



## Wpływ regulowanego azotowania gazowego na właściwości wytrzymałościowe materiałów spiekanych

### *The influence of regulated gas nitriding on strength properties of sintered materials*

(1) J. Wendland<sup>1\*</sup>, (2) L. Małdziński<sup>2</sup>, (3) J. Borowski<sup>1</sup>, (4) D. Andrzejewski<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Instytut Obróbki Plastycznej, ul. Jana Pawła II 14, 61-139 Poznań, Poland

<sup>2</sup> Politechnika Poznańska, Wydział Maszyn Roboczych i Transportu, Instytut Maszyn Roboczych i Pojazdów Samochodowych, ul. Piotrowo 3, 60-965 Poznań, Poland

#### Informacje o artykule

Data przyjęcia: 30.01.2015

Data recenzji: 12.02.2015

Data akceptacji: 16.03.2015

#### Wkład autorów

- (1) Autor koncepcji, założeń, metod, przeprowadzenie badań i opracowanie wyników
- (2) Autor koncepcji i założeń
- (3) Autor koncepcji i założeń
- (4) Przeprowadzenie badań

#### Streszczenie

Rynek odbiorców materiałów spiekanych na bazie żelaza ciągle się rozszerza. Zazwyczaj części spiekane z powodzeniem zastępują elementy produkowane dotychczas metodą odlewania, kucia lub obróbki ubytkowej. Głównym odbiorcą części spiekanych z proszków żelaza jest przemysł motoryzacyjny, a konsekwencją rosnącego zainteresowania materiałami proszkowymi jest ciągły wzrost wymagań jakie stawiają im odbiorcy. Z jednej strony dąży się do zwiększania gęstości spieków i rozwoju ich składu chemicznego, a z drugiej – do rozwoju procesów i zastosowania obróbki cieplnej i cieplno-chemicznej. Autorzy artykułu chcieli zweryfikować, w jaki sposób obróbka cieplno-chemiczna, poprzez azotowanie gazowe, wpłynie na właściwości wytrzymałościowe materiałów spiekanych na bazie żelaza. Badania wykonano na spiekach Fe-Mo-C o trzech gęstościach: 6400, 7100 i 7500 kg/m<sup>3</sup>. Spieki te poddano regulowanemu azotowaniu gazowemu metodą ZeroFlow<sup>®</sup>. Metoda ZeroFlow<sup>®</sup> to metoda zapewniająca precyzyjną regulację składu atmosfery azotującej i kontrolę budowy warstwy azotowanej. Właściwości wytrzymałościowe, materiałów spiekanych oraz spiekanych i azotowanych, wyznaczono w statycznej próbie rozciągania oraz statycznej próbie ściskania. Wykazano, że poprzez dobór odpowiedniej kombinacji gęstości materiału spiekane go i parametrów procesu azotowania można kształtować jego wytrzymałość. Azotowanie spowodowało wzrost właściwości wytrzymałościowych spieków o gęstości  $\geq 7,1$  g/cm<sup>3</sup>, w statycznej próbie ściskania, przy równoczesnym obniżeniu ich właściwości plastycznych. Statyczna próba rozciągania jest bardziej wrażliwa na występujące w strukturze spieków pory niż statyczna próba ściskania. W tym przypadku wzrost właściwości wytrzymałościowych zanotowano tylko dla spieków o gęstości zbliżonej do gęstości materiału litego (7,5 g/cm<sup>3</sup>).

**Słowa kluczowe:** metalurgia proszków, regulowane azotowanie gazowe, właściwości wytrzymałościowe

#### Article info

Received: 30.01.2015

Reviewed: 12.02.2015

Accepted: 16.03.2015

#### Authors' contribution

- (1) Author of the concept, assumptions, methods, investigation and descriptions of the results
- (2) Author of concept and assumptions

#### Abstract

The market for iron-based sintered materials is constantly expanding. In general, sintered parts successfully replace parts thus far produced through the methods of molding, stamping, or machining. The main consumer of parts sintered from iron powders is the automobile industry, and a consequence of increasing interest in powder materials is a constant increase in the demands placed upon them by consumers. On the one hand, increased density of sinters and development of their chemical compositions is sought; on the other, development of the been performed at the temperature of 500°C, 600°C and 650°C on samples subjected to a thousand and 5 thousand heating cycles. In the tests, Charpy pendulum machine with processes and use of thermal and thermochemical treatment. The article's authors wanted to verify in what way thermochemical treatment,

\* Autor do korespondencji. Tel.: +48 61 657 05 55; fax: +48 61 657 07 21; e-mail: j.wendland@inop.poznan.pl

\* Corresponding author. Tel.: +48 61 657 05 55; fax: +48 61 657 07 21; e-mail: j.wendland@inop.poznan.pl

(3) Author of concept and assumptions

(4) Investigation

*through gas nitriding, would influence the strength properties of iron-based sintered materials. The study was performed on Fe-Mo-C sinters of three densities, 6400, 7100, and 7500 kg/m<sup>3</sup>. These sinters were subjected to regulated gas nitriding with the ZeroFlow<sup>®</sup> method. The ZeroFlow<sup>®</sup> method is a method ensuring precise regulation of the nitriding atmosphere and control of the structure of the nitrated layer. The strength properties of sintered materials and sintered and nitrated materials were established through a static tension test and a static compression test. It was demonstrated that, through selection of the appropriate combination of the density of sintered material and the parameters of the nitriding process, the material's strength can be shaped. Nitriding caused an increase in the sinters' strength properties for a density  $\geq 7.1\text{g/cm}^3$  in the static compression test along with a simultaneously decrease in their plasticity properties. The static tension test is more sensitive than the static compression test to pores extant in the sinters' structure. In this case, the increase in strength properties was noted only for sinters with a density close to the density of solid material ( $7.5\text{g/cm}^3$ ).*

**Keywords:** powder metallurgy, regulated gas nitriding, strength properties

## 1. WSTĘP

Metalurgia proszków jest gałęzią przemysłu stale rozwijającą się, zwłaszcza w krajach wysoko uprzemysłowionych [1]. Coraz większe zainteresowanie materiałami proszkowymi wiąże się ze wzrostem wymagań dotyczących ich warstwy wierzchniej oraz właściwości wytrzymałościowych. Coraz więcej ośrodków badawczych prowadzi prace nad obróbką cieplno-chemiczną spieków, badając jej wpływ na strukturę, właściwości mechaniczne i tribologiczne [2–4].

