

Dr inż. Beata PACHUTKO

Instytut Obróbki Plastycznej, Poznań

Dr hab. inż. Leszek MAŁDZIŃSKI, prof. nadzw. PP

Politechnika Poznańska, Instytut Maszyn Roboczych i Pojazdów Samochodowych, Poznań

Ocena grubości warstw azotowanych na stalach 38HMJ i WCL za pomocą przyrządów Wirotest

Thickness evaluation of nitrided layers on 38HMJ and WCL steels by means of the Wirotest device

Streszczenie

W artykule przedstawiono wyniki badań grubości strefy azotków żelaza γ' i strefy wydzieleniowej α oraz stref $\gamma'+\alpha$ stali 38HMJ stosowanej na wysoko obciążone części maszyn i WCL stosowanej na narzędzia do obróbki plastycznej na gorąco po azotowaniu gazowym. W badaniach zastosowano przyrząd Wirotest 302 z czujnikiem o częstotliwości 1 MHz oraz Wirotest 03 z czujnikiem o częstotliwości 3,4 kHz. Grubość warstwy azotowanej oceniono na podstawie profili mikrotwardości. Stale azotowano dwustopniowo. Wykazano, że ocena grubości strefy fazy γ' przy częstotliwości 1 MHz jest dość dokładna. W celu zwiększenia dokładności pomiaru należy zwiększyć częstotliwości prądu magnesującego zwłaszcza, gdy strefa azotków γ' jest mniejsza od 3 μm . Zależność wskazań przyrządów wiropądowych zarówno w odniesieniu do grubości strefy γ' , jak i grubości efektywnej warstwy azotowanej opisują funkcje wielomianowe drugiego stopnia.

Abstract

The paper presents the results of examination of the thickness of the zone of iron nitrides, γ' and the nitrided layer, α , and $\gamma'+\alpha$ of the 38HMJ steel used for highly loaded machine parts, as well as of the WCL steel used for tools for hot metal forming after gas nitriding. The device used in the examination was Wirotest 302 with 1 MHz frequency sensor and Wirotest 03 with 3.4 kHz frequency sensor. The nitrided layer thickness has been assessed basing on the microhardness profiles. The steels have been nitrided in two stages. It has been determined that the assessment of the γ' phase thickness is sufficiently accurate at the frequency of 1 MHz. In order to improve the accuracy, the frequency of the magnetizing current should be increased, particularly when the zone of γ' nitrides is smaller than 3 μm . The relationship of the indications of the eddy current devices is described by a quadratic polynomial function.

Słowa kluczowe: azotowanie gazowe, warstwa azotowana, strefa azotków żelaza, prądy wirowe

Key words: gas nitriding, nitrided layer, zone of iron nitrides, eddy currents

1. WPROWADZENIE

W artykule zaprezentowano wyniki badań, które są kontynuacją badań prowadzonych wcześniej - nad oceną grubości warstw azotowanych gazowo za pomocą nieniszczącej metody z wykorzystaniem prądów wirowych. Badaniom poddano stale 38HMJ i WCL, powszechnie stosowane w przemyśle maszynowym.

1. INTRODUCTION

The article presents the results of investigation performed in continuation of an earlier one dealing with the assessment of the thickness of gas nitrided layers with the use of the non destructive method by means of eddy currents. The steels under examination were 38HMJ and WCL commonly used in machine industry.

Badane warstwy składały się ze strefy azotków żelaza $\varepsilon+\gamma'$ przy powierzchni i strefy wydzieleniowej α pod strefą azotków, miały więc budowę trójstrefową $\varepsilon+\gamma'+\alpha$. W badaniach stosowano częstotliwość prądu magnesującego 0,5 MHz, która okazała się wystarczająca do oceny stref faz $\varepsilon+\gamma'$ o grubości większej od ok. 6 μm [1, 2].

W artykule opisano również wyniki badań warstwy azotowanej zawierającej strefę azotowania wewnętrznego α , bez strefy azotków żelaza oraz składające się ze strefy azotku żelaza γ' i strefy wydzieleniowej α . Warstwy o takiej budowie uzyskuje się najczęściej w dwustopniowych procesach regulowanego azotowania gazowego w warunkach przemysłowych [3÷5]. Podobnie, jak we wcześniejszych pracach, stosowano stale 38HMJ (41CrAlMo7-10 wg PN-EN 10085) i WCL (X37CrMoV5-1 wg PN-EN ISO 4957). Stale azotowano gazowo po ulepszeniu cieplnym.

Ocenę grubości efektywnej stref fazy γ' przeprowadzono za pomocą przyrządu Wirotest 302 (konstrukcji Instytutu Mechaniki Precyzyjnej w Warszawie). Zastosowano czujnik stykowy o częstotliwości prądu magnesowania 1 MHz.

2. BADANY MATERIAŁ, OBRÓBKA CIEPLNA I CIEPLNO-CHEMICZNA ORAZ METODYKA BADAŃ

Badany materiał stanowiły stale 38HMJ i WCL, których skład chemiczny był zgodny z wymaganiami norm PN-EN 10085:2003 i PN-EN ISO 4957:2004.

Wykonano następujące próbki:

- walcowe o wymiarach ϕ 28×16 mm ze stali 38HMJ oraz ϕ 29×15 mm ze stali 38HMJ do badań za pomocą prądów wirowych,
- prostopadłościennie o wymiarach 9×14×16 mm ze stali 38HMJ oraz 10×15×15 mm ze stali WCL do badań mikroskopowych stref faz γ' i α .

The examined layers consisted of iron nitride zone, $\varepsilon+\gamma'$ at the surface and secretion zone under the nitride zone, hence they had the structure of $\varepsilon+\gamma'+\alpha$. The magnetizing current frequency used in the examination was 0.5 MHz, which appeared to be sufficient for the zones of phases $\varepsilon+\gamma'$ with the thickness larger than about 6 μm [1, 2].

The paper also describes the results of examination of a nitrided layer containing a zone of internal nitriding, α , without the iron nitride zone and ones consisting of an iron nitride zone, γ' , and a diffusion zone, α . Layers of such structure are obtained in two-stage processes of controlled gas nitriding in industrial conditions [3÷5]. As in the former works, 38HMJ (41CrAlMo7-10 according to the standard PN-EN 10085) and WCL (X37CrMoV5-1 according to the standard PN-EN ISO 4957) steels were used. The steels have been nitrided after toughening.

The assessment of the thickness of γ' zone has been performed by means of the Wirotest 302 device (designed by the Institute of Precision Engineering in Warsaw). It was used a contact sensor with the magnetizing current frequency of 1MHz.

2. INVESTIGATION MATERIAL, HEAT TREATMENT, THERMOCHEMICAL TREATMENT AND INVESTIGATION METHODOLOGY

The material under investigation were steels 38HMJ (41CrAlMo7-10) and WCL (X37CrMoV5-1) with chemical compositions in accordance with the requirements of standards PN-EN 10085:2003 and PN-EN ISO 4957:2004.

The following samples have been made:

- cylindrical ones dimensioned Φ 28x16 mm of the 38HMJ steel and Φ 29x15 mm of 38HMJ steel for examination by means of eddy currents,
- cuboid ones dimensioned 9x14x16 mm of the 38HMJ steel and 10x15x15 mm of the WCL steel for microscopic examination of γ' and α phase zones.

Obróbka cieplna

Ulepszenie cieplne badanych stali wykonano zgodnie z wytycznymi ww. norm. Twardość stali 38HMJ i WCL wyniosła odpowiednio: 37 HRC i 54 HRC.

Obróbka cieplno-chemiczna

Warunki procesów dwustopniowego azotowania gazowego:

- atmosfera: mieszanina amoniaku i dysocjowanego amoniaku,

Pierwszy proces – wytworzenie warstwy o budowie α

- I stopień - temperatura azotowania 490 °C, potencjał azotowy $N_p = 7,3 \text{ atm}^{-0,5}$, czas azotowania 1 h,
- II stopień - temperatura azotowania 550 °C, potencjał azotowy $N_p = 0,23 \text{ atm}^{-0,5}$, czas azotowania: 2, 4, 10 i 24 h.

Drugi proces – wytworzenie warstwy o budowie $\gamma+\alpha$

- I stopień - temperatura azotowania 490 °C, potencjał azotowy $N_p = 7,3 \text{ atm}^{-0,5}$, czas azotowania 1 h,
- II stopień - temperatura azotowania 550 °C, potencjał azotowy $N_p = 1,0 \text{ atm}^{-0,5}$, czas azotowania: 2, 4, 9,5 i 24 h.

