

dr inż. Justyna WENDLAND¹⁾, dr hab. inż. Leszek MAŁDZIŃSKI, prof. PP²⁾, dr inż. Jacek BOROWSKI¹⁾, mgr inż. Karolina OSTROWSKA²⁾, mgr inż. Henryk JURCZAK³⁾

¹⁾ Instytut Obróbki Plastycznej, Poznań

²⁾ Politechnika Poznańska

³⁾ Albatros Aluminium Sp. z o.o., Poznań

E-mail: j.wendland@inop.poznan.pl

Trwałość matryc azotowanych metodą ZeroFlow

Durability of dies nitrided with the ZeroFlow method

Streszczenie

W pracy przedstawiono analizę wpływu parametrów azotowania gazowego metodą ZeroFlow na strukturę i twardość warstw azotowanych wytwarzanych na matrycach do wyciskania profili aluminiowych przeprowadzoną w skali laboratoryjnej. Uzyskane wyniki zweryfikowano w warunkach przemysłowych w Albatros Aluminium, porównując trwałość matryc azotowanych metodą ZeroFlow z dotychczas stosowanymi matrycami azotowanymi w sposób komercyjny. Uzyskano wzrost trwałości matryc po jednokrotnym azotowaniu ZeroFlow.

Abstract

In this work is presented an analysis of the influence of the parameters of gas nitriding with the ZeroFlow method on the structure and hardness of dies for extruding aluminum profiles, performed on a laboratory scale. The obtained results were verified under industrial conditions at Albatross Aluminum, comparing the durability of the dies nitrided with the ZeroFlow method with so-far-used dies nitrided in the commercial way. An increase of the dies durability was achieved after a single ZeroFlow nitriding.

Słowa kluczowe: matryce do wyciskania aluminium, azotowanie gazowe, metoda ZeroFlow

Keywords: dies for aluminum extrusion, gas nitriding, ZeroFlow method

1. WSTĘP

Profile aluminiowe są szeroko stosowane w różnych gałęziach przemysłu, np. w przemyśle motoryzacyjnym, budownictwie, w artykułach gospodarstwa domowego. Z uwagi na stale rosnące wymagania rynku, tak pod względem ich właściwości mechanicznych, jak i tolerancji wymiarowych, nowym wyzwaniem dla producentów profili, jest adekwatna do potrzeb kontrola procesów wyciskania oraz ich rozwój, a także obniżenie kosztów produkcji oraz krótkie terminy realizacji zamówień.

Badania nad opracowaniem nowego sposobu azotowania matryc są odpowiedzią na problemy zgłaszane przez przemysł zajmujący się wyciskaniem profili aluminiowych. Z ich analizy wynika, że dotychczas wytwarzane na matrycach warstwy azotowane nie zapewniają odpowiednio długiej trwałości eksploatacyjnej i powtarzalności

1. INTRODUCTION

Aluminum profiles are widely used in various branches of industry, eg. in the automobile industry, construction, and in household products. Due to constantly growing requirements of the market, both in terms of mechanical properties and dimensional tolerances, a new challenge for the manufacturers of profiles is adequate control over and development of the processes of extrusion, as well as lowering the costs of production and shortening lead times.

Studies on developing a new way of nitriding dies are an answer to problems reported by the aluminum profile extrusion industry. From their analysis, it follows that the nitrided layers so far produced on dies do not ensure sufficient service life and repeatability of results, even though this is the leading method for increasing their durability. Dies are nitrided repeatedly, even 8 times,

wyników pomimo, że jest to wiodąca metoda zwiększania ich trwałości. Matryce azotuje się wielokrotnie, w zależności od geometrii wyciskanego profilu, nawet 8 razy [1]. Zauważono m.in., że warstwa azotowana wytworzona w drugim lub trzecim procesie azotowania wykazuje znacznie większą trwałość eksploatacyjną aniżeli warstwa otrzymana w pierwszym azotowaniu, co potwierdziły także wyniki badań prezentowane w pracach [1–3]. W świetle dostępnej wiedzy literaturowej, a przede wszystkim doświadczeń własnych przyjęto, że rozwiązaniem powyższego problemu może być określenie takich właściwości warstwy azotowanej, pod względem budowy fazowej i grubości występujących w niej stref oraz rozkładu stężenia azotu i twardości na przekroju warstwy, które zapewniają wzrost trwałości matryc. W badaniach wykorzystano opracowaną na Politechnice Poznańskiej wspólnie z firmą Seco/Warwick Europe nowoczesną, ekologiczną i ekonomiczną metodę azotowania gazowego ZeroFlow. Pozwala ona wytwarzać warstwy o zadanej budowie fazowej przy użyciu prostej, a jednocześnie precyzyjnej regulacji składu chemicznego atmosfery w retorcie pieca, poprzez okresowe otwieranie i zamykanie dopływu amoniaku do retorty. Takie rozwiązanie zmniejsza kilkukrotnie zużycie NH_3 , emisję gazów poprocesowych do otoczenia, a w rezultacie – koszty azotowania [4, 5].

Głównym celem pracy było zbadanie wpływu parametrów azotowania metodą ZeroFlow na budowę fazową i twardość warstwy azotowanej oraz dobór parametrów pozwalających na zwiększenie trwałości matryc w warunkach przemysłowych.

2. METODYKA BADAŃ

Badania wpływu azotowania ZeroFlow na budowę fazową warstwy, jej grubość oraz twardość przeprowadzono na próbkach w postaci wycinków matryc (rys. 1) oraz na właściwych matrycach eksploatowanych w zakładzie produkcyjnym. Zarówno próbki, jak i matryce wykonano ze stali narzędziowej do pracy na gorąco AISI H13 (wg PN-EN X40CrMoV5-1).

Wycinki matryc posiadały otwór, który odwzorowywał kształt matrycy do wyciskania profili zamkniętych oraz szczelinę, która odwzoro-

depending on the geometry of the extruded profile [1] It was noticed, for example, that the nitrided layer created in the second or third nitriding process exhibits much greater service life than the layer obtained in the first nitriding which was also confirmed by the study results presented in works [1–3]. In light of the available literature, and especially our own experiences, it was assumed that the solution to the above problem may be to define the properties of the nitrided layer, in terms of phase structure and the thicknesses of extant zones, and the distribution of nitrogen concentration and the hardness on the layer cross section, which ensure increased die durability. The research employed ZeroFlow, a new, ecological, and economical method of gas nitriding developed at the Poznan University of Technology together with the company Seco/Warwick Europe. It allows the manufacturing of a layer of set phase structure using simple and, at the same time, precise regulation of the chemical composition of the atmosphere in the furnace retort, by periodic opening and closing of the inflow of ammonia to the retort. Such a solution decreases several-fold the consumption of NH_3 , the emission of post-process gases to the surrounding, and in effect – the cost of nitriding [4, 5].

The main goal of the work was to study the influence of the parameters of nitriding with the ZeroFlow method on the phase structure and hardness of the nitrided layer and to select parameters allowing increased durability of dies in industrial conditions.

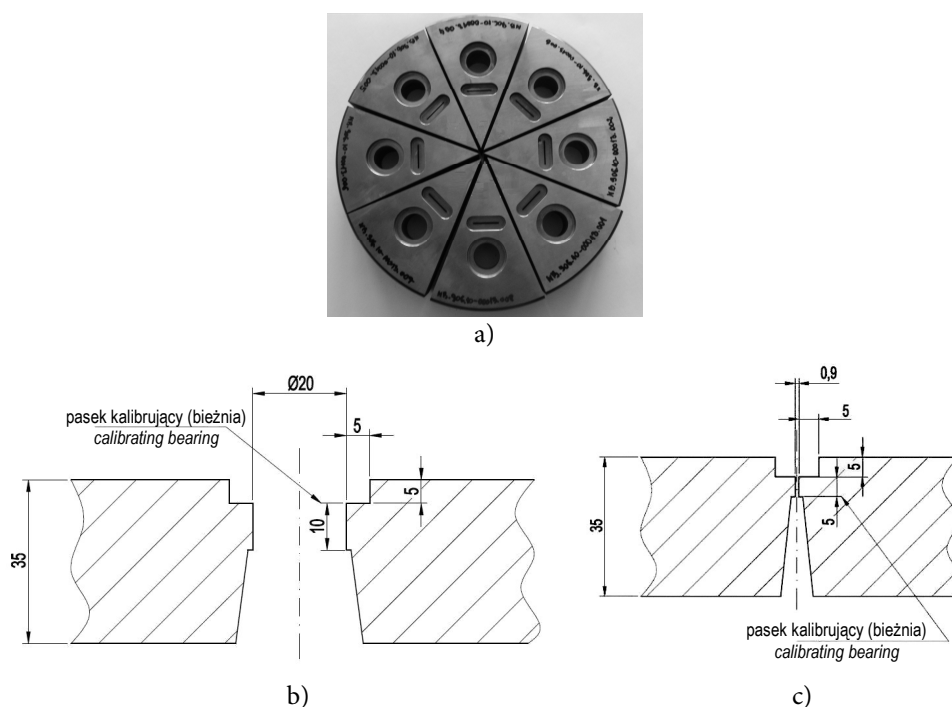
2. TESTING METHODOLOGY

Tests of the influence of ZeroFlow nitriding on the layer's phase structure, thickness, and hardness were performed on samples in the form of slices (Fig. 1) and on the appropriate dies used in the manufacturing plant. Both the samples and the dies were made from AISI H13 hot work tool steel (according to PN-EN X40CrMoV5-1).

