

Prof. dr hab. inż. Leopold BERKOWSKI, dr inż. Jacek BOROWSKI  
Instytut Obróbki Plastycznej, Poznań

# Wpływ struktury na skutki azotowania chromowych stali ledeburytycznych

## Część VIII. Badanie cech użytkowych materiałów narzędziowych

### *The influence of structure on the results of the nitriding of ledeburitic chromium steels*

#### *Part VIII. Investigation of utilization properties of tool materials*

#### **Streszczenie**

Artykuł jest publikacją omawiającą wyniki badań wpływu obróbki plastycznej powierzchniowej na skutki azotowania stali narzędziowej NC11LV. W artykule podano wyniki badań odporności stali na ścieranie prowadzone za pomocą testera T-05 oraz na papierach ściernych. Badania wykazały, że wpływ nagniatania na skutki azotowania zależy od struktury osnowy zahartowanego materiału. Największą odporność na ścieranie wykazywały próbki o strukturze martenzytycznej, nagniatane i azotowane w temperaturze 400 °C, a więc zawierające cienką warstwę dyfuzyjną. Azotowanie próbek zahartowanych z wyższej temperatury, a więc o austenitycznej osnowie, po nagniataniu i azotowaniu, nie wykazywały wzrostu odporności na ścieranie.

#### **Abstract**

*The paper discusses the results of investigation of the influence of surface forming on the results of nitriding of NC11LV tool steel. The results of steel abrasion resistance testing performed by means of a T-05 tester and by means of abrasive papers have been stated. The investigation has shown that the influence of burnishing on the effects of nitriding depends on the structure of the hardened material matrix. The best abrasion resistance was that of samples with martensitic structure, burnished and nitrided at 400° C and, consequently, containing a thin diffusion layer. Nitriding of samples hardened from a higher temperature, i.e. with austenitic matrix, has not increased their abrasion resistance after burnishing and nitriding.*

**Słowa kluczowe:** chromowe stale narzędziowe, nagniatanie, azotowanie, zużycie

**Key words:** chromium tool steels, burnishing, nitriding, wear

## 1. WSTĘP

Stale chromowe należą do popularnych materiałów stosowanych na narzędzia do obróbki plastycznej. W ostatnich latach najpopularniejszą w tej grupie stali jest stal NC11LV. Dlatego badania zaprezentowane w cyklu artykułów [1-7] przeprowadzone były na tej właśnie stali. Dużą popularność stal NC11LV zawdzięcza, oprócz dobrych własności mechanicznych i odporności na ścieranie, stosunkowo niskiej cenie. Ponadto, zawarte w niej dodatki stopowe Mo i V sprawiają, że w porównaniu ze stalą NC11, stal ta ma podwyższoną odporność

## 1. INTRODUCTION

*Chromium steels are popular materials used for metal forming. In recent years, NC11LV steel is the most popular one in that group of steels. That is why the investigations presented in the cycle of papers [1-7] have been performed on that steel grade. The popularity of NC11LV steel is due to its relatively low price in addition to good mechanical properties and abrasion resistance. Furthermore, the alloy additives, Mo and V, contained in it result in that this steel has a higher resistance to the tempering action of temperature.*

na odpuszczające działanie temperatury. Podwyższona odpuszczalność powoduje, że stal NC11LV, w pewnych przypadkach, może być zamiennikiem dla kosztownych stali szybko tnących i umożliwia stosowanie azotowania w obniżonej temperaturze.

W badaniach realizowanych w ramach grantu KBN nr 1012/T08C/96/11 pt. „Podstawy technologii narzędzi z wykorzystaniem dyfuzji azotu w odkształconych, wysokochromowych stalach ledeburtycznych” stworzono podstawy do projektowania złożonego procesu technologicznego produkcji narzędzi, obejmującego obróbkę cieplną, odkształcenie plastyczne i azotowanie jonowe. Podczas badań oceniono materiał, który po zahartowaniu z różnej temperatury wykazywał skrajne, różne struktury osnowy (martenzyt z małą zawartością austenitu szczytkowego oraz austenit ze śladowym udziałem fazy  $\alpha$ ). Ocena skutków nagniatania próbek o takiej strukturze wykazała, że austenityczna osnowa próbki silnie się umacnia; do tego stopnia, że jej twardość po odkształceniu przekracza twardość stali hartowanej. Badania wykazały ponadto, że struktury stali NC11LV, zwłaszcza austenit są bardzo trwałe, a umocnienie zgniotowe próbek zostaje w znacznym stopniu zachowane, nawet po czterogodzinnym odpuszczaniu w temperaturze 480 °C [4]. Wykazano ponadto, że azotowanie jonowe próbek w temperaturze 440 °C nie likwiduje skutków umocnienia, lecz dodatkowo polepsza właściwości warstwy wierzchniej stali.

Istotnego znaczenia nabierają badania obejmujące ocenę wpływu odkształcania na tworzenie się warstwy dyfuzyjnej w próbkach o różnej strukturze osnowy. W pracy [8] przedstawiono wyniki badań porównawczych skutków azotowania gazowego próbek o takiej strukturze. Oceniono zmiany strukturalne zachodzące podczas azotowania oraz jego skutki. Podobnie jak w przypadku azotowania jonowego, wykazano wzrost twardości i wzrost odporności na zużycie cieńszych warstw dyfuzyjnych.

Celem badań opisanych w niniejszej publikacji była ocena odporności na ścieranie azotowanej stali narzędziowej NC11LV, obrabianej wstępnie w różny sposób.

*Due to the higher temperability, the NC11LV steel can, in certain cases, substitute the expensive high-speed steels and enables nitriding to be effected at lower temperature.*

*The investigation performed within project 1012/T08C/96/11, “Basis of tool technology with the use of nitrogen diffusion in deformed high-chromium ledeburitic steels” has created foundations for designing complex technological process of manufacturing tools including heat treatment, plastic deformation and ion nitriding. During the investigation, assessment of the material has been performed. The material, after hardening from various temperatures, has shown extremely different structures of the matrix (martensite with a low content of retained austenite and austenite with a trace of  $\alpha$ -phase). The results of burnishing of samples with such structure have been assessed and it has been found that the austenitic matrix of the sample consolidates to such an extent that its hardness after deformation exceeds that of hardened steel. The investigation has also shown that the structures of NC11LV steel, particularly austenite, are very stable and the strain hardening of the samples is to a large extent maintained, even after four hour’ tempering at 480°C [4]. It has also been shown that ion nitriding of the samples at 440°C does not remove the results of consolidation but additionally improves the properties of the steel surface layer.*

*Investigations comprising the assessment of the influence of deformation on formation of a diffusion layer in samples with various matrix structures have significant importance. Paper [8] presents the results of comparative investigation of gas nitriding of samples with such structure. Structural changes taking place during nitriding, as well as its results, have been evaluated. As in the case of ion nitriding, an increase of hardness, increase of abrasion resistance of the diffusion layers have been shown.*

*The objective of the investigation described in the present paper was the assessment of abrasion resistance of NC11LV tool steel initially processed in various ways.*

W badaniach odporności na zużycie cierne zastosowano dwa sposoby oceny: za pomocą testera T-05 oraz badania na papierach ściernych. Dodatkowo oceniono możliwości kształtowania objętościowego wyrobów, próbek zahartowanych na austenit.

