dr inż. Beata PACHUTKO<sup>1)</sup>, dr inż. Jacek BOROWSKI<sup>1)</sup>, mgr inż. Henryk JURCZAK<sup>2)</sup> <sup>1)</sup> Instytut Obróbki Plastycznej, Poznań <sup>2)</sup> Albatros Aluminium Sp. z o.o., Poznań E-mail: pachutko@inop.poznan.pl

# Badania procesów zużycia matryc do wyciskania profili aluminiowych z prototypowymi warstwami azotowanymi

# Studies of the wear processes of dies for aluminum profile extrusion with prototyped nitrided layers

#### Streszczenie

W publikacji przedstawiono wyniki badań SEM, struktury i rozkładów twardości Vickersa HV 0,1 w matrycach otwartych i zamkniętych (rdzeniach matryc) wykonanych ze stali WCLV do wyciskania profili aluminiowych, których warstwę wierzchnią utwardzono w wyniku dwustopniowego azotowania gazowego metodą Zero Flow. Określono główne procesy powodujące zużycie badanych matryc. Matryce z wyżej wymienionymi warstwami azotowanymi mogą spełniać wymagania odnośnie trwałości eksploatacyjnej w przypadku średnich serii produkcyjnych profili aluminiowych bez konieczności przeprowadzania procesów regeneracyjnych matryc.

#### Abstract

In this publication are presented the results of SEM examinations of the structure and distribution of Vickers HV 0.1 hardness in open and closed dies (die cores) made from WCLV steel for extrusion of aluminum profiles, whose surface layer had been hardened as a result of a two-step gaseous nitriding with the Zero Flow method. The main processes causing wear of the studied dies were determined. Dies with the aforementioned nitrided layers can fulfill requirements for operational durability in the case of medium production runs of aluminum profiles, without needing to undergo regenerative processes.

Słowa kluczowe: wyciskanie aluminium, zużycie powierzchni, azotowanie gazowe matryc

Keywords: aluminum extrusion, surface wear, gas nitriding of dies

## 1. WSTĘP

Wyniki badań, które opisano w tej publikacji są kontynuacją prac nad oceną procesów zużycia matryc do wyciskania profili aluminiowych ze zmodyfikowaną warstwą wierzchnią, zapewniającą większą trwałość narzędzi i tym samym zmniejszenie liczby procesów regeneracyjnych. Matryce do wyciskania profili aluminiowych są wytwarzane konwencjonalnie ze stali AISI H13 i poddawane procesowi ulepszenia cieplnego na twardość do 500 HV oraz azotowania w zakresie temperatury 450÷580°C z wytworzeniem cienkiej warstwy azotków żelaza o grubości 2–10 µm na powierzchni matrycy oraz strefy dyfuzyjnej a pod tą warstwą o grubości

#### **1. INTRODUCTION**

The results of the research, which are described in this publication, are the continuation of work on the assessment of the wear processes of dies for extruding aluminum profiles with a modified surface layer, ensuring greater durability of tools and thus a decrease in the number of regenerative processes. Dies for extruding aluminum profiles are conventionally produced from AISI H13 steel and subjected to tempering to a hardness of 500 HV and nitriding in the temperature range of 450–580°C with formation of a thin layer of iron nitride of 2–10 µm thickness on the surface and a diffusion zone,  $\alpha$ , under this layer with a thickness of 50–300 µm [1, 2]. 50–300 µm [1, 2]. Matryce otwarte F52200/11, F52200/10, F52199 oraz rdzenie matryc zamkniętych H40002/11 i H39128/10, których procesy zużycia oceniono w publikacji [3], były wytworzone konwencjonalnie – po ulepszeniu cieplnym poddano je azotowaniu gazowemu, a następnie po każdym procesie eksploatacji prowadzono proces azotowania regeneracyjnego. Na badanych matrycach prowadzono od 1 procesu do 5 procesów regeneracyjnych. Charakterystykę warstwy azotowanej w części kalibrującej wyżej wymienionych matryc i rdzeni (bieżni) podano w tabeli 1. Open dies F52200/11, F52200/10, and F52199 and closed dies H40002/11 and H39128/10, whose wear processes were assessed in publication [3], were produced conventionally – after tempering, they were subjected to gas nitriding, and a regenerative nitriding process was conducted after each usage process. From 1 to 5 regenerative processes were performed on the studied dies. The characteristic of the nitrided layer in the calibrating parts of the aforementioned dies and cores is given in Table 1.

