

mgr inż. Szymon Głowacki, mgr inż. Andrzej Majchrzak,  
mgr inż. Walerian Majchrzak

*Instytut Obróbki Plastycznej, Poznań*

## ZALEŻNOŚĆ GRUBOŚCI WARSTWY AZOTOWANEJ JONOWO OD PROPORCJI SKŁADNIKÓW ATMOSFERY AZOTUJĄCEJ

### Streszczenie

Badano wpływ zawartości azotu w gazowej mieszance azotującej  $H_2 - N_2$  na grubość warstwy azotowanej jonowo w stali 38HMJ i WCL. Grubość warstwy wyznaczano na podstawie wyników pomiaru rozkładu twardości HK0,1 na przekroju azotowanej próbki. Przedstawiono wykres zależności umownej grubości warstwy od zawartości azotu w atmosferze.

**Słowa kluczowe:** azotowanie jonowe, atmosfera azotująca, proporcje składników, warstwa azotowana, rozkład twardości HK0,1, umowna grubość warstwy

### 1. Wstęp. Metodyka badań

Grubość dyfuzyjnie utwardzonej, wierzchniej warstwy stalowych przedmiotów azotowanych jonowo zależy od :

- składu chemicznego stali,
- parametrów procesu azotowania jonowego, a zwłaszcza temperatury i czasu,
- wzajemnych proporcji składników mieszanki wodorowo-azotowej, stanowiącej atmosferę w komorze reakcyjnej urządzenia do azotowania jonowego.

Badano wpływ różnych zawartości azotu w atmosferze  $H_2 - N_2$  na wynik azotowania w urządzeniu JONIMP 900/500, które od lat wykorzystywane jest przez Instytut Obróbki Plastycznej do badań oraz prac usługowych dla licznych stałych i mających specjalne wymagania klientów. Do doświadczeń użyto próbek ze stali do azotowania 38HMJ oraz stali narzędziowej do pracy na gorąco WCL. Z materiałów, które dają dobre wyniki azotowania, wykonana jest większość przedmiotów, dostarczanych do Instytutu do dyfuzyjnego utwardzania azotem.

Skład chemiczny badanych stali podano w tab. I, gdzie dla porównania zamiesz-

czono również składy chemiczne tych materiałów wg dotychczas stosowanych norm oraz obecnie obowiązujących standardów [1 i 2]. Trzeba dodać, że w nowych normach zmienione są także oznaczenia gatunków stali. W tablicy przedstawiono najbliższe odpowiedniki badanych stali 38HMJ i WCL według nowych norm.

#### 1.1. Próbki

Do badań użyto walcowych próbek o wymiarach  $\varnothing 18 \times 23$  mm ze stali 38HMJ i  $\varnothing 19 \times 20$  mm – ze stali WCL. Po obróbce skrawaniem, stan powierzchni próbek odpowiadał dokładnemu toczeniu. W kilku próbkach ze stali 38HMJ wykonano osiowo usytuowane, nieprzelotowe otwory  $\varnothing 4 \times 19$  mm, przeznaczone do osadzenia końcówki termopary z układu sterowania urządzeniem JONIMP. Pole azotowanej powierzchni próbek ze stali 38HMJ wynosiło  $15,3 \text{ cm}^2$ , a ze stali WCL –  $14,7 \text{ cm}^2$ .

Próbki zahartowano i odpuszczono w hartowni Instytutu, w posiadanym piecu próżniowym RVFOQ-224. Parametry obróbki cieplnej były następujące :