Ocena cech użytkowych stali NC11LV obejmowała doświadczenia wykonane w ramach pracy [8] oraz w ramach projektu [10]. Pierwsze dotyczą skutków azotowania gazowego, drugie – azotowania jonowego próbek odkształconych plastycznie, powierzchniowo. W obydwu przypadkach zastosowano tę samą metodykę badań zużycia i odporności stali NC11LV na ścieranie.

## 2. MATERIAŁ I METODYKA BADAŃ

Materiałem badanym była stal narzędziowa NC11LV o następującym składzie chemicznym, w procentach:

C-1,65; Cr-11,9; Si-0,27; Mn-0,30;  
P-0,029; S-0,025; Mo-0,9; V-0,71.

Próbki wykonane z tej stali austenitizowano w temperaturze 1020 i 1150 °C w ciągu 10 minut, i hartowano w oleju, co gwarantowało otrzymanie pseudodwufazowej struktury. Po odpowiednim przygotowaniu powierzchni, próbki azotowano w warunkach opisanych w punktach 3.1 i 3.2. Badania odporności na ścieranie przeprowadzono za pomocą testera T-05 oraz na papierach ściernych, mierząc ubytek masy próbek.

### 2.1. Badanie zużycia z pomocą testera T-05

Badanie odporności na zużycie próbek azotowanych przeprowadzono za pomocą testera T-05, którego schemat pokazano na rys. 1. Zastosowano próbki o wymiarach 16x10x6,35 mm i przeciwpróbki w postaci obrobionych cieplnie pierścieni średnicy 35 mm. Próbkę prowadzono w ciągu dwóch godzin, przy prędkości 3,5 obr/s i sile 1500 N. Temperatura oleju smarującego, parafinowego, wynosiła 50 °C.

*The abrasion resistance has been assessed in two ways: by means of the T-05 tester and by examination on abrasive papers. Additionally, the possibilities of solid forming of products (samples hardened to austenite) have been evaluated.*

*The assessment of the utilization features of NC11LV steel included experiments performed within work [8] and within project [10]. The former are relevant to gas nitriding, the latter to ion nitriding of samples with plastically deformed surfaces. In both cases, the same methodology of wear examination and abrasion resistance examination of NC11LV steel has been applied.*

## 2. MATERIAL AND INVESTIGATION METHODOLOGY

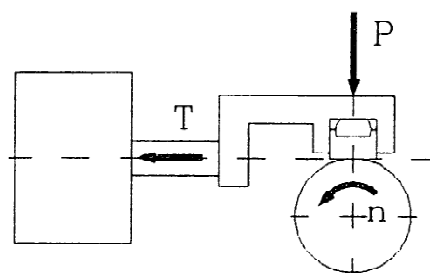
*The material under examination was NV11LV tool steel with the following chemical composition in percent:*

*C-1,65; Cr-11,9; Si-0,27; Mn-0,30; P- 0,029; S-0,025; Mo-0,9; V-0,71.*

*Samples made the above steel were austenitized at 1020 and 1150°C for 10 minutes and hardened in oil, which provided a pseudo-duplex phase structure. After an adequate preparation of the surface, the samples were nitrided in the conditions described under items 3.1 and 3.2. The abrasion resistance was examined performed by means of the T-05 tester and on abrasive papers, measuring the loss of the sample mass.*

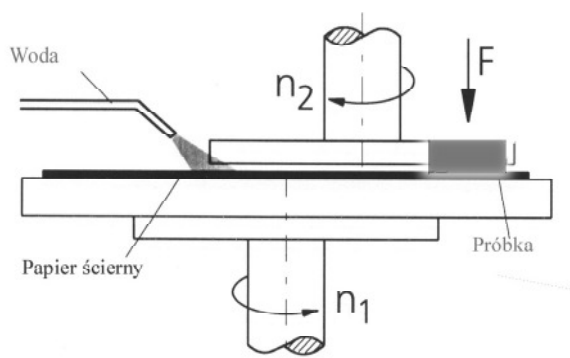
### 2.1. Wear examination with the use of the T-05 tester

*Wear resistance of the nitrided samples was examined by means of the T-05 tester, a diagram of which is shown in fig. 1. Samples with the dimensions of 16x10x6.35 mm and counter-samples in the form of heat treated rings with the diameter of 35 mm were used. The test was carried on for two hours with the speed of 3.5 revolutions per second and the force of 1500 N. The temperature of the lubricating oil (paraffin) was 50 °C.*



Rys. 1. Schemat działania testera T-05

Fig. 1. T-05 tester functioning diagram



Rys. 2. Schemat badania zużycia na papierach ściernych

Fig. 2. Diagram of wear testing on abrasive papers

## 2.2. Badanie zużycia na papierach ściernych

Badanie odporności na zużycie przeprowadzono na takich samych próbkach jak na testerze T-05, na papierach ściernych firmy HERMES, o ziarnistości 240. Próby przeprowadzono w wodzie w czasie 6 minut. Zastosowano prędkość obrotową 80 obr/min i siłę docisku próbki 1,5 N. Badania przeprowadzono umieszczając próbkę w głowicy rotacyjnej, na szlifierko-polerce (rys. 2).

## 3. WYNIKI BADAŃ

Podstawową cechą użytkową stali narzędziowych, zwłaszcza chromowych typu ledeburitycznego, jest przede wszystkim odporność na zużycie ściernie. Cecha ta jest szczególnie ważna w przypadku stali narzędziowych nagniatanych i poddanych azotowaniu. Cienka warstwa ulepszona tymi metodami wymagała specjalnych metod badawczych.

## 2.2. Wear examination on abrasive papers

Examination of the wear resistance was performed on the same samples as in the case of the T-05 tester; the grain coarseness of the abrasive papers made by HERMES was 240. Tests were performed in water for 6 minutes. The speed applied was 80 rpm and the force was 1.5 N. The test was effected with the sample fixed in a rotation head of a grinding and polishing machine (fig. 2).