Tab. 1. Charakterystyka warstwy azotowanej części kalibrującej matryc i rdzeni do wyciskania profili aluminiowych (wyniki badań niepublikowane)

for extruding aluminum profiles (study results unpublished)								
Matryca / rdzeń Die / core	Liczba procesów azotowania regeneracyjnego Number of rege- nerative nitrid- ing processes	Przedział grubości warstwy azotków żelaza [µm] Range of thicknesses of nitrided iron layer [µm]	Twardość przy powierzchni HV 0,1 <i>Hardness at</i> surface HV 0.1	Grubość strefy o twardości HV 0,1 > 550 HV 0,1 [mm] Thickness of zone with hard- ness HV 0.1 > 550 HV 0.1 [mm]	Obecność wydzie- leń azotków żelaza w strefie azotowa- nia wewnętrznego Presence of iron nitride deposits in the internal nitriding zone			
F52200	1	5,0÷9,2	850	0,35	układ siatki <i>grid layout</i>			
F52200/10	3	9,6÷12,9	946	0,4	układ siatki <i>grid layout</i>			
F52199	3	12,8÷14,7	888	0,5	układ siatki <i>grid layout</i>			
H40002/11	2	brak <i>none</i>	743	0,25	w narożach in the corners			
H39128/10	5	brak none	752	0,28	w narożach in the corners			

*Tab. 1. Characteristic of the nitrided layer of the calibrating die and core for extruding aluminum profiles (study results unpublished)* 

Na podstawie między innymi: analizy procesów zużycia opisanych w [3], wyników badań struktury i rozkładów twardości Vickersa w obszarze części kalibrujących ww. matryc i rdzeni, których najbardziej istotne dane podano syntetycznie w tabeli 1, opracowano w Politechnice Poznańskiej na Wydziale Maszyn Roboczych i Transportu procesy azotowania gazowego metodą Zero Flow. Metodę azotowania Zero Flow opisano szczegółowo w publikacjach [4, 5]. Wybrano procesy azotowania dwustopniowego, które miały zapewnić otrzymanie warstw azotowych o twardości przy powierzchni do ok. 1000 HV 0,1 i zróżnicowanej grubości strefy azotowania wewnętrznego od ok. 0,2 do 0,5 mm, On the basis of (among other things): analysis of the wear processes described in [3] and the results of the examination of structure and distributions of Vickers hardness in the area of the calibrating parts of the aforementioned dies and cores (whose most important data are given synthetically in Table 1), gas nitriding processes using the Zero Flow method were developed at the Faculty of Machines and Transportation at the Poznan University of Technology. The Zero Flow nitriding method is described in detail in publications [4, 5]. Two-step nitriding processes were selected, and were meant to ensure nitrided layers with surfaces of hardness up to about 1000 HV 0.1 and a varied thickness of the inner nitbez wydzieleń azotków żelaza na powierzchni i w strefie azotowania wewnętrznego.

Celem badań była ocena procesów zużycia części kalibrującej matryc i rdzeni matryc do wyciskania aluminium z wytworzonymi w Politechnice Poznańskiej warstwami prototypowymi, które eksploatowano w firmie Albatros Aluminium w Wałczu na podstawie: badań mikroskopowych za pomocą SEM, badań struktury za pomocą mikroskopu świetlnego i rozkładów mikrotwardości Vickersa.

# 2. BADANY MATERIAŁ I METODYKA BADAŃ

Badany materiał stanowiły 2 matryce i 2 rdzenie matryc wykonane ze stali WCLV (odpowiednik stali AISI H13) do wyciskania profili aluminiowych o zbliżonym kształcie wykroju i po różnych etapach eksploatacji, które wyszczególniono w tabeli 2. Matryce i rdzenie były ulepszone cieplnie na twardość 41÷43 HRC oraz azotowane gazowo metodą Zero Flow w Politechnice Poznańskiej. rided zone from about 0.2 to 0.5 mm, without deposits of iron nitride on the surface and in the internal nitriding zone.

The purpose of the research was to assess the wear processes of the calibrating parts of dies and die cores for extruding aluminum with prototype layers produced at the Poznan University of Technology, used by the Albatross Aluminum company in Wałcz, on the basis of: microscope examination with an SEM, structure examination with an optical microscope, and Vickers microhardness distributions.