Tablica I

## Rzeczywisty i standardowy skład chemiczny badanych stali

* badany materiał (analiza chemiczna) ** wg dotychczasowej normy *** odpowiednik wg aktualnej normy	Składnik stopowy w %												
	C	Si	Mn	P	S	Cr	Cu	Al	Mg	Ti	Mo	Ni	V
* <b>38HMJ</b>	<b>0,38</b>	<b>0,31</b>	<b>0,46</b>	<b>0,019</b>	<b>0,009</b>	<b>1,543</b>	<b>0,074</b>	<b>1,224</b>	-	<b>0,044</b>	<b>0,210</b>	<b>0,068</b>	-
** <b>38HMJ</b> wg PN-89/H-84030-03	0,35-0,42	0,17-0,37	0,30-0,60	≤ 0,025	≤ 0,025	1,35-1,65	≤ 0,30	0,70-1,10	-	≤ 0,05	0,15-0,25	≤ 0,25	≤ 0,05
*** <b>41CrAlMo7-10</b> wg PN-EN 10085:2003	0,38-0,45	max 0,40	0,40-0,70	max 0,025	max 0,035	1,50-1,80	-	0,80-1,20	-	-	0,20-0,35	-	-
* <b>WCL</b>	<b>0,34</b>	<b>0,97</b>	<b>0,31</b>	<b>0,022</b>	<b>0,004</b>	<b>4,481</b>	<b>0,147</b>	<b>0,017</b>	<b>0,003</b>	<b>0,002</b>	<b>1,231</b>	<b>0,196</b>	-
** <b>WCL</b> wg PN-86/H-85021	0,32-0,42	0,80-1,20	0,20-0,50	≤ 0,03	≤ 0,03	4,50-5,50	≤ 0,3	-	-	-	1,20-1,50	≤ 0,35	0,30-0,50
*** <b>X37CrMoV5-1</b> wg PN-EN ISO 4957:2004	0,33-0,41	0,80-1,20	0,25-0,50	max 0,030	max 0,030	4,80-5,50	-	-	-	-	1,10-1,50	-	0,30-0,50

- hartowanie próbek ze stali 38HMJ : 900 °C/olej,
- hartowanie próbek ze stali WCL : 1000 °C/olej,
- odpuszczanie próbek z obu stali : 580 °C/1,5 h (chłodzenie w piecu próżniowym).

Po obróbce cieplnej próbki miały czystą, jasną powierzchnię. Ich twardość wynosiła:

38HMJ –  $37 \pm 1$  HRC,  
WCL –  $51 \pm 1$  HRC.

## 1.2. Azotowanie jonowe

Przeznaczone do badań próbki umieszczano na trzonie urządzenia JONIMP, w ściśle określonym, jednakowym we wszystkich doświadczeniach miej-

scu, które stanowił współśrodkowy okrąg o średnicy 300 mm. Sześć próbek, po trzy z każdej stali, układano na obwodzie tego okręgu naprzemiennie (WCL, 38HMJ, WCL...) i w jednakowych odstępach tak, iż leżały na wierzchołkach równobocznego sześciokąta. W jednej z próbek ze stali 38HMJ osadzano końcówkę termopary, sterującej temperaturą procesu. Przed azotowaniem, wszystkie próbki były ważone z dokładnością do 0,0001g. Temperatura i czas azotowania jonowego były stałe i wynosiły odpowiednio :  $T_{nom} = 550$  °C,  $t = 9$ h. Parametrem zmienianym, ale stałym dla danego doświadczalnego procesu azotowania jonowego, była zawartość azotu w atmosferze  $H_2 - N_2$  w komorze reakcyjnej urządzenia JONIMP. W kolejnych procesach wynosiła ona, odpowiednio : 3; 5; 9 i 26%  $N_2$ .

Tablica II

Jednostkowy przyrost masy próbki w zależności od zawartości azotu w atmosferze azotowodorowej w komorze roboczej urządzenia JONIMP

Zawartość azotu w atmosferze $H_2 - N_2$ [% $N_2$ ]	Azotowana stal	Oznaczenie próbki	Jednostkowy przyrost masy próbki $J\Delta m$ [ $10^{-4}$ g/cm <sup>2</sup> ]	Średnia arytmetyczna $J\Delta m$
3	38HMJ	6 IH	8,4	9,5
		37 IH	10,6	
		38 IH	9,5	
	WCL	34 WC	13,1	13,0
		35 WC	12,8	
		36 WC	13,2	
5	38HMJ	3 IH	13,2	14,6
		20 IH	14,7	
		21 IH	15,9	
	WCL	14 WC	20,2	19,3
		15 WC	18,4	
		16 WC	19,3	
9	38HMJ	2 IH	16,6	17,4
		12 IH	18,8	
		13 IH	16,7	
	WCL	7 WC	20,8	19,0
		8 WC	17,5	
		9 WC	18,6	
26	38HMJ	4 IH	24,9	27,2
		28 IH	28,6	
		30 IH	28,0	
	WCL	24 WC	31,1	31,6
		25 WC	30,4	
		26 WC	33,3	

### 1.3. Pomiary

Po procesie azotowania, który od załadunku do wyładunku wsadu trwał łącznie kilkanaście godzin (wyiskrzanie, podgrzewanie, właściwe azotowanie, chłodzenie) wszystkie próbki były ponownie ważone na wadze analitycznej, celem obliczenia jednostkowego przyrostu masy ( $J\Delta m$ ), będącego ilorzem zmiany masy próbki przez pole powierzchni azotowanej.