W pracy wykorzystano następujące techniki i metody badawcze:

- mikroskopię świetlną do wyznaczenia grubości strefy fazy γ' . Pomiary grubości wykonano na trawionych nitaliem próbkach ze stali 38HMJ i WCL, których strukturę badano za pomocą mikroskopu ECLIPSE L150 (Nikon) wyposażonego w oprogramowanie do analizy obrazu NIS Elements AR,
- wyznaczenie grubości efektywnej warstwy azotowanej na podstawie badania rozkładów twardości metodą Knoopa przy sile obciążającej 0,98 N (symbol twardości HK 0,1) za pomocą twardościomierza MICROMET 2104 (Wirtz-Bueher), na przekrojach poprzecznych próbek. Zastosowano następujące kryteria: $g_{500 \text{ HK}}$ - oznaczało odległość od powierzchni próbki do miejsca, w którym twardość stali 38HMJ wynosiła 500 HK 0,1,

Heat treatment

The toughening of both examined steels was performed according to above mentioned standards. The hardness of 38HMJ and WCL steels was 37 HRC and 54 HRC accordingly.

Thermochemical treatment

The conditions of the processes of two-stage gas nitriding:

- atmosphere: a mixture of ammonia and dissociated ammonia,

First process – formation of the α diffusion zone

- stage I - nitriding temperature 490 °C, nitriding potential $N_p = 7.3 \text{ atm}^{-0.5}$, nitriding time 1 hour,
- stage II - nitriding temperature 550 °C, nitriding potential, $N_p = 0,23 \text{ atm}^{-0.5}$, nitriding time: 2, 4, 10 and 24 hours.

Second process – formation of the $\gamma+\alpha$ layer

- stage I - nitriding temperature 490 °C, nitriding potential $N_p = 7.3 \text{ atm}^{-0.5}$, nitriding time 1 hour,
- stage II - nitriding temperature 550 °C, nitriding potential, $N_p = 1,0 \text{ atm}^{-0.5}$, nitriding time: 2, 4, 9,5 and 24 hours.

In the investigation work, the following examination methods and techniques have been applied:

- optical microscopy for the determination of the thickness of phase γ' zone. The thickness measurements have been performed on nital etched samples of 38HMJ and WCL steels whose structure has been examined by means of ECLIPSE L150 microscope (Nikon) provided with the software for image analysis, NIS Elements AR,
- determination of the conventional nitrided layer thickness basing on the examination of hardness distribution by the Knoop method with the loading force of 0.98 N (hardness symbol HK 0.1) with the use of MICROMET 2104 hardness tester (Wirtz-Bueher) on the sample cross sections. The following criteria have been applied: $g_{500 \text{ HK}}$ - designated the distance

oraz $g_{750\text{ HK}}$ – jako odległość od powierzchni próbki do miejsca, w którym twardość stali WCL wynosiła 750 HK 0,1,

- badania metodą prądów wirowych za pomocą układów pomiarowych składających się z:
 - przyrządu Wirotest 03 i czujnika stykowego nieekranowanego o polu detekcji o ϕ 8,2 mm, przy częstotliwości prądu magnesowania 3,4 kHz,
 - przyrządu Wirotest 302 i czujnika stykowego nieekranowanego o częstotliwości nominalnej 1,0 MHz i polu detekcji o ϕ 5,5 mm.

3. WYNIKI BADAŃ

Wyniki badań mikroskopowych stali 38HMJ i WCL azotowanych gazowo w dwóch procesach pokazano przykładowo dla najkrótszego i najdłuższego czasu procesu, na rys. 1÷4.

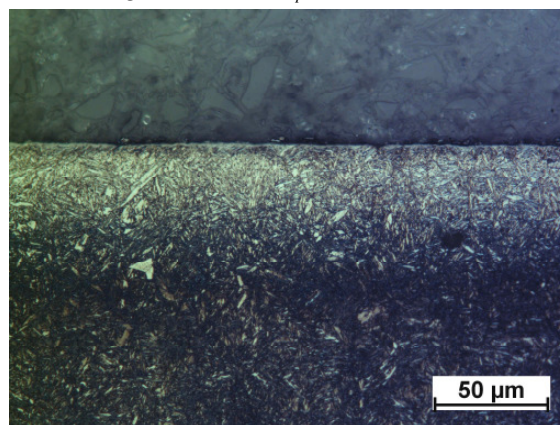
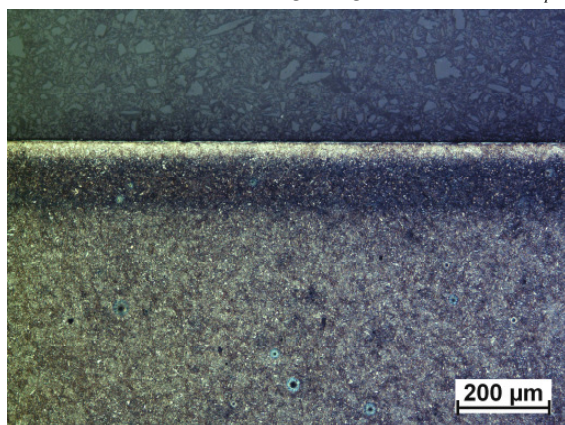
from the sample surface to the point where the 38HMJ steel hardness was 500 HK 0.1; and $g_{750\text{ HK}}$ designated the distance from the sample surface to the point where the WCL steel hardness was 750 HK 0.1,

- *examination by the eddy current method with the use of measurement systems consisting of:*
 - *a Wirotest 03 device and an unscreened contact sensor with the detection field of Φ 8.2 mm with the magnetizing current frequency of 3.4 kHz,*
 - *a Wirotest 302 device and an unscreened contact sensor with the nominal frequency of 1.0 MHz and detection field of Φ 5.5 mm.*

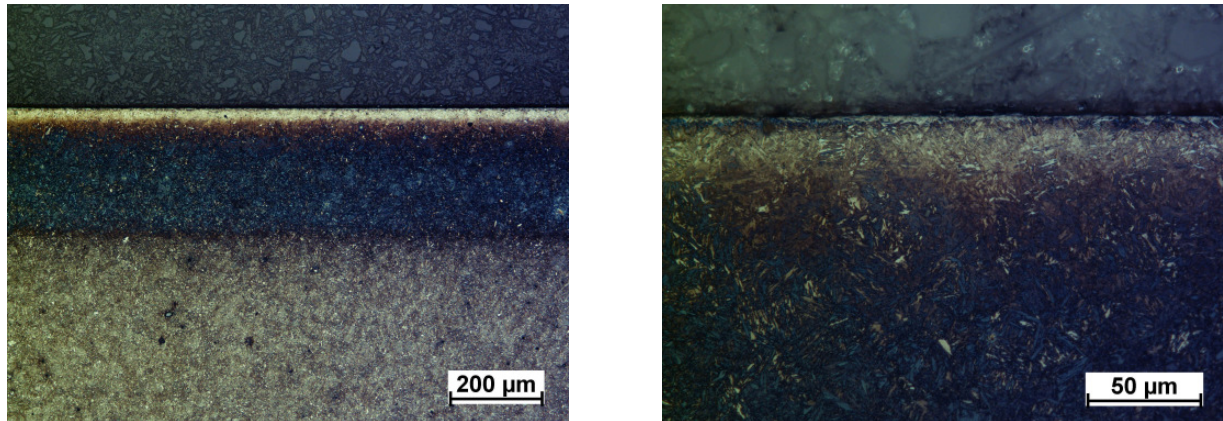
3. INVESTIGATION RESULTS

The results of microscopic examination of the 38HMJ constructional steel and the WCL tool steel, gas nitrided in two variants of the process, can be seen in figs 1÷4.