## 3. INVESTIGATION RESULTS

The essential utilization feature of tool steels, particularly ledeburitic type chromium ones, is resistance to abrasive wear. The feature is especially important in the cases of burnished and nitrided steels. The thin layer improved by those methods required special testing methods.

Wyniki badań obejmowały ocenę właściwości warstwy wierzchniej azotowanej stali NC11LV, zahartowanej w ten sposób by uzyskać dwie, wyraźnie różniące się struktury osnowy: martenzyt z niewielką ilością austenitu szczytkowego oraz austenit ze śladowym udziałem  $\alpha$ -Fe. Zastosowano dwa sposoby azotowania:

- azotowanie gazowe w piecu z regulowaną atmosferą, oraz
- azotowanie jonowe w piecu typu IONIMP.

Próbki azotowane jonowo były przedtem nagniatane. Obróbka plastyczna, powierzchniowa próbek polegała na nagniataniu strumieniowym. Podczas obróbki cieplnej tych próbek zastosowano różną temperaturę odpuszczania; próbki zahartowane na martenzyt odpuszczano w temperaturze 200 °C, próbki o austenitycznej osnowie odpuszczano wysoko, w temperaturze 600 °C.

### 3.1. Badanie skutków azotowania gazowego

Azotowanie gazowe przeprowadzono w piecu komorowym z regulowaną atmosferą w temperaturze 440, 480 i 520 °C, zachowując stały potencjał azotu na powierzchni. Czas azotowania wynosił 2, 4, 8, 16 i 32 godziny. W toku badań, oprócz badania zużycia ściernego oceniano zmiany strukturalne, wzrost twardości oraz udział zawartości azotu z pomocą mikroanalizy rentgenowskiej.

#### 3.1.1. Badania strukturalne

Na rys. 3 pokazano struktury warstwy dyfuzyjnej próbek azotowanych w temperaturze 520 °C w ciągu ośmiu godzin. Na mikrografii wyróżnić można dwie strefy zawierające azot; jasną strefę azotków oraz strefę przyciemnioną z zanikającymi, w miarę oddalania się od powierzchni, azotkami wydzielonymi w postaci pasemek.

Grubość strefy azotków i strefy azotowania wewnętrznego próbek zahartowanych, o różnej strukturze wyjściowej, azotowanych w różnych warunkach, przedstawiono w tabelicy 1.

*The investigation results included evaluation of the properties of the surface layer of nitrided NC11LV steel, hardened so as to obtain two clearly different structures of the matrix: martensite with a small amount of retained austenite and austenite with traces of  $\alpha$ -Fe. Two ways of nitriding were applied:*

- *Gas nitriding in a furnace with controlled atmosphere*
- *Ion nitriding in a furnace type IONIMP.*

*The ion nitrided samples had been bur-nished prior to nitriding. The surface plastic treatment of the samples consisted in flux bur-nishing. Heat treatment of the samples was effected with the application of various tempering temperatures; the samples hardened to martensite were tempered at 200 °C, the ones with austenitic matrix were tempered at 600 °C.*

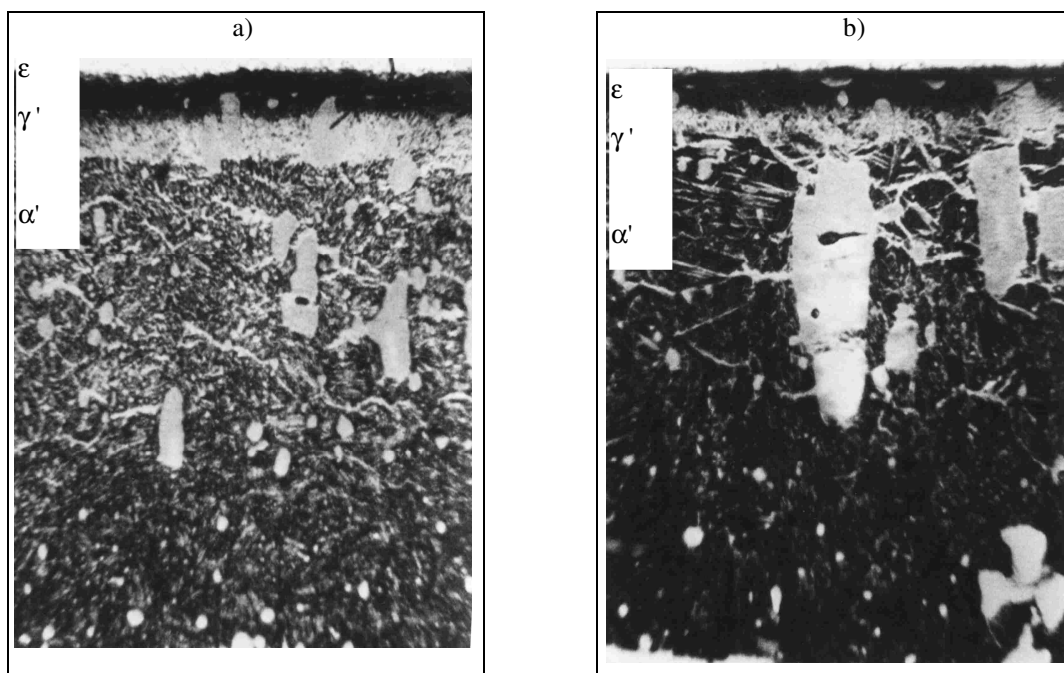
### 3.1. Investigation of gas nitriding results

*Gas nitriding was performed in a chamber furnace with controlled atmosphere at the temperature of 440, 480 and 520 °C, maintaining constant nitrogen potential at the surface. Nitriding time was 2, 4, 8, 16 and 32 hours. In addition to the abrasive wear testing, structural changes, hardness increase and nitrogen content were assessed by means of x-ray microanalysis.*

#### 3.1.1. Structural examinations

*In fig. 3 one can see the structures of the diffusion layer of the samples nitrided at 520 °C for eight hours. In the microphotograph, two zones containing nitrogen can be distinguished: a bright zone of nitrides and a darker one with nitrides precipitated in the form of bands vanishing as the distance from the surface increases.*

*The thickness of the zone of nitrides and the zone of internal nitriding of hardened samples with various initial structure, nitrided in various conditions has been presented in table 1.*



Rys. 3. Struktura warstwy dyfuzyjnej stali NC11LV zahartowanej z temperatury: a) 1020 °C, b) 1150 °C. Próbkki azotowano w temperaturze 520 °C w ciągu 8 godzin (Nital+Oberhofer, pow. 1000x)