The die slices each possessed an hollow, which represented the shape of the die for extruding hollow profiles, and a gap, which represented the

wywała grubość i kształt profilu otwartego o grubości ścianki 0,9 mm.

thickness and shape of flat profile with a wall thickness of 0.9 mm.



Rys. 1. Próbkę do badań: a) matryca podzielona na wycinki, b) wymiary części odwzorowującej matrycę do wyciskania profili zamkniętych, c) wymiary części odwzorowującej matrycę do wyciskania profili otwartych

Fig. 1. Samples for tests: a) die divided into slices, b) dimensions of a part represented a die for extruding hollow profiles, c) dimensions of a part represented dies for extruding flat profiles

Program badań azotowania ustalono na podstawie analizy literatury i wyników badań matryc do wyciskania aluminium wykonanych przez Instytut Obróbki Plastycznej na matrycach stosowanych dotychczas przez firmę Albatros Aluminium. Badania wykonano na matrycach po różnym okresie eksploatacji i po różnej ilości procesów azotowania regeneracyjnego. Uzyskane wyniki pozwoliły przyjąć wstępne założenie, że warstwa azotowana powinna posiadać strefę faz azotowych o grubości ok. 7 μm oraz efektywną grubość warstwy 0,4 mm przy twardości powierzchni w zakresie 900–950 HV 0,1. Ponadto niewskazane jest nadmierne przesyćenie naroży części roboczych matryc, tzw. „efekt krawędziowy”.

Procesy azotowania wycinków matryc przeprowadzono metodą ZeroFlow dwustopniowo, zgodnie z praktyką przemysłową [4, 5]. Pierwszy stopień procesu azotowania najczęściej realizowany jest z wysokim potencjałem azotowym o wartości w zakresie trwałości fazy ϵ według układu Lehrera-Małdzińskiego [6], w czasie którego następuje łatwe zarodkowanie przypowierz-

The nitriding testing program was established on the basis of analysis of the literature and the results of tests of dies for extruding aluminum performed by the Metal Forming Institute on dies so far used by the company Albatross Aluminum. The tests were performed on dies after varying periods of use and after various numbers of regenerative nitriding cycle. The obtained results allowed the initial assumption that the nitrided layer should possess a zone of nitride phases 7 μm in thickness and effective layer thickness of 0.4 mm at surface hardnesses in the range of 900–950 HV 0.1. Furthermore, the excessive nitrogen saturation of the corners of the working parts of dies, the so-called “corner effect”, is contraindicated.

The processes of nitriding slices were carried out with the ZeroFlow method in two phases, in accord with industry practice [4, 5]. The first step of the nitriding process is most commonly realized with high nitriding potential with a value in the range of the ϵ phase durability ϵ according to the Lehrer-Małdziński diagram [6], during which there occurs easy nucleation of the subsur-

chniowej warstwy azotków żelaza. W drugim stopniu azotowania potencjał azotkowy obniżany jest do takiej wartości, która zapewnia uzyskanie wymaganej fazy, np. γ' lub α . W ten sposób uzyskuje się ograniczenie kinetyki wzrostu grubości przypowierzchniowej warstwy azotków żelaza przy jednoczesnym wzroście grubości warstwy wydzieleniowej. Parametry azotowania zastosowane dla wycinków matryc zestawiono w tabeli 1.

face layer of iron nitrides. In the second step of nitriding, the nitriding potential is lowered to such a value that ensures the required phase, eg. γ' or α , to obtain. In this way, one obtains a limit on the kinetics of the increase in thickness of subsurface layer of iron nitrides for a simultaneous increase in thickness of the precipitation layer. The parameters of nitriding used for the die slices are listed in Table 1.

Tab. 1. Parametry azotowania wycinków matryc metodą ZeroFlow

Tab. 1. Parameters of nitriding die slices with the ZeroFlow method

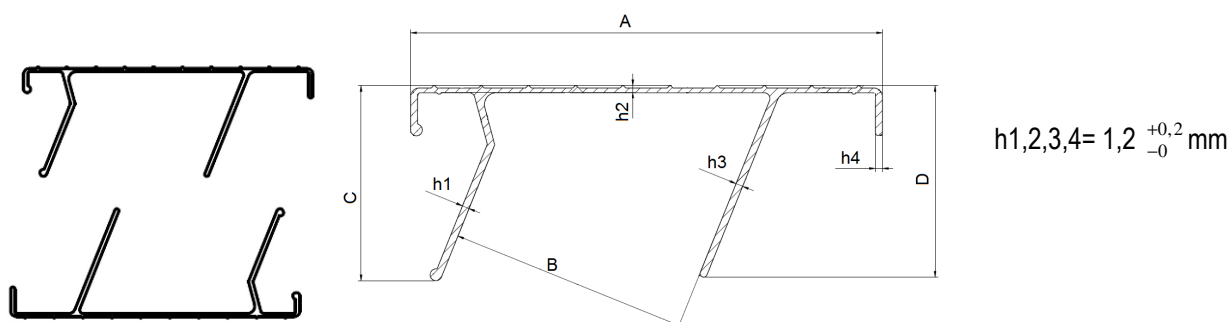
| Nr procesu <i>Process no.</i> | Parametry procesu azotowania / <i>Parameters of the nitriding process</i> | | | |
|----------------------------------|---|--------|---------------------------|------------|
| | Nr stopnia / <i>Stage No.</i> | T [°C] | Np [atm ^{-1/2}] | t [h] |
| 1 | I | 490 | 15 | 1 |
| | II | 550 | 0,4 | 24 |
| 2 | I | 490 | 15 | 1 |
| | II | 550 | 0,4 | 55 |
| 3 | I | 490 | 15 | 1 |
| | II | 550 | 1,0 | 4,5 |
| 4 | I | 490 | 15 | 1 |
| | II | 550 | 1,0 | 55 |
| 5 | I | 490 | 15 | 1 |
| | II | 550 | 1,0 | 100 |

Po procesach azotowania z wycinków matryc przygotowano zglądy metalograficzne, które obejmowały zarówno otwór, jak i szczelinę. W celu oceny jakości i grubości warstwy utwardzonej wykonano obserwacje struktury oraz pomiary twardości. Obserwacje metalograficzne przeprowadzono za pomocą mikroskopu optycznego Eclipse L150 (Nikon) wyposażonego w program do analizy obrazu NIS Elements. Dla ujawnienia warstwy azotowanej próbki trawiono 3% etanolemowym roztworem kwasu azotowego (V). Pomiary twardości wykonano metodą Vickersa przy obciążeniu 0,98 N, za pomocą twardościomierza Micromet 2104 (Buehler). Badanie twardości przeprowadzono zgodnie z normą PN-EN ISO 6507-1:2007 – „Pomiar twardości sposobem Vickersa. Część 1: Metoda badań”.

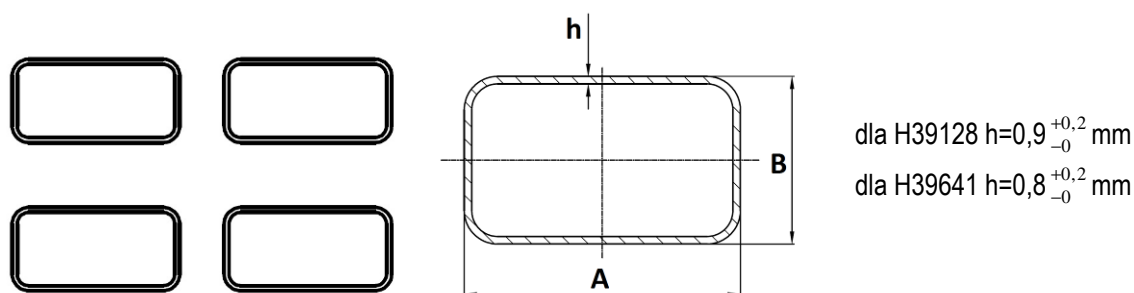
Ocenę trwałości matryc wykonano na matrycach do wyciskania profili aluminiowych wykorzystywanych w procesie produkcyjnym Albatros Aluminium. Do badań wytypowano matryce do wyciskania profili otwartych (rys. 2a) oraz zamkniętych trudnych do wyciskania ze względu na grubość ścianki <1 mm (rys. 2b). Parametry azotowania matryc podano w tabeli nr 2.

