

dr inż. Beata PACHUTKO<sup>1)</sup>, dr inż. Jarosław SAMOLCZYK<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

# Ocena procesów zużycia matryc do wyciskania profili aluminiowych na podstawie badań SEM, rentgenowskiej analizy fazowej i chropowatości powierzchni

## *Assessment of wear processes of dies for aluminum profile extrusion based on SEM observations, X-ray phase analysis, and surface roughness*

### Streszczenie

W publikacji przedstawiono wyniki badań SEM, analizy fazowej XRD i chropowatości powierzchni części kalibrującej matryc i bieżni rdzeni do wyciskania profili aluminiowych. Na przykładach matryc i rdzeni eksploatowanych w różnych warunkach zidentyfikowano procesy ich zużycia. Wyniki badań skłaniają do rekomendacji procesów azotowania bez wytworzenia warstwy faz  $\epsilon$  i  $\gamma'$  oraz bez wydzielenia fazy  $\gamma'$  w strefie azotowania wewnętrznej do wytwarzania narzędzi do wyciskania aluminium.

### Abstract

*In this publication, the results of SEM observations, XRD phase analysis, and surface roughness are presented for the calibrators and core tracks of dies used to extrude aluminum profiles. Wear processes were identified using the examples of dies and cores exploited under various conditions. The results of studies support recommendation of nitriding processes without formation of  $\epsilon$  and  $\gamma'$  phases and without precipitation of the  $\gamma'$  phase in the internal nitriding zone in the production of aluminum extrusion tools.*

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

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

## 1. WSTĘP

Wyciskanie na gorąco jest najczęściej stosowaną technologią wytwarzania długich wyrobów z aluminium lub ze stopów aluminium (np. AA 6063) w postaci płaskowników, rur, prętów lub profili o skomplikowanym kształcie. Materiał na matryce do wyciskania wyżej wymienionych wyrobów powinien spełniać następujące wymagania: mieć wysoką twardość, wysoką granicę plastyczności, dobrą odporność na pęcznienie, dobrą ciągliwość w podwyższonej tem-

## 1. INTRODUCTION

*Hot extrusion is the production technology most often applied to make long products from aluminum or aluminum alloys (e.g. AA 6063) in the form of flat bars, tubes, rods, or profiles with complex shapes. The material of dies for extrusion of the aforementioned products should fulfill the following requirements: high hardness, high yield point, good creep resistance, good ductility at high temperatures, resistance to tempering, and chemical resistance. The choice of tool material*

peraturze, odporność na odpuszczanie, a także odporność chemiczną. Dobór materiału narzędziowego oraz jego obróbka cieplna i cieplno-chemiczna mają istotny wpływ na trwałość eksploatacyjną matrycy. Wymagania wyżej wymienione przy stosunkowo niskim koszcie spełnia stal narzędziowa do pracy na gorąco AISI H13 (odpowiednik stali WCLV) [1, 2]. Ponadto stal ta podatna jest do obróbki cieplno-chemicznej np. azotowania. Matryce do wyciskania wykonane ze stali AISI H13 poddawane są najczęściej ulepszeniu cieplnemu na twardość 450–500 HV, a następnie procesowi azotowania (gazowego, jarzeniowego lub próżniowego) w zakresie temperatury 450–580°C z wytworzeniem cienkiej warstwy azotków żelaza o grubości 2–10 µm na powierzchni matrycy oraz strefy dyfuzyjnej  $\alpha$  pod tą warstwą o grubości 50–300 µm [3, 4].

Koszt wytworzenia matrycy może osiągać aż do 17% ceny produktu. Podana proporcja może ulec zmniejszeniu, jeśli zwiększy się trwałość matrycy. Trwałość matryc do wyciskania profili aluminiowych można zwiększyć w stosunku do matryc azotowanych konwencjonalnie, stosując pokrycia z TiC + TiN wytwarzane w procesach CVD lub pokrycia z CrN, TiN, TiAlN wytwarzane w procesach PVD oraz duplex przy zastosowaniu obu procesów [1].

Z kolei trwałość eksploatacyjna matrycy do wyciskania aluminium jest określona na podstawie dopuszczalnych tolerancji na przekroju poprzecznym wyciśniętego wyrobu i chropowatości powierzchni tego wyrobu [1]. Elementem matrycy, który poddawany jest największym siłom o wartości do 100 MN, podczas procesu wyciskania aluminium, jest część kalibrująca matrycy [1]. Dane literaturowe [1–4] podają, że najczęściej występującymi procesami zużycia azotowanych matryc do wyciskania aluminium są: pęknięcia i wykruszenia powstałe wskutek zmęczenia cieplno-mechanicznego, łuszczenie się warstwy zawierającej związek międzymetaliczny (składający się z Fe, Mg i Al), które powstały podczas eksploatacji matrycy, degradacja warstwy azotków żelaza lub CrN oraz częściowa strefy dyfuzyjnej  $\alpha$  oraz powstawanie bruzd wskutek zużycia ściernego.

Matryce do wyciskania profili aluminiowych poddaje się procesom regeneracji polegającym na usuwaniu pozostałości aluminium, przez trawienie części kalibrującej matrycy w roztworze

*as well as of its heat and thermo-chemical treatment has a significant influence on a die's service life. The requirements given above are fulfilled at a relatively low cost by AISI H13 hot-work tool steel (equivalent of WCLV steel) [1, 2]. In addition, this steel is susceptible to thermo-chemical treatment, e.g. nitriding. Extrusion dies made from AISI H13 steel are most often subjected to hardening and tempering up to a hardness of 450–500 HV, and after that, to the nitriding process (gas, glow discharge, or vacuum) in the temperature range of 450–580°C, with formation of a thin iron nitride layer with a thickness of 2–10 µm on the die surface and diffusion zone  $\alpha$  under this layer with a thickness of 50–300 µm [3, 4].*

*The cost of die production may reach up to 17% of the product price. The given proportion can be reduced if die life is increased. The lifetime of dies for extrusion of aluminum profiles can be increased relative to conventionally nitrided dies by using TiC + TiN coatings made in CVD processes or CrN, TiN, TiAlN coatings made in PVD processes as well as duplex methods with the application of both processes [1].*