- a) 38HMJ – azotowano: I st.: 490°C, 1h, $N_p = 7,3 \text{ atm}^{-0,5}$, 1h. II st.: 550 °C, $N_p = 0,23 \text{ atm}^{-0,5}$, 2 h
 a) 38HMJ – nitriding: stage I: 490°C, 1h, $N_p = 7,3 \text{ atm}^{-0,5}$, 1h. Stage II: 550 °C, $N_p = 0,23 \text{ atm}^{-0,5}$, 2 h

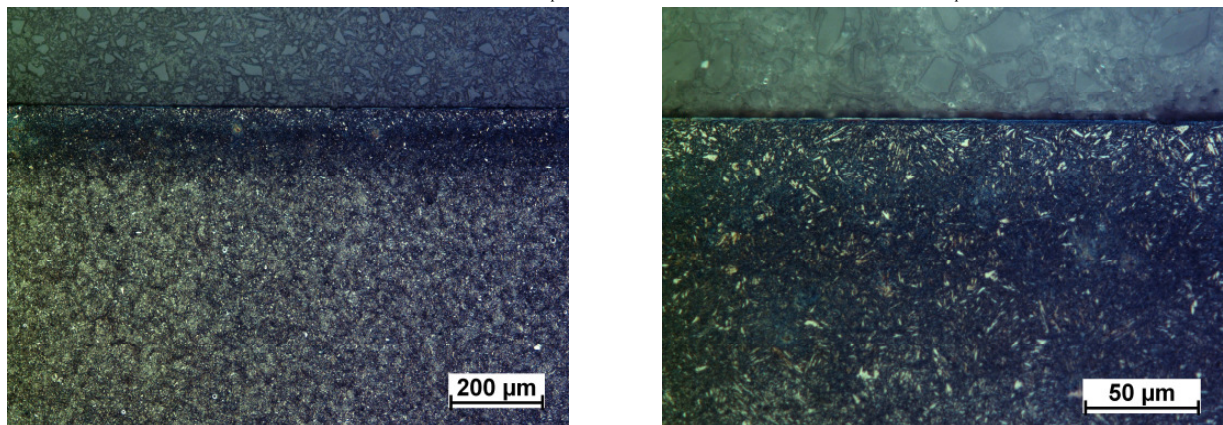


- b) 38HMJ – azotowano: I st.: 490°C, 1h, $N_p = 7,3 \text{ atm}^{-0,5}$, 1h. II st.: 550 °C, $N_p = 0,23 \text{ atm}^{-0,5}$, 24 h
 b) 38HMJ – nitriding: stage I: 490°C, 1h, $N_p = 7,3 \text{ atm}^{-0,5}$, 1h. Stage II: 550 °C, $N_p = 0,23 \text{ atm}^{-0,5}$, 24 h

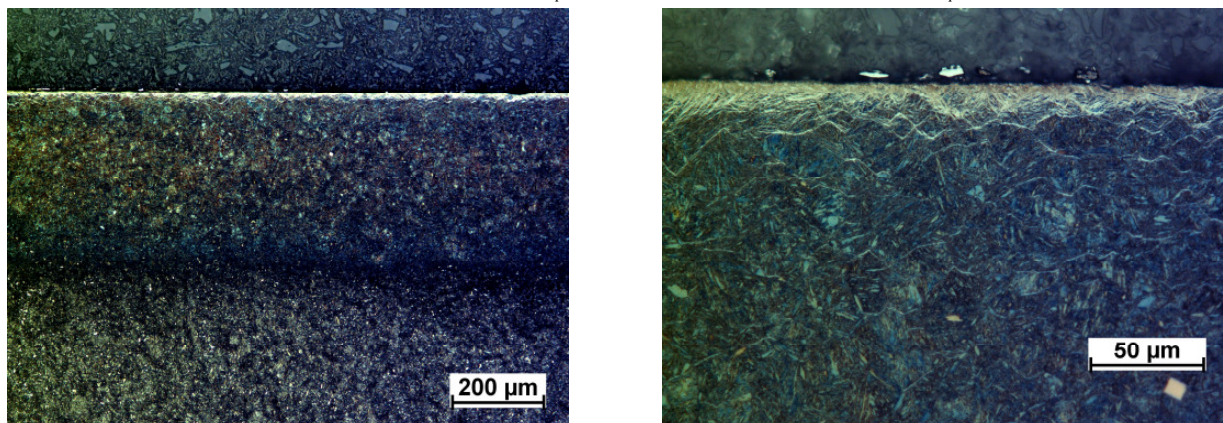


Rys. 1. Wpływ parametrów azotowania gazowego na strukturę i grubość strefy α stali 38HMJ
 Fig. 1. The influence of gas nitriding parameters on the structure and thickness of α zone of the 38HMJ steel

- a) 38HMJ – azotowano: I st.: 490°C, 1h, $N_p = 7,3 \text{ atm}^{-0,5}$, 1h. II st.: 550 °C, $N_p = 1,0 \text{ atm}^{-0,5}$, 2 h
 a) 38HMJ – nitriding: stage I: 490°C, 1h, $N_p = 7,3 \text{ atm}^{-0,5}$, 1h. Stage II: 550 °C, $N_p = 1,0 \text{ atm}^{-0,5}$, 2 h

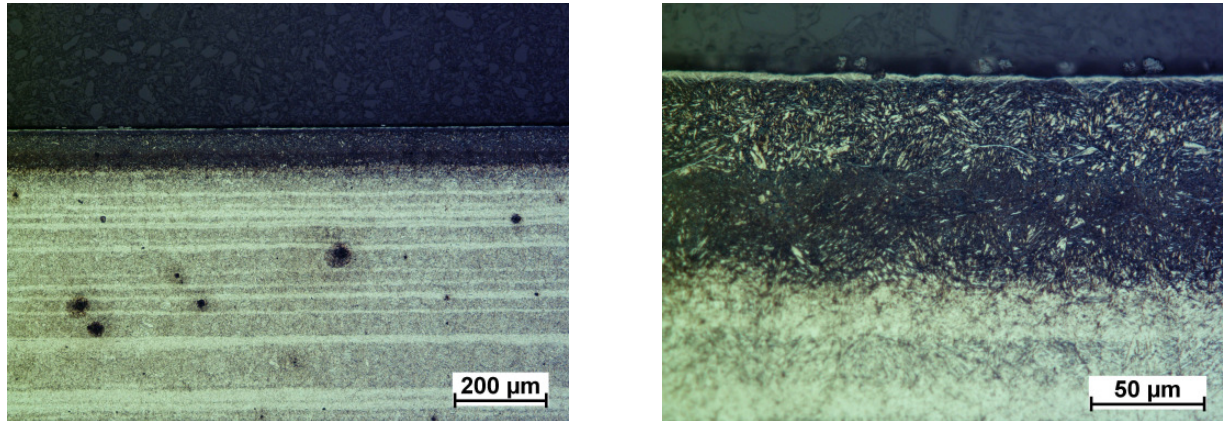


- b) 38HMJ – azotowano: I st.: 490°C, 1h, $N_p = 7,3 \text{ atm}^{-0,5}$, 1h. II st.: 550 °C, $N_p = 1,0 \text{ atm}^{-0,5}$, 24 h
 b) 38HMJ – nitriding: stage I: 490°C, 1h, $N_p = 7,3 \text{ atm}^{-0,5}$, 1h. Stage II: 550 °C, $N_p = 1,0 \text{ atm}^{-0,5}$, 24 h

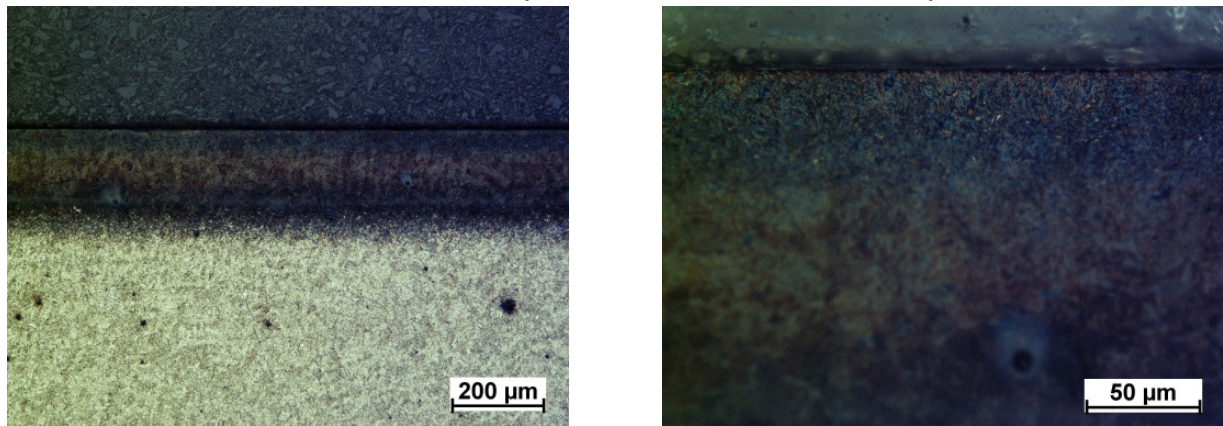


Rys. 2. Wpływ parametrów azotowania gazowego na strukturę i grubość strefy $\gamma'+\alpha$ stali 38HMJ
 Fig. 2. The influence of gas nitriding parameters on the structure and thickness of $\gamma'+\alpha$ zone of the 38HMJ steel