Jedną z rozważanych metod zmiany właściwości spieków jest azotowanie gazowe [5–7]. W literaturze tematu nie ma jednak wyników badań dotyczących wpływu tego typu obróbki na właściwości wytrzymałościowe materiałów spiekanych, poza utartym jeszcze w latach siedemdziesiątych ubiegłego wieku poglądzie, że azotowanie gazowe materiałów spiekanych powoduje ich kruchość [8]. Jednak od tego czasu metody azotowania rozwinęły się i obecnie pozwalają na pełną kontrolę parametrów procesu, regulację składu chemicznego atmosfery azotującej w retorcie, a w rezultacie – na precyzyjną regulację kinetyki wzrostu warstwy azotowanej [9–10]. Ponadto możliwe jest uzyskanie spieków o dużej gęstości, nawet zbliżonej do gęstości materiału litego, co eliminuje niekorzystny wpływ porowatości otwartej na skutki obróbki gazowej.

Celem badań było określenie wpływu gęstości metalowych materiałów spiekanych oraz parametrów regulowanego azotowania gazowego z zastosowaniem nowoczesnej metody ZeroFlow<sup>®</sup>

## 1. INTRODUCTION

*Powder metallurgy is a constantly developing branch of industry, especially in highly industrialized countries [1]. Ever greater interest in powder materials is associated with a rise in requirements concerning their surface layers and strength properties. Ever more research centers are conducting work on thermochemical treatment of sinters, studying their influence on structure and mechanical and tribological properties [2–4].*

*One of the considered methods of changing sinters' properties is gas nitriding [5–7]. In the subject's literature, however, there are no results of studies concerning the effect of this type of treatment on the strength properties of sintered materials, besides the 1970's opinion that gas nitriding of sintered materials causes their brittleness [8]. Yet since that time, nitriding methods have developed and currently allow for full control of the process' parameters, regulation of the chemical composition of the nitriding atmosphere in the retort, and as a result – precise regulation of the kinetics of the nitrated layer's growth [9–10]. Furthermore, it is possible to obtain sinters of great density, even close to the density of solid material, which eliminates the undesirable influence of open porosity on the effects of gas treatment.*

*The purpose of the research was to specify the influence of the density of sintered metal materials and of the parameters of regulated gas nitriding using the modern ZeroFlow<sup>®</sup> method on*

na ich właściwości wytrzymałościowe wyznaczone w statycznej próbie rozciągania oraz próbie ściskania.

## 2. METODYKA BADAŃ

W badaniach wykorzystano próbki spiekane o trzech gęstościach 6400; 7100; 7500 kg/m<sup>3</sup> przygotowane z mieszanki proszkowej na bazie proszku stopowego żelaza z dodatkiem 1,5% molibdenu (Astaloy Mo, firmy Höganäs AB), który wymieszano z dodatkiem grafitu. Próbki w postaci prostopadłościanów o wymiarach 6,3x15,7x10 mm oraz walców o wymiarach ok.  $\phi$ 10x10 mm wykonano według technologii opracowanych w Instytucie Obróbki Plastycznej w Zakładzie Zaawansowanych Technologii Kształtowania. Gęstość próbek zweryfikowano poprzez wyznaczenie ich masy oraz objętości z pozornej straty masy przy zanurzeniu w wodzie według normy PN-EN ISO2738, oraz poprzez wyznaczenie masy i objętości próbek metodą geometryczną. Skład chemiczny próbek o największej gęstości określono za pomocą spektrometru emisyjnego ze wzbudzeniem jarzeniowym.

Próbki spiekane poddano procesom regulowanego azotowania gazowego metodą ZeroFlow<sup>®</sup> w próżniowym retortowym piecu VTR w laboratorium Instytutu Maszyn Roboczych i Pojazdów Samochodowych Politechniki Poznańskiej. Zastosowane w prezentowanych badaniach parametry azotowania, zestawione w tab. 1, dobrano na podstawie badań wstępnych.

their strength parameters as determined in a static tension test and compression test.

## 2. METHODOLOGY OF STUDIES

The studies made use of sintered samples of three densities, 6400, 7100, and 7500 kg/m<sup>3</sup>, prepared in a powder mixture with a base of a powder alloy of iron with an addition of 1.5% molybdenum (Astaloy Mo of the Höganäs AB company) which was mixed with an addition of graphite. Samples in the form of rectangular prisms with dimensions 6.3x15.7x10 mm and cylinders with dimensions of about  $\phi$ 10x10 mm were made according to technology developed at the Metal Forming Institute at the at the Advanced Forming Technologies Center. The samples' densities were verified by determining their mass and volume from the apparent loss of mass when immersed in water per norm PN-EN ISO2738 and by determining the samples' masses and volumes geometrically. The chemical composition of the samples of greatest density was determined with the help of a glow discharge optical emission spectrometer.

The sintered samples were subjected to processes of regulated gas nitriding using the ZeroFlow<sup>®</sup> method in a VTR vacuum tempering furnace at the laboratory of the Institute of Machines and Motor Vehicles of the Poznań University of Technology. The nitriding parameters used in the presented research, presented in Tab. 1, were selected on the basis of initial tests.