Fig. 3. Structure of the diffusion layer of NC11LV steel hardened from the temperatures of: a) 1020 °C, b) 1150 °C. The samples were nitrided at temperature of 520 °C for 8 hours (Nital, magnification 1000x)

Tablica 1. Grubość stref warstwy dyfuzyjnej stali NC11LV zahartowanej z temperatury 1020 °C i 1150 °C i azotowanej w różnych warunkach

Table 1. The thickness of zones of the diffusion layer of NC11LV steel hardened from the temperatures of 1020 and 1150 °C and nitrided in various conditions

Temp. austenitizacji Austenitizing temperature	Czas azotowania Nitriding time	Grubość stref warstwy azotowanej, [μm] The thickness of zones of nitrided layer [μm]								
		440 °C			480 °C			520 °C		
		ε	γ	α	ε	γ	α	ε	γ	α
1020°C	2 h	-	-	-	0,7	1,3	18	1,3	2,7	36
	4 h	0,3	0,7	19	1,2	2	47	2,3	4,7	63
	8 h	0,7	1,3	28	1,8	3,2	55	3,0	6,0	91
	16 h	1,0	2	37	2,5	4,5	93	3,9	8,1	118
	32 h	2,0	4,0	54	4,0	7,0	109	7,0	15	168
1150°C	2 h	-	-	-	-	-	-	1,5	2,5	20
	4 h	-	-	-	0,9	1,1	18	2,6	4,4	43
	8 h	0,8	1,2	3,0	1,8	2,2	36	3,3	5,7	61
	16 h	1,2	1,9	7,0	4,0	5,0	41	4,1	6,9	109
	32 h	1,5	2,5	26	44,0	5,0	91	7,0	15	118

Grubości stref określono podczas obserwacji mikroskopowej. Z tabeli wynika, że grubość warstwy azotowanej, zarówno w strefie azotków, jak w strefie azotowania wewnętrznego, rośnie ze wzrostem temperatury i czasu azotowania. Z porównania odpowiednich grubości stref azotowania wewnętrznego wynika ponadto, że dyfuzja azotu w austenicie przebiega nieco wolniej niż w martenzycie. Natomiast grubość strefy azotków po obróbce cieplnochemicznej w jednakowych warunkach (dla takich struktur) prawie nie ulega zmianie.

Mikroanaliza rentgenowska wykazała, że wyższa temperatura austenitowania spowodowała rozpuszczenie niektórych węglików i nasycenie osnowy pierwiastkami stopowymi, co utrudnia dyfuzję azotu, zwiększając jego stężenie w warstwie. Potwierdzają to wyniki pomiaru twardości próbek o różnej strukturze wyjściowej, azotowanych w temperaturze 520 °C. Z rysunku 4 wynika, że w próbce austenitowanej w niższej temperaturze, o martenzytycznej osnowie, warstwa dyfuzyjna jest grubsza, a zmiana twardości, w miarę oddalania się do powierzchni – łagodniejsza, aniżeli w przypadku próbki zahartowanej z wyższej temperatury.

### 3.1.2. Badania odporności na ścieranie

Skutki azotowania gazowego oceniano za pomocą testera T-05 oraz papierów ściernych metodami opisanymi w poprzednim rozdziale, a dokładniej w pracach [8] i [9]. Do badań zużycia wybrano próbki azotowane w ciągu 8 i 32 godzin. Wyniki badań przedstawiono na rysunkach 5 i 6.

Z rysunku 5 wynika, że największe zużycie stwierdzono na próbkach azotowanych w najniższej temperaturze, a więc na próbkach, które nie wykazały obecności twardych azotków w warstwie wierzchniej. Dotyczy to zwłaszcza próbek azotowanych w krótszym czasie, w czasie 8 godzin. W tych wypadkach wytarcie sięgało niekiedy poza warstwę dyfuzyjną, a rozrzuty wyników badań były znaczne. Wyniki badań zużycia próbek azotowanych w wyższej temperaturze były zbliżone. Najmniejszą głębokość wytarcia wykazywały próbki o martenzytycznej osnowie, azotowane w temperaturze 520 °C w czasie 8 godzin.

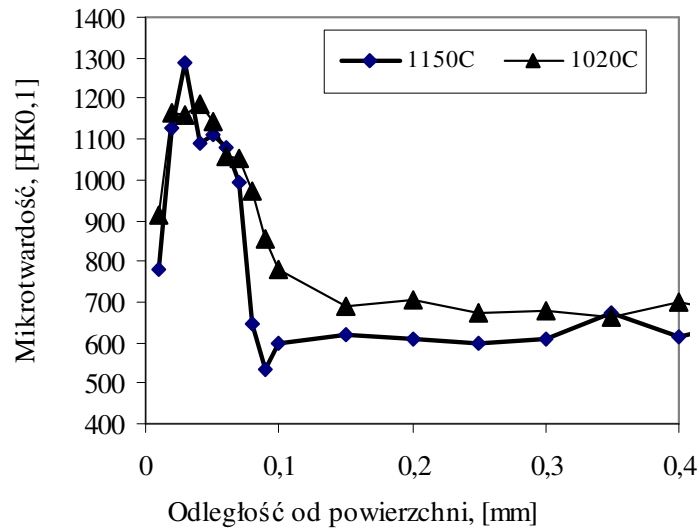
*The thickness of the zones has been determined in microscopic inspection. It can be seen in the table that the thickness of the nitrated layer, both in the zone of nitrides and in that of internal nitriding, grows with the increase of temperature and time of nitriding. Comparison of the adequate internal nitriding zones shows, too, that nitrogen diffusion in austenite is slower than in martensite. On the other hand, the thickness of the zone of nitrides after thermochemical treatment in equal conditions (for such structures) almost does not change.*

*X-ray microanalysis has shown that higher temperature of austenitizing has caused solving of some carbides and impregnation of the matrix with alloy elements, which makes nitrogen diffusion difficult resulting in its higher concentration in the layer. This is confirmed by the results of hardness measurement of samples with various initial structures nitrated at 520 °C. Figure 4 shows that, in the sample austenitized at a lower temperature, with martensitic matrix, the diffusion layer is thicker and the hardness change with the increase of the distance from the surface is not so rapid as in the case of the sample hardened from higher temperature.*