*In turn, the lifetime of aluminum extrusion dies is determined based on acceptable tolerances on the cross-section of the extruded product and the surface coarseness of this product [1]. The die element that is subjected to the greatest forces, with a value up to 100 MN, during the aluminum extrusion process, is the die calibrator [1]. Literature data [1–4] indicates that the most frequent wear processes of nitrided aluminum extrusion dies are: cracking and chipping caused by thermo-mechanical fatigue, delamination of the layer containing intermetallic compounds (made up of Fe, Mg, and Al) formed during die work, degradation of the iron nitride or CrN layer and partial degradation of the  $\alpha$  diffusion zone, and the formation of furrows as a result of abrasive wear.*

*Aluminum extrusion dies are subjected to regeneration processes based on the removal of residual aluminum by etching the die calibrator in a hot sodium hydroxide solution, followed by nitriding after preparation of the surface and possi-*

wodorotlenku sodu na gorąco, a następnie azotowaniu po przygotowaniu powierzchni i ewentualnej korekcie wykroju [5]. Matryce można poddawać kilku cyklom regeneracyjnym – najczęściej od 2 do 6.

Celem badań była ocena procesów zużycia części kalibrującej matryc i bieżni rdzeni matryc do wyciskania aluminium stosowanych w firmie Albatros Aluminium w Wałczu na podstawie: badań mikroskopowych za pomocą SEM, analizy fazowej strefy przypowierzchniowej metodą dyfrakcji rentgenowskiej i określenia parametrów chropowatości powierzchni.

## 2. BADANY MATERIAŁ I METODYKA BADAŃ

Badany materiał stanowiły matryce i rdzenie matryc wykonane ze stali WCL (odpowiednik stali AISI H11) do wyciskania profili aluminiowych o różnym kształcie wykroju i po różnych etapach eksploatacji, które wyszczególniono w tabeli 1. Matryce i rdzenie były ulepszone cieplnie na twardość 52÷54 HRC oraz azotowane gazowo z wytworzeniem warstwy azotowanej po pierwszym azotowaniu, o grubości ok. 0,1 mm.



*ble correction of the shape [5]. Dies can be subjected to several regeneration cycles – most often from 2 to 6.*




*The goal of studies was to evaluate wear processes of calibrators and core tracks of aluminum extrusion dies used at the Albatros Aluminium company in Wałcz based on: SEM observations, X-ray diffraction phase analysis of the near-surface zone, and determination of surface roughness parameters.*

## 2. STUDIED MATERIAL AND METHODOLOGY OF STUDIES

*The studied materials were dies and die cores made from WCL steel (equivalent of AISI H11 steel) for extrusion of aluminum profiles with various impression shapes and after various stages of exploitation, as specified in Table 1. Dies and cores were hardened and quenched to the hardness of 52÷54 HRC and gas nitrided, with formation of a nitrided layer after the first nitriding with a thickness of about 0.1 mm.*

Tab. 1. Wykaz badanych matryc i rdzeni matryc  
Tab. 1. List of studied dies and die cores

Matryca / rdzeń Die / core	Opis Description
F52200/11 	Nie eksploatowano po drugim azotowaniu. Pierwsze azotowanie – wyciśnięto 16915 m (14547 kg) profilu. <i>Not used after second nitriding. First nitriding – 16915m of profile extruded (14547 kg).</i>
F52200/10 	Eksploatowano do zużycia po czwartym azotowaniu – wyciśnięto 15183 m profilu, łącznie – 38070 m (31065 kg) profilu. <i>Exploited to failure after fourth nitriding – 15183 m of profile extruded, total – 38070 m (31065 kg) of profile.</i>

Matryca / rdzeń Die / core	Opis Description
<p>F52199</p> 	<p>Eksploatowano do zużycia po czwartym azotowaniu – wyciśnięto 20782 m profilu, łącznie – 58400 m (35500 kg) profilu. <i>Exploited to failure after fourth nitriding – 20782 m of profile extruded, total – 58400 m (35500 kg) of profile.</i></p>
<p>Rdzeń matrycy H40002/10 Die core H40002/10</p> 	<p>Eksploatowano do zużycia po trzecim azotowaniu – wyciśnięto 7030 m profilu, łącznie – 15341 m (18411 kg) profilu. <i>Exploited to failure after third nitriding – 7030 m of profile extruded, total – 15341 m (18411 kg) of profile.</i></p>
<p>Rdzeń matrycy H39128/10 Die core H39128/10</p> 	<p>Eksploatowano do zużycia po szóstym azotowaniu – wyciśnięto 3918 m profilu, łącznie – 52846 m (56650 kg) profilu. <i>Exploited to failure after sixth nitriding – 3918 m of profile extruded, total – 52846 m (56650 kg) of profile.</i></p>

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),
- rentgenowską analizę fazową (XRD) do identyfikacji faz strefy przypowierzchniowej bieżni części kalibrującej matrycy i rdzeni, za pomocą zmodernizowanego dyfraktometru rentgenowskiego Kristalloflex 4 (Siemens); analizę XRD prowadzono przy zastosowaniu promieniowania  $\text{MoK}_\alpha$  o długości fali  $\lambda = 0,71069 \text{ \AA}$ ,
- pomiary następujących parametrów profilu chropowatości powierzchni rdzeni matryc:  $R_a$  – średniej arytmetycznej rzędnych profilu,  $R_t$  – całkowitej wysokości profilu,  $R_z$  – największej wysokości profilu chropowatości (określonych wg normy PN-EN ISO 4287:1999 – Specyfikacje geometrii wyrobów – Struktura geomet-

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

- *scanning electron microscopy (SEM) for observations of the topography of the edge or surface of the track of the die calibrator, using an Inspect S (FEI) microscope,*
- *X-ray phase analysis (XRD) for identification of phases in the near-surface zone of the tracks of die calibrators and cores, using a Kristalloflex 4 (Siemens) modernized X-ray diffractometer; XRD analysis was conducted with the application of  $\text{MoK}_\alpha$  radiation with a wavelength of  $\lambda = 0.71069 \text{ \AA}$ ,*
- *measurements of the following roughness profile parameters of die core surfaces:  $R_a$  – arithmetic mean of profile ordinates,  $R_t$  – total profile height,  $R_z$  – greatest height of roughness profile (determined according to standard PN-EN ISO 4287:1999 – Product geometry specifications – Geometric surface structure: profile method*

ryczna powierzchni: metoda profilowa – Terminy, definicje i parametry struktury geometrycznej powierzchni) za pomocą profilometru T8000 RC (Hommel-Etamic). Pomiary te wykonano na powierzchni bieżni rdzeni matryc H40002/11 i H39128/10.