Tab. 1. Parametry regulowanego azotowania gazowego próbek spiekanych

Tab. 1. Parameters of regulated gas nitriding of sintered samples

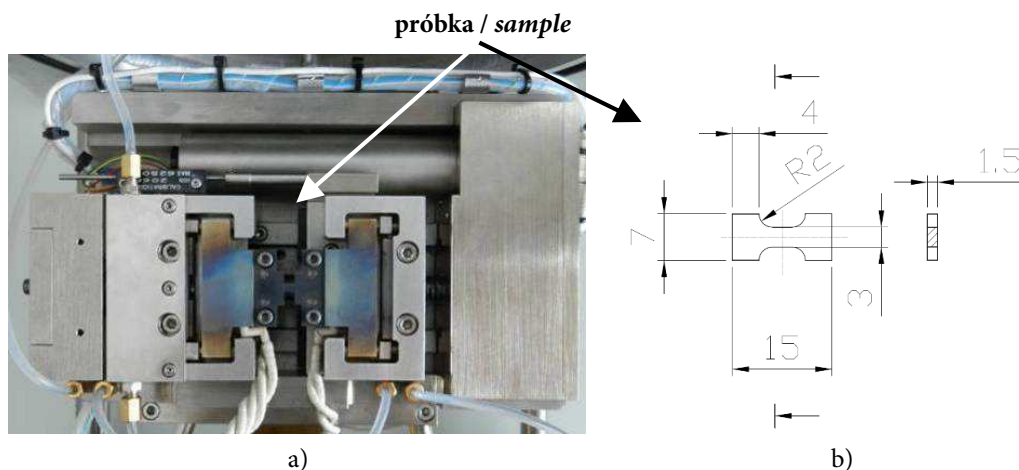
Gęstość próbek spiekanych $\rho$ [kg/m <sup>3</sup> ] Density of the sintered samples $\rho$ [kg/m <sup>3</sup> ]	Parametry procesu azotowania Nitriding parameters		
	Potencjał azotowy Np [atm <sup>-1/2</sup> ] Nitriding potential Np [atm <sup>-1/2</sup> ]	Czas t [h] Time t [h]	Temperatura T [°C] Temperature T [°C]
6400; 7100; 7500	0,9	4	550
7100; 7500	3,5	4	550

Właściwości wytrzymałościowe próbek spiekanych oraz spiekanych i azotowanych wyznaczono w statycznej próbie rozciągania oraz statycznej próbie ściskania.

The strength properties of sintered samples and sintered and nitrided samples were established through a static tension test and a static compression test.

Statyczną próbę rozciągania przeprowadzono za pomocą stolika tensometrycznego MT5000H (Gatan) (rys. 1a), z prędkością przemieszczenia trawersy 0,5 mm/s. Próbki do badań pobrano z próbek prostopadłościennych, za pomocą elektrodrążarki drutowej. Kształt i wymiary próbek pokazano na rys. 1b.

The static tension test was conducted using an MT5000H tensometric table (Gatan) (Fig. 1a) with a traverse speed of 0.5 mm/s. The samples for the tests were taken from the prism samples using a wire electric discharge machine. The shape and dimensions of the samples are shown in Fig. 1b.



Rys. 1. Stolik tensometryczny MT5000H (Gatan) (a), kształt i wymiary próbek do statycznej próby rozciągania (b)  
Fig. 1. MT5000H (Gatan) tensometric stage (a), shape and dimensions of samples for the static tensile test (b)

Próbie ściskania przeprowadzono na próbkach walcowych za pomocą maszyny wytrzymałościowej Instron 4483 oraz ZD30 (Zwick) przy prędkości przemieszczenia trawersy maszyny wytrzymałościowej 2 mm/min. Badania prowadzono do określonej wartości siły, ok. 65 kN w celu porównania zachowania się próbek przy obciążeniu siłą o takiej samej wartości, oraz do zniszczenia próbek w celu wyznaczenia wytrzymałości na ściskanie.

The compression test was conducted on cylindrical samples using an Instron 4483 strength machine and a ZD30 (Zwick), at a 2 mm/min traverse speed for the strength machine. The tests were conducted through a specified force value, about 65 kN, in order to compare the samples' behavior under the same load, and to the samples' destruction, in order to determine compressive strength.

### 3. WYNIKI BADAŃ I DYSKUSJA

Wyniki badania składu chemicznego próbek spiekanych przedstawiono w tab. 2.

### 3. RESULTS OF STUDIES AND DISCUSSION

The results of studies of the chemical composition of the sintered samples are shown in Tab. 2.

Tab. 2. Skład chemiczny próbek spiekanych  
Tab. 2. Chemical composition of sintered samples

% C	% Mo	% Mn	% S	% P	% Fe
0,25	1,33	0,15	0,009	0,014	reszta / residue

Uśrednione wyniki statycznej próby rozciągania próbek spiekanych oraz spiekanych i azotowanych przy różnych parametrach procesu

The averaged results of the static tension test for the sintered samples and the sintered and nitrided samples with different parameters of the

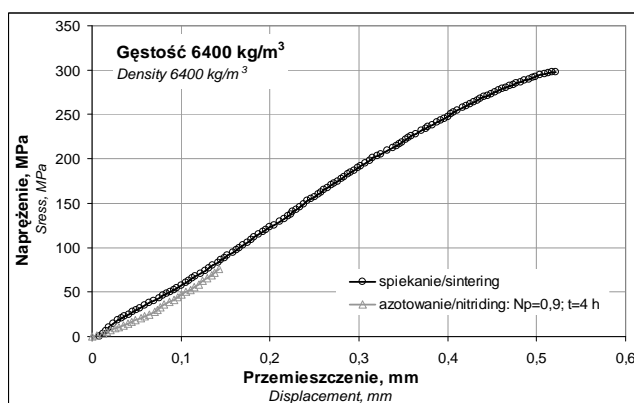
azotowania ZeroFlow<sup>®</sup> zestawiono w tab. 3. Przykładowe wykresy zależności naprężenia od przemieszczenia trawersy stolika tensometrycznego (po jednym dla każdego wariantu przygotowania próbek) przedstawiono na rys. 2–4. Ponieważ nie dysponowano odpowiednim tensometrem, dlatego w badaniach nie było możliwe wyznaczenie odkształcenia próbek.

the ZeroFlow<sup>®</sup> nitriding process are presented in Tab. 3. Sample graphs of the dependence of stress on the traverse speed of the tensometric table (one for each variant of the prepared samples) are presented in Fig. 2–4. Because an appropriate tensometer was not available, it was not possible to determine the samples' strain during the tests.