After the nitriding processes, metallographic specimen were prepared from the slices, including both the hollow and the gap. In order to assess the quality and thickness of the hardened layer, observations of the structure and measurements of the hardness were performed. The metallographic observations were performed with the use of an Eclipse L150 optical microscope (Nikon) equipped with the NIS Elements image analysis program. To reveal the nitrided layer, the samples were etched with a 3% ethanol solution of nitric acid (V). Hardness tests were performed with the Vickers method with a load of 0.98 N, with the use of a Micromet 2104 hardness tester (Buehler). The hardness test was carried out in accord with norm PN-EN 6507-1:2007 – „Hardness measurement with the Vickers method. Part 1: Test method”.

The assessment of dies durability was performed on dies for extruding aluminum profiles, which had been used in Albatross Aluminum's production process. For tests was selected a die for extruding flat profiles (Fig. 2a) and hollow ones hard to extrude due to the thickness of the wall <1 mm (Fig. 2b). The dies nitriding parameters are given in Table 2.



a) układ matryc F52066 i F52157 oraz grubość ścianek profili ze stopu 6005A
 b) layout of dies F52066 and F52157 and the wall thickness of the profiles from alloy 6005A



b) układ matryc H39128 i H39641 oraz grubość ścianek profili ze stopu 6060
 b) layout of dies H39128 and H39641 and wall thickness of the profiles from alloy 6060

Rys. 2. Schemat matryc oraz kształt wyciskanych profili

Fig. 2. Scheme of the dies and shapes of the extruded profiles

Tab. 2. Parametry azotowania matryc metodą ZeroFlow

Tab. 2. Parameters of nitriding dies with the ZeroFlow method

| Nr procesu Process no. | Parametry procesu azotowania / Parameters of the nitriding process | | | | Nr matryc Die no. |
|---------------------------|--|--------|---------------------------|-------|----------------------|
| | Nr stopnia / Stage no. | T [°C] | Np [atm ^{-1/2}] | t [h] | |
| 2 | I | 490 | 15 | 1 | F52066-15 |
| | II | 550 | 0,4 | 55 | H39128-15 |
| 4 | I | 490 | 15 | 1 | F52157-13 |
| | II | 550 | 1,0 | 55 | |

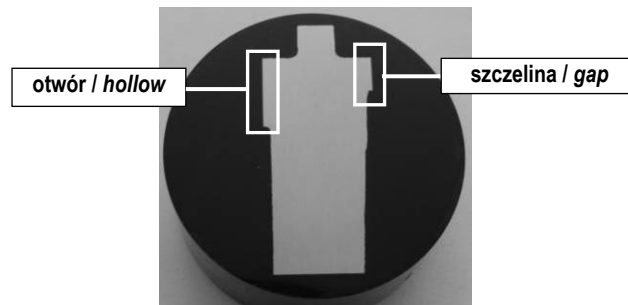
Matryce azotowane metodą ZeroFlow poddano eksploatacji w Albatros Aluminium w takich samych warunkach, jak matryce dotychczas stosowane (poddawane wielokrotnej regeneracji). Matryce przed dostarczeniem na prasę do wyciskania poddawano wygrzewaniu w temperaturze 470°C przez ok. 4–5 h. Po wyciśnięciu ok. 2–2,5 tony profilu przez każdy otwór matrycy demontowano je i ponownie wygrzewano. Pracownicy serwisu matryc kontrolowali stan matryc poprzez ich oględziny oraz na podstawie pomiarów wymiarów profili i kontroli stanu ich powierzchni. W razie konieczności kierowali matryce do oczyszczenia poprzez wytrawianie w sodzie kaustycznej o stężeniu ok. 30% w tempera-

The dies nitrided with the ZeroFlow method were subjected to use at Albatross Aluminum under the same conditions as the dies so far used there (subjected to repeated regeneration). Before delivery to the extrusion press, the dies were subjected to heating at a temperature of 470°C for about 4–5 h. After extruding about 2–2.5 tons of profile through each opening of a die, it was dismantled and again heated. Die maintenance workers monitored the states of the dies through their inspections and on the basis of measurements of profile dimensions and inspection of the states of their surfaces. If necessary, they sent the dies for cleaning through etching in caustic sodium with a concentration of about 30% at a tempera-

turze ok. 80°C oraz ewentualnej korekty, polewania bieżni lub regeneracji poprzez azotowanie w przypadku matryc „tradycyjnych”.

3. WYNIKI BADAŃ

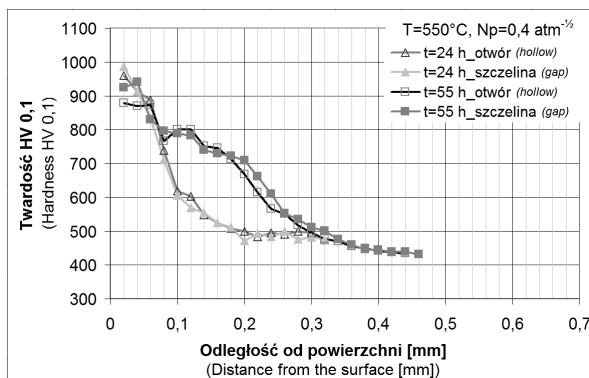
Przykładowy zgląd metalograficzny przygotowany z wycinka matrycy pokazano na rys. 3. Zarówno pomiary twardości, jak i obserwacje metalograficzne prowadzono w obszarach oznaczonych „otwór” oraz „szczelina”, które odwzorowują obszar paska kalibrującego odpowiednio: matrycy do wyciskania profili zamkniętych i otwartych.



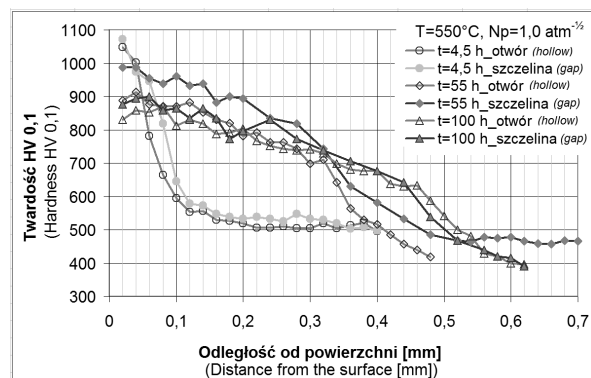
Rys. 3. Zgląd metalograficzny przygotowany z wycinka matrycy

Fig. 3. Metallographic section prepared from a die slice

Wyniki pomiarów twardości wykonane na wycinkach matryc, azotowanych przy różnych parametrach procesu ZeroFlow, przedstawiono na rys. 4. Natomiast na rys. 5 zestawiono wyniki pomiarów twardości rdzenia poszczególnych wycinków matryc.



a)



b)

Rys. 4. Rozkład twardości na wycinkach matryc azotowanych metodą ZeroFlow przy różnych parametrach II stopnia procesu; (parametry I stopienia: $T=490^{\circ}\text{C}$, $N_p=15\text{ atm}^{-1/2}$, $t=1\text{ h}$)

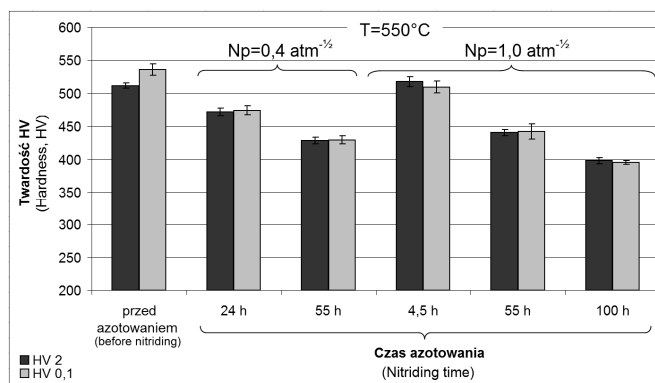
Fig. 4. Distribution of hardness in slices of dies nitrided with the ZeroFlow method for different parameters of stage II of the process; (stage I parameters: $T=490^{\circ}\text{C}$, $N_p=15\text{ atm}^{-1/2}$, $t=1\text{ h}$)

ture of about 80°C and potentially revision, polishing of the bearing surface, or regeneration through nitriding in the case of “traditional” dies.

3. TEST RESULTS

Example metallographic section prepared from a slices of the die shown in Fig. 3. Both the hardness measurements and the metallographic observations were performed on areas marked “hollow” and “gap”, which represent the area of the calibrating bearings of dies for extruding hollow and flat profiles, respectively.