Z każdej serii 3. próbek wybierano jedną, której wartość  $J\Delta m$  była zbliżona do średniej obliczonej dla danej serii (tab. II) i na tej próbce wykonywano zgląd metalograficzny. Na zglądzie mierzono rozkład twardości HK0,1 w warstwie azotowanej i twardość rdzenia próbki. Wyniki tych pomiarów stanowiły podstawę do wyznaczenia **umownej grubości warstwy ( $g_{r+100}$ )**. Twardość HK0,1 mierzono w Zakładzie Badania Metali Instytutu za pomocą zmotoryzowanego twardościomierza MICROMET 2104 z odczytem na wyświetlaczu ciekłokrystalicznym. Pierwszy odcisk na ścieżce pomiarowej był w odległości 0,015 mm od powierzchni próbki, następne siedemnaście – w jednakowych, powtarzalnych odstępach. Z wyników pomiarów HK0,1 na trzech ścieżkach, dla każdego zglądu obliczono średni rozkład twardości w warstwie

azotowanej. Z tabelarycznych zestawień wyników pomiaru twardości sporządzano wykresy. Przy określaniu umownej grubości warstwy azotowanej, jako kryterium przyjęto wartość twardości przewyższającą o 100 HK0,1 twardość rdzenia próbki ( $r + 100$ ). Podstawę takiego postępowania daje norma [3], w której podano, że **umowna grubość jest definiowana, jako odległość od powierzchni do granicy obszaru, którego twardość równa jest ustalonej twardości, zwanej twardością odniesienia**.

## 2. Wyniki badań

### 2.1. Rozkład twardości HK0,1 w warstwie wierzchniej azotowanych próbek

W tablicach III i IV podano rozkłady twardości HK0,1 w warstwach azotowanych oraz twardość rdzeni ( $r$ ) próbek ze stali 38HMJ i WCL obrabianych przy czterech wymienionych (patrz rozdział 1.2) zawartościach azotu w atmosferze w komorze reakcyjnej urządzenia JONIMP. Przedstawione w tablicach rozkłady otrzymano z obliczeń średnich arytmetycznych twardości uzyskanych z pomiarów na trzech ścieżkach (rozdział 1.3).

Tablica III

Rozkład twardości HK0,1 w warstwie azotowanej na stali 38HMJ w zależności od zawartości azotu w atmosferze

Odległość s od powierzchni [mm]	Twardość HK0,1 warstwy azotowanej (średnia arytmetyczna z 3. pomiarów) przy zawartości azotu w atmosferze :			
	3%	5%	9%	26%
0,015	652	1076	939	957
0,025	623	963	975	995
0,05	690	941	904	842
0,075	677	822	878	810
0,1	655	801	834	771
0,125	645	760	793	740
0,15	614	742	749	718
0,175	555	754	722	710
0,2	500	671	728	696
0,225	416	589	677	656
0,25	390	581	620	655
0,275	384	455	522	621
0,3	386	426	432	586
0,4	367	405	392	388
0,45	372	395	392	387
0,5	370	420	386	384
0,75	369	390	372	372
1,0	371	380	383	377
Twardość HK0,1 rdzenia r :	388	399	365	378