Tab. 3. Wyniki statycznej próby rozciągania próbek spiekanych oraz spiekanych i azotowanych

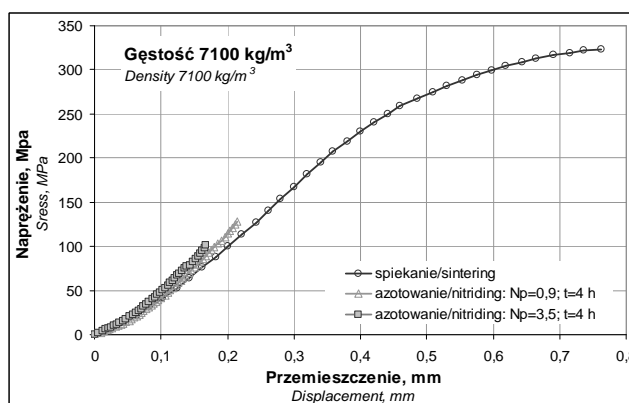
Tab. 3. Results of static tensile test of sintered and sintered and nitrided samples

Gęstość próbek [kg/m <sup>3</sup> ] Density of the samples [kg/m <sup>3</sup> ]	Stan próbek State of the samples	Wytrzymałość na rozciąganie [MPa] Tensile strength [MPa]	
		Wartość średnia Average value	Odchylenie standardowe Standard deviation
6400	spiekanie / sintering	291	19
6400	azotowanie: $N_p = 0,9 \text{ atm}^{-1/2}$ , $t = 4 \text{ h}$ nitriding: $N_p = 0,9 \text{ atm}^{-1/2}$ , $t = 4 \text{ h}$	51	15
7100	spiekanie / sintering	320	5
7100	azotowanie: $N_p = 0,9 \text{ atm}^{-1/2}$ , $t = 4 \text{ h}$ nitriding: $N_p = 0,9 \text{ atm}^{-1/2}$ , $t = 4 \text{ h}$	146	50
7100	azotowanie: $N_p = 3,5 \text{ atm}^{-1/2}$ , $t = 4 \text{ h}$ nitriding: $N_p = 3,5 \text{ atm}^{-1/2}$ , $t = 4 \text{ h}$	117	31
7500	spiekanie / sintering	324	19
7500	azotowanie: $N_p = 0,9 \text{ atm}^{-1/2}$ , $t = 4 \text{ h}$ nitriding: $N_p = 0,9 \text{ atm}^{-1/2}$ , $t = 4 \text{ h}$	400	15
7500	azotowanie: $N_p = 3,5 \text{ atm}^{-1/2}$ , $t = 4 \text{ h}$ nitriding: $N_p = 3,5 \text{ atm}^{-1/2}$ , $t = 4 \text{ h}$	476	94



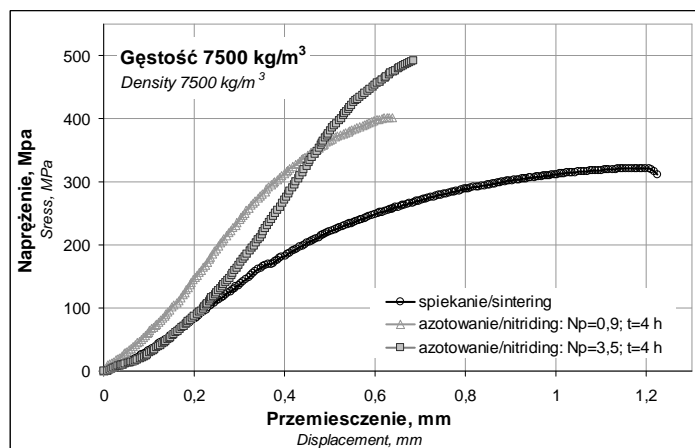
Rys. 2. Zależność naprężenia od przemieszczenia stolika tensometrycznego podczas statycznej próby rozciągania próbek o gęstości 6400 kg/m<sup>3</sup> po spiekaniu oraz spiekaniu i azotowaniu

Fig. 2. Dependence of stress on tensometric stage displacement during the static tensile test of samples with density 6400 kg/m<sup>3</sup> after sintering and sintering and nitriding



Rys. 3. Zależność naprężenia od przemieszczenia stolika tensometrycznego podczas statycznej próby rozciągania próbek o gęstości 7100 kg/m<sup>3</sup> po spiekaniu oraz spiekaniu i azotowaniu

Fig. 3. Dependence of stress on tensometric stage displacement during the static tensile test of samples with density 7100 kg/m<sup>3</sup> after sintering and sintering and nitriding



Rys. 4. Zależność naprężenia od przemieszczenia stolika tensometrycznego podczas statycznej próby rozciągania próbek o gęstości  $7500 \text{ kg/m}^3$  po spiekaniu oraz spiekaniu i azotowaniu

Fig. 4. Dependence of stress on tensometric stage displacement during the static tensile test of samples with density  $7500 \text{ kg/m}^3$  after sintering and sintering and nitriding

Wyniki statycznej próby ściskania zestawiono w tab. 4.

The results of the static compression test can be seen in Tab. 4.

Tab. 4. Wyniki statycznej próby ściskania próbek spiekanych oraz spiekanych i azotowanych

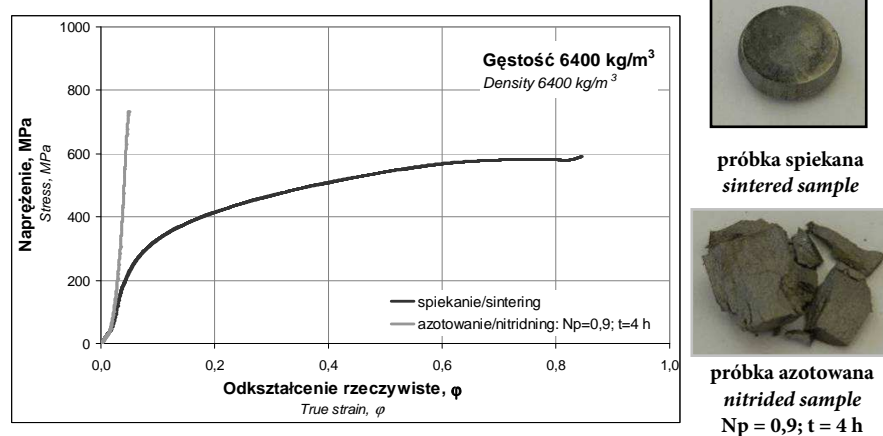
Tab. 4. Results of static compression test of sintered and sintered and nitrided samples