– Terminology, definitions, and parameters of the geometrical surface structure) using a T8000 RC (Hommel-Etamic) profile measurement gauge. These measurements were taken on the track surfaces of the cores of dies H40002/11 and H39128/10.

### 3. WYNIKI BADAŃ

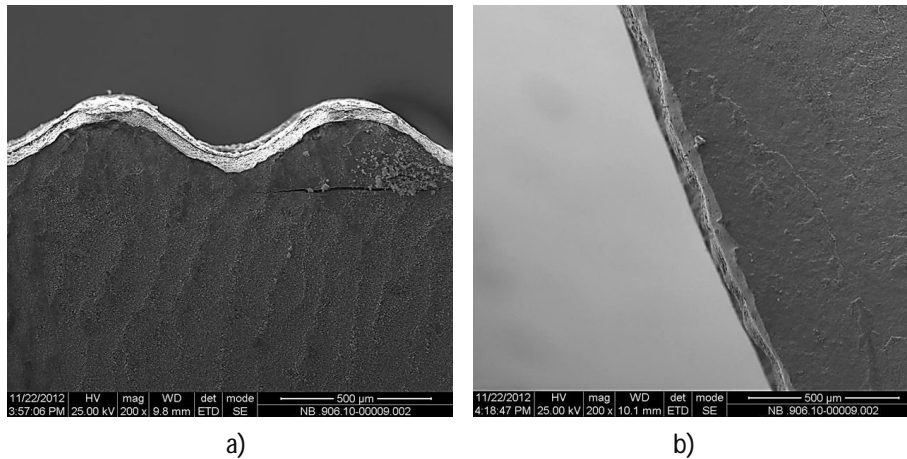
### 3. TEST RESULTS

#### 3.1. Matryca F52200/11

#### 3.1. Die F52200/11

Krawędź części kalibrującej matrycy pokazano na rys. 1.

The edge of the die calibrator is shown in Fig. 1.

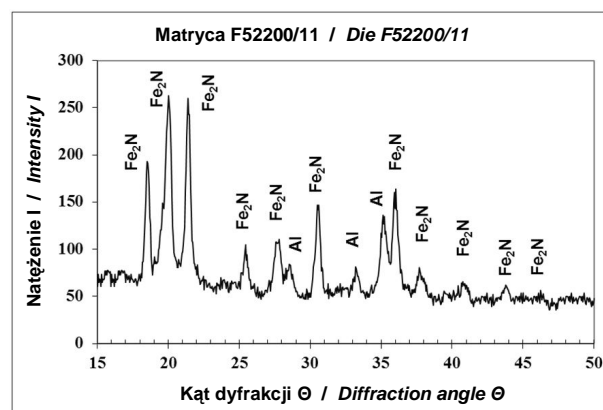


Rys. 1. Krawędź części kalibrującej matrycy F52200/11, SEM

Fig. 1. Edge of the calibrator of die F52200/11, SEM

Widoczne są: pęknięcie w obszarze z „zębami” oraz wykruszenia na zakrzywionej krawędzi. Dyfraktogram ze strefy przypowierzchniowej bieżni matrycy F52200/11 pokazano na rys. 2.

The following are visible: crack in the 'toothed' area and chipping on the curved edge. The diffractogram from the near-surface area of the track of die F52200/11 is shown in Fig. 2.



Rys. 2. Dyfraktogram strefy przypowierzchniowej bieżni matrycy F52200/11

Fig. 2. Diffractogram of the near-surface area of the track of die F52200/11

Z dyfraktogramu wynika, że w strefie przypowierzchniowej bieżni matrycy występują azotki żelaza  $\epsilon\text{-Fe}_2\text{N}$  oraz pozostałości wyciśniętego materiału – aluminium.

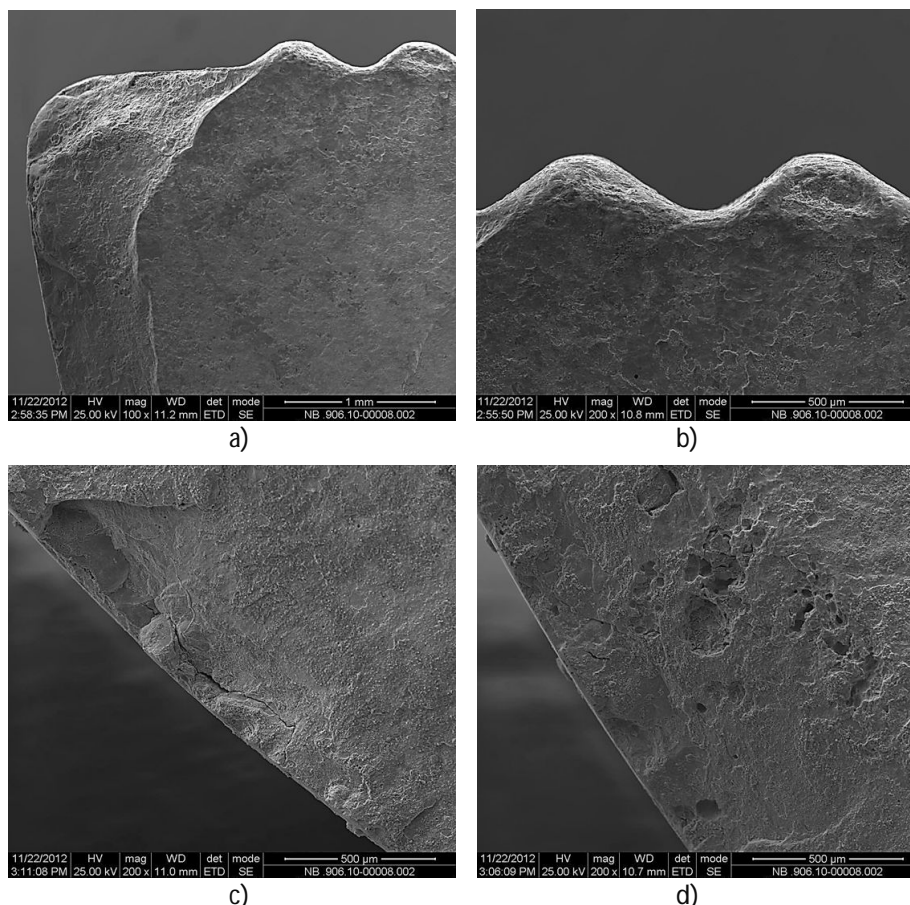
### 3.2. Matryca F52200/10

Na rys. 3 pokazano miejsca obserwacji na SEM krawędzi części kalibrującej matrycy F52200/10.