Tablica IV

**Rozkład twardości HK0,1 w warstwie azotowanej na stali WCL w zależności od zawartości azotu w atmosferze**

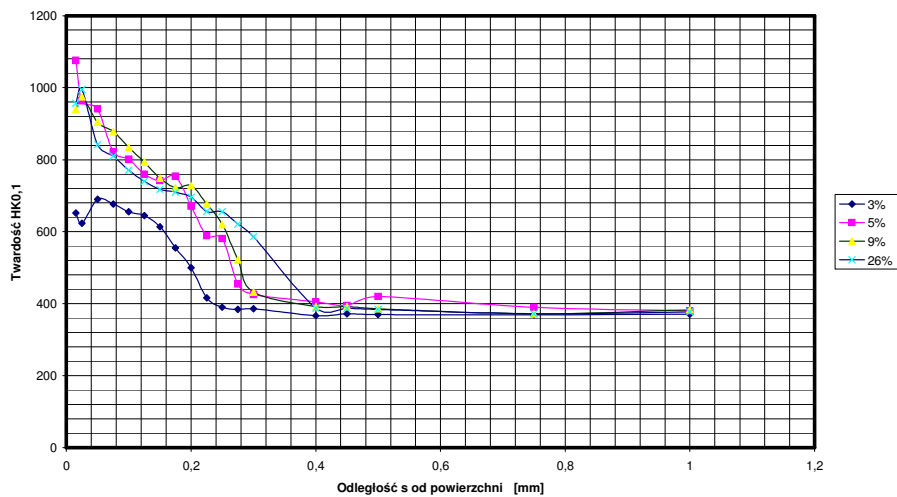
Odległość s od powierzchni [mm]	Twardość HK0,1 warstwy azotowanej (średnia arytmetyczna z 3. pomiarów) przy zawartości azotu w atmosferze :			
	3%	5%	9%	26%
0,015	811	994	923	926
0,025	881	1046	902	960
0,05	813	1003	903	1014
0,075	829	974	920	919
0,1	804	908	894	882
0,125	750	882	857	915
0,15	633	776	830	869
0,175	594	698	613	812
0,2	554	587	606	790
0,225	545	595	551	687
0,25	534	605	543	625
0,275	533	582	547	563
0,3	528	578	547	535
0,4	513	574	539	510
0,45	515	582	528	512
0,5	524	574	520	508
0,75	507	574	535	500
1,0	509	576	508	498
Twardość HK0,1 rdzenia r :	500	534	494	495

Dane z tablic posłużyły do sporządzenia zbiorczych wykresów zmian twardości HK0,1 w warstwie wierzchniej w funkcji odległości (s) od powierzchni próbek ze stali 38HMJ (rys. 1) i WCL (rys. 2). Jak widać, rozkłady twardości uzyskane przy 5 i 9% N<sub>2</sub> nie są znacząco zróżnicowane, odpowiednio dla każdej z obu badanych stali. Wyraźnie niższe twardości przy powierzchni oraz płytsze warstwy utwardzone otrzymano przy 3-procentowej zawartości azotu w atmosferze. Największa zawartość N<sub>2</sub> (26%) nie wpłynęła na wartość maksymalnej twardości, natomiast spowodowała znacznie większe utwardzenie na większą głębokość, w porównaniu z rozkładami twardości uzyskanymi przy niższych udziałach azotu w atmosferze.

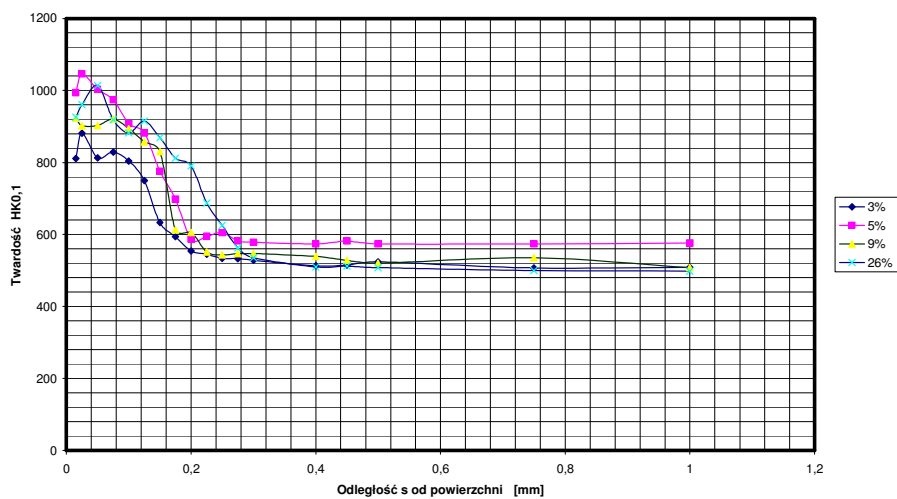
Na podstawie wyników pomiarów zebranych w tablicach III i IV wykonano porównawcze wykresy rozkładów twardości dla obu badanych stali przy czterech zawartościach azotu w atmosferze : 3; 5; 9 i 26% – odpowiednio rys. 3 – 6. Każdy z czterech wykresów wskazuje, że w wyniku azotowania jonowego w warstwie powierzchniowej stali WCL uzyskuje się do pewnej głębokości wyższe twardości HK0,1 niż w odpowiadającym im grubością war-