Stan próbki State of the sample	Nr próbki Sample no.	Siła max [kN] Force max [kN]	Naprężenie rzeczywiste [MPa] True stress [MPa]	Odkształcenie [%] Strain [%]	Uwagi Comments
$\rho = 6400 \text{ kg/m}^3$ spiekanie sintering	A.1.1	109	590	53	Próbka nie pękła. The sample didn't cracked.
	A.1.2	144	700	58	Próbka nie pękła. The sample didn't cracked.
	A.1.3	65	536	31	Próbka nie pękła. The sample didn't cracked.
$\rho = 6400 \text{ kg/m}^3$ azot. $0,9 \text{ atm}^{-1/2}$ , 4 h nitr. $0,9 \text{ atm}^{-1/2}$ , 4 h	A.2.1	27	397	1	Próbka pękła. The sample cracked.
	A.2.2	106	1197	-	Próbka pękła. The sample cracked.
	A.2.3	65	734	-	Próbka pękła. The sample cracked.
$\rho = 7100 \text{ kg/m}^3$ spiekanie sintering	B.1.1	146	756	57	Próbka nie pękła. The sample didn't cracked.
	B.1.2	62	566	24	Próbka nie pękła. The sample didn't cracked.
	B.1.3	65	585	26	Próbka nie pękła. The sample didn't cracked.
$\rho = 7100 \text{ kg/m}^3$ azot. $0,9 \text{ atm}^{-1/2}$ , 4 h nitr. $0,9 \text{ atm}^{-1/2}$ , 4 h	B.2.1	150	1611	9	Próbka nie pękła. The sample didn't cracked.
	B.2.2	150	1600	9	Próbka nie pękła. The sample didn't cracked.
	B.2.3	192	1768	24	Próbka pękła. The sample cracked.

Stan próbki State of the sample	Nr próbki Sample no.	Siła max [kN] Force max [kN]	Napężenie rzeczywiste [MPa] True stress [MPa]	Odkształcenie [%] Strain [%]	Uwagi Comments
$\rho = 7100 \text{ kg/m}^3$ azot. $3,5 \text{ atm}^{-1/2}$ , 4 h nitr. $3,5 \text{ atm}^{-1/2}$ , 4 h	B.3.1	126	1427	5	Próbka pękła. The sample cracked.
	B.3.2	120	1380	2	Próbka nie pękła. The sample didn't cracked.
	B.3.3	66	776	0,4	Próbka nie pękła. The sample didn't cracked.
$\rho = 7500 \text{ kg/m}^3$ spiekanie sintering	C.1.1	146	736	59	Próbka nie pękła. The sample didn't cracked.
	C.1.2	65	556	30	Próbka nie pękła. The sample didn't cracked.
	C.1.3	65	552	30	Próbka nie pękła The sample didn't cracked.
$\rho = 7500 \text{ kg/m}^3$ azot. $0,9 \text{ atm}^{-1/2}$ , 4 h nitr. $0,9 \text{ atm}^{-1/2}$ , 4 h	C.2.1	101	752	44	Próbka pękła. The sample cracked.
	C.2.2	98	727	38	Próbka pękła. The sample cracked.
	C.2.3	65	643	18	Próbka pękła. The sample cracked.
$\rho = 7500 \text{ kg/m}^3$ azot. $3,5 \text{ atm}^{-1/2}$ , 4 h nitr. $3,5 \text{ atm}^{-1/2}$ , 4 h	C.3.1	93	819	37	Próbka pękła. The sample cracked.
	C.3.2	91	738	35	Próbka pękła. The sample cracked.
	C.3.3	65	650	16	Próbka nie pękła. The sample didn't cracked.

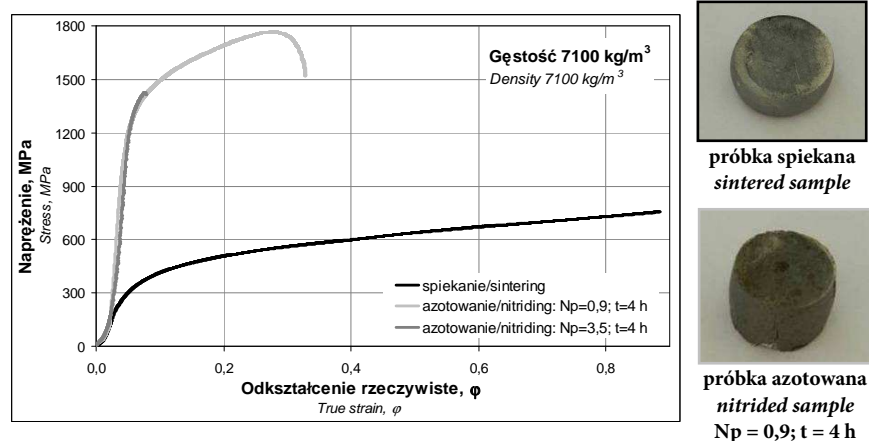
Krzywe ściskania (przykładowe dla każdego wariantu przygotowania próbek) przedstawiono na wykresach zależności naprężenia rzeczywistego w funkcji odkształcenia rzeczywistego – rys. 5–7. Wraz z wykresami pokazano próbki po badaniu.

Stress-strain curves (examples for each variant of the sample preparation) are shown in Fig. 5–7. Together with the curves, the samples after testing are shown.



