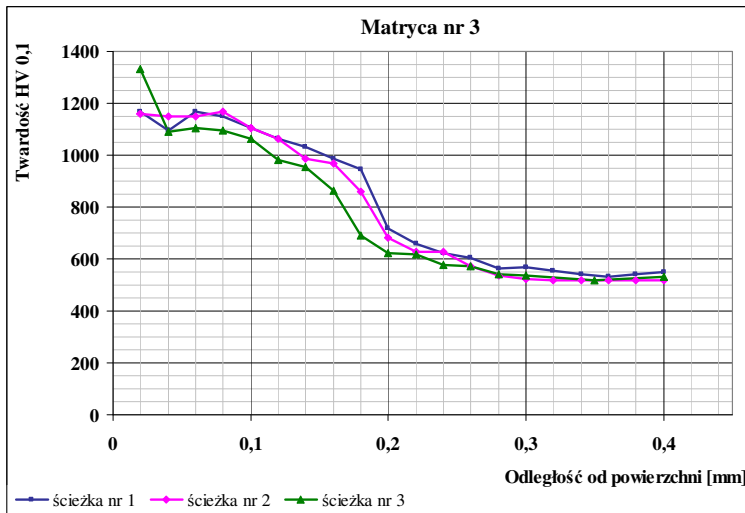
Rys. 8. Rozkład twardości na matrycy nr 1

Fig. 8. Hardness distribution in die No. 1



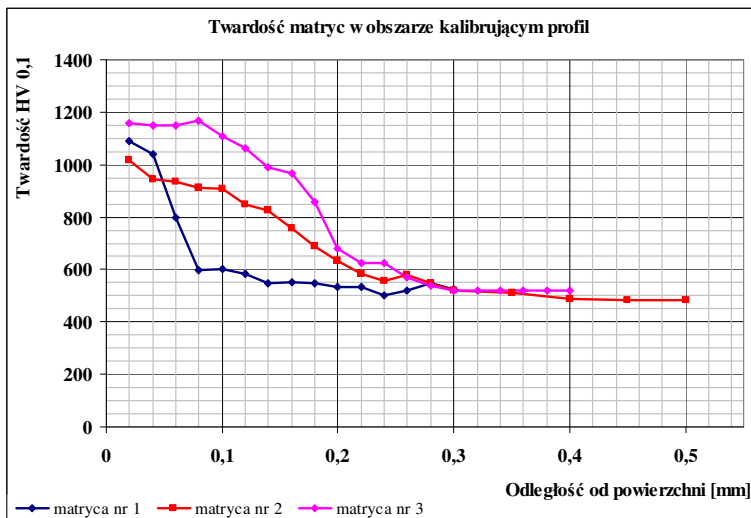
Rys. 9. Rozkład twardości na matrycy nr 2: ścieżka nr 1 - obszar wstępnie kształtujący profil, ścieżka nr 2 - obszar kalibrujący profil, ścieżka nr 3 - obszar bez kontaktu z profilem

Fig. 9. Hardness distribution in die No. 2: path No. 1 – initial profile forming area, path No. 2 – bearing area, path No. 3 – area without contact with the profile



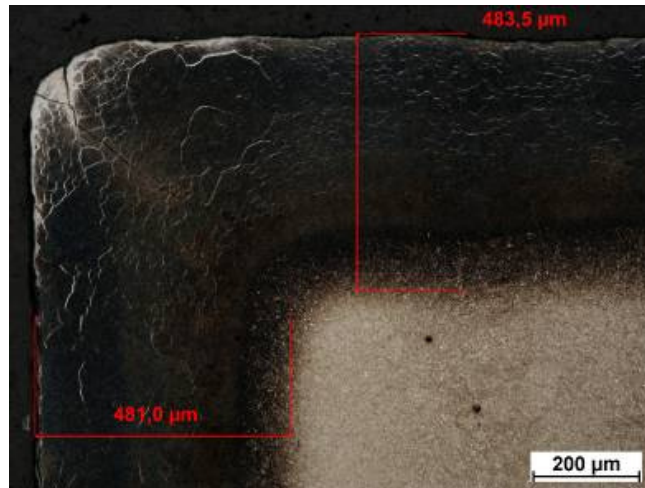
Rys. 10. Rozkład twardości na matrycy nr 3: ścieżka nr 1 - obszar wstępnie kształtujący profil, ścieżka nr 2 - obszar kalibrujący profil, ścieżka nr 3 - obszar bez kontaktu z profilem