stwach w stali 38HMJ. Zjawisko to można wiązać z odnotowanym w tab. II zróżnicowaniem jednostkowych przyrostów masy próbek ze stali 38HMJ i WCL dla tych samych zawartości azotu w atmosferze. Widać z niej, że w każdym przypadku,  $\Delta m$ , będące wskaźnikiem ilości zaabsorbowanego azotu lub inaczej ujmując – miarą intensywności naazotowania, jest większe dla stali WCL niż 38HMJ. Większe „upakowanie” strefy przypowierzchniowej stali WCL azotem powoduje wyższe twardości w tym obszarze w porównaniu z odpowiednim obszarem w stali 38HMJ.

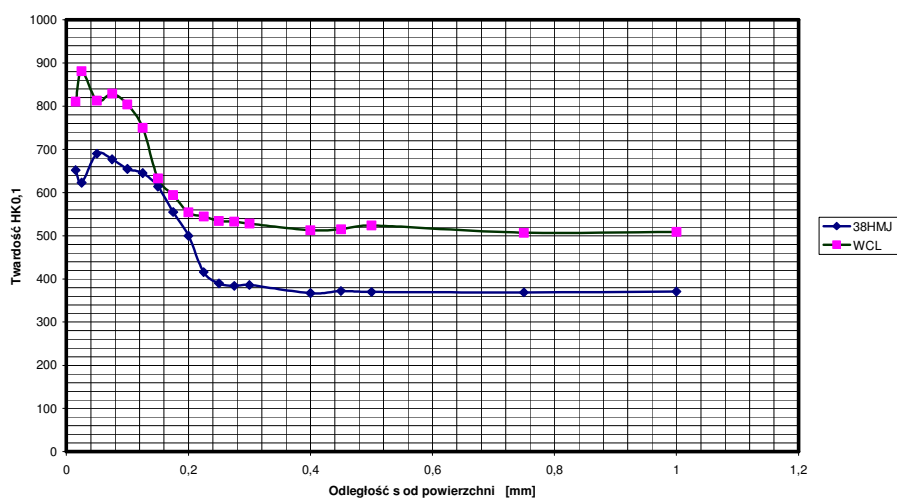
Można też domniemywać, że na efekt ten ma również wpływ większa zawartość w stali WCL dodatków stopowych tworzących azotki, a także utrudniona dyfuzja azotu w tej stali w porównaniu ze stałą 38HMJ. Potwierdzeniem tego przypuszczenia może być przebieg krzywych HK0,1 = f(s) na rys. 3 – 6. W porównaniu do wykresów dla stali 38HMJ, krzywe dla stali WCL opadają bardziej stromo od s = 0 w głąb materiału i na mniejszej głębokości przechodzą w odcinek poziomy. Dla przykładu, na rys. 5 (9% N<sub>2</sub>) krzywa dla stali 38HMJ osiąga HK0,1 bliskie constans w odległości ok. 0,4 mm od powierzchni,



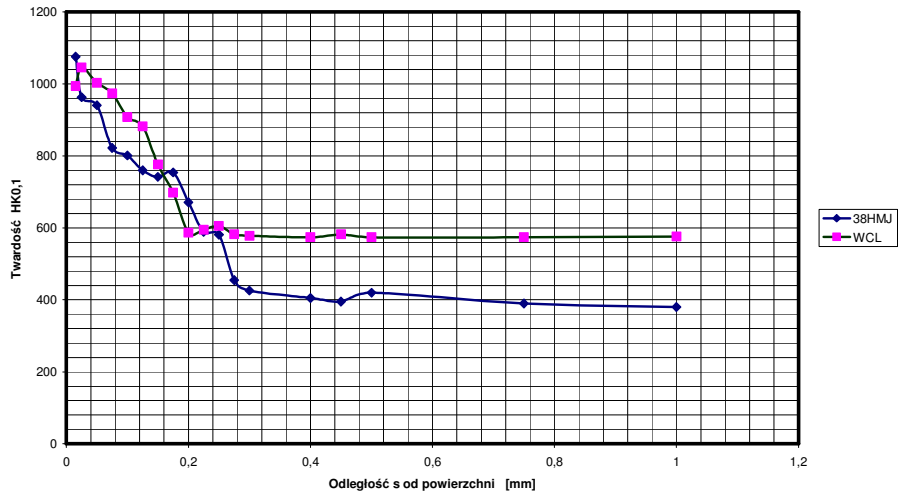
Rys. 1.  $HK_{0,1} = f(s)$  dla stali 38HMJ