- a) WCL – azotowano: I st.: 490°C, 1h, $N_p = 7,3 \text{ atm}^{-0,5}$, 1h. II st.: 550 °C, $N_p = 0,23 \text{ atm}^{-0,5}$, 2 h
 a) WCL – nitriding: stage I: 490°C, 1h, $N_p = 7,3 \text{ atm}^{-0,5}$, 1h. Stage II: 550 °C, $N_p = 0,23 \text{ atm}^{-0,5}$, 2 h

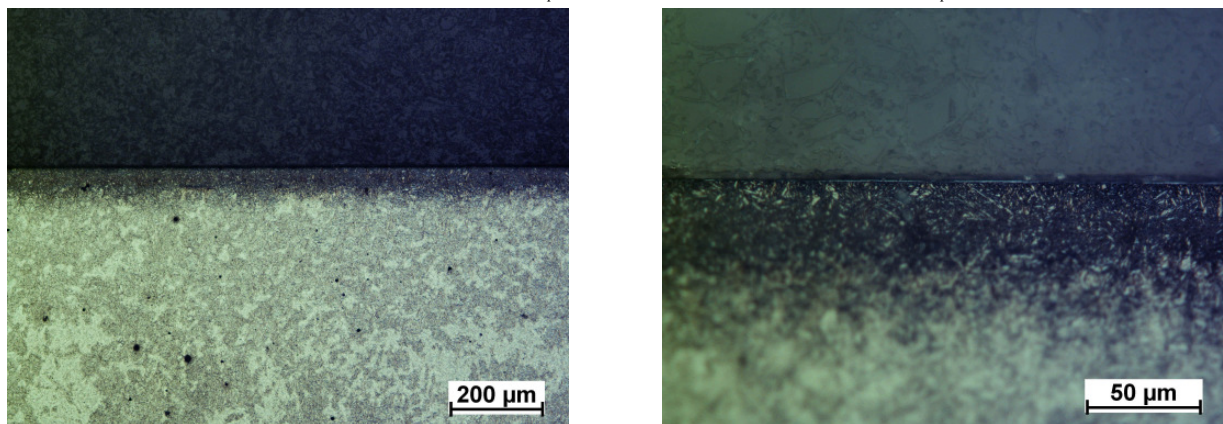


- b) WCL – azotowano: I st.: 490°C, 1h, $N_p = 7,3 \text{ atm}^{-0,5}$, 1h. II st.: 550 °C, $N_p = 0,23 \text{ atm}^{-0,5}$, 24 h
 b) WCL – nitriding: stage I: 490°C, 1h, $N_p = 7,3 \text{ atm}^{-0,5}$, 1h. Stage II: 550 °C, $N_p = 0,23 \text{ atm}^{-0,5}$, 24 h

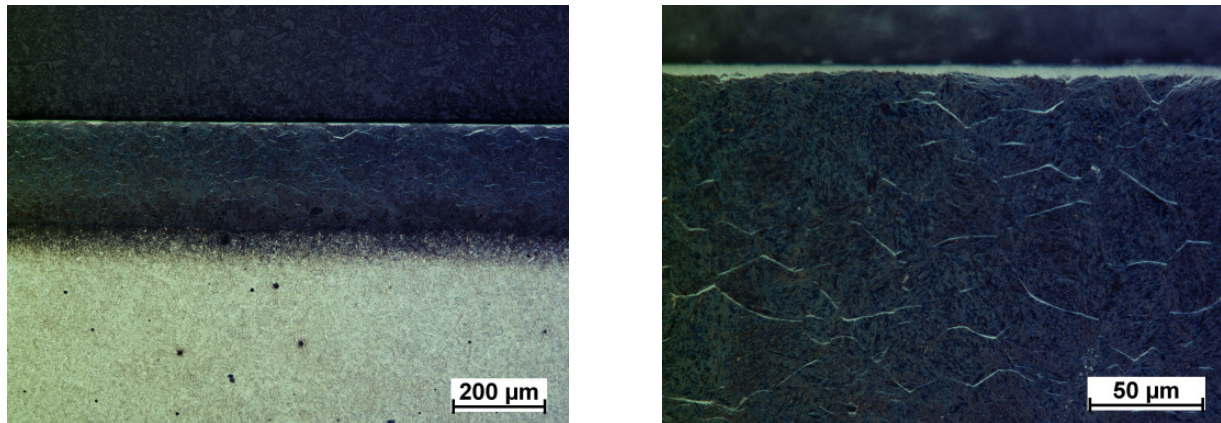


Rys. 3. Wpływ parametrów azotowania gazowego na strukturę i grubość strefy α stali WCL
 Fig. 3. The influence of gas nitriding parameters on the structure and thickness of α zone of the WCL steel

- a) WCL– azotowano: I st.: 490°C, 1h, $N_p = 7,3 \text{ atm}^{-0,5}$, 1h. II st.: 550 °C, $N_p = 1,0 \text{ atm}^{-0,5}$, 2 h
 a) WCL - nitriding: stage I: 490°C, 1h, $N_p = 7,3 \text{ atm}^{-0,5}$, 1h. Stage II: 550 °C, $N_p = 1,0 \text{ atm}^{-0,5}$, 2 h



b) WCL – azotowano: I st.: 490°C, 1h, $N_p=7,3 \text{ atm}^{-0,5}$, 1h. II st.: 550 °C, $N_p=1,0 \text{ atm}^{-0,5}$, 24 h
 b) WCL – nitriding: stage I: 490°C, 1h, $N_p = 7,3 \text{ atm}^{-0,5}$, 1h. Stage II: 550 °C, $N_p = 1,0 \text{ atm}^{-0,5}$, 24 h



Rys. 4. Wpływ parametrów azotowania gazowego na strukturę i grubość strefy $\gamma'+\alpha$ stali WCL

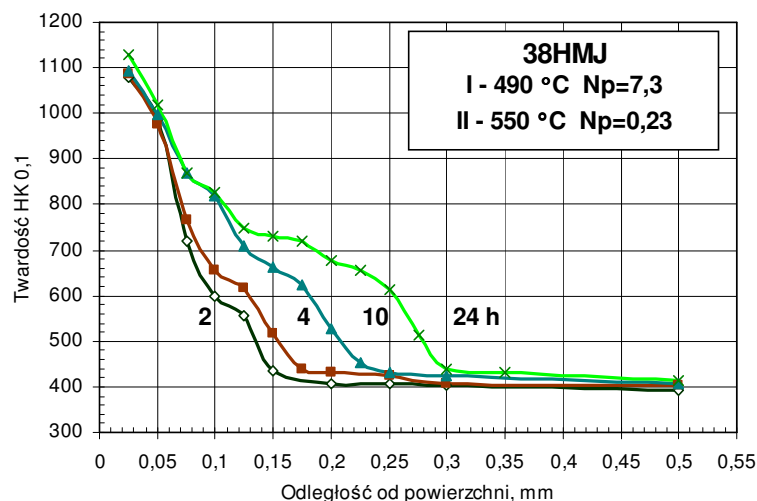
Fig. 4. The influence of gas nitriding parameters on the structure and thickness of zone $\gamma' + \alpha$ of the WCL steel

Rozkłady twardości HK 0,1 na przekrojach poprzecznych stali 38HMJ azotowanej dwustopniowo: I stopień – 490 °C, $N_p = 7,3 \text{ atm}^{-0,5}$, czas 1 h, II stopień – 550 °C, $N_p = 0,23 \text{ atm}^{-0,5}$ lub $N_p = 1,0 \text{ atm}^{-0,5}$ w czasie od 2 do 24 h pokazano na rys. 5 i 6.