### 3.1.2. Investigation of abrasion resistance

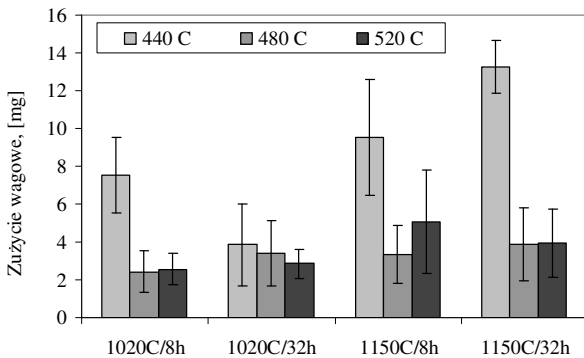
*The effects of gas nitriding were evaluated by means of the T-05 tester and abrasive papers by the methods described in the previous section and, in a more detailed way, in works [8] and [9]. For the wear examination, samples nitrated for 8 and 32 hours were selected. Examination results can be seen in figures 5 and 6.*

*It can be seen from figure 5 that the highest wear has been found on the samples nitrated at the lowest temperature, i.e. the ones which had not shown the presence of hard nitrides in the surface layer. This is particularly relevant to the samples nitrated for a shorter time, for 8 hours. In those cases wear sometimes reached beyond the diffusion layer and the results were significantly scattered. The wear examination results of the samples nitrated at the higher temperature were similar. The smallest depth of wear was that of the samples with martensitic matrix nitrated at 520 °C for 8 hours.*



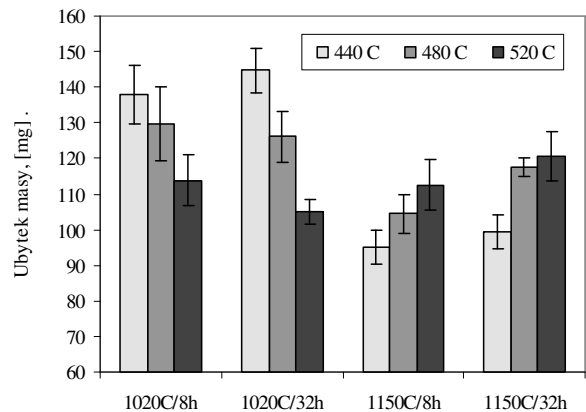
Rys. 4. Rozkłady twardości próbek zahartowanych z temperatury 1020 i 1150 °C i azotowanych gazowo w temperaturze 520 °C w ciągu 8 godzin

Fig. 4. Hardness distribution in the samples hardened from the temperature of 1020 and 1150 °C and gas nitrided at 520 °C for 8 hours



Rys. 5. Porównanie ubytków masy próbek ze stali NC11LV przy ścieraniu za pomocą testera T-05

Fig. 5. Comparison of mass loss in the samples of NC11LV steel when ground by means of the T-05 tester



Rys. 6. Porównanie ubytków masy próbek ze stali NC11LV przy badaniu zużycia na papierach ściernych

Fig. 6. Comparison of the mass loss of NC11LV steel samples in wear examination on abrasive papers

Tendencje zmian wyników badań zużycia na papierach ściernych (rys. 6) odbiegają wyraźnie od wyników przedstawionych na rys 5. Za pomocą testera stwierdzono, że wzrost temperatury azotowania powoduje wzrost odporności na zużycie. Natomiast badania odporności na zużycie na papierach ściernych wykazały, że tendencja zmian ubytku masy zależy od struktury osnowy materiału wyjściowego. Zmiany ubytku masy w próbkach o martenzytycznej osnowie wykazały ponadto proporcjonalny wzrost odporności na ścieranie ze wzrostem temperatury azotowania.

The tendencies of the changes of wear investigation results on abrasive papers (fig. 6) differ clearly from the results presented in fig. 5. It has been found by means of the tester that wear resistance grows with the increase of nitriding temperature. On the other hand, wear resistance investigation on abrasive papers has shown that the tendency of mass loss changes depends on the structure of the initial material matrix.



Podobną tendencję stwierdzono w badaniach za pomocą testera T-05. Natomiast zmiany ubytku masy próbek o austenitycznej osnowie miały odwrotną tendencję. Największą odporność na zużycie cierne wykazały próbki zahartowane z wyższej temperatury i azotowane w najniższej temperaturze w krótkim czasie, a więc zawierające cienką warstwę dyfuzyjną.

### 3.2. Badanie skutków azotowania jonowego

Próbki azotowano jonowo w piecu typu JONIMP produkcji krajowej w temperaturze 400, 440 i 480 °C, stosując jednakowy czas azotowania 10 godzin. Temperatura azotowania była niższa od dotychczas stosowanej w obróbce cieplno-chemicznej stali narzędziowych. Powodem była mniejsza odporność na odpuszczające działanie temperatury badanej stali, w porównaniu do stali szybkotnących.

Wyniki badań za pomocą testera T-05 podano w tablicy 2 oraz pokazano na rysunku 7. Badano próbki azotowane w temperaturze najniższej, 400 °C. Z badań wynika, że azotowanie jonowe w najniższej temperaturze wpływa korzystnie na odporność na ścieranie, w przypadku próbek o martenzytycznej strukturze osnowy, tylko nagniatanych. W przypadku próbek zahartowanych z wyższej temperatury nagniatanych i nienagniatanych, wzrost odporności próbek nagniatanych był większy.

Badania odporności na ścieranie za pomocą papierów ściernych prowadzono na próbkach azotowanych w pełnym zakresie temperatury. Wyniki tych badań przedstawiono w tablicy 3 oraz na rysunkach 8 i 9. Z tablicy wynika, że najlepsze efekty uzyskano – podobnie jak w próbach za pomocą testera T-05 - na próbkach zahartowanych z temperatury 1020 °C, azotowanych po nagniataniu w temperaturze najniższej, 400 °C. W przypadku próbek zahartowanych z temperatury 1150 °C nagniatanie przed azotowaniem nie miało większego znaczenia. Najmniejsze zużycie wykazywały próbki tylko nagniatane.