The diffractogram shows that there are  $\epsilon\text{-Fe}_2\text{N}$  iron nitrides and residues of the extruded material – aluminium – in the near-surface area of the die track.

### 3.2. Die F52200/10

Fig. 3 shows the locations of SEM observation on the edge of the calibrator of die F52200/10.



Rys. 3. Krawędź części kalibrującej matrycy F52200/10, SEM

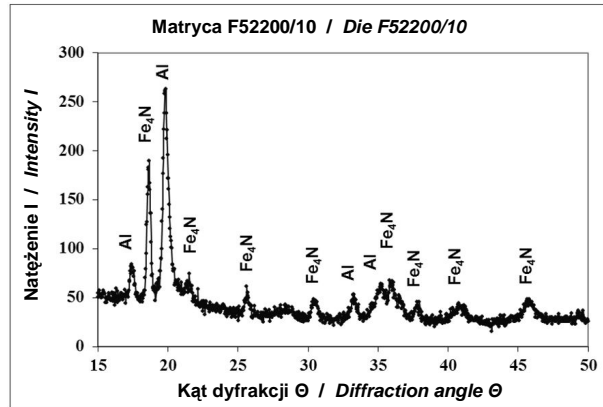
Fig. 3. Edge of the calibrator of die F52200/10, SEM

Matryca ta wykazuje ubytek w narożu o makro-skopowych wymiarach (rys. 3a). W obszarze z „ząbkami” widoczne jest zaokrąglenie krawędzi (rys. 3b). W części zakrzywionej zaobserwowano pęknięcia i wykruszenie o długości ok. 0,5 mm (rys. 3c). W obszarze pokazanym na rys. 3d stwierdzono wżery korozyjne powstałe najprawdopodobniej po czyszczeniu matrycy w wodnym roztworze wodorotlenku sodowego przed każdym procesem azotowania gazowego.

Dyfraktogram ze strefy przypowierzchniowej bieżni matrycy F52200/10 pokazano na rys. 4.

This die exhibits a decrement in the corner with macroscopic dimensions (Fig. 3a). Rounding of edges is visible in the 'toothed' area (Fig. 3b). In the curved part, cracks and chipping were observed with a length of about 0.5 mm (Fig. 3c). In the area shown in Fig. 3d, corrosion pits were observed created most probably after cleaning of the die in an aqueous sodium hydroxide solution before every gas nitriding process.

The diffractogram from the near-surface area of the track of die F52200/10 is shown in Fig. 4.



Rys. 4. Dyfraktogram strefy przypowierzchniowej bieżni matrycy F52200/10

*Fig. 4. Diffractogram of the near-surface area of the track of die F52200/10*

Analiza fazowa metodą rentgenowską wykazała obecność azotków żelaza  $\gamma'$ - $\text{Fe}_4\text{N}$  oraz pozostałości wyciśniętego materiału w strefie przypowierzchniowej bieżni matrycy.

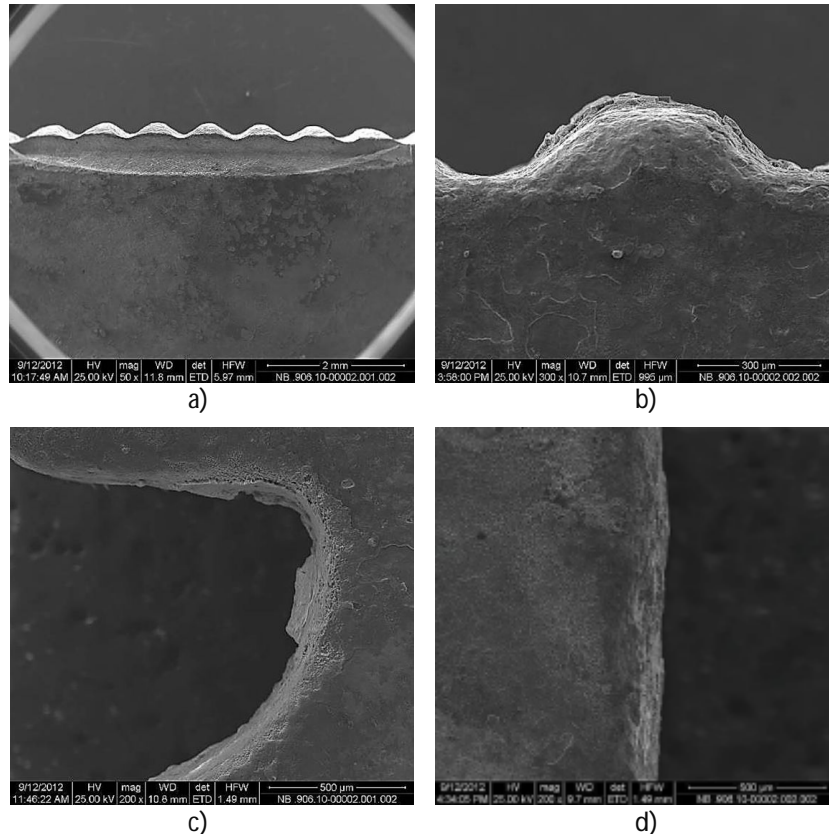
*X-ray phase analysis indicated the presence of  $\gamma'$ - $\text{Fe}_4\text{N}$  iron nitrides as well as of residues of the extruded material in the near-surface area of the die track.*

### 3.3. Matryca F52199

### 3.3. Die F52199

Wyniki obserwacji na SEM krawędzi części kalibrującej matrycy pokazano na rys. 5.