The results of hardness measurements performed on die slices, nitrided for various parameters of the ZeroFlow process, are presented in Fig. 4. Fig. 5 lists the results of measurements of the hardnesses of the cores of particular die slices.



Rys. 5. Twardości rdzenia wycinków matryc przed azotowaniem oraz po azotowaniu metodą ZeroFlow przy różnych parametrach II stopnia procesu (parametry I stopnia: $T=490^{\circ}$, $Np=15 \text{ atm}^{-1/2}$, $t=1 \text{ h}$)

Fig. 4. Distribution of hardness in slices of dies nitrided with the ZeroFlow method for different parameters of stage II of the process; (stage I parameters: $T=490^{\circ}\text{C}$, $Np=15 \text{ atm}^{-1/2}$, $t=1 \text{ h}$)

Wartość głębokości efektywnej, określona jako głębokość o twardości rdzenia +50 jednostek HV oraz twardość warstwy przypowierzchniowej, wyznaczoną na głębokości 20 μm , zestawiono w tabeli 3.

The values of the effective depth, specified as the depth with a core hardness +50 HV units, and subsurface hardness, determined at a depth of 20 μm , are listed in Table 3.

Tab. 3. Głębokość efektywna według kryterium HV rdzenia+50 HV 0,1 oraz twardość przypowierzchniowa warstw azotowanych

Tab. 3. Effective depth according to the criterion of HV core+50 HV 0.1 and near-surface hardness of the nitrided layers

| Nr procesu Process no. | Parametry procesu azotowania Parameters of the nitriding process | | | | Głębokość efektywna [μm] Effective depth [μm] | Twardość przypowierzchniowa HV 0,1** Subsurface hardness HV 0.1** | |
|---------------------------|---|--------------------------|----------------------------|------------|--|--|------------------|
| | Nr stopnia Stage no. | T [$^{\circ}\text{C}$] | Np [$\text{atm}^{-1/2}$] | t [h] | | otwór hollow | szczelina gap |
| 1 | I | 490 | 15 | 1 | 160* | 960 | 988 |
| | II | 550 | 0,4 | 24 | | | |
| 2 | I | 490 | 15 | 1 | 325* | 888 | 924 |
| | II | 550 | 0,4 | 55 | | | |
| 3 | I | 490 | 15 | 1 | 145* | 1002 | 1072 |
| | II | 550 | 1,0 | 4,5 | | | |
| 4 | I | 490 | 15 | 1 | 406 (pow. otworu / area of the hollow) | 913 | 988 |
| | II | 550 | 1,0 | 55 | 465 (pow. szczeliny / area of the gap) | | |
| 5 | I | 490 | 15 | 1 | 545* | 830 | 876 |
| | II | 550 | 1,0 | 100 | | | |

* wartość dla powierzchni otworu oraz powierzchni szczeliny / value for the surface of the hollow and the surface of the gap

** zmierzona w odległości 20 μm od powierzchni / measured from a distance of 20 μm from the surface

Na podstawie analizy wartości głębokości efektywnej warstw azotowanych zauważono, że osiągnęła ona tą samą wartość dla obszaru otworu i szczeliny, z wyjątkiem procesu nr 4, w którym dla szczeliny wyniosła 465 HV 0,1, natomiast dla otworu 406 HV 0,1. Wraz z wydłużeniem czasu azotowania, przy danej wartości potencjału azotowego, uzyskano większą

On the basis of analysis of the effective depths of the nitrided layers, it was noted that they attained the same value for the areas of the hollow and the gap, with the exception of process no. 4, in which they were 465 HV 0.1 for the gap and 406 HV 0.1 for the hollow. Along with the extension of the nitriding time, for a given value of nitriding potential, the same effective depth was

głębokość efektywną. Zwiększenie głębokości efektywnej zauważono również przy zmianie potencjału azotowego z 0,4 do 1,0 $\text{atm}^{-1/2}$ przy danym czasie procesu (55 h).

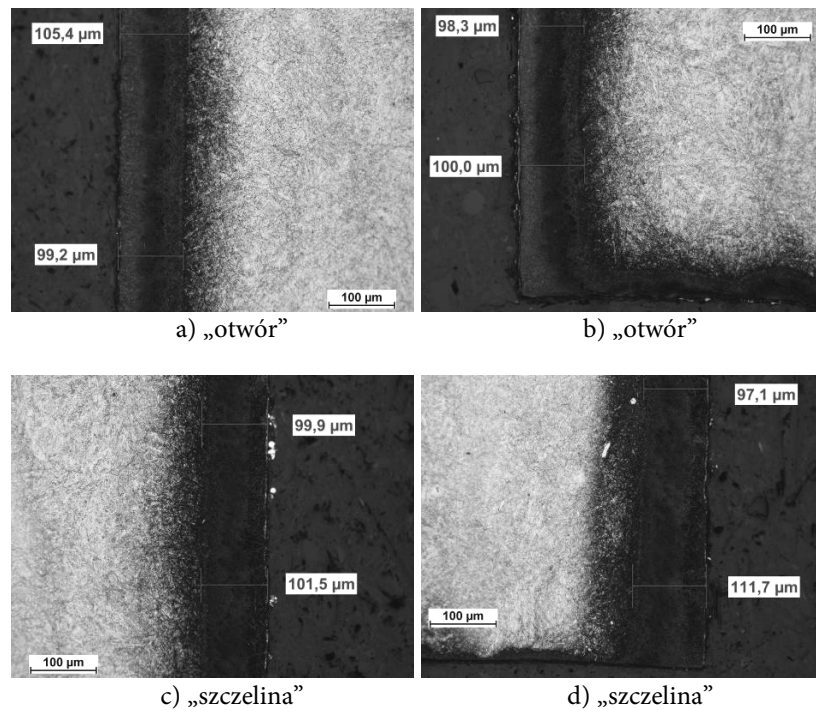
Zaobserwowano, że wydłużenie czasu azotowania, niezależnie od wartości potencjału, powoduje obniżenie twardości przypowierzchniowej zarówno w obszarze otworu, jak i na powierzchni szczeliny. Ponadto twardość przypowierzchniowa w obszarze szczeliny w tych samych warunkach azotowania wykazuje wyższe wartości niż w obszarze otworu (tabela 3).

Wyniki obserwacji metalograficznych wycinków matryc w obszarach odwzorowujących pasek kalibrujący matrycy otworowej i płaskiej pokazano na rys. 6–10.

also noted for the change in nitriding potential from 0.4 to 1.0 $\text{atm}^{-1/2}$ for a given process duration (55 h).

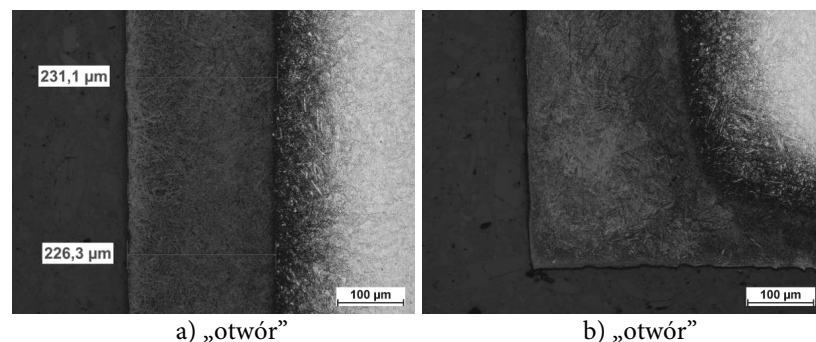
It was observed that extension of the nitriding time, regardless of the value of the nitriding potential, causes lowering of the subsurface hardness both in the area of the hollow and on the surface of the gap. Furthermore, the subsurface hardness in the area of the gap under these same nitriding conditions exhibits higher values than in the area of the hollow (Table 3).

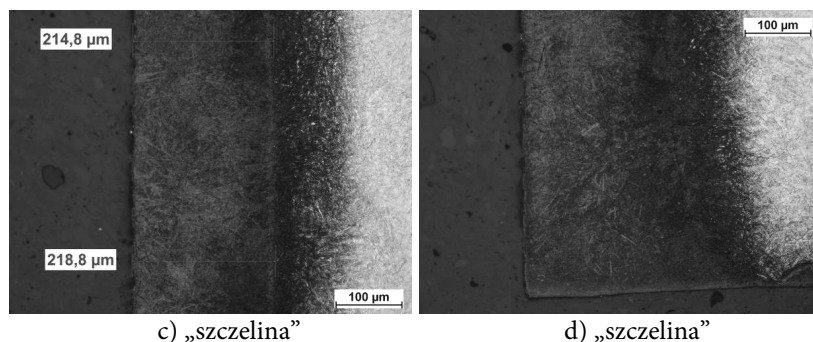
The results of the metallographic observations of cuttings of dies in the areas modeling the calibrating bearings of hollow and flat dies are shown in Fig. 6–10.