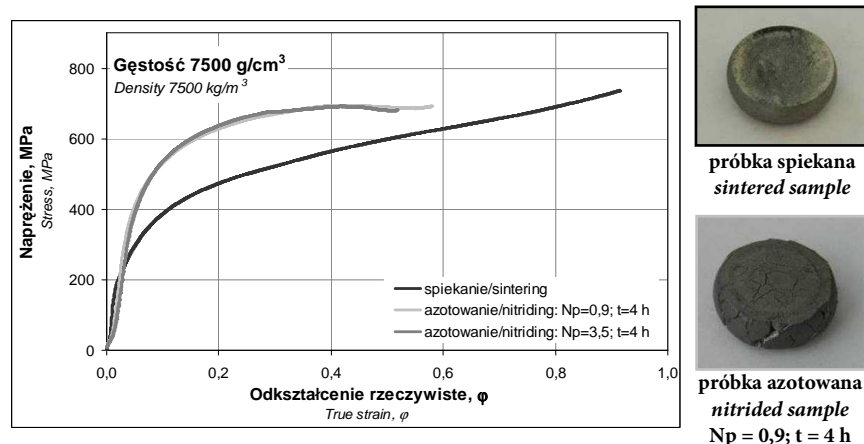
Rys. 5. Krzywe ściskania próbek spiekanych oraz spiekanych i azotowanych o gęstości  $6400 \text{ kg/m}^3$  wraz z widokiem próbek po próbie ściskania

Fig. 5. Stress-strain curves from static compression test of sintered and sintered and nitrided samples with density  $6400 \text{ kg/m}^3$  and view of the samples after the test



Rys. 6. Krzywe ściskania próbek spiekanych oraz spiekanych i azotowanych o gęstości  $7100 \text{ kg/m}^3$  wraz z widokiem próbek po próbie ściskania

Fig. 6. Stress-strain curves from static compression test of sintered and sintered and nitrided samples with density  $7100 \text{ kg/m}^3$  and view of the samples after the test



Rys. 7. Krzywe ściskania próbek spiekanych oraz spiekanych i azotowanych o gęstości  $7500 \text{ kg/m}^3$  wraz z widokiem próbek po próbie ściskania

Fig. 7. Stress-strain curves from static compression test of sintered and sintered and nitrided samples with density  $7500 \text{ kg/m}^3$  and view of the samples after the test

Wytrzymałość na rozciąganie próbek spiekanych rośnie ze wzrostem ich gęstości, od 291 MPa przy gęstości  $6400 \text{ kg/m}^3$  do 324 MPa przy gęstości  $7500 \text{ kg/m}^3$  (tab. 3).

Po azotowaniu próbki o gęstości  $6400$  i  $7100 \text{ kg/m}^3$  wykazały obniżenie właściwości wytrzymałościowych i plastycznych wyznaczonych w statycznej próbie rozciągania, w odniesieniu do stanu wyjściowego (po spiekaniu). Im niższa gęstość, tym drastyczniejszy spadek właściwości. Po azotowaniu próbek o gęstości  $6400 \text{ kg/m}^3$  wytrzymałość na rozciąganie obniżyła się ponad pięciokrotnie (od 291 MPa po spiekaniu zmniejszyła się do 51 MPa po azotowaniu z potencjałem  $0,9 \text{ atm}^{-1/2}$  przez 4 h; rys. 2, tab. 3). W próbkach o gęstości  $7100 \text{ kg/m}^3$  zauważono, że ich wytrzymałość na rozciąganie maleje podczas azo-

*The sintered samples' tensile strength increases along with their densities, from 291 MPa at a density of  $6400 \text{ kg/m}^3$  to 324 MPa at a density of  $7500 \text{ kg/m}^3$  (Tab. 3).*

*After nitriding, the samples with densities of  $6400$  and  $7100 \text{ kg/m}^3$  exhibited decreased strength and plasticity properties in the static tension test relative to the initial state (after sintering). The smaller the density, the more drastic the decline in properties. After nitriding of the samples with a density of  $6400 \text{ kg/m}^3$ , their tensile strength decreased over fivefold (from 291 MPa after sintering to 51 MPa after nitriding with a potential of  $0.9 \text{ atm}^{-1/2}$  for 4 h; Fig. 2, Tab. 3). In samples with a density of  $7100 \text{ kg/m}^3$ , it was noted that their tensile strength decreases during nitriding with increasing nitrogen potential for the same*



towania ze wzrostem potencjału azotowego, przy tym samym czasie azotowania (4 h), osiągając wartość od ok. 146 MPa po azotowaniu z potencjałem azotowym  $0,9 \text{ atm}^{-1/2}$  do 117 MPa po azotowaniu z potencjałem  $3,5 \text{ atm}^{-1/2}$  (rys. 3, tab. 3). Natomiast wytrzymałość na rozciąganie próbek o gęstości  $7500 \text{ kg/m}^3$ , po azotowaniu, wzrosła w stosunku do próbek spiekanych. Ponadto zauważono, że przy gęstości spieku  $7500 \text{ kg/m}^3$  wytrzymałość na rozciąganie wzrasta ze zwiększaniem potencjału azotowego, podczas azotowania prowadzonego w tym samym czasie (4 h), od wartości ok. 400 MPa po azotowaniu z potencjałem azotowym  $0,9 \text{ atm}^{-1/2}$  do ok. 476 MPa po azotowaniu z potencjałem  $3,5 \text{ atm}^{-1/2}$  (rys. 4, tab. 3).

W próbie ściskania próbki spiekane, niezależnie od gęstości, charakteryzowały się dużą plastycznością; przy odkształceniu ponad 50% na żadnej próbce spiekanej nie zaobserwowano pęknięć (tab. 4). Natomiast po azotowaniu próbki o gęstości  $6400 \text{ kg/m}^3$  pękały bez żadnych oznak odkształcenia (rys. 5).

Azotowanie próbek spiekanych o gęstości  $7100 \text{ kg/m}^3$  spowodowało wzrost ich właściwości wytrzymałościowych oraz obniżenie właściwości plastycznych przy ściskaniu. Naprężenie wzrosło od ok. 250 MPa po spiekaniu do ok. 1000 MPa po azotowaniu. Natomiast wytrzymałość na ściskanie ( $R_c$ ) po azotowaniu z potencjałem azotowym  $0,9 \text{ atm}^{-1/2}$  przez 4 h osiągnęła wartość ok. 1700 MPa przy odkształceniu mniejszym o połowę (ok. 24%) niż po spiekaniu (>50%). Wzrost potencjału azotowego do  $3,5 \text{ atm}^{-1/2}$  podczas azotowania próbek o gęstości  $7100 \text{ kg/m}^3$  skutkowało uzyskaniem  $R_c$  na poziomie ok. 1400 MPa przy odkształceniu zaledwie 5% (rys. 6, tab. 4).