*The results of SEM observations of the edge of the die calibrator are shown in Fig. 5.*

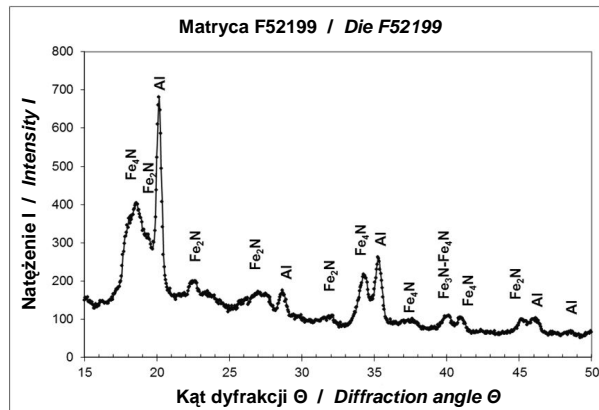


Rys. 5. Krawędź części kalibrującej matrycy F52199, SEM

*Fig. 5. Edge of the calibrator of die F52199, SEM*

Największe ubytki materiału matrycy stwierdzono w obszarze z „ząbkami”, gdzie nastąpiło wykruszenie materiału na długości ok. 6 mm (rys. 5a). Powierzchnia „ząbków”, w których nie nastąpiło wykruszenie uległa zaokrągleniu (rys. 5b). Wykruszenia stwierdzono również w obszarze na promieniu (rys. 5c) i w obszarze krawędzi bez „ząbków” (rys. 5d). Dyfraktogram ze strefy przypowierzchniowej bieżni tej matrycy pokazano na rys. 6.

*The greatest losses of die material were observed in the ‘toothed’ area, where chipping of the material occurred over a length of approx. 6 mm (Fig. 5a). The part of the ‘toothed’ surface where chipping did not occur was rounded (Fig. 5b). Chipping was also observed in the area on the radius (Fig. 5c) and in the area of edges without ‘teeth’ (Fig. 5d). The diffractogram from the near-surface area of the track of this die is shown in Fig. 6.*



Rys. 6. Dyfraktogram strefy przypowierzchniowej bieżni matrycy F52199

*Fig. 6. Diffractogram of the near-surface area of the track of die F52199*

Z dyfraktogramu wynika, że w strefie przypowierzchniowej bieżni matrycy zidentyfikowano obecność azotków żelaza  $\epsilon$ - $\text{Fe}_2\text{N}$  i  $\gamma'$ - $\text{Fe}_4\text{N}$  oraz pozostałość wyciskanego aluminium.

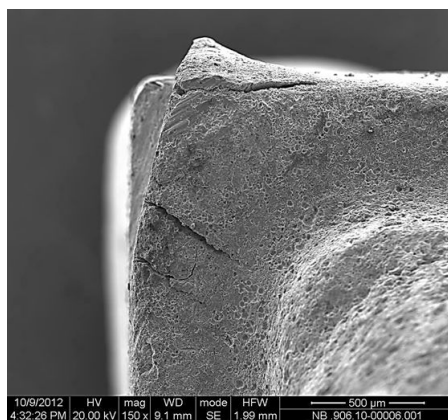
*The diffractogram shows that  $\epsilon$ - $\text{Fe}_2\text{N}$  and  $\gamma'$ - $\text{Fe}_4\text{N}$  iron nitrides and residues of the extruded material – aluminum – were identified in the near-surface area of the die track.*

### 3.4. Rdzeń matrycy H40002/10

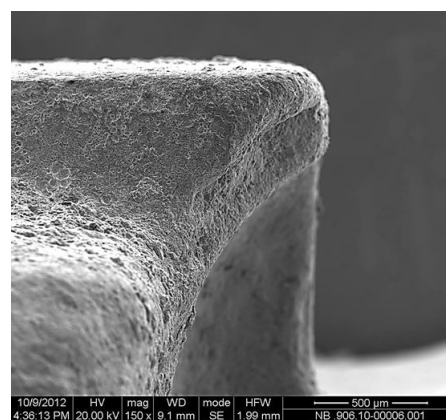
### 3.4. Core of die H40002/10

Krawędź części kalibrującej rdzenia matrycy H40002/10 pokazano na rys. 7.

*The edge of the core calibrator of die H40002/10 is shown in Fig. 7.*

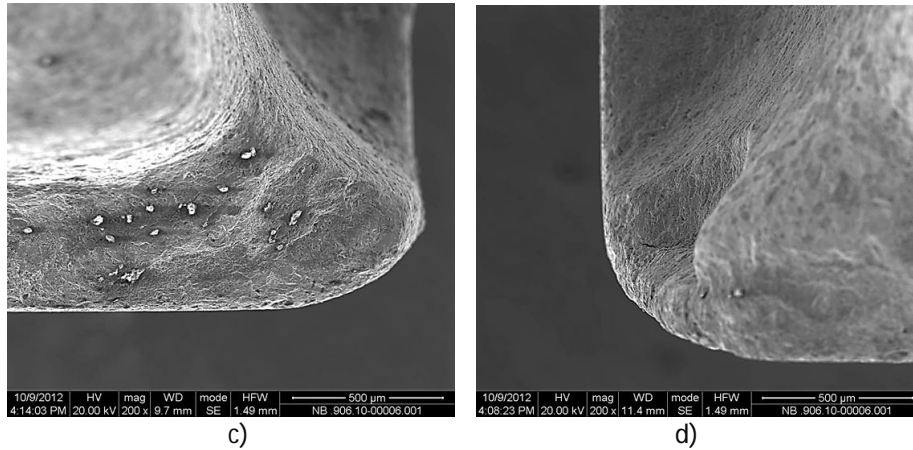


a)



b)