Rozkłady twardości HK 0,1 na przekrojach poprzecznych stali WCL azotowanej dwustopniowo: I stopień – 490 °C, $N_p = 7,3 \text{ atm}^{-0,5}$, czas 1 h, II stopień – 550 °C, $N_p = 0,23 \text{ atm}^{-0,5}$ lub $N_p = 1,0 \text{ atm}^{-0,5}$ w czasie od 2 do 24 h pokazano na rys. 7 i 8.

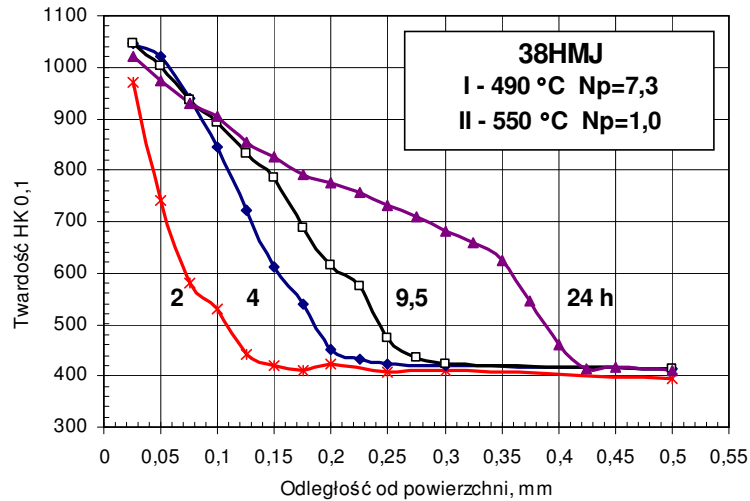
HK 0.1 hardness distributions on the cross sections of the 38HMJ steel nitrided at: I st. – 490 °C, $N_p = 7,3 \text{ atm}^{-0,5}$, 1 h, II st. – 550 °C, $N_p = 0,23 \text{ atm}^{-0,5}$ or $N_p = 1,0 \text{ atm}^{-0,5}$, from 2 up to 24 h, have been shown in figs 5 and 6.

Distributions of HK 0.1 hardness on the cross sections of the WCL steel nitrided at 550 °C I st. – 490 °C, $N_p = 7,3 \text{ atm}^{-0,5}$, 1 h, II st. – 550 °C, $N_p = 0,23 \text{ atm}^{-0,5}$ or $N_p = 1,0 \text{ atm}^{-0,5}$, from 2 up to 24 h, have been shown in figs 7 and 8.



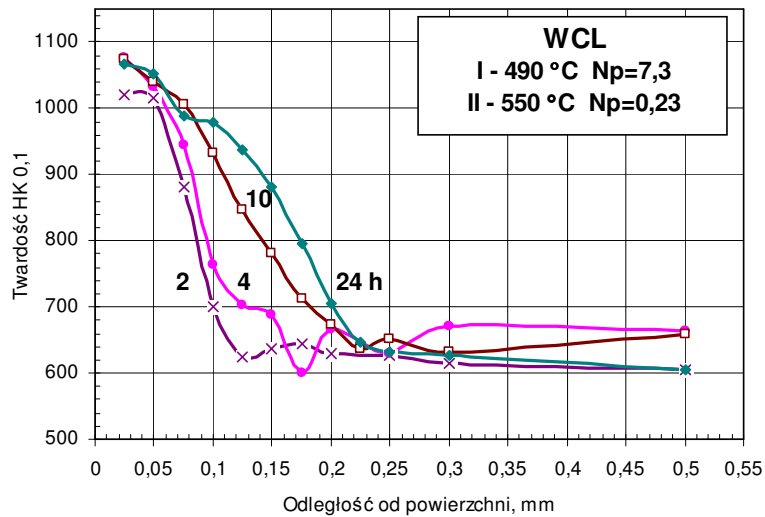
Rys. 5. Wpływ parametrów azotowania (T , N_p i h) na rozkłady twardości HK 0,1 w stali 38HMJ

Fig. 5. The influence of nitriding parameters (T , N_p and h) on the HK 0.1 hardness distributions in the 38HMJ steel



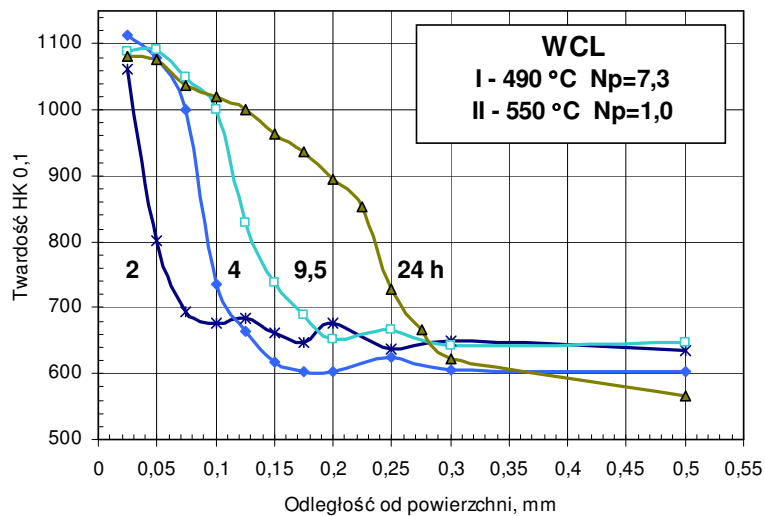
Rys. 6. Wpływ parametrów azotowania (T , N_p i h) na rozkłady twardości HK 0,1 w stali 38HMJ

Fig. 6. The influence of nitriding parameters (T , N_p and h) on the HK 0.1 hardness distributions in the 38HMJ steel



Rys. 7. Wpływ parametrów azotowania (T , N_p i h) na rozkłady twardości HK 0,1 w stali WCL

Fig. 7. The influence of nitriding parameters (T , N_p and h) on the HK 0.1 hardness distributions in the WCL steel



Rys. 8. Wpływ parametrów azotowania (T , N_p i h) na rozkłady twardości HK 0,1 w stali WCL

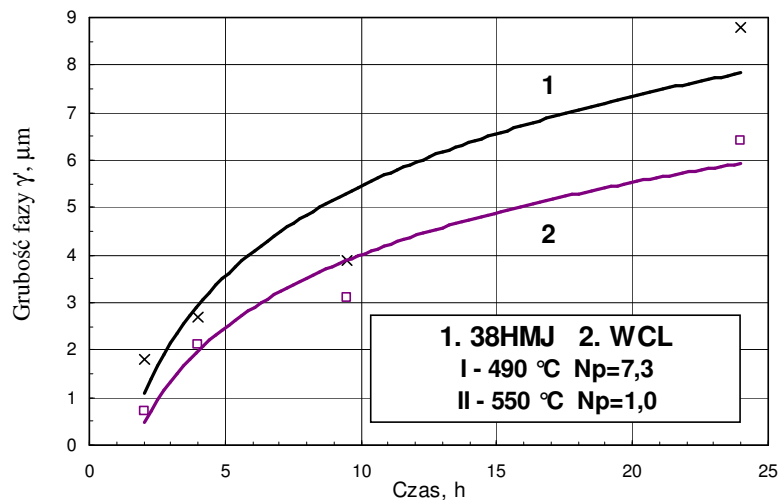
Fig. 8. The influence of nitriding parameters (T , N_p and h) on the HK 0.1 hardness distributions in the WCL steel

Wyniki pomiarów grubości stref γ na badanych stalach, grubości efektywnych warstw azotowanych $g_{500\text{HK}}$ o twardości powyżej 500 HK 0,1 dla stali 38HMJ oraz $g_{750\text{HK}}$ o twardości powyżej 750 HK 0,1 na stali WCL w zależności od parametrów azotowania (T , N_p i h) pokazano na rys. 9÷11.

Wyniki wskazań przyrządu Wirotest 03 w zależności od grubości warstwy azotowanej $g_{500\text{HK}}$ na stali 38 HMJ podano na rys. 12.