Próbki spiekane o gęstości  $7500 \text{ kg/m}^3$  po azotowaniu z potencjałem azotowym  $0,9$  oraz  $3,5 \text{ atm}^{-1/2}$  w czasie 4 h charakteryzowały się wytrzymałością na ściskanie ok. 650–700 MPa. Natomiast ich właściwości plastyczne obniżyły się (rys. 6, tab. 4). Przy odkształceniu siłą o tej samej wartości (65 kN) próbki azotowane wykazywały dwukrotnie mniejsze odkształcenie (16–18%), niż tylko po spiekaniu (30%).

*nitriding time (4 h), reaching values from about 146 MPa after nitriding with a nitrogen potential of  $0.9 \text{ atm}^{-1/2}$  to 117 MPa after nitriding with a nitrogen potential of  $3.5 \text{ atm}^{-1/2}$  (Fig. 3, Tab. 3). However, the tensile strength of samples with a density of  $7500 \text{ kg/m}^3$ , after nitriding, increased relative to sintered samples. Furthermore, it was noted that at a sinter density of  $7500 \text{ kg/m}^3$  tensile strength increases with increasing nitrogen potential, during nitriding conducted for the same time (4 h), from a value of about 400 MPa after nitriding with a nitrogen potential of  $0.9 \text{ atm}^{-1/2}$  to about 476 MPa after nitriding with a potential of  $3.5 \text{ atm}^{-1/2}$  (Fig. 4, Tab. 3).*

*In the compression test, the sintered samples exhibited great plasticity regardless of their densities: at a deformation of over 50%, fractures were not observed on any sintered sample (Tab. 4). However, after nitriding, the samples with a density of  $6400 \text{ kg/m}^3$  cracked without any signs of deformation (Fig. 5).*

*The nitriding of sintered samples with a density of  $7100 \text{ kg/m}^3$  caused an increase in their strength properties and a decrease in their plasticity for compression. Stress increased from about 250 MPa after sintering to about 1000 MPa after nitriding. However, compressive strength ( $R_c$ ), after nitriding with a nitrogen potential of  $0.9 \text{ atm}^{-1/2}$  for 4 h, reached a value of about 1700 MPa for a deformation half as large (about 24%) as after sintering (>50%). The increase of the nitrogen potential to  $3.5 \text{ atm}^{-1/2}$  during nitriding of samples with a density of  $7100 \text{ kg/m}^3$  resulted in an  $R_c$  on the level of about 1400 MPa for a deformation of barely 5% (Fig. 6, Tab. 4).*

*Sintered samples with a density of  $7500 \text{ kg/m}^3$ , after nitriding with nitrogen potentials of  $0.9$  and  $3.5 \text{ atm}^{-1/2}$  for a period of 4 h, exhibited compressive strengths of about 650–700 MPa. However, their plasticity properties decreased (Fig. 6, Tab. 4). For deformation with a force of the same value (65 kN), nitrided samples exhibited half as large a deformation (16–18%) than those that were only sintered (30%).*

#### 4. WNIOSKI

Analiza uzyskanych wyników badań pozwoliła na sformułowanie poniższych wniosków.

- Zastosowanie regulowanego azotowania gazowego materiałów spiekanych powoduje zmianę ich właściwości wytrzymałościowych. Kierunek tej zmiany uzależniony jest od gęstości materiału spiekane poddawanego azotowaniu.
- Próbki spiekane o gęstości  $6400 \text{ kg/m}^3$ , które po spiekaniu wykazują dobre właściwości plastyczne, po azotowaniu gazowym charakteryzują się kruchością, zarówno w statycznej próbie rozciągania, jak i ściskania.
- Regulowane azotowanie gazowe ZeroFlow<sup>®</sup> próbek spiekanych o gęstości  $7100$  i  $7500 \text{ kg/m}^3$  powoduje natomiast podwyższenie ich wytrzymałości na ściskanie, a dla elementów o gęstości ok.  $7500 \text{ g/m}^3$  również wytrzymałości na rozciąganie.

Zastosowanie dla wyrobów spiekanych o gęstości  $\geq 7100 \text{ kg/m}^3$  regulowanego azotowania gazowego, przy odpowiednio dobranych parametrach procesu, zwiększa ich możliwości aplikacyjne. Oprócz zwiększonej odporności na zużycie tribologiczne w warunkach tarcia ślizgowego (opisane w pracy [11]) materiały te posiadają wysoką wytrzymałość na obciążenia ściskające.

#### PODZIĘKOWANIA

Przedstawione w pracy wyniki badań zostały zaprezentowane w rozprawie doktorskiej dr inż. Justyny Wendland pt.: *Kształtowanie właściwości użytkowych spiekanych materiałów metalowych poprzez regulowane azotowanie gazowe*. (Politechnika Poznańska, Wydział Maszyn Roboczych i Transportu, Poznań 2014). Autorka jest stypendystką w ramach projektu pt.: „Wsparcie stypendialne dla doktorantów na kierunkach uznanych za strategiczne z punktu widzenia rozwoju Wielkopolski”, Poddziałanie 8.2.2 Programu Operacyjnego Kapitał Ludzki, współfinansowanego ze środków Unii Europejskiej w ramach Europejskiego Funduszu Społecznego.

#### 4. CONCLUSIONS

Analysis of the obtained results allowed the following conclusions to be drawn:

- The use of regulated gas nitriding of sintered materials causes change in their strength properties. The direction of this change is dependent on the density of the sintered material subjected to nitriding.
- Sintered samples with a density of  $6400 \text{ kg/m}^3$ , which exhibit good plasticity properties after sintering, exhibit brittleness in the static tension and compression tests after gas nitriding.
- Regulated ZeroFlow<sup>®</sup> gas nitriding of sintered samples with densities of  $7100$  and  $7500 \text{ kg/m}^3$  causes an increase in their compressive strength, and for parts with a density of about  $7500 \text{ g/m}^3$ , also tensile strength.