Rys. 7. Krawędź części kalibrującej rdzenia matrycy H40002/10, SEM

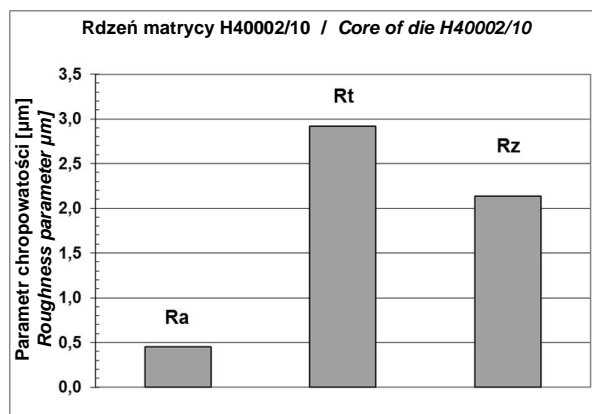
*Fig. 7. Edge of the core calibrator of die H40002/10, SEM*

Rdzeń matrycy H40002/10 uległ największej degradacji w obszarach promieni, na krawędzi części kalibrującej, gdzie stwierdzono pęknięcia i wykruszenia. Dyfraktogram ze strefy przypowierzchniowej bieżni rdzenia matrycy H40002/10 był niemal identyczny z tym, który pokazano na rys. 11.

Wyniki badań chropowatości powierzchni na bieżni rdzenia matrycy H40002/10 podano na rys. 8. Wartości wyznaczonych parametrów  $R_a$ ,  $R_t$  i  $R_z$  świadczą o równomiernym zużywaniu się bieżni rdzenia matrycy i brakiem występowania głębokich bruzd i wykruszeń.

*The core of die H40002/10 was subjected to the greatest degradation in the radial areas on the edge of the calibrator, where cracks and chipping were observed. The diffractogram from the near-surface zone of the core track of die H40002/10 was nearly identical to the one shown in fig. 10.*

*The results of roughness tests of the surface of the core track of die H40002/10 are given in Fig. 8. The values of determined parameters,  $R_a$ ,  $R_t$  and  $R_z$ , indicate uniform wearing of the die core track and the absence of deep furrows and chipping.*



Rys. 8. Parametry chropowatości bieżni rdzenia matrycy H40002/10

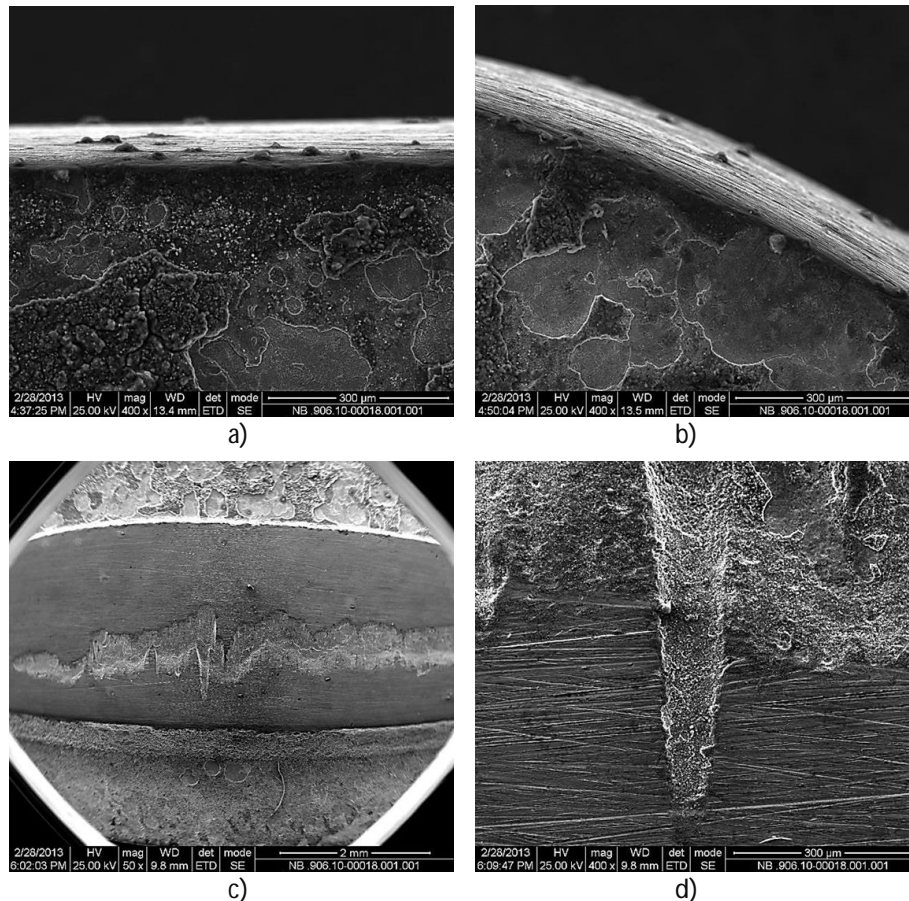
*Fig. 8. Coarseness parameters of the core track of die H40002/10*

### 3.5. Rdzeń matrycy H39128/10

Rys. 9 przedstawia wyniki badań na SEM części kalibrującej rdzenia matrycy H39128/10.

### 3.5. Core of die H39128/10

*Fig. 9 presents the results of SEM studies of the core calibrator of die H39128/10.*



Rys. 9. Część kalibrująca rdzenia matrycy H39128/10: a) i b) – obszary krawędzi, c) i d) – bieżnia, SEM  
 Fig. 9. Core calibrator of die H39128/10: a) and b) – edge areas, c) and d) – track, SEM

Na krawędzi kalibrującej nie stwierdzono uszkodzeń takich jak pęknięcia, czy wykruszenia wskutek eksploatacji jak pokazano na rys. 9a i b. Na rys. 9 widoczne są tylko narosty wyciśniętego materiału, a w okolicy środka bieżni bruzdy i wykruszenia materiału matrycy – 9c i d.

Wyniki analizy fazowej XRD na powierzchni bieżni pokazano na rys. 10. Nie stwierdzono w strefie przypowierzchniowej matrycy faz azotków żelaza.

Badania składu chemicznego w mikroobszarach metodą energodispersyjnej mikroanalizy rentgenowskiej EDS wykazały, że drobne narosty widoczne na rys. 9a i b zawierają ok. 16% wagowych aluminium. Natomiast w obszarze bruzdy na powierzchni bieżni rdzenia tej matrycy (rys. 9c i 11) zawartość aluminium zmieniała się w zakresie ok. 3,5÷5,2% wagowych, a magnezu – odpowiednio 3,8% do 5,3% wagowych.