*The changes of the mass loss in the samples with martensitic matrix have shown a proportional growth of abrasion resistance with the increase of nitriding temperature. A similar tendency has been found in examinations by means of the T-05 tester. An opposite tendency of mass loss changes has been found in the samples with austenitic matrix. The highest abrasion wear resistance was that of samples hardened from a higher temperature and nitrided at the lowest temperature for the shortest time, i.e. containing a thin diffusion layer.*

### 3.2. Investigation of ion nitriding results

*The samples were ion nitrided in a JONIMP type furnace, made in Poland, at 400, 440 and 480 °C applying the same nitriding time of 10 hours. The nitriding temperature was lower than that so far applied in thermochemical treatment of tool steels. The reason was lower resistance of the steel under investigation to the tempering action of the temperature as compared to that of high-speed steels.*

*The results of examination by means of the T-05 tester can be found in table 2 and in fig. 7. Samples nitrided at the lowest temperature (400 °C) were examined. The examination indicates that ion nitriding at the lowest temperature advantageously influences abrasion resistance of samples with martensitic matrix structure, burnished only. In the case of samples hardened from a higher temperature, burnished and not burnished, the resistance increase of the burnished samples was larger.*

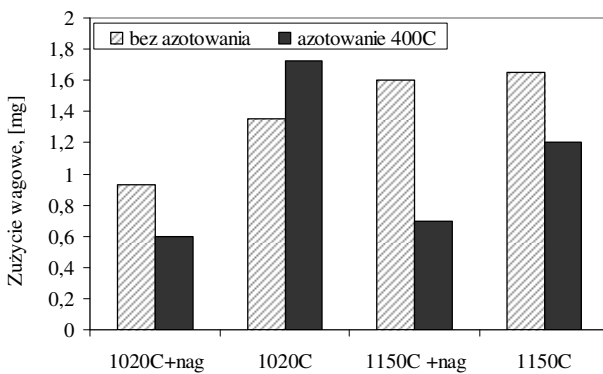
*Abrasion resistance examination by means of abrasive papers has been performed on samples nitrided in the full temperature range. The results of the examination can be seen in table 3 and in figures 8 and 9. The table shows that the best effects were obtained on the samples hardened from the temperature of 1020 °C, nitrided after burnishing at 400 °C. In the case of samples hardened from 1150 °C, burnishing prior to nitriding had no significant meaning.*

Tablica 2. Wyniki badania odporności na ścieranie za pomocą testera T-05  
 Table 2. Results of abrasion resistance examination by means of the T-05 tester

	Ubytek masy [mg] Mass loss [mg]			
	Temperatura austenitzowania, [°C] Austenitizing temperature [°C]			
	1020		1150	
Temperatura odpuszczania Tempering temperature	Obróbka nagniataniem strumieniowym Burnishing			
	tak/yes	nie/no	tak/yes	nie/no
bez without	-	-	1,60	-
200°C	0,93	1,35	-	-
600°C	-	-	-	1,65
Azotowanie jonowe Ion nitriding 400°C	0,60	1,73	0,70	1,20

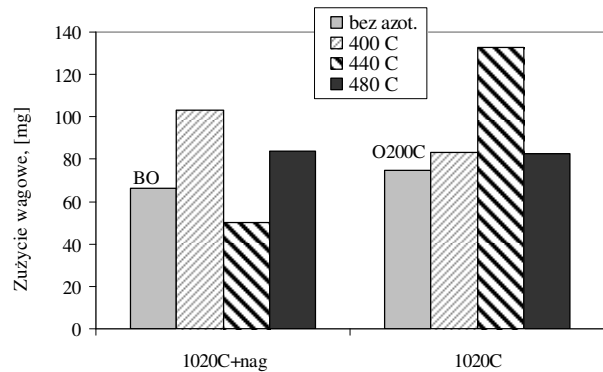
Tablica 3. Wyniki badania odporności na ścieranie na papierach ściernych. Ubytek masy w mg  
 Table 3. Results of wear resistance examination on abrasive papers. Mass loss in mg

	Ubytek masy [mg] Mass loss [mg]			
	Temperatura austenitzowania, [°C] Austenitizing temperature [°C]			
	1020		1150	
Temperatura odpuszczania Tempering temperature [°C]	Obróbka nagniataniem strumieniowym Burnishing			
	tak/yes	nie/no	tak/yes	nie/no
bez without	66,5	-	64,9	-
200	-	74,7	-	-
600	-	-		109,7
Temperatura azotowania jonowego Ion nitriding temperature [°C]				
400	49,9	132,6	74,2	66,6
440	103,4	83,0	79,9	72,3
480	84,1	82,5	87,5	75,9



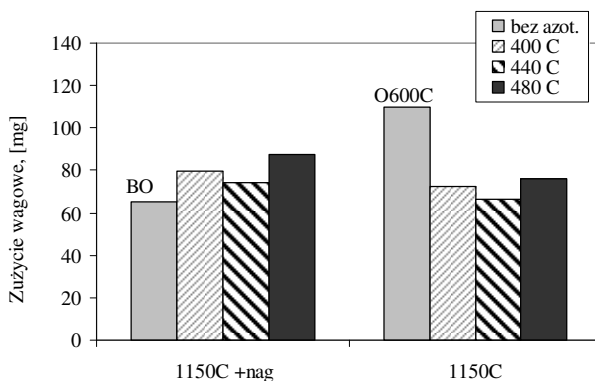
Rys. 7. Wpływ obróbki cieplnej i azotowania jonowego na zużycie stali NC11LV ocenione z pomocą testera T-05: n – nagniatanie

Fig. 7. The influence of heat treatment and ion nitriding on the wear of NC11LV steel evaluated by means of the T-05 tester: n – burnishing



Rys. 8. Wpływ obróbki cieplnej, nagniatania i azotowania jonowego na zużycie próbek ze stali oceniane metodą ścierania na papierach ściernych. Próbki zahartowane z temperatury 1020 °C; BO – bez odpuszczania, nagniatane, O200C – odpuszczone w temperaturze 200 °C (obróbka tradycyjna), azotowane w temperaturze 400, 440, i 480 °C

Fig. 8. The influence of heat treatment, burnishing and ion nitriding on the wear of steel samples evaluated by the method of abrasive papers. Samples hardened from the temperature of 1020 °C; BO – without tempering, burnished, O200C – after tempering at 200 °C (traditional treatment), nitrided at 400, 440 and 480 °C



Rys. 9. Wpływ obróbki cieplnej, nagniatania i azotowania jonowego na zużycie stali NC11LV oceniane metodą ścierania na papierach ściernych. Próbki zahartowane z temperatury 1150 °C; BO – bez odpuszczania, nagniatane, O600C – odpuszczone w temperaturze 600 °C, azotowane w temperaturze 400, 440 i 480 °C

Fig. 9. The influence of heat treatment, burnishing and ion nitriding on the wear of NC11LV steel evaluated by the method of abrasive papers. Samples hardened from 1150 °C; BO – without tempering, burnished, O600C – tempered at 600 °C, nitrided at 400, 440 and 480 °C

Wpływ skutków nagniatania przed azotowaniem na zużycie ściernie zależy od struktury badanej stali. Stal o strukturze martenzytycznej, zahartowana z temperatury 1020 °C, wykazała najmniejsze zużycie po nagniataniu i azotowaniu w temperaturze 400 °C (rys. 8) – podobnie, jak w przypadku badania testerem T-05 (rys. 7). Azotowanie w wyższej temperaturze likwiduje prawdopodobnie skutki tego procesu. W porównaniu do tradycyjnej technologii (hartowanie na martenzyt i odpuszczanie w temperaturze 200 °C) azotowanie nie poprawiło sytuacji. Zużycie próbek azotowanych było większe aniżeli próbek zahartowanych i tylko nagniatanych.