# 2. STUDIED MATERIAL AND METHODO-LOGY OD STUDIES

The studied material consisted of 2 dies and 2 die cores made from WCLV steel (equivalent to AISI H12 steel) for extruding aluminum profiles of similar shape and following various phases of use, which are specified in Table 2. The dies and cores were tempered to a hardness of 41–43 HRC and gas nitrided with the Zero Flow method at the Poznan University of Technology.

Matryca / rdzeń Die / core	Parametry procesu azotowania Parameters of the nitriding process	Całkowita ilość wyciśniętego profilu [kg] Total amount of extruded profile [kg]
F52066/15	I stopień – 490°C, 1 godz., $N_p = 15 \text{ atm}^{-0.5}$ , II stopień – 550°C, 55 godz., $N_p = 0.4 \text{ atm}^{-0.5}$ I level – 490°C, 1 hour, $N_p = 15 \text{ atm}^{-0.5}$ , II level – 550°C, 55 hours, $N_p = 0.4 \text{ atm}^{-0.5}$	48392
F52157/13	I stopień - 490°C, 1 godz., N <sub>p</sub> =15 atm <sup>-0.5</sup> , II stopień - 550°C, 55 godz., N <sub>p</sub> =1,0 atm <sup>-0.5</sup> I level – 490°C, 1 hour, N <sub>p</sub> = 15 atm <sup>-0.5</sup> , II level – 550°C, 55 hours, N <sub>p</sub> = 1.0 atm <sup>-0.5</sup>	17348

Tab. 2. Wykaz badanych matryc oraz parametry ich azotowania *Tab. 2. List of studied dies and the parameters of their nitriding* 

Matryca / rdzeń Die / core	Parametry procesu azotowania Parameters of the nitriding process	Całkowita ilość wyciśniętego profilu [kg] Total amount of extruded profile [kg]
H39128/14	I stopień - 490°C, 1 godz., $N_p=15 \text{ atm}^{-0.5}$ , II stopień - 550°C, 55 godz., $N_p=0.4 \text{ atm}^{-0.5}$ I level – 490°C, 1 hour, $N_p = 15 \text{ atm}^{-0.5}$ , II level – 550°C, 55 hours, $N_p = 0.4 \text{ atm}^{-0.5}$	18128
H39641/15	I stopień - 490°C, 1 godz., $N_p=15 \text{ atm}^{-0.5}$ , II stopień - 550°C, 4,5 godz., $N_p=1,0 \text{ atm}^{-0.5}$ I level – 490°C, 1 hour, $N_p = 15 \text{ atm}^{-0.5}$ , II level – 550°C, 4.5 hours, $N_p = 1.0 \text{ atm}^{-0.5}$	10596

W badaniach matryc i rdzeni wykorzystano następujące metody badawcze:

- skaningową mikroskopię elektronową (SEM) do obserwacji topografii krawędzi lub powierzchni bieżni części kalibrującej matrycy, za pomocą mikroskopu Inspect S (FEI). Próbki pobrane z matryc poddane były czyszczeniu w acetonie i alkoholu etylowym przy użyciu płuczki ultradźwiękowej. W celu ujawnienia propagacji pęknięć, próbki pobrane z matryc F52066/15 i F522157/13 czyszczono dodatkowo w wodnym roztworze kwasu octowego przez 15 min.
- Mikroskopię świetlną do obserwacji struktury na przekrojach wzdłużnych bieżni matryc, za pomocą mikroskopu Eclipse L150 (Nikon) i oprogramowania do rejestracji i analizy obrazu NIS Elements. Powierzchnie próbek zabezpieczono folią aluminiową przed inkludowaniem na gorąco. Zgłady metalograficzne trawiono 3-procentowym wodnym roztworem kwasu azotowego.
- Badania rozkładów twardości Vickersa przy sile obciążającej 0,981 N (symbol twardości HV 0,1) na przekrojach wzdłużnych bieżni matryc. Pomiary twardości