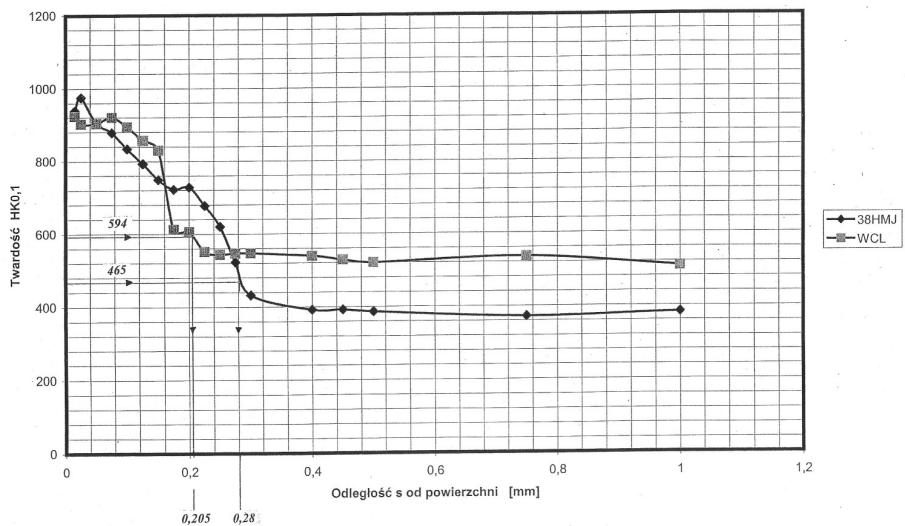
Rys. 2.  $HK_{0,1} = f(s)$  dla stali WCL



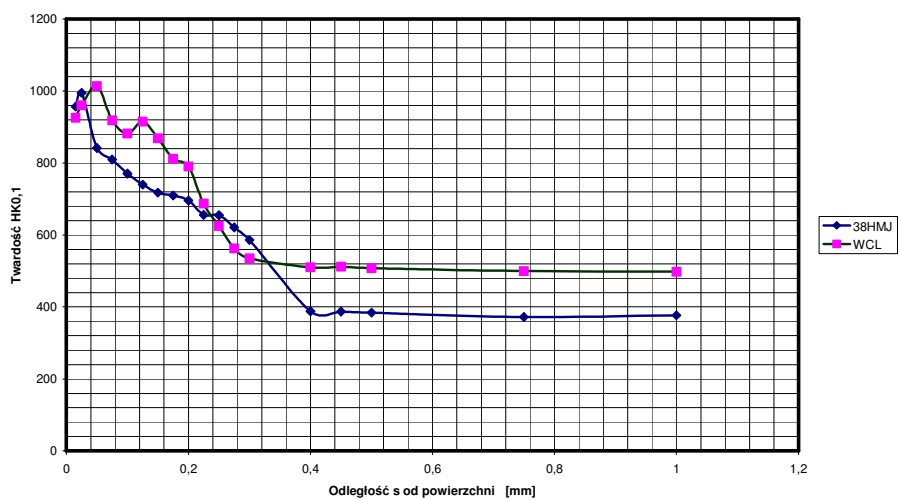
Rys. 3.  $HK_{0,1} = f(s)$ , gdy zawartość azotu wynosi 3%



Rys. 4.  $HK_{0,1} = f(s)$ , gdy zawartość azotu w atmosferze wynosi 5%



Rys. 5.  $HK_{0,1} = f(s)$ , gdy zawartość azotu w atmosferze wynosi 9%



Rys. 6.  $HK_{0,1} = f(s)$ , gdy zawartość azotu wynosi 26%



a dla stali WCL następuje to na głębokości bliskiej  $s = 0,2$  mm.

Z rys. 3 wynika, że w przypadku obu badanych stali 3-procentowa zawartość azotu w atmosferze nie wystarcza do uzyskania maksymalnych twardości azotowanej powierzchni.