The influence of the effects of burnishing prior to nitriding on the abrasion wear depends on the structure of the steel under investigation. Steel with martensitic structure, hardened from 1020 °C has shown the smallest wear after burnishing and nitriding at 400 °C (fig. 8), like in the case of examination by the T-05 tester (fig. 7). Nitriding at a higher temperature probably nullifies the effects of that process. Compared to the traditional technology (hardening to martensite and tempering at 200 °C), nitriding has not improved the situation. The wear of the nitrided samples was larger than that of the ones subjected to hardening and burnishing alone.

W przypadku próbek o austenitycznej strukturze osnowy najlepszą odporność na ścieranie miały próbki bez odpuszczania, nagniatane, a najgorszą próbki zahartowane i odpuszczone w temperaturze 600 °C. Nagniatanie próbek przed azotowaniem nie spowodowało korzystnych zmian w tym zakresie, a raczej pogorszenie odporności na ścieranie. Podobnie dobrą odporność na ścieranie miały próbki nagniatane i azotowane w temperaturze 400 °C.

Z badań odporności na zużycie ściernie, przeprowadzone różnymi metodami wynika, że najskuteczniejszą z badanych technologią jest nagniatanie stali NC11LV o martenzytycznej osnowie i dodatkowo azotowanej jonowo oraz po hartowaniu z wysokiej temperatury i po nagniataniu.

#### 4. PODSUMOWANIE I WNIOSKI

Badania obejmujące ocenę wpływu odkształcenia plastycznego na skutki azotowania wykazały korzystne, zależne od struktury, właściwości obrabianej cieplnie stali NC11LV. Ledeburytyczna stal chromowa o podwyższonej zawartości V i Mo, z uwagi na jej odporność na odpuszczające działanie temperatury, może z powodzeniem zastąpić kosztowne stale szybko tnące, a dodatkowe zabiegi nagniatania i azotowania mogą korzystnie wpłynąć na trwałość niektórych grup narzędzi do obróbki plastycznej.

Stworzono pewne podstawy do projektowania złożonych procesów technologicznych narzędzi.

Narzędzia do obróbki plastycznej, zwłaszcza objętościowej, zużywają się na skutek:

- odkształcenia trwałego – kiedy siły działające na narzędzie są zbyt duże, a granica plastyczności znajduje się poniżej naprężenia wywołanego działaniem sił nacisku,
- wykruszania – spowodowanego zmęczeniowym działaniem naprężeń, także przy udziale wad materiałowych (np. mikropeknięć i segregacji węglików), oraz
- ścierania – jako wyniku działania twardych cząstek w obszarze styku powierzchni trących, powstałych w wyniku ścinania umocnionych wierzchołków chropowatości i tworzenia się narostów.

*In the case of the samples with austenitic matrix structure, the ones without tempering, burnished, had the best abrasion resistance while the worst was that of the samples hardened and tempered at 600 °C. Burnishing of the samples prior to nitriding has not brought advantageous changes in that scope, but rather deterioration of the abrasion resistance. Similarly good abrasion resistance was that of the samples burnished and nitrided at 400 °C.*

*The examinations of the abrasion wear resistance, performed by various methods indicate that the most effective of the technologies under investigation is burnishing of NC11LV steel with martensitic matrix, as well ion nitriding of it and hardening from high temperature and burnishing.*

#### 4. SUMMARY AND CONCLUSIONS

*The investigation including the evaluation of plastic deformation on the effects of nitriding has shown advantageous, structure dependent, properties of heat treated NC11LV steel. Ledeburitic chromium steel with higher V and Mo content, due to its resistance of the tempering effect of temperature, can successfully replace the expensive high-speed steels and additional operations of burnishing and nitriding can advantageously influence the life of certain groups of metal forming tools.*

*Certain basis for designing complex technological processes of tools have been created. Metal forming tools, especially the solid forming ones are worn due to:*

- *Permanent deformation – when the forces acting on the tool are too large and the yield point is below the stress caused by the pressing forces,*
- *Spalling – due to the fatigue effect of stresses, also as result of material defects (e.g. micro-cracks and carbide segregation),*
- *Abrasion – as a result of the action of hard particles, formed due to shearing of consolidated roughness tops in the contact area of friction faces and formation of accretions.*

Cechy użytkowe materiałów na narzędzia do obróbki plastycznej są więc trudne do oceny. Dlatego należałoby je badać w toku prób eksploatacyjnych przy uruchamianiu produkcji nowych wyrobów oraz przy zastosowaniu wielu parametrów obróbki. Jest to mało realne.

Mając na uwadze specyfikę technologii kształtowania plastycznego wyrobów założono, że jedną z dominujących cech użytkowych materiałów na narzędzia do objętościowej obróbki plastycznej jest odporność na zużycie ściernie. Zastosowano dwie metody badań: za pomocą testera T-05 i na papierach ściernych, prowadzonych przy wybranych parametrach.

Przeprowadzone badania wykazały:

1) Parametry warstwy azotowanej, jej grubość w strefie azotków i w strefie azotowania wewnętrznego, zależą od struktury osnowy zahartowanego materiału.

Dyfuzja azotu w austenicie przebiega nieco wolniej niż w martenzycie, natomiast grubość strefy azotków po obróbce cieplnochemicznej w jednakowych warunkach jest zbliżona.

2) Podwyższenie temperatury austenitizowania powoduje rozpuszczenie niektórych węglików i nasycenie osnowy pierwiastkami stopowymi, co utrudnia dyfuzję azotu i hamuje wzrost grubości warstwy azotowanej.

3) Badania odporności na ścieranie warstw azotowanych wykazały, że:

- wzrost temperatury azotowania gazowego powoduje podwyższenie odporności na ścieranie próbek o martenzytycznej osnowie,
- w przypadku azotowania jonowego najmniejsze zużycie wykazały próbki zahartowane na martenzyt, nagniatane i azotowane w temperaturze 400 °C,
- wartość ubytku masy w próbach ścierania zależy od struktury osnowy materiału wyjściowego.