*The following research methods were applied in studies of dies and cores:* 

- scanning electron microscopy (SEM) for observation of the topography of the edge or surface of the track of the matrix-calibrating die, using an Inspect S (FEI) microscope. Samples taken from the dies were subjected to cleaning with acetone and ethyl alcohol with the use of an ultrasound washer. In order to reveal the propagation of fractures, samples taken from cores F52066/15 and F522157/13 were additionally cleaned in an aqueous solution of acetic acid for 15 min.
- Optical microscopy for observation of the structure in longitudinal cross-sections of the die tracks, with the help of an Eclipse L150 (Nikon) microscope and NIS Elements software for recording and analysis of images. The surfaces of the samples were protected with aluminum foil before hot mounting. Metallographic sections were etched with a 3% aqueous solution of nitric acid.
- Tests of the distribution of Vickers hardness for a loading force of 0.981 N (hardness symbol HV 0.1) on longitudinal crosssections of the die tracks. Measurements

HV 0,1 wykonano zgodnie z normą PN-EN ISO 6507-1:2007 - Metale --Pomiar twardości sposobem Vickersa -- Część 1: Metoda badań. Na każdej próbce wykonano po 2 profile twardości, a otrzymane wyniki uśredniono.

# **3. WYNIKI BADAŃ**

#### 3.1. Matryca F52066/15

Część kalibrującą matrycy przy otworze pokazano na rys. 1.

averaged. **3. RESULTS OF MICROSCOPE EXAMINATION** 3.1. Die F52066/15

of the HV 0.1 hardness were performed

in accord with norm PN-EN ISO 6507-1:2007: Metals -- Hardness measurement

with the Vickers method -- Part 1: Me-

thod of tests. 2 hardness profiles were made

for each sample, and the results were

# The calibrating part of a die by the hole is

shown in Fig. 1.

a) krawędź otworu / edge of the hole b) bieżnia / track Rys. 1. Część kalibrująca matrycy F52066/15 w obszarze otworu, SEM Fig. 1. Calibrating part of die F522066/15 in the area of the hole, SEM

Przy krawędzi otworu zaobserwowano wykruszenie materiału matrycy i pęknięcia, z których najdłuższe rozprzestrzeniły się na całej długości bieżni podczas eksploatacji (rys. 1). Strukturę i grubość warstwy azotowanej na przekroju bieżni tej matrycy przedstawiono na rys. 2.

a) przekrój wzdłużny bieżni przy otworze *a)* longitudinal cross-section of the track by the hole

, 1000 μm

Chipping away of the die material and fractures, the longest of which propagated to the full length of the track during usage, were observed by the edge of the hole (Fig. 1). The structure and thickness of the nitriding layer at the cross-section of that die's track are presented in Fig. 2.

b) pęknięcie i wykruszenie w narożu – obszar 1 *b) fracture and chipping in the corner – area 1* 









c) warstwa azotowana przy krawędzi wejścia profilu – powiększony fragment obszaru 2
c) nitrided layer by the edge of the profile input – magnified section of area 2



d) magnified section of area 2d) magnified section of area 2

Rys. 2. Struktura na przekroju części kalibrującej matrycy F52066/15 w miejscu otworu *Fig. 2. The structure at the cross-section of the calibrating part of die F52066/15 in the hole* 

Na przekroju części kalibrującej matrycy widoczna jest zróżnicowana grubość warstwy azotowanej, która wyniosła ok. 0,5 mm przy krawędzi wlotu materiału profilu, a w części środkowej bieżni wynosiła ok. 0,98 mm. Przy powierzchni matrycy nie zaobserwowano azotków żelaza. Drobne wydzielenia azotków żelaza wystąpiły jedynie w środkowej strefie azotowania wewnętrznego (rys. 2b i d).

#### 3.2. Matryca F52157/13

Część kalibrującą matrycy przy otworze pokazano na rys. 3.



In the cross-section of the die's calibrating part is visible the variable thickness of the nitrided layer, which was about 0.5 mm by the edge of the profile material input, and about 0.98 mm in the middle part of the tract. Iron nitride was not observed at the surface of the die. Small deposits of iron nitride occurred solely in the middle zone of internal nitriding (Fig. 2b and d).

#### 3.2. Die F52157/13

The calibrating part of a die by the hole is shown in Fig. 3.



a) krawędź otworu / edge of the hole
 b) bieżnia / track
 Rys. 3. Część kalibrująca matrycy F52157/13 przy otworze, SEM
 Fig. 3. The calibrating part of die F52157/13, by the hole, SEM

Przy krawędzi otworu matrycy F52157/13 zaobserwowano pęknięcia, podobnie jak w matrycy F52066/15. Bieżnia matrycy F52157/13 jest By the edge of the hole of die F52157/13, fractures were observed, similarly to die F52066/15. Die F52157/14's track is completely degraded – całkowicie zdegradowana – oprócz powstania głębokich pęknięć nastąpiło też wykruszenie materiału matrycy. Pęknięcia podczas eksploatacji rozprzestrzeniły się poza obszar bieżni, który nie miał kontaktu z profilem.