## 2.2. Umowna grubość warstwy azotowanej jonowo

Przywołując wcześniej podaną definicję umownej grubości warstwy azotowanej (rozdział 1.3) i przyjmując, że grubość tę wyznacza punkt na krzywej rozkładu twardości, który odpowiada  $HK_{0,1} = r + 100$ , gdzie  $r$  oznacza twardość rdzenia, z danych podanych w tablicach III i IV można łatwo obliczyć wartości  $g_{r+100}$ . Można je też

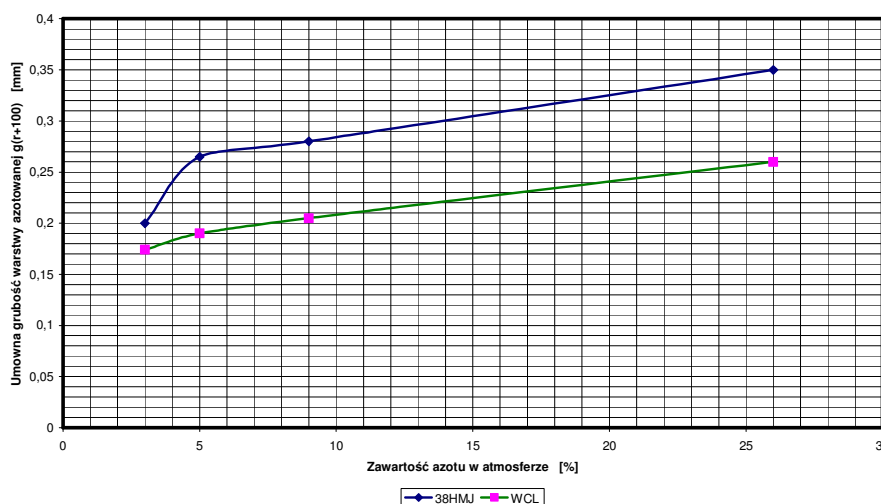
odczytać z wykresów na rys. 3 – 6, w sposób, który dla przykładu zilustrowano na rys. 5. W wyniku takiego postępowania otrzymano wartości umownych grubości warstw azotowanych dla obu stali, będących przedmiotami opisanych doświadczeń. Zamieszczono je w tablicy V.

Zaczerpnięte z tablicy V wartości umownej grubości warstwy azotowanej posłużyły do sporządzenia wykresu na rys. 7, ilustrującego zależność  $g_{r+100} = f(\% N_2)$  dla obu badanych stali. Widać z niego, że dla zawartości azotu w atmosferze  $H_2 - N_2$  mieszczących się w przedziale 5 – 26%  $N_2$ , jest to, praktycznie rzecz biorąc, zależność liniowa. Widać też, że przy tych samych warunkach procesu, w stali 38HMJ uzyskuje się grubsze warstwy azotowane niż w stali WCL.

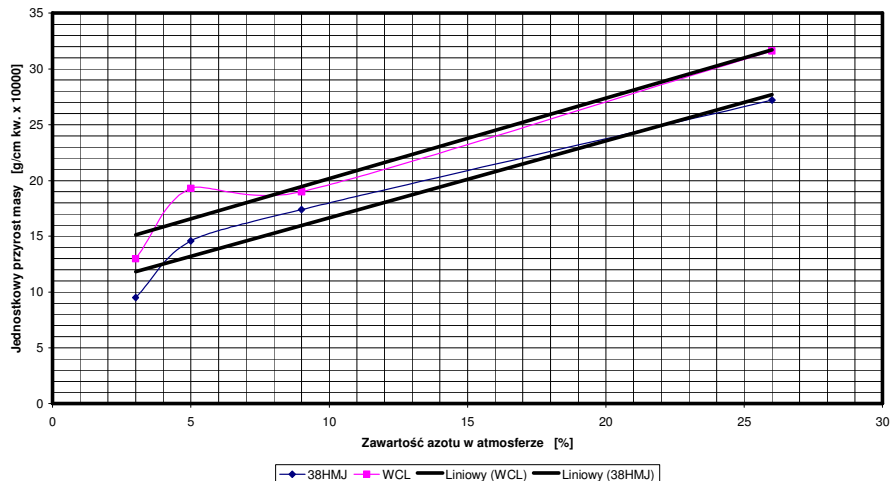
Tablica V

Umowne grubości warstw azotowanych jonowo w stalach 38HMJ i WCL w zależności od zawartości azotu w atmosferze  $H_2 - N_2$