Fig. 10. Hardness distribution in die No. 3: path No. 1 – initial profile forming area, path No. 2 – bearing area, path No. 3 – area without contact with the profile



Rys. 11. Rozkład twardości w obszarze kalibrującym profil, dla matryc 1, 2 i 3

Fig. 11. Hardness distribution in bearing area, for dies 1, 2, and 3



Rys. 12. Narożnik obszaru kalibrującego matrycy azotowanej 4-krotnie

Fig. 12. Corner of the bearing area of a die nitrided 4 times

3. WNIOSKI

Na podstawie analizy publikacji dotyczących azotowania i zużycia matryc oraz badań własnych można stwierdzić, że:

- trwałość matrycy wyrażona długością metrów wyciśniętego materiału profilu w jednym otworze jest uzależniona od krotności gazowego azotowania regeneracyjnego,
- przyrost grubości warstwy azotowanej jest uzależniony od czasu trwania eksploatacji i związany jest z dyfuzją wewnętrzną azotu podczas wytrzymywania matrycy w podwyższonej temperaturze,
- dobór parametrów kolejnych, regeneracyjnych procesów azotowania powinien uwzględniać istniejącą budowę warstwy azotowanej, aby nie dopuścić do powstania zjawiska pęknięcia krawędzi z powodu nadmiernej ilości wydzielonych azotków na granicach ziaren,
- wzrost trwałości matrycy po kolejnych (zwłaszcza 3 i 4) procesach azotowania można tłumaczyć optymalnym przyrostem grubości warstwy azotowanej do ok. 0,3–0,4 mm bez nadmiernego udziału azotków epsilon i gamma prim (białej warstwy).

3. CONCLUSIONS

Based on analysis of a publication concerning nitriding and die wear as well as on own studies, it can be stated that:

- the life of a die, expressed by the number of meters of extruded ~~section material~~ profile per hole, is dependent on the number of gas nitriding regeneration cycles,
- growth of the thickness of the nitrided layer is dependent on the time of exploitation and is related to internal diffusion of nitrogen during holding of the die at high temperatures,
- selection of the parameters of subsequent regenerative nitriding processes should account for the existing structure of the nitrided layer, so as not to allow the occurrence of cracking of edges due to an excessive amount of nitrides precipitated on grain boundaries,
- the increase in die life after consecutive (especially 3 and 4) nitriding processes can be explained by an optimal growth of the thickness of the nitrided layer to approx. 0.3–0.4 mm without an excessive fraction of epsilon and gamma prime nitrides (white layer).

LITERATURA/REFERENCES

- [1] Bjork T., Bergstrom J., Hogmark S.: Tribological simulation of aluminium hot extrusion. *Wear*, Volume 224 (1999) 216-225.
- [2] Kugler G., Turk R., Večko-Pirtovšek T., Tečelj M.: Wear behaviour of nitrided microstructures of AISI H13 dies for hot extrusion of aluminium. *Metalurgija* 45 (2006) 1, 21-29.
- [3] Pellizzari M.: High temperature wear and friction behaviour of nitrided, PVD-duplex and CVD coated tool steel against 6082 Al alloy. *Wear* 271 (2011) 2089-2099.
- [4] Panjan P., Cvahte P., Čekada M., Navinšek B., Urankar I.: PVD CrN coating for protection of extrusion dies. *Vacuum*, Volume 61 (2001) 241-244.
- [5] Akhtar S.S., Arif A.F.M., Yilbas B.S.: Nitriding of Aluminum Extrusion Die: Effect of Die Geometry. *Journal of Materials Engineering and Performance*, Volume 19, Number 3, 401-412.