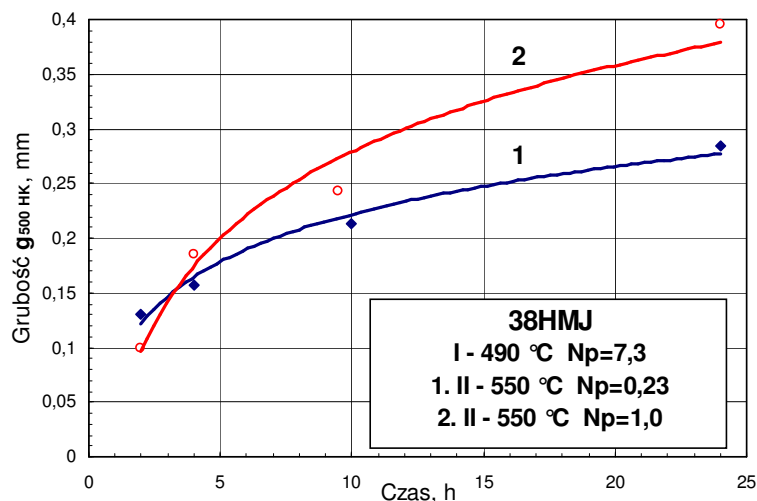
The results of measurements of the thickness of γ' zones, on the steels under investigation, the effective thickness of $g_{500\text{HK}}$ layers with the hardness over 500 HK 0.1 for the 38HMJ steel and $g_{750\text{HK}}$ with the hardness over 750 HK 0.1 for the WCL steel depending on the nitriding parameters (T , N_p and h) have been shown in figs 9÷11.

The Wirotest 03 device indications depending on the thickness of the nitrided layer, $g_{500\text{HK}}$, of the 38HMJ steel have been shown in fig. 12.



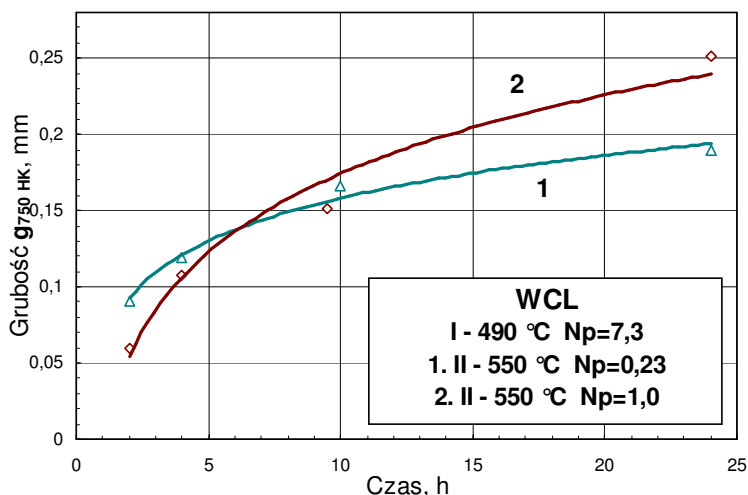
Rys. 9. Wpływ parametrów azotowania (T , N_p i h) na grubość strefy γ stali 38HMJ i WCL

Fig. 9. The influence of nitriding parameters (T , N_p and h) on the γ phase thickness of the 38HMJ steel

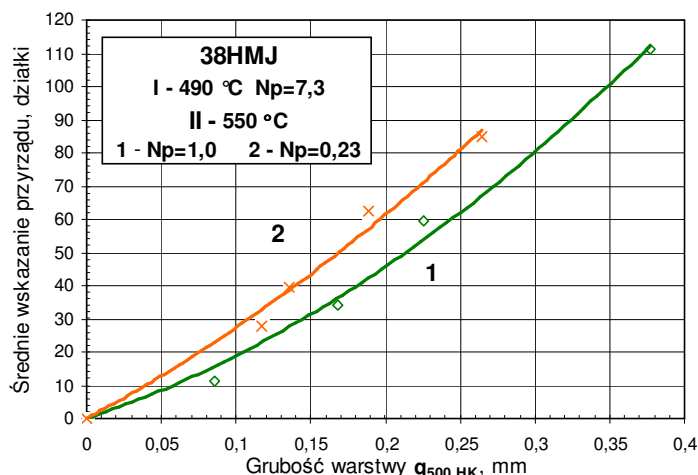


Rys. 10. Wpływ parametrów azotowania (T , N_p i h) stali 38HMJ na grubość efektywną warstwy azotowanej $g_{500\text{HK}}$

Fig 10. The influence of nitriding parameters (T , N_p and h) on the $g_{500\text{HK}}$ nitrided layer thickness of the 38HMJ steel



Rys. 11. Wpływ parametrów (T , N_p i h) azotowania stali WCL na grubość efektywną warstwy azotowanej $g_{750 \text{ HK}}$
 Fig 11. The influence of nitriding parameters (T , N_p and h) on the $g_{750 \text{ HK}}$ nitrided layer thickness of the WCL steel



Rys. 12. Wpływ grubości warstwy azotowanej $g_{500 \text{ HK}}$ na wskazania przyrządu Wirottest 03 w zależności od parametrów azotowania (T , N_p , czas 2÷24 h) stali 38HMJ

Fig. 12. The influence of the $g_{500 \text{ HK}}$ nitrided layer thickness on the indications of the Wirottest 03 device depending on the nitriding parameters (T , N_p , time 2÷24 h) of the 38HMJ steel

Zależność wskazań przyrządu Wirottest 03 od grubości warstwy $g_{500 \text{ HK}}$ stali 38HMJ opisują równania podane w tablicy 1.

Wyniki wskazań przyrządu Wirottest 03 w zależności od grubości warstwy azotowanej $g_{750 \text{ HK}}$ na stali WCL podano na rys. 13.

Zależność wskazań przyrządu Wirottest 03 od grubości warstwy $g_{750 \text{ HK}}$ stali WCL opisują równania podane tablicy 2.

The dependence of the Wirottest 03 indications on the thickness of the $g_{500 \text{ HK}}$ layer in the 38HMJ steel is described by the equations specified in table 1.

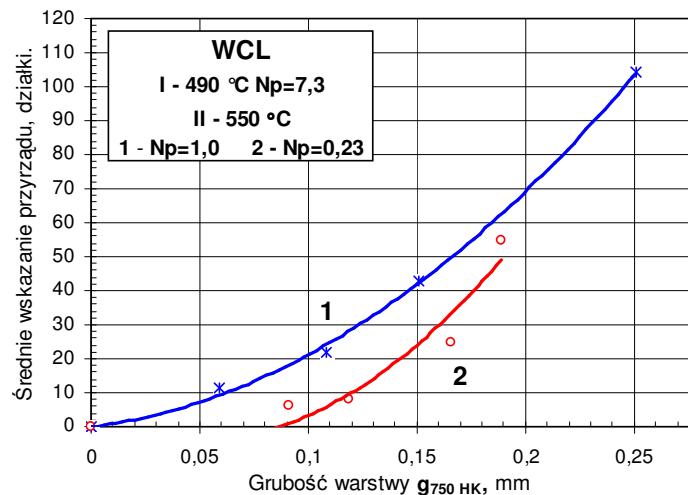
The Wirottest 03 indications related to the thickness of the $g_{750 \text{ HK}}$ layer on the WCL steel can be found in fig. 13.

The dependence of the Wirottest 03 indications on the thickness of the $g_{750 \text{ HK}}$ layer in the WCL steel is described by the equations specified in table 2.

Tablica 1. Opis zależności wskazań przyrządu Wirotest 03 od grubości warstwy azotowanej $g_{500\text{HK}}$ stali 38HMJ. Azotowanie: I stopień - 490 °C, $N_p=7,3\text{ atm}^{-0,5}$, 1 h, II stopień - 550 °C, $N_p=0,23\text{ atm}^{-0,5}$ lub $1,0\text{ atm}^{-0,5}$, czas $2\div 24\text{ h}$

Table 1. Description of the Wirotest 03 indications related to the thickness of the $g_{500\text{HK}}$ layer in the 38HMJ steel. Nitriding: stage I - 490 °C, $N_p=7,3\text{ atm}^{-0,5}$, 1 h, stage II - 550 °C, $N_p=0,23\text{ atm}^{-0,5}$ or $1,0\text{ atm}^{-0,5}$, time $2\div 24\text{ h}$

Parametry II stopnia procesu azotowania Stage II parameters of nitriding process		Równanie Equation	Współczynnik R^2 Coefficient R^2
Temp., °C Temperature, °C	N_p , $\text{atm}^{-0,5}$		
550	0,23	$y = 339,1 x^2 + 239,2 x$	0,988
550	1,0	$y = 393,2 x^2 + 149,9 x$	0,992



Rys. 13. Wpływ grubości warstwy azotowanej $g_{750\text{HK}}$ na wskazania przyrządu Wirotest 03 w zależności od parametrów azotowania (T , N_p , czas $2\div 24\text{ h}$) stali WCL