Wyniki obserwacji struktury na przekroju wzdłużnym próbki pobranej z okolicy otworu przedstawiono na rys. 4.



a) przekrój wzdłużny bieżni a) longitudinal cross-section of the track



c) powiększony fragment obszaru2*c) magnified section of area 2* 

besides the formation of deep fractures, there was also chipping of the die material. During use, the fractures expanded beyond the area of the track, which had no contact with the profile.

The results of observation of the structure in the longitudinal cross-section of a sample taken from the vicinity of the hole are presented in Fig. 4.



b) powiększony fragment obszaru 1
z zaznaczoną grubością warstwy azotowanej
b) magnified section of area 1,
with the thickness of the nitrided layer marked



d) powiększony fragment obszaru 3*d) magnified section of area 3* 

Rys. 4. Struktura na przekroju części kalibrującej matrycy F52157/13 w okolicy otworu *Fig. 4. Cross-section structure of the calibrating part of die F52157/13 in the vicinity of the hole* 

Grubość warstwy azotowanej na przekroju bieżni jest równomierna i wyniosła w okolicy środka bieżni ok. 0,56 mm (rys. 4). W narożach na przekroju bieżni widoczny jest siatkowy układ wydzieleń azotków żelaza (rys. 4c i d). Drobne wydzielenia azotków żelaza widoczne są w strefie azotowania wewnętrznego obszaru 1. The thickness of the nitrided layer in the track's cross-section is uniform and was about 0.56 mm in the vicinity of the track's center (Fig. 4). A grid arrangement of iron nitride deposits is visible in the corners of the track's cross-section (Fig. 4d and d). Minor deposits of iron nitride are visible in the internal nitriding zone in area 1.

# 3.3. Rdzeń matrycy H39128/14

Fragment bieżni rdzenia matrycy H39128/14 w miejscu wystąpienia największych bruzd pokazano na rys. 5.

# 3.3. Core of die H39128/14

A fragment of the core track of die H39128/14 in the place where the largest furrows occurred is shown in Fig. 5.



Rys. 5. Bieżnia rdzenia matrycy H39128/14, SEM Fig. 5. Core track of die H39128/14, SEM

Największe bruzdy wystąpiły w obszarze od środka bieżni do krawędzi wyjścia materiału profilu (rys. 5). Wyniki obserwacji struktury na przekroju wzdłużnym bieżni pokazano na rys. 6. The largest furrows occurred in the area from the middle of the track to the edge of the profile material output (Fig. 5). The results of observation of the structure in a longitudinal cross-section of the track are shown in Fig. 6.



a) przekrój wzdłużny bieżni a) longitudinal cross-section of the track



c) powiększony fragment obszaru 2
z zaznaczoną grubością warstwy azotowanej
c) magnified section of area 2
with marked thickness of the nitrided layer



b) powiększony fragment obszaru 1 b) magnified section of area 1



d) powiększony fragment obszaru 3*d) magnified section of area 3* 

Rys. 6. Struktura na przekroju wzdłużnym bieżni rdzenia matrycy H39128/14 Fig. 6. Structure in a longitudinal cross-section of the core track of die H39128/14 Na przekroju bieżni matrycy H39128/14, przy krawędzi wyjścia materiału profilu stwierdzono pęknięcie o długości ok. 0,1 mm (rys. 6b). Największy ubytek grubości warstwy azotowanej zaobserwowano w części środkowej bieżni, gdzie grubość warstwy wyniosła ok. 0,47 mm (rys. 6c). Bardzo drobne wydzielenia azotków żelaza wystąpiły jedynie w środku strefy azotowania wewnętrznego w narożach bieżni (rys. 6b i d).

#### 3.4. Rdzeń matrycy H39641/15

Część bieżni rdzenia matrycy w miejscu wystąpienia największych bruzd pokazano na rys. 7. A fracture with a length of about 0.1 mm was noted on the cross-section of die H39128/14's track, by the edge of the profile material output (Fig. 6b). The greatest decline in thickness of the nitrided layer was observed in the central part of the track; the thickness of the layer was about 0.46 mm (Fig. 6c). Very minor deposits of iron nitrides occurred solely in the middle of the internal nitriding zone in the corners of the track (Fig. 6b and d).