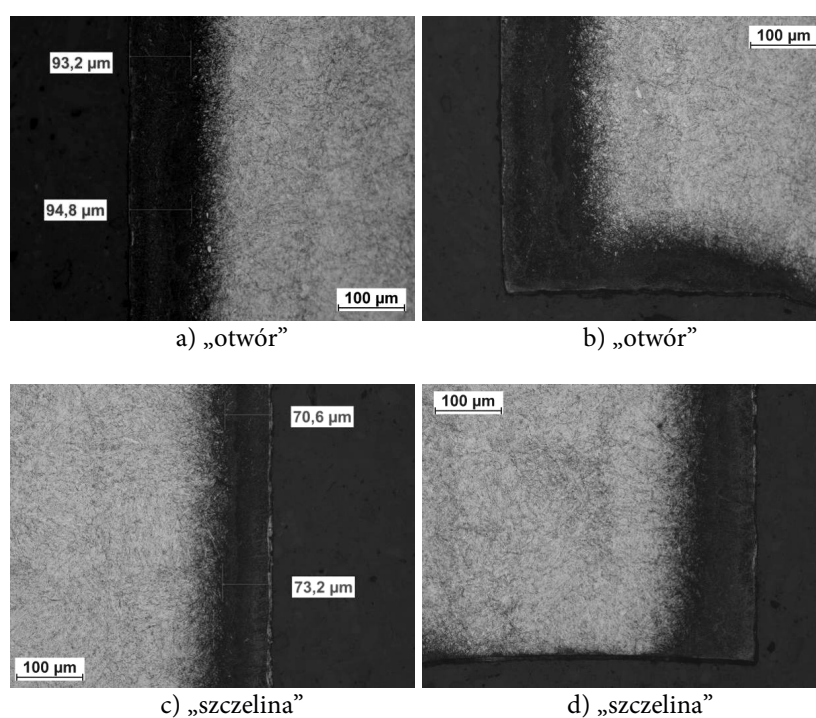
Rys. 6. Struktura paska kalibrującego wycinka matrycy azotowanej przy: I st. $Np=15 \text{ atm}^{-1/2}$; $t=1 \text{ h}$, $T=490^\circ\text{C}$, II st. $Np=0,4 \text{ atm}^{-1/2}$; $t=24 \text{ h}$, $T=550^\circ\text{C}$, a-b) po stronie otworu, c-d) po stronie szczeliny

Fig. 6. Structure of the calibrating bearing of a cutting of a die nitrided with: Stage I $Np=15 \text{ atm}^{-1/2}$; $t=1 \text{ h}$, $T=490^\circ\text{C}$, Stage II $Np=0.4 \text{ atm}^{-1/2}$; $t=24 \text{ h}$, $T=550^\circ\text{C}$, a-b) on the side of the hollow, c-d) on the side of the gap

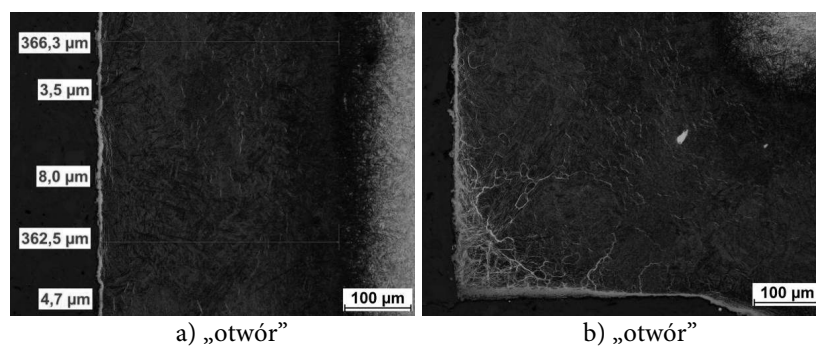


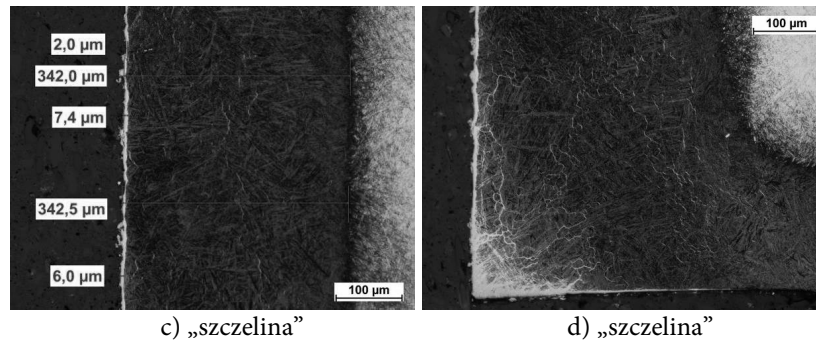


Rys. 7. Struktura paska kalibrującego wycinka matrycy azotowanej przy: I st. $Np=15 \text{ atm}^{-1/2}$; $t=1 \text{ h}$, $T=490^\circ\text{C}$, II st. $Np=0,4 \text{ atm}^{-1/2}$; $t=55 \text{ h}$, $T=550^\circ\text{C}$, a-b) po stronie otworu, c-d) po stronie szczeliny
 Fig. 7. Structure of the calibrating bearing of a cutting of a die nitrided with: Stage I $Np=15 \text{ atm}^{-1/2}$; $t=1 \text{ h}$, $T=490^\circ\text{C}$, Stage II $Np=0.4 \text{ atm}^{-1/2}$; $t=55 \text{ h}$, $T=550^\circ\text{C}$, a-b) on the side of the hollow, c-d) on the side of the gap



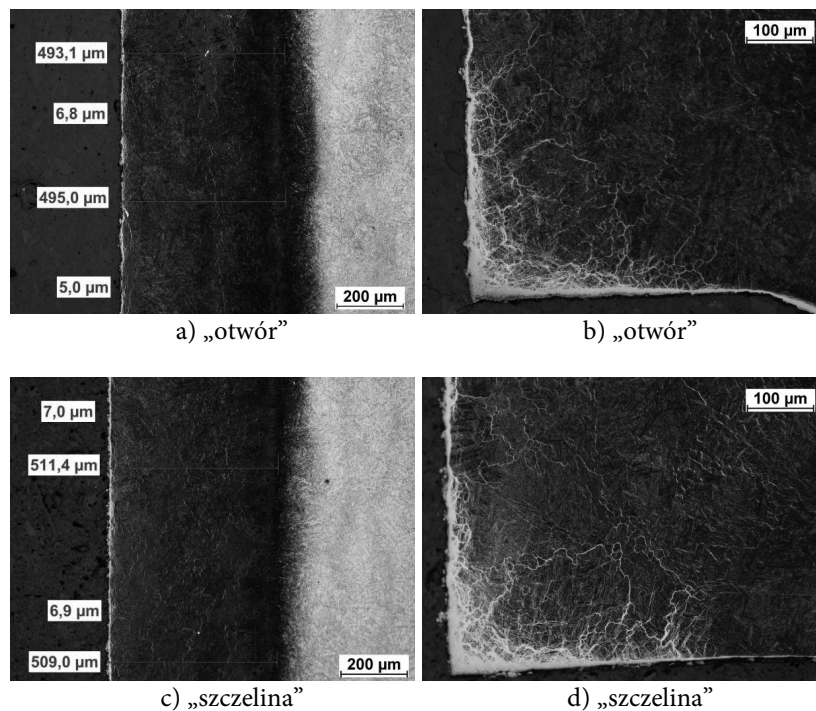
Rys. 8. Struktura paska kalibrującego wycinka matrycy azotowanej przy: I st. $Np=15 \text{ atm}^{-1/2}$; $t=1 \text{ h}$, $T=490^\circ\text{C}$, II st. $Np=1,0 \text{ atm}^{-1/2}$; $t=4,5 \text{ h}$, $T=550^\circ\text{C}$, a-b) po stronie otworu, c-d) po stronie szczeliny
 Fig. 8. Structure of the calibrating bearing of a cutting of a die nitrided with: Stage I $Np=15 \text{ atm}^{-1/2}$; $t=1 \text{ h}$, $T=490^\circ\text{C}$, Stage II $Np=1.0 \text{ atm}^{-1/2}$; $t=4.5 \text{ h}$, $T=550^\circ\text{C}$, a-b) on the side of the hollow, c-d) on the side of the gap