Parametry chropowatości  $R_a$ ,  $R_t$  i  $R_z$  wyznaczone na bieżni rdzenia matrycy H39128/10 zamieszczono na rys. 12. Duże wartości parametrów  $R_t$  i  $R_z$  potwierdzają obecność bruzd pow-

No damage, such as cracks or chipping as a result of exploitation, was observed on the calibrator edge, as shown in Fig. 9a and b. Only accretions of extruded material are visible in Fig. 9, and in the central area of the track, furrows and chipping of the die material – 9c and d.

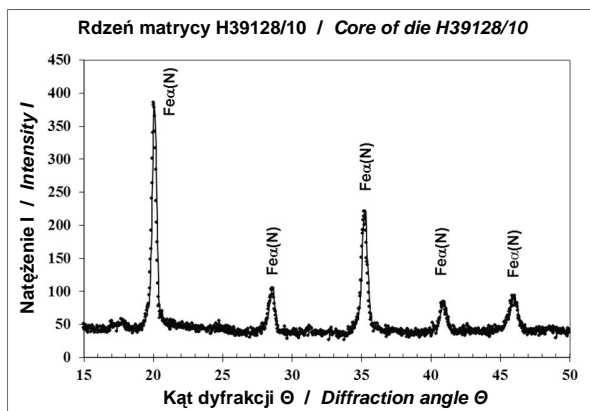
The results of XRD phase analysis on the track surface are shown in fig. 10. Iron nitride phases were not observed in the near-surface area of the die.

Chemical composition tests in micro-areas with the application of energy-dispersive X-ray microanalysis (EDS) showed that the small accretions visible in Fig. 9a and b contain approx. 16% aluminum by weight. However, in the area of the furrow on the surface of the core track of this die (Fig. 9c and 11), aluminum content changed within the range of approx. 3.5÷5.2 % by weight, and magnesium content – 3.8% to 5.3 % by weight, respectively.

Roughness parameters,  $R_a$ ,  $R_t$  and  $R_z$ , determined on the core track of die H39128/10 can be found in Fig. 121. The large values of the  $R_t$  and

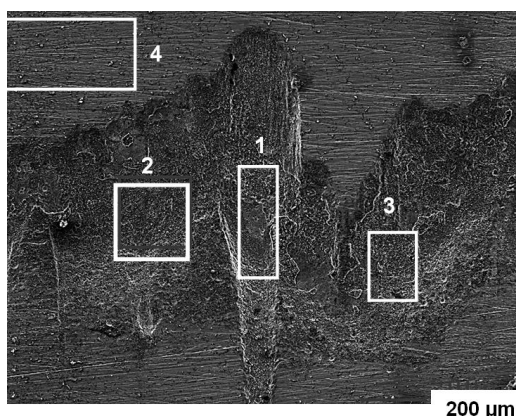
stałych na powierzchni bieżni rdzenia matrycy. Badania profilu chropowatości wykazały, że największa głębokość bruzdy osiągała wartość ok. 0,5 mm.

and  $R_z$  parameters confirm the presence of furrows formed on the surface of the die core track. Roughness profile tests indicated that the furrow's greatest depth reached a value of approx. 0.5 mm.



Rys. 10. Dyfraktogram strefy przypowierzchniowej bieżni rdzenia matrycy H39128/10

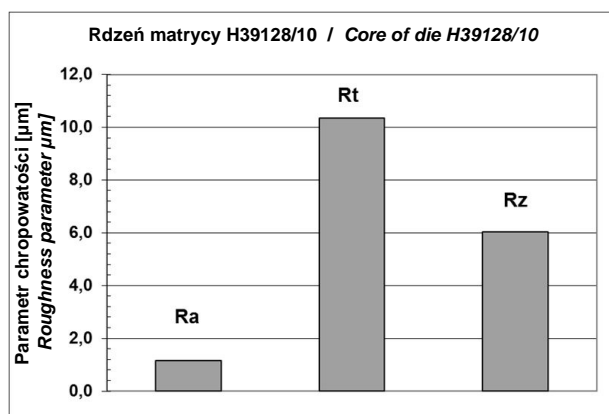
Fig. 10. Diffractogram of the near-surface area of the core track of die H39128/10



Pierwiastek/ linia spektralna Element / spectral line	Zawartość pierwiastka, % wag. Element content. % wt.			
	Obszar 1 Area 1	Obszar 2 Area 2	Obszar 3 Area 3	Obszar 4 Area 4
O-K	13,12	13,01	14,2	2,25
Mg-K	3,8	4,62	5,26	0,18
Al-K	3,48	4,12	5,21	0,27
Si-K	0,87	0,83	0,86	1,3
Mo-L	1,54	1,28	1,21	1,19
V-K	0,68	0,69	0,64	0,46
Cr-K	5,54	4,25	3,93	4,99
Fe-K	70,98	71,2	68,7	89,37

Rys. 11. Wyniki mikroanalizy rentgenowskiej EDS na bieżni rdzenia matrycy H39128/10

Fig. 11. Results of EDS X-ray microanalysis on core track of die H39128/10



Rys. 12. Parametry chropowatości bieżni rdzenia matrycy H39128/10

Fig. 12. Coarseness parameters of the core track of die H39128/10

#### 4. PODSUMOWANIE

Na podstawie analizy wyników badań przeprowadzonych za pomocą SEM, energodyspersyjnej mikroanalizy rentgenowskiej EDS oraz oceny chropowatości powierzchni matryc i rdzeni do wyciskania profili aluminiowych stwierdzono, że przyczynami zużywania się części kalibrującej matryc i bieżni rdzeni były:

- pęknięcia powstałe wskutek zmęczenia cieplno-mechanicznego (rys. 1a, 3c, 7a, 7b i 7d),
- wykruszenia, które nastąpiły w wyniku rozwoju pęknięć wywołanych zmęczeniem cieplnym i oddziaływaniem zmiennych obciążeń mechanicznych (rys. 1b, 3a, 3c, 5a, 5c i 5d, 7a, 7b i 7d),
- zużycie ściernie zaobserwowane przede wszystkim w miejscach występowania: „ząbków” i promieni (rys. 3b, 5b i 7c),
- wżery korozyjne powstałe wskutek czyszczenia matrycy w agresywnym roztworze wodorotlenku sodowego w celu usunięcia pozostałości wyciśniętego materiału z powierzchni kalibrującej matrycy (rys. 3d),
- bruzdy i wykruszenia, które zostały zainicjowane przez łuszczenie się lub pękanie warstwy związków międzymetalicznych zawierających Fe-Al-Mg-O powstałej na powierzchni bieżni rdzenia matrycy podczas eksploatacji (rys. 9c, 9d i 11). Zjawisko to opisano szczegółowo w pracach [2 i 3].