Badania wykazały także pewne niedoskonałości badań laboratoryjnych odporności na zużycie ściernie materiałów narzędziowych. Duża twardość i ograniczone możliwości dokładnego modelowania procesu technologicznego obróbki plastycznej powodują, że wyniki przeprowadzonych badań mają charakter szacunkowy, obarczony błędem.

*Consequently, the utilization features of metal forming tool materials are, therefore, difficult to assess. Therefore, they should be investigated in the course of performance tests when launching manufacture of new products, with the application of many process parameters. This is hardly realistic.*

*Considering the specific features of plastic forming of products, it has been assumed that abrasive wear resistance is one of the dominating features of materials for solid forming tools. Two examination methods have been applied: by means of the T-05 tester and on abrasive papers; the examinations were performed with selected parameters.*

*The investigation performed has shown the following:*

*1) The parameters of the nitrided layer, its thickness in the nitride zone and in the internal nitriding zone, depend on the structure of the hardened material matrix. Nitrogen diffusion in austenite is slightly slower than in martensite; the thickness of the nitride zone after thermochemical treatment in the same conditions is similar.*

*2) Austenitizing temperature rise results in solving of some carbides and impregnation of the matrix with alloy elements, which inhibits the diffusion of nitrogen and the growth of the nitrided layer thickness.*

*3) Examination of abrasion resistance of the nitrided layers have shown the following:*

- *increase of the gas nitriding temperature results in an increase of the abrasion resistance of the samples with martensitic matrix,*
- *in the case of ion nitriding, the smallest wear was shown by the samples hardened to martensite, burnished and nitrided at the temperature of 400 °C ,*
- *the value of mass loss in abrasion tests depends on the structure of the initial material matrix*

*The investigation has also shown some imperfection of laboratory tests of abrasion resistance of tool materials. High hardness and limited possibilities of precise modeling of metal forming technological process result in that the results of the investigation performed have an estimation character, not free*

Wskazują na to odmienne tendencje zmian właściwości próbek z austenityczną strukturą osnowy, ocenione różnymi metodami. Przedstawione w publikacjach [1-8] pozytywne wyniki badań powinny podlegać praktycznej weryfikacji, w warunkach produkcyjnych.

Badania zrealizowano w ramach projektów nr 1012 T08C 96 11 - „Podstawy technologii narzędzi z wykorzystaniem dyfuzji azotu w odkształconych, wysokochromowych stalach ledeburytycznych” i nr 7 T08C 001 19 - „Wpływ stanu strukturalnego hartowanej stali NC11LV na skutki krótkookresowego azotowania”, finansowanych przez Komitet Badań Naukowych.

*from error. This is indicated by the different tendencies of changes of samples with austenitic matrix, evaluated by various methods. The positive investigation results presented in publications [1–8] should undergo practical verification in production conditions.*

*The investigations have been realized within projects no. 1012 T08C 96 11 - “Basis of tool technology with the use of nitrogen diffusion in deformed high-chromium ledeburitic steels” and no. 7 TT08C 001 19 - “The influence of the structural state of hardened NC11LV steel on the results of short time nitriding”, financed by the Committee of Scientific Research.*

## LITERATURA/REFERENCES

- [1] Berkowski L.: Wpływ struktury na skutki azotowania chromowych stali ledeburytycznych. Część I: Informacje o materiale badań. Obróbka Plastyczna Metali 2005 t. 16 nr 5 s. 5-15, 12 rys. 2 tab. bibliogr. 26 poz.
- [2] Berkowski L., Borowski J.: Wpływ struktury na skutki azotowania chromowych stali ledeburytycznych. Część II: Warunki obróbki cieplnej stali NC10. Obróbka Plastyczna Metali 2007 t. 18 nr 1 s. 23-33, 13 rys. 4 tab. bibliogr. 9 poz.
- [3] Berkowski L., Borowski J.: Wpływ struktury na skutki azotowania chromowych stali ledeburytycznych. Część III: Warunki obróbki cieplnej stali NC11LV. Obróbka Plastyczna Metali 2007 t. 18 nr 3 s. 23-33, 15 rys. 4 tab. bibliogr. 6 poz.
- [4] Berkowski L., Wierszyłowski I.: Wpływ struktury na skutki azotowania chromowych stali ledeburytycznych. Część IV: Dylatometryczne badania stabilności struktury stali NC11LV. Obróbka Plastyczna Metali 2007 t. 18 nr 4 s. 38-42, 7 rys. bibliogr. 3 poz.
- [5] Berkowski L., Borowski J., Rybak Z., Stefko A.: Wpływ struktury na skutki azotowania chromowych stali ledeburytycznych. Część V: Odkształceniowe umacnianie warstwy wierzchniej hartowanej stali NC11LV. Obróbka Plastyczna Metali. 2008 t. 19 nr 2 s. 45-51, 7 rys. bibliogr. 8 poz.
- [6] Berkowski L., Borowski J., Rybak Z.: Wpływ struktury na skutki azotowania chromowych stali ledeburytycznych. Część VI: Azotowanie jonowe stali NC11LV nagniatanej po zahartowaniu na martenzyt. Obróbka Plastyczna Metali 2009 t. 20 nr 1 s. 3-14, 17 rys. bibliogr. 6 poz.
- [7] Berkowski L., Borowski J., Rybak Z.: Wpływ struktury na skutki azotowania chromowych stali ledeburytycznych. Część VII: Azotowanie jonowe stali NC11LV nagniatanej po zahartowaniu z wysokiej temperatury, na austenit. Obróbka Plastyczna Metali 2009 t. 20 nr 3 s. 37-50, 20 rys. bibliogr. 8 poz.
- [8] Borowski J.: Wpływ stanu strukturalnego hartowanej stali NC11LV na skutki krótkookresowego azotowania. (Praca doktorska) Praca KBN 7 T08C 001 19. Poznań 2002, s. 95, 82 rys., 16 tab., bibliogr. 92 poz.
- [9] Berkowski L., Borowski J.: Wpływ stanu strukturalnego stali chromowej stosowanej na narzędzia do obróbki plastycznej na skutki azotowania gazowego. Obróbka Plastyczna Metali 2008 t. 13 nr 3 s. 5-15, 14 rys. 2 tab. bibliogr. 5 poz.
- [10] Berkowski L. (i in.): Podstawy technologii wytwarzania narzędzi z wykorzystaniem dyfuzji azotu w odkształconych, wysokochromowych stalach ledeburytycznych. Praca KBN nr 1012 T08C 96 11. Poznań 1999, s. 78, 91 rys. 14 tab.