Rys. 9. Struktura paska kalibrującego wycinka matrycy azotowanej przy: I st. $Np=15 \text{ atm}^{-1/2}$; $t=1 \text{ h}$, $T=490^\circ\text{C}$, II st. $Np=1,0 \text{ atm}^{-1/2}$; $t=55 \text{ h}$, $T=550^\circ\text{C}$, a–b) po stronie otworu, c–d) po stronie szczeliny

Fig. 9. Structure of the calibrating bearing of a cutting of a die nitrided with: Stage I $Np=15 \text{ atm}^{-1/2}$; $t=1 \text{ h}$, $T=490^\circ\text{C}$, Stage II $Np=1.0 \text{ atm}^{-1/2}$; $t=55 \text{ h}$, $T=550^\circ\text{C}$, a–b) on the side of the hollow, c–d) on the side of the gap



Rys. 10. Struktura paska kalibrującego wycinka matrycy azotowanej przy: I st. $Np=15 \text{ atm}^{-1/2}$; $t=1 \text{ h}$, $T=490^\circ\text{C}$, II st. $Np=1,0 \text{ atm}^{-1/2}$; $t=100 \text{ h}$, $T=550^\circ\text{C}$

Fig. 10. Structure of the calibrating bearing of a cutting of a die nitrided with: Stage I $Np=15 \text{ atm}^{-1/2}$; $t=1 \text{ h}$, $T=490^\circ\text{C}$, Stage II $Np=1.0 \text{ atm}^{-1/2}$; $t=100 \text{ h}$, $T=550^\circ\text{C}$

Na powierzchni otworu zaobserwowano większe wartości grubości warstwy azotowanej niż na powierzchni szczeliny dla wszystkich wariantów procesu azotowania. Na próbkach azotowanych z potencjałem azotowym $Np=1,0$ po 4,5 h na powierzchni otworu warstwa miała grubość 93–95 μm , a na powierzchni szczeliny 70–73 μm (rys. 8), po 55 h azotowania na analizowanych powierzchniach warstwa miała grubość odpowiednio 363–366 μm oraz 342 μm (rys. 9). Największą grubość warstwy uzyskano w 100-godzinnym procesie – odpowiednio 489 μm

Greater thickness of the nitrided layer was observed on the surface of the hollow than on the surface of the gap for all variants of the nitriding process. On samples nitrided with nitriding potential $Np=1.0$, after 4.5 h, the layer had a thickness of 93–95 μm on the surface of the hollow, and 70–73 μm on the surface of the gap (Fig. 8); after 55 h of nitriding, the layer had thicknesses of 363–366 μm and 342 μm , respectively, on the analyzed surfaces (Fig. 9). The greatest thickness of the layer was obtained in the 100-hour process – 489 μm in the place of the

w miejscu otworu oraz 509–511 μm przy powierzchni szczeliny (rys. 10).

Po azotowaniu z $N_p=0,4$ nie zauważono tzw. efektu naroża (rys. 6–7), który wystąpił na próbkach azotowanych w procesie z $N_p=1,0$ w czasie $t=55$ h oraz $t=100$ h (rys. 10). Przy $N_p=0,4$ po 24 h oraz 55 h nie wytworzyła się na żadnej z badanych powierzchni warstwa biała (rys. 6 i 7). Na próbce po procesie z $N_p=1,0$ po $t=55$ h zaobserwowano 3,5–8 μm warstwy białej na powierzchni otworu oraz 2–7 μm na powierzchni szczeliny (rys. 9). Po 100 h azotowania z $N_p=1,0$ na powierzchni otworu powstała warstwa biała o grubości ok. 5 μm oraz 5–8 μm na powierzchni szczeliny (rys. 10). Przy powierzchni szczeliny warstwa azotowana oraz warstwa biała miała mniejszą grubość niż na powierzchni otworu, co można wyjaśnić mniej intensywną cyrkulacją atmosfery azotującej w przestrzeni szczeliny (o grubości 0,9 mm).

Porównując uzyskane grubości warstw po 55 h azotowania, zaobserwowano, że wyższy potencjał pozwolił na otrzymanie grubszej warstwy azotowanej zarówno na powierzchni otworu (226–231 μm dla $N_p=0,4$ i 363–366 μm dla $N_p=1,0$), jak i szczeliny (215–219 μm dla $N_p=0,4$ i 342 μm dla $N_p=0,1$) (rys. 7, 9).

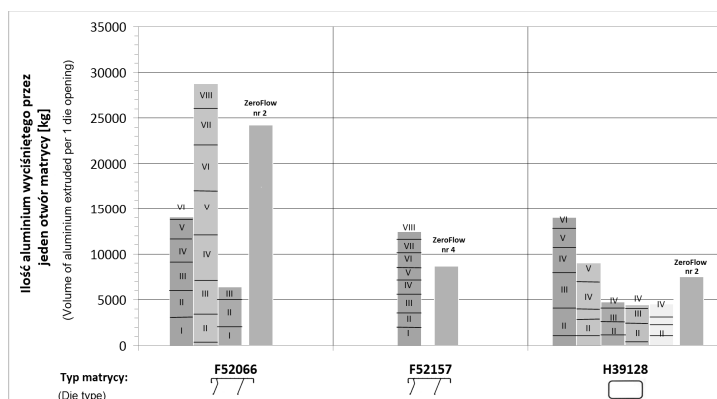
Dane dotyczące zachowania się poszczególnych matryc w procesie wyciskania w Albatros Aluminium, zarówno azotowanych komercyjnie, jak i metodą ZeroFlow, zestawiono na rys. 11. Na słupkach obrazujących matryce azotowane komercyjnie zaznaczono kolejne procesy azotowania regeneracyjnego.

hollow and 509–511 μm by the surface of the gap (Fig. 10).

After nitriding with $N_p=0.4$, the so-called corner effect (Fig. 6–7), which occurred in samples nitrided in the process with $N_p=1.0$ for time $t=55$ h and $t=100$ h, was not observed (Fig. 10). For $N_p=0.4$, after 24 h and 55 h, a white layer did not form on any of the examined surfaces (Fig. 6 and 7). On a sample processed with $N_p=1.0$ for $t=55$ h, there was observed a 3.5–8 μm white layer on the surface of the hollow and 2–7 μm on the surface of the gap (Fig. 9). After 100 h of nitriding with $N_p=1.0$, a white layer formed with a thickness of about 5 μm on the surface of the hollow and 5–8 μm on the surface of the gap (Fig. 10). Near the surface of the gap, the nitrided layer and the white layer had smaller thickness than on the surface of the hollow, which can be explained by less intensive circulation of the nitriding atmosphere in the space of the gap (which had a thickness of 0.9 mm).

Comparing the thickness of the layers obtained after 55 h of nitriding, it was observed that greater potential allowed the obtaining of a thicker nitrided layer both on the surface of the hollow (226–231 μm for $N_p=0.4$ and 363–366 μm for $N_p=1.0$) and of the gap (215–219 μm for $N_p=0.4$ and 342 μm for $N_p=0.1$) (Fig. 7, 9).

Data concerning the behavior of particular dies during the process of extrusion at Albatross Aluminium, both those nitrided commercially and with the ZeroFlow method, are presented in Fig. 11. Successive regenerative nitriding processes are marked on the bars representing commercially nitrided dies.



Rys. 11. Trwałość matryc „tradycyjnych” i azotowanych metodą ZeroFlow (na słupkach matryc „tradycyjnych” cyframi rzymskimi I-VIII zaznaczono kolejne procesy azotowania regeneracyjnego)

Fig. 11. Durability of traditional dies and dies nitrided with the ZeroFlow method (on the bars of traditional dies, the Roman numerals I-VIII denote successive regenerative nitriding processes)

Najwyższą trwałością, wyrażoną w ilości aluminium wyciśniętego przez jeden otwór matrycy, charakteryzowała się matryca F52066 azotowana komercyjnie ośmiokrotnie – 28 745 kg. Pozostałe matryce tego typu azotowane były trzy- i sześciokrotnie, i po wyciśnięciu przez jeden otwór matrycy, odpowiednio 14 020 i 6 406 kg, zostały złomowane. Natomiast matryca F52066 azotowana metodą ZeroFlow (przy parametrach I st. $Np=15 \text{ atm}^{-1/2}$; $t=1 \text{ h}$, $T=490^\circ\text{C}$, II st. $Np=0,4 \text{ atm}^{-1/2}$; $t=55 \text{ h}$, $T=550^\circ\text{C}$) wycisnęła przez jeden otwór 24 200 kg. Druga matryca do wyciskania profili otwartych F52157 przy ośmiokrotnym azotowaniu komercyjnym pozwoliła na wyciśnięcie przez jeden otwór 12 422 kg, a po jednokrotnym procesie ZeroFlow (przy parametrach I st. $Np=15 \text{ atm}^{-1/2}$; $t=1 \text{ h}$, $T=490^\circ\text{C}$, II st. $Np=1,0 \text{ atm}^{-1/2}$; $t=55 \text{ h}$, $T=550^\circ\text{C}$) – 8 674 kg.