## 3.4. Core of die H39641/15

Part of the die's core track, in the place where the largest furrows occurred, is shown in Fig. 7.



Rys. 7. Bieżnia rdzenia matrycy H39641/15, SEM Fig. 7. Core track of die H39641/15, SEM

Obszar z największymi bruzdami, których długość objęła ok. 3/4 szerokości bieżni, zaobserwowano w środkowej części bieżni rdzenia matrycy H39641/15 rys. 7. Wyniki badań energodyspersyjnej mikroanalizy rentgenowskiej EDS wykazały obecność ok. 7,4% magnezu i ok. 3,8% aluminium w narostach usytuowanych blisko krawędzi wyjścia materiału profilu (rys. 7b).



a) przekrój wzdłużny bieżni a) longitudinal cross-section of the track

The area with the largest furrows, whose length included about 3/4 of the width of the track, was observed in the middle part of the core track of die H39641/15, Fig. 7. The results of energy dispersive X-ray spectroscopy revealed the presence of about 7.4 % magnesium and about 3.8 % aluminum in accretions located near the edge of the profile material output (Fig. 7b).



b) powiększony fragment obszaru 1
z zaznaczoną grubością warstwy azotowanej
b) magnified section of area 1
with marked thickness of the nitrided layer



c) powiększony fragment obszaru 2
z zaznaczoną grubością warstwy azotowanej
c) magnified section of area 2
with marked thickness of the nitrided layer



d) powiększony fragment z rys. 8c*d) magnified section of Fig. 8c* 

Rys. 8. Struktura na przekroju wzdłużnym bieżni rdzenia matrycy H39641/15 *Fig. 8. Structure in a longitudinal cross-section of the core track of die H39641/15* 

Najmniejsza grubość warstwy azotowanej wystąpiła w miejscu powstania bruzd i wyniosła ok. 0,14 mm w obszarze 2. W strefie azotowania wewnętrznego nie zaobserwowano wydzieleń azotków żelaza.

# 4. WYNIKI BADAŃ ROZKŁADÓW MIKRO-TWARDOŚCI

Średnie rozkłady twardości HV 0,1 od powierzchni w głąb materiału części kalibrującej matryc F52066/15 i F52157/13 oraz rdzeni matryc H39128/14 i H39641/15 pokazano na rys. 9. The smallest thickness of the nitrided layer occurred in the place where the furrows formed and was about 0.14 mm in area 2. No iron nitride deposits were observed in the internal nitriding zone.

# 4. RESULTS OF THE MICRO-HARDNESS DIS-TRIBUTION TESTS

The mean HV 0.1 hardness distributions from the surface into the material of the calibrating parts of dies F52066/15 and F52157/13 and the cores of dies H39128/14 and H39641/15 are shown in Fig. 9.



Rys. 9. Średnie profile twardości HV 0,1 badanych matryc i rdzeni matryc po eksploatacji *Fig. 9. Mean HV 0.1 hardness profiles of tested dies and die cores after use* 

Z rozkładów twardości HV 0,1 wynika, że średnia grubość warstwy azotowanej o twardości powyżej 550 HV 0,1 matryc po eksploatacji wyniosła: ok. 0,4 mm dla matrycy F52066/15, ok. 0,48 mm dla matrycy F52157/13, ok. 0,41 mm dla rdzenia matrycy H39128/14 oraz 0,12 mm dla rdzenia matrycy H39641/15. Największą twarFrom the HV 0.1 hardness distributions, it follows that the mean thickness of the nitrided layer having hardness above 550 HV 0.1 after use was: about 0.4 mm for die F52066/15, about 0.48 mm for die F52157/13, about 0.41mm for the core of die H39128/14, and 0.12 mm for the core of die H39641/15. Dies F52066/15 and F52157/13 dość przy powierzchni wykazywały matryce F52066/15 i F52157/13 od ok. 840 HV 0,1 do ok. 870 HV 0,1.