The use of regulated gas nitriding for sintered products with densities  $>7100 \text{ kg/m}^3$ , with appropriately selected process parameters, increases their applicative possibilities. Besides increased resistance to tribological wear under the conditions of sliding friction (described in work [11]), these materials possess high compressive load strength.

#### ACKNOWLEDGEMENTS

The results shown in the work were presented in the doctoral thesis of Dr. Eng. Justyna Wendland, titled “Shaping of operating properties of sintered metal materials with the use of regulated gas nitriding” (Poznan University of Technology, Faculty of Machines and Transport, Poznań 2014). The author is a stipend holder as part of a project titled “Stipend support for doctoral students in majors considered strategic from the point of view of the development of Greater Poland,” Sub-action 8.2.2 of the Human Capital Operational Program, co-financed with European Union funds as part of the European Social Fund.

Autorzy artykułu składają serdeczne podziękowania mgr inż. Karolinie Ostrowskiej i mgr inż. Piotrowi Okoniewiczowi za przeprowadzenie procesów azotowania.

The authors of the article express their sincere thanks to M.Eng. Karolina Ostrowska and M.Eng. Piotr Okoniewicz for conducting the nitriding process.

## LITERATURA

- [1] Wendland J., Małdziński L., Borowski J.: *Wpływ procesu azotowania gazowego na strukturę i twardość metalowych materiałów spiekanych na bazie Fe*. *Obróbka Plastyczna Metali* t. 22 nr 2 (2011), s. 75–82.
- [2] Stagno E., Pinasco M.R., Palombarini G., Ienco M.G., Bocchini G.F.: *Behaviour of sintered 410 low carbon steels towards ion nitriding*. *Journal of Alloy and Compounds* nr 247 (1997), s. 172–179.
- [3] Mansoorzadeh S., Ashrafizadeh F.: *The effect of thermochemical treatments on case properties and impact behaviour of Astaloy CrM*. *Surface & Coatings Technology* nr 192 (2005), s. 231–238.
- [4] De Souza S.D., Olzon-Dionysio M., Miola E.J., Paiva-Santos C.O.: *Plasma nitriding of sintered AISI 316L at several temperatures*. *Surface & Coatings Technology* nr 184 (2004), s. 176–181.
- [5] Kazior J., Janczur C., Pieczonka T., Ploszczak J.: *Thermochemical treatment of Fe-Cr-Mo alloys*. *Surface & Coatings Technology* nr 151–152 (2002), s. 333–337.
- [6] Pinasco M.R., Palombarini G., Ienco M.G., Bocchini G.F.: *Composition and morphology of Fe-N off-equilibrium phase in a nitrided Fe-1,5wt.%Mo sintered alloy*. *Journal of Alloys and Compounds* nr 220 (1995), s. 217–224.
- [7] Salak A., Rudnayova E., Selcka M.: *Effect of porosity on some properties of gas nitrided sintered iron*. *Pokroky Praskove Metal*. t. 35 nr 3 (1997), s. 42–52.
- [8] Missol W.: *Spiekane części maszyn – wytwarzanie – własności – dobór materiałów*. Wydawnictwo „Śląsk”, Katowice 1978.
- [9] Jabłoński J.: *Technologie „zero emisji”*. Wydawnictwo Politechniki Poznańskiej, Poznań 2011.
- [10] Małdziński L., Tacikowski J.: *Concept of an economical and ecological process of gas nitriding of steel*. *Harterei-Technische-Mitteilungen* nr 61 (2006), s. 295–302.
- [11] Wendland J.: *Kształtowanie właściwości użytkowych spiekanych materiałów metalowych poprzez regulowane azotowanie gazowe*. Rozprawa doktorska, Politechnika Poznańska, Wydział Maszyn Roboczych i Transportu, Poznań 2014.

## REFERENCES

- [1] Wendland J., Małdziński L., Borowski J.: *The influence of gas nitriding process on the structure and hardness of sintered metal Fe-based materials*. *Metal Forming* vol. 22 no. 2 (2011), pp. 75–82.
- [2] Stagno E., Pinasco M.R., Palombarini G., Ienco M.G., Bocchini G.F.: *Behaviour of sintered 410 low carbon steels towards ion nitriding*. *Journal of Alloy and Compounds* no. 247 (1997), pp. 172–179.
- [3] Mansoorzadeh S., Ashrafizadeh F.: *The effect of thermochemical treatments on case properties and impact behaviour of Astaloy CrM*. *Surface & Coatings Technology* no. 192 (2005), pp. 231–238.
- [4] De Souza S.D., Olzon-Dionysio M., Miola E.J., Paiva-Santos C.O.: *Plasma nitriding of sintered AISI 316L at several temperatures*. *Surface & Coatings Technology* no. 184 (2004), pp. 176–181.
- [5] Kazior J., Janczur C., Pieczonka T., Ploszczak J.: *Thermochemical treatment of Fe-Cr-Mo alloys*. *Surface & Coatings Technology* no. 151–152 (2002), pp. 333–337.
- [6] Pinasco M.R., Palombarini G., Ienco M.G., Bocchini G.F.: *Composition and morphology of Fe-N off-equilibrium phase in a nitrided Fe-1,5wt.%Mo sintered alloy*. *Journal of Alloys and Compounds* no. 220 (1995), pp. 217–224.
- [7] Salak A., Rudnayova E., Selcka M.: *Effect of porosity on some properties of gas nitrided sintered iron*. *Pokroky Praskove Metal*. vol. 35 no. 3 (1997), s. 42–52.
- [8] Missol W.: *Spiekane części maszyn – wytwarzanie – własności – dobór materiałów*. Wydawnictwo „Śląsk”, Katowice 1978.
- [9] Jabłoński J.: *Technologie „zero emisji”*. Wydawnictwo Politechniki Poznańskiej, Poznań 2011.
- [10] Małdziński L., Tacikowski J.: *Concept of an economical and ecological process of gas nitriding of steel*. *Harterei-Technische-Mitteilungen* no. 61 (2006), pp. 295–302.
- [11] Wendland J.: *Kształtowanie właściwości użytkowych spiekanych materiałów metalowych poprzez regulowane azotowanie gazowe*. PhD thesis, Poznan University of Technology, Faculty of Machines and Transport, Poznań 2014.