Matryce H39128, do wyciskania profili zamkniętych o grubości ścianki 0,9 mm, zazwyczaj były azotowane komercyjnie 4 razy, co pozwalało na wyciśnięcie ok. 4 500 kg aluminium przez jeden otwór matrycy. Natomiast po azotowaniu tego typu matrycy metodą ZeroFlow (przy parametrach I st. $Np=15 \text{ atm}^{-1/2}$; $t=1 \text{ h}$, $T=490^\circ\text{C}$, II st. $Np=0,4 \text{ atm}^{-1/2}$; $t=55 \text{ h}$, $T=550^\circ\text{C}$) wyciśnięto 7 521 kg.

Opisane powyżej matryce azotowane metodą ZeroFlow po wycofaniu ich z produkcji poddano analizie mechanizmów zużycia, które wyniki przedstawiono w pracy [7].

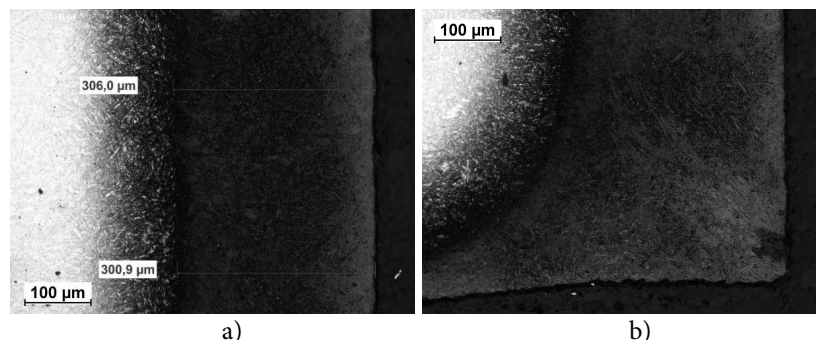
Na rys. 12–14 pokazano strukturę paska kalibrującego użytych matryc azotowanych metodą ZeroFlow.

The greatest durability, expressed as the amount of aluminum extruded through one opening of the dies, was demonstrated by an F52066 die, which was commercially nitrided eight times – 28,745 kg. The remaining dies of this type were nitrided three and six times, and were scrapped after extruding 6,406 and 14,020 kg, respectively, through one die opening. However, an F52066 die, nitrided with the ZeroFlow method (with parameters stage I $Np=15 \text{ atm}^{-1/2}$; $t=1 \text{ h}$, $T=490^\circ\text{C}$, stage II $Np=0.4 \text{ atm}^{-1/2}$; $t=55 \text{ h}$, $T=550^\circ\text{C}$), extruded 24,200 kg through one opening. The second die for extruding flat profiles, F52157, with eight-time commercial nitriding, allowed the extrusion of 12,422 kg through one opening, and after a single ZeroFlow process (with parameters stage I $Np=15 \text{ atm}^{-1/2}$; $t=1 \text{ h}$, $T=490^\circ\text{C}$, stage II $Np=1.0 \text{ atm}^{-1/2}$; $t=55 \text{ h}$, $T=550^\circ\text{C}$) – 8,674 kg.

The H39128 dies, for extruding hollow profiles with a wall thickness of 0.9 mm, were usually commercially nitrided four times, which made it possible to extrude about 4,500 kg of aluminum through one die opening. However, after nitriding this type of die with the ZeroFlow method (with parameters stage I $Np=15 \text{ atm}^{-1/2}$; $t=1 \text{ h}$, $T=490^\circ\text{C}$, stage II $Np=0.4 \text{ atm}^{-1/2}$; $t=55 \text{ h}$, $T=550^\circ\text{C}$), 7,521 kg were extruded.

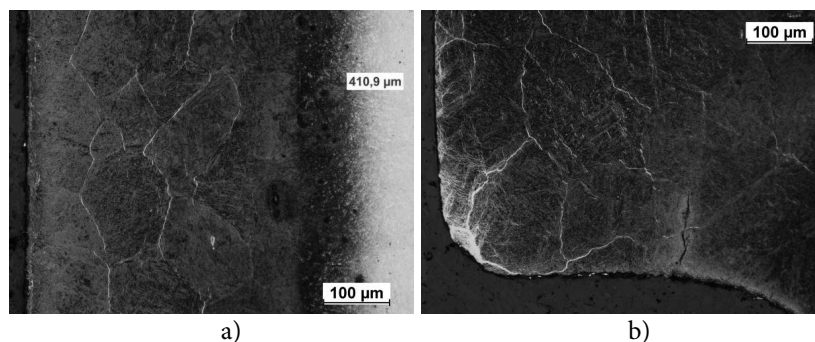
After their withdrawal from production, the dies nitrided with the ZeroFlow method were subjected to wear mechanism analysis, whose results are presented in work [7].

In Fig. 12–14 are shown the structures of the calibrating bearings of worn out dies nitrided with the ZeroFlow method.



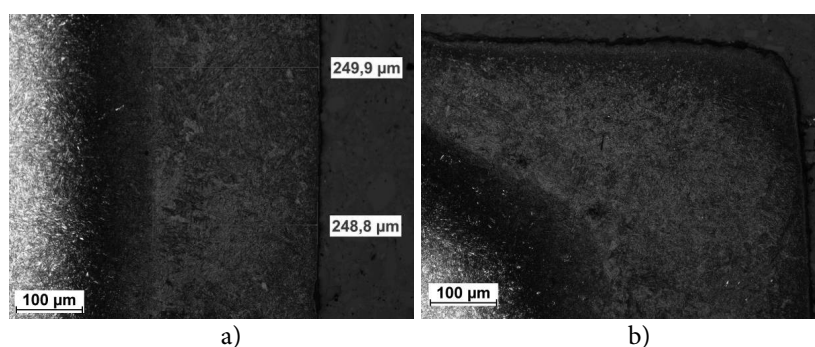
Rys. 12. Struktura paska kalibrującego matrycy F52066 azotowanej metodą ZeroFlow przy: I st. $Np=15 \text{ atm}^{-1/2}$; $t=1 \text{ h}$, $T=490^\circ\text{C}$, II st. $Np=0,4 \text{ atm}^{-1/2}$; $t=55 \text{ h}$, $T=550^\circ\text{C}$; po eksploatacji

Fig. 12. Structure of the calibrating bearing of an F52066 die, which was nitrided with the ZeroFlow method with: stage I $Np=15 \text{ atm}^{-1/2}$; $t=1 \text{ h}$, $T=490^\circ\text{C}$, stage II $Np=0.4 \text{ atm}^{-1/2}$; $t=55 \text{ h}$, $T=550^\circ\text{C}$; after use



Rys. 13. Struktura paska kalibrującego matrycy F52157 azotowanej metodą ZeroFlow przy: I st. $Np=15 \text{ atm}^{-1/2}$; $t=1 \text{ h}$, $T=490^\circ\text{C}$, II st. $Np=1,0 \text{ atm}^{-1/2}$; $t=55 \text{ h}$, $T=550^\circ\text{C}$; po eksploatacji

Fig. 13. Structure of the calibrating bearing of an F52157 die, which was nitrided with the ZeroFlow method with: stage I $Np=15 \text{ atm}^{-1/2}$; $t=1 \text{ h}$, $T=490^\circ\text{C}$, stage II $Np=1.0 \text{ atm}^{-1/2}$; $t=55 \text{ h}$, $T=550^\circ\text{C}$; after use



Rys. 14. Struktura paska kalibrującego matrycy H39128 azotowanej metodą ZeroFlow przy: I st. $Np=15 \text{ atm}^{-1/2}$; $t=1 \text{ h}$, $T=490^\circ\text{C}$, II st. $Np=0,4 \text{ atm}^{-1/2}$; $t=55 \text{ h}$, $T=550^\circ\text{C}$; po eksploatacji

Fig. 14. Structure of the calibrating bearing of an H39128 die, which was nitrided with the ZeroFlow method with: stage I $Np=15 \text{ atm}^{-1/2}$; $t=1 \text{ h}$, $T=490^\circ\text{C}$, stage II $Np=0.4 \text{ atm}^{-1/2}$; $t=55 \text{ h}$, $T=550^\circ\text{C}$; after use

Na podstawie porównania wyników obserwacji metalograficznych wycinków matryc i rzeczywistych matryc po ich eksploatacji, we wszystkich analizowanych przypadkach zauważono przyrost grubości warstwy azotowanej pod wpływem pracy. Matryce F52066 (do wyciskania profili otwartych) i H39128 do wyciskania profili zamkniętych) azotowane przy tych samych parametrach procesu ZeroFlow (I st. $Np=15 \text{ atm}^{-1/2}$; $t=1 \text{ h}$, $T=490^\circ\text{C}$, II st. $Np=0,4 \text{ atm}^{-1/2}$; $t=55 \text{ h}$, $T=550^\circ\text{C}$) w momencie złomowania wykazywały grubość warstwy azotowanej odpowiednio ok. $300 \mu\text{m}$ i $249 \mu\text{m}$ (rys. 12 i 14). Natomiast w otworze wycinka matrycy grubość warstwy azotowanej wynosiła ok. $226\text{--}230 \mu\text{m}$, a w szczeliny $214\text{--}219 \mu\text{m}$ (rys. 7). W przypadku matrycy F52157 azotowanej metodą ZeroFlow (przy parametrach: I st. $Np=15 \text{ atm}^{-1/2}$; $t=1 \text{ h}$, $T=490^\circ\text{C}$, II st. $Np=1,0 \text{ atm}^{-1/2}$; $t=55 \text{ h}$, $T=550^\circ\text{C}$) grubość warstwy azotowanej po pracy wynosiła ok. $410 \mu\text{m}$ (rys. 13), natomiast dla odpowiadającego jej wycinka matrycy w obszarze szczeliny $363\text{--}366 \mu\text{m}$.