**5. PODSUMOWANIE** 

Na podstawie analizy wyników badań morfologii powierzchni przeprowadzonych za pomocą SEM oraz oceny struktury za pomocą mikroskopu świetlnego badanych matryc i rdzeni do wyciskania profili aluminiowych stwierdzono, że skutkami zużywania się części kalibrujących matryc i bieżni rdzeni z prototypowymi warstwami azotowanymi były:

- pęknięcia, których powstanie i rozwój nastąpiły w wyniku zmęczenia cieplnomechanicznego (rys. 1, 2a i b, 3, 6b),
- ubytki materiału w postaci wykruszeń, które powstały w wyniku rozwoju pęknięć cieplnych i odziaływaniem zmiennych obciążeń mechanicznych (rys. 1, 2b, 3b),
- zużycie ścierne zaobserwowane przede wszystkim w miejscach naroży (rys. 4c i d, 6d),
- bruzdy, które zostały zainicjowane przez powstawanie cienkiej warstwy związków międzymetalicznych zawierających Fe-Al-Mg-O w wyniku chemicznych reakcji na powierzchni styku materiału bieżni rdzenia matrycy i materiału profilu aluminiowego, a następnie rozwarstwienia tej warstwy i powstawania wgłębień (kraterów), które z kolei ulegały wydłużeniu zgodnie z kierunkiem poślizgu profilu (rys. 5, 6c, 7, 8c). Zjawisko to opisano szczegółowo w pracach [6 i 7].

Prototypowe warstwy azotowane nie zawierały ciągłej warstwy azotków żelaza przy powierzchni bieżni badanych matryc i rdzeni po eksploatacji. Siatkowy układ wtrąceń azotków żelaza zaobserwowano jedynie w narożach matrycy F52157/13 (rys. 4c i d). Drobne wydzielenia azotków żelaza zauważono w środkowej części strefy azotowania wewnętrznego matrycy F52066/15 i naroży rdzenia matrycy H39128/14.

Analiza średnich rozkładów twardości HV 0,1 w warstwach azotowanych wykazała, że matryca F52066/15, na której wyciśnięto największą ilość materiału profilu – 48392 kg, charakteryzowała się zbliżoną twardością powierzchniową, ale mniejszą *exhibited the greatest hardness at the surface, from about 840 HV 0.1 to about 870 HV 0.1.* 

#### 5. SUMMARY

On the basis of analysis of the results of examination of the surface morphology (performed with the help of an SEM) and assessment of the structure of the studied dies and cores for extruding aluminum profiles (with the help of an optical microscope), it was observed that the effects of wearing out of the calibrating parts of dies and core tracks with prototype nitrided layers were:

- fractures, whose formation and expansion occurred as a result of thermo-mechanical fatigue (Fig. 1, 2a and b, 3, 6b),
- losses in material in the form of chipping, which occurred as a result of the expansion of thermal fractures and the effect of variable mechanical loads (Fig. 1, 2b, 3b),
- abrasive wear was observed primarily in corner areas (Fig. 4c and d, 6d),
- furrows, which were initiated by the formation of a thin layer of intermetallic compounds containing Fe-Al-Mg-O as a result of chemical reactions on the surface of the die core track's material's contact with the aluminum profile material, followed by the delamination of this layer and the formation of cavities (craters), which in turn underwent lengthening in accord with the sliding direction of the profile (Fig. 5, 6c, 7, 8c). This phenomenon is described in detail in works [6 and 7].

Prototype nitrided layers did not contain a continuous layer of iron nitrides near the surfaces of the tracks of studied dies and cores after use. A grid arrangement of iron nitride precipitations was only observed in the corners of die F52157/13 (Fig. 4c and d). Minor deposits of iron nitride were noticed in the middle part of the internal nitriding zone of die F52066/15 and the corners of the core of die H39128/14.

Analysis of the mean distributions of HV 0.1 hardness in nitrided layers showed that die F52066/15, with which was extruded the greatest amount of profile material – 38492 kg – was characterized by a similar surface hardness, but a 0.08 o ok. 0,08 mm średnią grubością warstwy azotowanej o twardości powyżej 550 HV 0,1 w porównaniu z matrycą F52157/13 eksploatowaną do zużycia z rezultatem 17348 kg wyciśniętego profilu. Matryce te pochodziły od jednego dostawcy. Warunki procesów azotowania dwustopniowego tych matryc nie różniły się istotnie (tabela 2). Prawdopodobnie różne były warunki eksploatacji tych matryc. Niemniej ilość wyciśniętego materiału profilu, którą uzyskano na matrycach F52066/15, F52157/13 i H39128/14 azotowanych gazowo w procesie dwustopniowym metodą Zero Flow jest zadowalająca. Dla porównania, na komplecie matryc z rdzeniami H39128/10 podanej w publikacji [3] wyciśnięto 56650 kg profilu po sześciokrotnym azotowaniu gazowym, a na komplecie analogicznych matryc H39128/14, z warstwą otrzymaną w procesie dwustopniowym (tabela 2) uzyskano 18128 kg profilu.