Zawartość azotu w atmosferze [% $N_2$ ]	$g_{r+100}$ – umowna grubość warstwy azotowanej [mm] w stali	
	38HMJ	WCL
3	0,2	0,174
5	0,265	0,19
9	0,28	0,205
26	0,35	0,26



Rys. 7. Umowna grubość warstwy  $g(r+100)$  w zależności od zawartości azotu w atmosferze



Rys. 8. Linie trendu naniesione na wykres zależności jednostkowego przyrostu masy od zawartości azotu w atmosferze

### 2.3. Praktyczne znaczenie $J\Delta m$

Interesujące jest porównanie wykresu na rys. 7 z przedstawionymi na rys. 8 krzywymi zależności  $J\Delta m = f(\% N_2)$ , które wykreślono na podstawie wyników pomiarów zebranych w tab. II. Na krzywe te nałożono proste trendu, które, jak widać, są niemal równoległe i nie odbiegają znacząco od przebiegu tych zależności. Rys. 7 i 8 utwierdzają we wcześniejszym mniemaniu [4], że możliwe jest wnioskowanie o grubości warstwy azotowanej na podstawie znajomości  $J\Delta m$  wyznaczonego w podobnych warunkach procesu azotowania jonowego. W oparciu o te rysunki, dla warunków opisanych doświadczeń, można zbudować prosty wykres zależności  $g_{r+100} = f(J\Delta m)$ , umożliwiający orientacyjne określenie grubości warstwy azotowanej na podstawie znajomości jednostkowego przyrostu masy próbki obrabianej z danym wsadem.

### 3. Wnioski

1. Zmieniając zawartość azotu w atmosferze  $H_2 - N_2$  w komorze roboczej urządzenia do azotowania jonowego JO-NIMP 900/500 w zakresie od 3 do 26% przy azotowaniu stali 38HMJ i WCL stwierdzono, że wraz ze zwiększaniem udziału  $N_2$  rośnie grubość warstwy azotowanej.

2. Można przyjąć, że dla obu badanych stali zależności umownej grubości warstwy azotowanej od zawartości azotu w atmosferze w przedziale od 5 do 26%  $N_2$  są liniowe.
3. W wyniku azotowania jonowego w temperaturze  $550\text{ }^\circ\text{C}$  przez 9 h w atmosferze  $H_2 - N_2$ , w której udział azotu wynosi 3%, w stali 38HMJ otrzymuje się utwardzoną warstwę o grubości 0,2 mm, a w stali WCL – 0,17 mm; przy zawartości 26% azotu w atmosferze, uzyskuje się warstwy azotowane o grubości, odpowiednio, 0,35 mm i 0,26 mm.
4. Na podstawie znajomości jednostkowego przyrostu masy próbki obrabianej cieplno-chemicznie z wsadem można orientacyjnie określić grubość warstwy azotowanej.

### Literatura

1. PN-EN 10085:2003. Stale do azotowania. Warunki techniczne dostawy.
2. PN-EN ISO 4957:2004. Stal narzędziowa.
3. PN-82/H-04550. Obróbka cieplno-chemiczna. Warstwy azotowane. Badania.
4. Sz. Głowacki, W. Majchrzak, A. Majchrzak: Praktyczna metoda wyznaczania grubości warstwy azotowanej. Obróbka Plastyczna Metali 2004 nr 2 s. 15 – 25.

*Pracę zrealizowano w ramach działalności statutowej finansowanej przez Komitet Badań Naukowych:*

*Praca BC 901 61 000 – Wpływ proporcji dozowanych gazów na budowę warstwy azotowanej jonowo w urządzeniu JONIMP 900/500*

## **DEPENDENCE OF ION NITRIDED CASE THICKNESS UPON PROPORTION OF NITRIDING ATMOSPHERE CONSTITUENTS**

### **Abstract**

The effect of nitrogen percentage in  $H_2 - N_2$  nitriding gas mixture on a thickness of ion nitrided case in two grades of steel marked 38HMJ and WCL was investigated. Case thickness was determined on the base of results of HK0.1 hardness distribution measurement on a cross-section of nitrided sample. The diagram of dependence of conventional case thickness upon nitrogen contents in nitriding atmosphere is presented.

**Key words:** ion nitriding, nitriding atmosphere, constituents proportions, nitrided case, HK0.1 hardness distribution, conventional case thickness