Fig. 13. The influence of the $g_{750\text{HK}}$ nitrided layer thickness on the indications of the Wirotest 03 device depending on the nitriding parameters (T , N_p , time $2\div 24\text{ h}$) of the WCL steel

Tablica 2. Opis zależności wskazań przyrządu Wirotest 03 od grubości warstwy azotowanej $g_{750\text{HK}}$ stali WCL. Azotowanie: I stopień - 490 °C, $N_p=7,3\text{ atm}^{-0,5}$, 1 h, II stopień - 550 °C, $N_p=0,23\text{ atm}^{-0,5}$ lub $1,0\text{ atm}^{-0,5}$, czas $2\div 24\text{ h}$

Table 2. Description of the Wirotest 03 indications related to the thickness of the $g_{750\text{HK}}$ layer in the WCL steel. Nitriding: stage I - 490 °C, $N_p=7,3\text{ atm}^{-0,5}$, 1 h, stage II - 550 °C, $N_p=0,23\text{ atm}^{-0,5}$ or $1,0\text{ atm}^{-0,5}$, time $2\div 24\text{ h}$

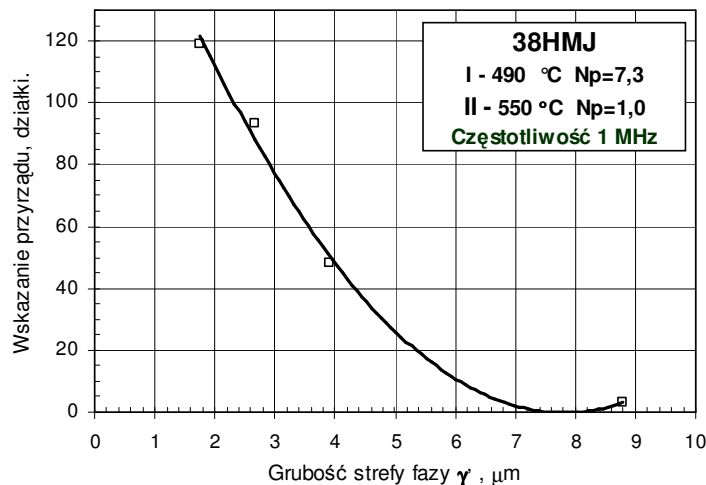
Parametry II stopnia procesu azotowania Stage II parameters of nitriding process		Równanie Equation	Współczynnik R^2 Coefficient R^2
Temp., °C Temperature, °C	N_p , $\text{atm}^{-0,5}$		
550	0,23	$y = 1340,3 x^2 + 78,0x$	0,998
550	1,0	$y = 2551,4 x^2 - 222,5x$	0,932

Wyniki wskazań przyrządu Wirotest 302 w zależności od grubości stref γ' z uwzględnieniem parametrów azotowania stali 38HMJ i WCL przedstawiono na rysunkach 14 i 15.

Zależność wskazań przyrządu Wirotest 302 od grubości strefy fazy γ' obu badanych stali opisują równania podane w tablicy 3.

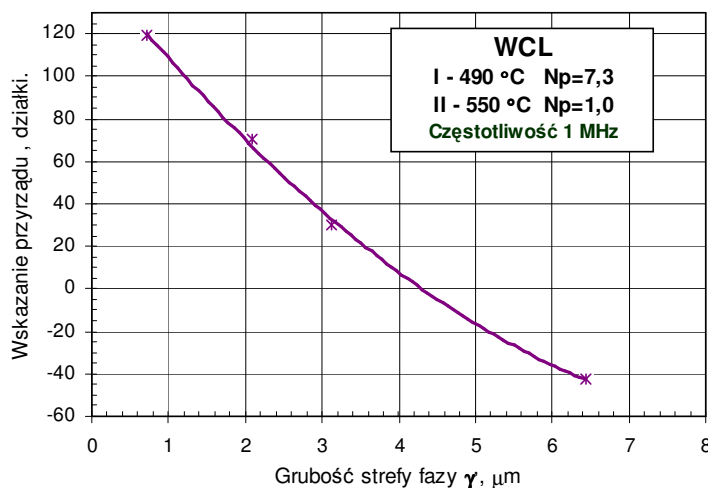
The Wirotest 302 device indications related to the thickness of zones γ' , with the consideration of the nitriding parameters of the 38HMJ and WCL steels have been presented in figures 14 and 15.

The dependence of the Wirotest 302 indications on the thickness of the phase γ' zone of both steel grades under investigation is described by the equations specified in table 3.



Rys. 14. Wpływ grubości strefy fazy γ' na wskazania przyrządu Wirotest 302 w zależności od parametrów azotowania (T , N_p , czas 2÷24 h) stali 38HMJ. Częstotliwość pomiarowa 1 MHz

Fig. 14. The influence of the thickness of phase γ' zone on the indications of the Wirotest 302 device related to the nitriding parameters (T , N_p , time 2÷24 h) of the 38HMJ steel. Measurement frequency 1 MHz



Rys. 15. Wpływ grubości strefy fazy γ' na wskazania przyrządu Wirotest 302 w zależności od parametrów azotowania (T , N_p , czas 2÷24 h) stali WCL. Częstotliwość pomiarowa 1 MHz

Fig. 15. The influence of the thickness of phase γ' zone on the indications of the Wirotest 302 device related to the nitriding parameters (T , N_p , time 2÷24 h) of the WCL steel. Measurement frequency 1 MHz

Tablica 3. Opis zależności wskazań przyrządu Wirotest 302 od grubości stref fazy γ' stali 38HMJ i WCL. Azotowanie: I stopień - 490 °C, $N_p = 7,3 \text{ atm}^{-0,5}$, 1 h, II stopień - 550 °C, $N_p = 0,23 \text{ atm}^{-0,5}$ lub $1,0 \text{ atm}^{-0,5}$, czas 2÷24 h

Table 3. Description of the Wirotest 302 indications related to the thickness of phase γ' zones in the 38HMJ and WCL steels. Nitriding: stage I - 490 °C, $N_p = 7,3 \text{ atm}^{-0,5}$, 1 h, stage II - 550 °C, $N_p = 0,23 \text{ atm}^{-0,5}$ or $1,0 \text{ atm}^{-0,5}$, time 2÷24 h

Stal Steel	Parametry II stopnia procesu azotowania Stage II parameters of nitriding process		Równanie Equation	Współczynnik R^2 Coefficient R^2
	Temp., °C Temperature, °C	N_p , $\text{atm}^{-0,5}$		
38HMJ	550	1,0	$y = 3,32 x^2 - 51,9 x + 202,6$	0,995
WCL	550	1,0	$y = 2,36 x^2 - 45,4 x + 151,6$	0,999

4. OMÓWIENIE WYNIKÓW BADAŃ

Wynikiem procesu azotowania w temperaturze 550 °C przy potencjale azotowym $N_p=0,23 \text{ atm}^{-0,5}$ stali 38HMJ i WCL były warstwy azotowane składające się ze strefy wydzieleniowej α i nieciągłej strefy azotków żelaza ϵ o maksymalnej grubości ok. 2 μm , która powstała w pierwszym etapie procesu (rys. 1 i 3). Zwiększenie potencjału azotowego do $1,0 \text{ atm}^{-0,5}$ spowodowało otrzymanie warstw azotowanych o budowie $\gamma'+\alpha$ zarówno dla stali 38HMJ, jak i WCL (rys. 2 i 4). Grubość strefy fazy γ' była większa na stali 38HMJ w porównaniu z grubością tej fazy na stali WCL (rys. 9). Grubsze strefy α otrzymano również dla ww. stali konstrukcyjnej (rys. 10 i 11).

Z badań stref γ' i α za pomocą przyrządów wiropędowych wynika, że istnieje wyraźny związek między grubością strefy azotków żelaza i grubością strefy azotowania wewnętrznego o określonej twardości (większej od 500 HK 0,1 dla stali 38HMJ i większej od 750 HK 0,1 w przypadku stali WCL) a średnimi wskazaniami przyrządów Wirotest 03 i Wirotest 302 (rys. 12÷15). Z przedstawionych wykresów na tych rysunkach wynika, że w procesie dwustopniowego azotowania, kiedy czas II etapu wynosił 2 godzinny, istotny jest wpływ I etapu procesu (490 °C $N_p=7,3 \text{ atm}^{-0,5}$ czas 1 godzina) na skutek procesu azotowania. Stąd też wynikają największe rozrzuty wskazań przyrządów wiropędowych dla najkrótszych czasów azotowania w II etapie procesu.