Wyniki badań opisane w tej publikacji skłaniają do stwierdzenia, że trwałość eksploatacyjna matryc i rdzeni z prototypowymi warstwami azotowanymi uzyskanymi w procesach dwustopniowych, kiedy twardość przypowierzchniowa wynosiła ok. 900 HV 0,1, a grubość warstwy azotowanej od 0,4 mm do 0,48 mm, może być zadowalająca dla średnich serii produkcyjnych profili aluminiowych, bez konieczności prowadzenia procesów regeneracyjnych matryc i rdzeni matryc.

## PODZIĘKOWANIA

Praca była realizowana w ramach Umowy Nr PBS1/B5/0/2012 O WYKONANIE I FINANSO-WANIE Projektu realizowanego w ramach PROG-RAMU 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. mm-smaller mean thickness of the nitrided layer having hardness above 550 HV 0.1, compared to die F52157/13, which was used to the point of wear with 17348 kg of extruded profile. These dies came from one supplier. The conditions of the two-step nitriding process of these dies did not differ significantly (Table 2). The usage conditions of these dies were probably different. Still, the amount of extruded profile material achieved with dies F52066/15, F52157/13, and H39128/14, which were gas nitrided in a two-step process with the Zero Flow method, is satisfactory. For comparison, with the set of dies with core H39128/10 given in publication [3], 56650 kg of profile were extruded after six-time gas nitriding, and with the analogical set of H39128/14 dies, with layers obtained through a two-step process (Table 2), 18128 kg of profile were obtained.

The results of the tests described in this publication encourage the conclusion that the usage durability of dies and cores with prototype nitrided layers, obtained through a two-step process, when the near-surface hardness was about 900 HV 0.1, and the thickness of the nitrided layer was from 0.4 mm to 0.48 mm, can be satisfactory for medium production runs of aluminum profiles, without the need to perform regenerative processes on dies and die cores.

#### **ACKNOWLEDGEMENTS**

This work was realized under the auspices of Agreement No. PBS1/B5/0/2012 ON THE PER-FORMANCE 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 aluminium profiles with the help of gas nitriding", financed by the National Centre for Research and Development with public funding for science.

#### LITERATURA / REFERENCES

- [1] Björk T., Westergard R., Hogmark S.: Wear of surface treated dies for aluminium extrusion a case study. Wear vol. 249 (2001), s. 316–323.
- [2] Terčelj M., Smolej A., Fajfar P., Turk R.: Laboratory assessment of wear on nitrided surfaces of dies for hot extrusion of aluminium. Tribology International vol. 40 (2007), s. 374–384.
- [3] Pachutko B., Samolczyk J., Borowski J., Jurczak H.: Ocena procesów zużycia matryc do wyciskania profili aluminiowych na podstawie badań SEM, rentgenowskiej analizy fazowej i chropowatości powierzchni. Obróbka Plastyczna Metali Vol. XXV Nr 2 (2014), s. 99–112.
- [4] Małdziński L., Tacikowski J.: *Concept of an economical and ecological process of gas nitriding of steel*. HTM Z. Werkst. Wärmebeh. Fertigung Vol. 61 Nr 6 (2006), s. 1–8.
- [5] Małdziński L., Bazel M., Korecki M., Miliszewski A., Przygoński T.: Industrial experiences with controlled nitriding using a Zero Flow method. Heat Treating Progress July/ August 2009, s. 19–22.
- [6] Birol Y.: Analysis of wear of gas nitride H13 tool steel die in aluminium extrusion. Engineering Failure Analysis vol. 26 (2012), s. 203–210.
- [7] Kugler G., Turk R., Večko-Pirtovšek T., Terčelj M.: *Wear behavior of nitride microstructures of AISI H13 dies for hot extrusion of aluminium. Metalurgija* vol. 45 nr 1 (2006,), s. 21–29.