#### 4. SUMMARY

Based on analysis of the results of studies conducted with the application of SEM, EDS energy-dispersive X-ray microanalysis, and roughness assessment of the surfaces of dies and cores for extrusion of aluminum profiles, it was stated that the causes of wear of die calibrators and core tracks were:

- cracks caused as a result of thermo-mechanical fatigue (fig. 1a, 3c, 7a, 7b, and 7d),
- chipping that occurred as result of crack development caused by thermal fatigue and the effect of variable mechanical loads (fig. 1b, 3a, 3c, 5a, 5c and 5d, 7a, 7b and 7d),
- abrasive wear observed, above all, in areas of: ‘teeth’ and radii (fig. 3b, 5b and 7c),
- corrosion pits caused as a result of cleaning of the die in an aggressive sodium hydroxide solution for the purpose of removing residues of extruded material from the die calibrator surface (fig. 3d),
- furrows and chipping initiated by delamination or cracking of the layer of intermetallic compounds containing Fe-Al-Mg-O formed on the surface of the die core track during exploitation (fig. 9c, 9d and 11). This phenomenon is described in detail in works [2 and 3].

Analiza fazowa XRD badanych matryc i rdzeni wykazały, że strefy przypowierzchniowe warstw azotowanych składały się z faz:

- $\varepsilon$ -Fe<sub>2</sub>N – w matrycy F52200/11 nie eksploatowanej, po drugim azotowaniu,
- $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N – w matrycy F5200/10 eksploatowanej, po czwartym azotowaniu,
- $\varepsilon$ -Fe<sub>2</sub>N i  $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N – w matrycy F52199 eksploatowanej, po czwartym azotowaniu,
- tylko strefy dyfuzyjnej  $\alpha$  w rdzeniach matryc H40002/10 i H39128/10 eksploatowanych, po trzecim i szóstym azotowaniu.

Procesy azotowania gazowego badanych matryc były prowadzone przez różne firmy, stąd różnice w składzie fazowym strefy przypowierzchniowej matryc. Podczas eksploatacji matrycy F5200/10 warstwa fazy  $\varepsilon$  uległa całkowitemu wytarci. W matrycy F52199 po eksploatacji występowała najprawdopodobniej cienka warstwa wyciśniętego aluminium, a pod nią warstwa fazy  $\varepsilon$  i  $\gamma'$ . Z kolei proces eksploatacji rdzeni matryc H40002/10 i H39128/10 był na tyle długi, że warstwa azotków uległa całkowitej degradacji.

Największe ubytki w postaci wykruszeń materiału matrycy stwierdzono w przypadku matryc, które miały warstwę azotków żelaza  $\varepsilon$  lub  $\varepsilon + \gamma'$  w strefie przypowierzchniowej po czwartym procesie azotowania. Dlatego w celu zwiększenia trwałości narzędzi (matryc i rdzeni) do wyciskania profili aluminiowych należałoby rekomendować zastosowanie technologii azotowania gazowego bez wytworzenia warstwy azotków żelaza oraz bez występowania wydzieleń fazy  $\gamma'$  w strefie dyfuzyjnej  $\alpha$ .

*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.*

*XRD phase analysis of the studied dies and cores showed that the near-surface areas of nitrided layers were made up of the phases:*

- $\varepsilon$ -Fe<sub>2</sub>N – in the unused F52200/11 die, after the second nitriding,
- $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N – in the used F5200/10 die, after the fourth nitriding,
- $\varepsilon$ -Fe<sub>2</sub>N and  $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N – in the used F52199 die, after the fourth nitriding,
- only the  $\alpha$  diffusion zone in the cores of used dies H40002/10 and H39128/10, after the third and sixth nitriding.

*Gas nitriding processes were conducted on the studied dies by various companies, thus, there are differences in the phase composition of die near-surface areas. During exploitation of the F5200/10 die, the  $\varepsilon$  phase layer was completely worn out. In the F52199 die, a thin layer of extruded aluminum was most likely present after exploitation, and under it, an  $\varepsilon$  and  $\gamma'$  phase layer. In turn, the process of exploitation of the cores of dies H40002/10 and H39128/10 was long enough for the nitride layer to be completely degraded.*

*The greatest losses in the form of chipping of the die material were observed in the case of dies that had an  $\varepsilon$  or  $\varepsilon + \gamma'$  iron nitride layer in the near-surface area after the fourth nitriding process. This is why, in order to increase the lifetime of tools (dies and cores) for extrusion of aluminum profiles, it should be recommended to apply gas nitriding technology without the formation of an iron nitride layer and without the presence of  $\gamma'$  phase precipitation in the  $\alpha$  diffusion zone.*

*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] 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.
- [2] Birol Y.: *Analysis of wear of gas nitride H13 tool steel die in aluminium extrusion. Engineering Failure Analysis* vol. 26 (2012), s. 203–210.
- [3] Björk T., Westergard R., Hogmark S.: *Wear of surface treated dies for aluminium extrusion – a case study. Wear* vol. 249 (2001), s. 316–323.
- [4] Kugler G., Turk R., Večko-Pirtovšek T., Terčelj M.: *Wear behavior of nitride microstructures of AISI H13 dies for hot extrusion of aluminium. Metalurgija* nr 1 vol. 45 (2006), s. 21–29.
- [5] Borowski J., Wendland J., Laurentowska A., Jurczak H.: *Struktura przypowierzchniowa matryc do wyciskania profili aluminiowych. Obróbka Plastyczna Metali* vol. XXIV (2013), s. 5–14.