4. DISCUSSION OF THE INVESTIGATION RESULTS

The result of the process of nitriding the 38HMJ and WCL steels at 550°C with the nitrogen potential of $N_p = 0.23 \text{ atm}^{-0.5}$ were nitrided layers consisting of a diffusion zone, α , and a discontinuous zone of iron nitrides, ϵ , with maximum thickness of about 2 μm , which has been formed in the first stage of the process (fig. 1 and 3). Increase of the nitrogen potential up to $1.0 \text{ atm}^{-0.5}$ has resulted in formation of nitrided layers with the structure of $\gamma'+\alpha$, both for the 38HMJ and the WCL steel (figs 2 and 4). The γ' phase zone thickness was larger on the 38HMJ as compared to that on the WCL (fig. 9). Thicker α zones have also been obtained for the above mentioned constructional steel (figs 10 and 11).

Examination of zones γ' and α by means of eddy current devices shows that there is a clear relationship between the thickness of the iron nitride zone and the thickness of internal nitriding zone of a fixed hardness higher than 500 HK 0.1 for the 38HMJ and higher than 750 HK 0.1 for the WCL and the average indications of the Wirotest 03 and the Wirotest 302 device (figs 12÷15) The curves in the above mentioned figures show that, in 2 hour processes of nitriding, the influence of the first stage of the process (490 °C, $N_p = 7.3 \text{ atm}^{-0.5}$, time of 1 hour) has a stronger influence on the final effect on the nitriding process. Hence are the largest scatters of the eddy current device indications for the shortest nitriding times after the second stage of the process.

Wpływ grubości warstw $g_{500 \text{ HK}}$ stali 38HMJ i $g_{750 \text{ HK}}$ stali WCL można opisać funkcjami wielomianowymi II stopnia. Zwraca uwagę fakt, że stal WCL azotowana przy mniejszym potencjale azotowym wykazywała wyraźnie mniejszą amplitudę sygnału wiroprowadowego (mniejsza wartość wskazań przyrządu) w porównaniu ze stalą azotowaną przy wyższym potencjale azotowym dla wszystkich procesów azotowania. W przypadku stali 38HMJ poziom amplitudy sygnału wiroprowadowego był zbliżony dla obu procesów prowadzonych w II etapie przy potencjalach azotowych o wartości 0,23 i $1,0 \text{ atm}^{-0.5}$ w ciągu tego samego czasu azotowania z wyjątkiem procesu trwającego 24 godziny. W tym procesie przy N_p o wartości $1,0 \text{ atm}^{-0.5}$ otrzymano warstwy o grubości $g_{500 \text{ HK}}$ o ok. 0,1 mm większej niż w procesie prowadzonym przy N_p o wartości $0,23 \text{ atm}^{-0.5}$.

W badaniach wpływu grubości strefy fazy γ' na średnie wskazania przyrządu Wirotest 302 zastosowano częstotliwość prądu magnesowania 1,0 MHz (rys. 14 i 15). Zależność wskazań tego przyrządu od grubości strefy γ' opisują funkcje wielomianowe II stopnia podane w tablicy 3 dla obu badanych stali.

5. WNIOSKI

- 1) Ocena grubości strefy dyfuzyjnej α i strefy azotków żelaza o twardości większej od 500 HK 0,1 stali 38HMJ i od 750 HK 0,1 stali WCL za pomocą przyrządu Wirotest 03 przy częstotliwości prądu magnesującego 3,4 kHz jest wystarczająco dokładna dla warstw o grubości w zakresie od ok. 0,05 do ok. 0,1 mm.
- 2) W badaniach cienkich stref azotku żelaza γ' o grubości w zakresie $0,7 \div 3,1 \mu\text{m}$ metodą prądów wirowych lepiej byłoby zastosować większą częstotliwość prądu magnesowania niż 1 MHz. Precyzja pomiaru i selektywność wskazań byłyby większe.

The influence of layers $g_{500 \text{ HK}}$ and $g_{750 \text{ HK}}$ for the 38HMJ and WCL, respectively, is described by quadratic polynomial functions. It should be noted that the WCL steel, nitrided with a lower nitrogen potential has shown significantly smaller amplitude of the eddy current signal (lower value of the device indications) as compared to the steel nitrided with a higher nitrogen potential for all the nitriding processes. In the case of the 38HMJ steel, the amplitude level of the eddy current signal was similar for both processes performed with nitrogen potentials of 0.23 and $1.0 \text{ atm}^{-0.5}$ for the same time of the nitriding process with the exception of the process carried on for 24 hours. In that process, with $N_p = 1.0 \text{ atm}^{-0.5}$, layers with the thickness 0.1 mm larger than with $N_p = 0.23 \text{ atm}^{-0.5}$ have been obtained.

In the investigation of the influence of the thickness of phase γ' zone on the average indications of the Wirotest 302 device, the magnetizing current frequency of 1.0 MHz has been applied (figs 14 and 15). The dependence of the device indications on the thickness of zone γ' is described by the quadratic polynomial functions specified in table 3 for both steels under investigation.

5. CONCLUSIONS

- 1) *The assessment of the diffusion zone and the zone of iron nitrides with the hardness higher than 500 HK 0.1 of the 38HMJ steel applied for highly loaded machine parts and higher than 750 HK 0.1 of the WCL tool steel used for metal forming tools, performed by means of the Wirotest 03 device with the magnetizing current frequency of 3.4 kHz, is sufficiently accurate, even for layers with the thickness in the range of about 0.05 to about 0.1 mm and it can be applied in industrial practice.*
- 2) *In the eddy current examination of thin iron nitride zones, γ' , with the thickness within $0.7 \div 3.1 \mu\text{m}$, it would be better to apply a magnetizing current frequency higher than 1 MHz. The measurement precision and indication selectivity are higher.*

- 3) W badaniach wpływu grubości stref faz azotków żelaza warstwy azotowanej na poziom amplitudy sygnału wiropędowego istotne są również informacje dotyczące rozkładu węgla i tlenu w warstwie wierzchniej stali. Należałoby uwzględnić w dalszych pracach takie badania za pomocą optycznej spektrometrii emisyjnej GDOS (Glow Discharge Optical Spectroscopy).
- 4) Metodę Wirotest (wraz z wyznaczonymi równaniami regresji) można wykorzystać w praktyce do nieniszczącej oceny grubości i budowy warstwy na rzeczywistych narzędziach jak i częściach maszyn i pojazdów.
- 3) *In the investigation of the influence of the iron nitride phase zone thickness of the nitrided layer on the amplitude of the eddy current signal, information concerning the distribution of carbon and oxygen in the steel surface layer is also important. Further works should incorporate examination by means of glow discharge optical spectroscopy.*
- 4) *The eddy current device as a non destructive method can be applied in practice to assessment of thickness of nitride and compound layers on: crankshafts, distribution shafts, gear wheels, die blocks for aluminum casting under pressure, tools for plastic working made of tool steel.*

LITERATURA/REFERENCES

- [1] B. Pachutko, L. Małdziński: Badania nieniszczące warstw azotowanych na stalach narzędziowych za pomocą przyrządów Wirotest. Inżynieria Powierzchni 2006 nr 2 s. 40-46.
- [2] B. Pachutko, L. Małdziński: Nieniszczące badania stref azotków żelaza i warstw azotowanych na stalach 38HMJ i WCL za pomocą przyrządów Wirotest. Obróbka Plastyczna Metali 2008 nr 1 s. 73-81.
- [3] J. Zyśk: Rozwój azotowania gazowego stopów żelaza. Instytut Mechaniki Precyzyjnej, Warszawa 2008.
- [4] J. Błaszczyński, H. Stupnicka, A. Weroński: Procesy technologiczne podwyższające trwałość elementów maszyn, urządzeń i pojazdów. Wydawnictwo Politechniki Lubelskiej. Mechanika. Lublin 2000.
- [5] L. Małdziński: Termodynamiczne, kinetyczne i technologiczne aspekty wytwarzania warstwy azotowanej na żelazie i stalach w procesach azotowania gazowego. Wydawnictwo Politechniki Poznańskiej. Rozprawy nr 374. Poznań 2002.