On the basis of comparison of the results of the metallographic observations of the die cuttings slices and the real dies after use, an increase in the thickness of the nitrided layer under the influence of work was noted in all cases. F52066 (for extruding flat profiles) and H39128 (for extruding hollow profiles) dies, nitrided with the same ZeroFlow process parameters (stage I $Np=15 \text{ atm}^{-1/2}$; $t=1 \text{ h}$, $T=490^\circ\text{C}$, stage II $Np=0.4 \text{ atm}^{-1/2}$; $t=55 \text{ h}$, $T=550^\circ\text{C}$), at the time of scrapping exhibited respective nitrided layer thicknesses of about $300 \mu\text{m}$ and $249 \mu\text{m}$ (Fig. 12 and 14). However, the thickness of the nitrided layer was about $226\text{--}230 \mu\text{m}$ in the hollow of the die slices, and $214\text{--}219 \mu\text{m}$ in the gap (Fig. 7). In the case of the F52157 die nitrided with the ZeroFlow method (with parameters: stage I $Np=15 \text{ atm}^{-1/2}$; $t=1 \text{ h}$, $T=490^\circ\text{C}$, stage II $Np=1.0 \text{ atm}^{-1/2}$; $t=55 \text{ h}$, $T=550^\circ\text{C}$), after work, the thickness of the nitrided layer was about $410 \mu\text{m}$ (Fig. 13), while for the corresponding slices of the die in the area of the gap, it was $363\text{--}366 \mu\text{m}$.

4. PODSUMOWANIE I WNIOSKI

Wpływy parametrów azotowania gazowego metodą ZeroFlow na strukturę i twardość matryc do wyciskania profili aluminiowych przebadano w skali laboratoryjnej, poddając wycinki matryc obserwacjom metalograficznym oraz pomiarom twardości. Uzyskane wyniki zweryfikowano w warunkach przemysłowych, poddając rzeczywiste matryce procesom wyciskania w Albatros Aluminium i porównując trwałość matryc azotowanych metodą ZeroFlow, z dotychczas stosowanymi matrycami azotowanymi w sposób komercyjny (wielokrotnie regenerowanymi).

Na podstawie uzyskanych wyników badań stwierdzono:

- Wzrost trwałości matryc azotowanych jednokrotnie metodą ZeroFlow, w porównaniu do matryc azotowanych komercyjnie. Jednokrotne azotowanie komercyjne pozwala na wyciśnięcie maksymalnie ok. 3 000 kg aluminium przez jeden otwór matrycy, natomiast ZeroFlow minimalnie ok. 8 000 kg.
- Najwyższą trwałość matrycy azotowanej metodą ZeroFlow uzyskano dla matrycy do wyciskania profilu otwartego, przy parametrach azotowania: I st. $N_p=15 \text{ atm}^{-1/2}$; $t=1 \text{ h}$, $T=490^\circ\text{C}$, II st. $N_p=0,4 \text{ atm}^{-1/2}$; $t=55 \text{ h}$, $T=550^\circ\text{C}$. Parametry te pozwoliły na uzyskanie warstwy azotowanej o głębokości efektywnej $325 \mu\text{m}$ i twardości przypowierzchniowej $924 \text{ HV } 0,1$, a wytworzona warstwa azotowana była wolna od siatki azotków i tzw. efektu naroża.

PODZIĘKOWANIA

Praca była realizowana w ramach Umowy Nr PBS1/B5/0/2012 O WYKONANIE I FINANSOWANIE Projektu realizowanego w ramach PROGRAMU BADAŃ STOSOWANYCH w ścieżce B, pt. „Opracowanie procesów regeneracji matryc do wyciskania profili aluminiowych za pomocą azotowania gazowego” finansowanego przez Narodowe Centrum Badań i Rozwoju ze środków publicznych na naukę.

4. SUMMARY AND CONCLUSIONS

The influence of parameters of gas nitriding with the ZeroFlow method on the structure and hardness of dies for extruding aluminum profiles was examined on a laboratory scale, subjecting slices of dies to metallographic observations and hardness measurements. The obtained results were verified under industrial conditions, subjecting real dies to extrusion processes at Albatross Aluminium and comparing the durability of dies nitrided with the ZeroFlow method with so-far-used dies nitrided in the commercial way (repeatedly regenerated).

On the basis of the obtained results of the research, it was concluded that:

- *An increase in the durability of dies nitrided once with the ZeroFlow method, compared to dies nitrided commercially. One-time commercial nitriding allows for the extrusion of at most about 3,000 kg of aluminum through one opening of the die, while the ZeroFlow allows at least about 8,000 kg.*
- *The greatest durability of dies nitrided with the ZeroFlow method was obtained with a die for extruding flat profiles, with nitriding parameters: stage I $N_p=15 \text{ atm}^{-1/2}$; $t=1 \text{ h}$, $T=490^\circ\text{C}$, stage II $N_p=0.4 \text{ atm}^{-1/2}$; $t=55 \text{ h}$, $T=550^\circ\text{C}$. These parameters made it possible to obtain a nitrided layer with an effective depth of $325 \mu\text{m}$ and a subsurface hardness of $924 \text{ HV } 0.1$, and the produced nitrided layer was free of nitride grids and the so-called corner effect.*

ACKNOWLEDGEMENTS

This work was realized under the auspices of Agreement No. PBS1/B5/0/2012 ON THE PERFORMANCE AND FINANSING of a Project carried out as part of the APPLIED RESEARCH PROGRAM in path B, titled „Development of regenerative processes for dies for extruding aluminum profiles with the help of gas nitriding”, financed by the National Centre for Research and Development with public funding for science.

LITERATURA / REFERENCES

- [1] Wendland J., Borowski J., Laurentowska-Tyczka A., Jurczak H.: Zjawisko podwyższenia trwałości azotowanych gazowo matryc do wyciskania profili aluminiowych, poster na Międzynarodowej Konferencji Naukowo-Technicznej, KONTECH 2014 pt. *Advanced Forming Technologies and Nanostructured Materials*. Zeszyt streszczeń.
- [2] Borowski J., Wendland J., Laurentowska A., Jurczak H.: Struktura przypowierzchniowa matryc do wyciskania profili aluminiowych. *Obróbka Plastyczna Metali* Vol. XXIV Nr 1 (2013), s. 5–14.
- [3] Laurentowska-Tyczka A., Wendland J., Borowski J., Jurczak H.: Wpływ geometrii profili aluminiowych na trwałość matryc do ich wyciskania. *Obróbka Plastyczna Metali* Vol. XXIV, Nr 4 (2013), s. 303–315.
- [4] Małdziński L., Tacikowski J.: Concept of an economical and ecological process of gas nitriding of steel. *Harterei-Technische-Mitteilungen*, No 61, (2006) 6, s. 295–302.
- [5] Małdziński L., Ostrowska K., Okoniewicz P.: Azotowanie gazowe metodą ZeroFlow jako proces zwiększający trwałość matryc do wyciskania profili aluminiowych na gorąco. *Obróbka Plastyczna Metali* Vol. XXV Nr 3 (2014). s. 169–184.
- [6] *Physical Metal Handbook*, pod red. Anil Kumar Sinha, Wyd. McGraw-Hill 2003.
- [7] Pachutko B., Borowski J., Jurczak H.: Badania procesów zużycia matryc do wyciskania profili aluminiowych z prototypowymi warstwami azotowanymi. *Obróbka Plastyczna Metali* Vol. XXV, Nr 3 (2014). s. 201–214.

