

Prof. dr hab. inż. Leopold BERKOWSKI, dr inż. Jacek BOROWSKI
Instytut Obróbki Plastycznej, Poznań
Dr inż. Zbigniew RYBAK
Politechnika Poznańska, Poznań

Wpływ struktury na skutki azotowania chromowych stali ledeburytycznych Część VI. Azotowanie jonowe stali NC11LV nagniatanej po zahartowaniu na martenzyt

The influence of structure on the results of the nitriding of ledeburitic chromium steels Part VI. Ion nitriding of NC11LV steel burnishing after hardening on martensitic structure

Streszczenie

Artykuł prezentuje szóstą część wyników badań, realizowanych w ramach projektu Komitetu Badań Naukowych i obejmuje ocenę wpływu nagniatania na skutki azotowania jonowego stali NC11LV (D2) zahartowanej na martenzyt. Próbki nagniatano diamentem z siłą 150 i 400 N, a następnie azotowano w temperaturze 400, 440 i 480 °C w ciągu czterech godzin.

Badania wykazały, że odkształcanie powierzchniowe przyspiesza dyfuzję azotu podczas azotowania w temperaturze 400 °C. Azotowanie w wyższej temperaturze usuwa skutki umocnienia zgmiotowego. Odpuszczenie w temperaturze 200 °C opóźnia dyfuzję azotu, lecz nie powoduje wyraźnych zmian strukturalnych i właściwości stali.

Abstract

The paper presents the sixth part of results of the research containing the evaluation of the burnishing effect on the properties after ion nitriding of the NC11LV (D2) steel in martensiting state. The specimens were burnishing by the diamante at the power 150 and 400 N, and were nitriding at 400, 440 and 480 °C by four hour.

The research show, that the surface deformation accelerates the diffusion process for the nitriding at 400 °C. The nitriding at highest temperature destroyed the burnishing effect. The tempering at 200 °C delayed the diffusion of the nitrogen but hadn't the influence on the structure and properties of the steel.

Słowa kluczowe: chromowe stale narzędziowe, nagniatanie, azotowanie, właściwości

Key words: chromium tool steels, burnishing, nitriding, properties

1. WSTĘP

Narzędzia do obróbki plastycznej na zimno, zwłaszcza objętościowej, eksploatowane są w bardzo trudnych warunkach, a dominującymi cechami ich zniszczenia są pęknięcie i zużycie zmęczeniowe, ujawniające się wykruszaniem roboczej części, na styku z obrabianym materiałem. Duża intensywność obciążenia podczas pracy, spowodowana dążeniem do zwiększania liczby produkowanych wyprasek powoduje, że narzędzia nagrzewają się niekiedy do temperatury powyżej 300 °C.

1. INTRODUCTION

Tools for cold plastic forming, especially for a volume forming, are working in very difficult conditions. The dominant attribute of the destruction of tools are the cracking and the fatigue wear; declines of the material rise at the working part of the tools. A big intensity of the loading at the treatment, the trend to extension of the productivity causes that tools warmed to the 300 °C.

W wysokiej temperaturze pracujące fragmenty narzędzi ze stali chromowej obniżają swoją twardość i odkształcają się trwale. W takich przypadkach zaleca się zastosowanie stali szybko tnącej lub stali NC11LV (D2), chromowej o podwyższonej zawartości węglitowórczych składników stopowych (molibdenu i wanadu). Bliższe informacje na temat właściwości tej stali podano w pracy [1]. Stal NC11LV wykazuje większą odporność na odpuszczające działanie temperatury, aniżeli tradycyjne stale o podobnej ledeburytycznej strukturze NC10 i NC11 [2 i 3], i jest znacznie tańsza od stali szybko tnących.

Stale szybko tnące, wykazujące wysoką odpuszczalność, można azotować, gdyż temperatura tego procesu znajduje się w zakresie temperatury odpuszczania. Proces azotowania, oprócz wzrostu twardości, co wiąże się ze zwiększoną odpornością na ścieranie, powoduje powstanie korzystnego układu naprężeń w warstwie wierzchniej, a to zmniejsza prawdopodobieństwo powstania uszkodzeń skutkiem obciążeń zmęczeniowych.

Zwiększona odporność na działanie podwyższonej temperatury stali NC11LV (wpływ Mo i V) umożliwia zastosowanie procesu azotowania narzędzi wykonanych z tej stali. Problemem pozostaje nadal temperatura procesu odpuszczania, która jest niższa od temperatury azotowania stali szybko tnącej. Dlatego w badaniach [4] oceniono możliwości sensownego obniżenia intensywności obróbki cieplno-chemicznej (dyfuzji); obniżenia temperatury i skrócenia czasu zastosowanego azotowania jonowego.

Dotychczas, proces azotowania stosowano do narzędzi wykonanych ze stali o podwyższonej odpuszczalności; stali szybko tnących oraz stali do obróbki plastycznej na gorąco. W ramach realizowanego projektu [4] podjęto próbę azotowania stali NC11LV o mniejszej odporności na odpuszczające działanie temperatury. Mając na uwadze korzystny wpływ zgniotu na dyfuzję (na jej przyspieszenie), zahartowane próbki przed azotowaniem były odpowiednio nagniatane. Próbki hartowano w sposób tradycyjny oraz z podwyższonej temperatury, celem otrzymania skrajnych, pseudodwufazowych struktur, zawierających węgliki na tle martenzytycznej lub austenitycznej osnowy. Niniejszy artykuł obejmuje wyniki badania próbek zawierających martenzyt.

Ocenę wpływu odkształcania (nagniatania) na własności stali NC11LV o różnej strukturze osnowy omówiono w pracy [5]. Badania wykazały, że wpływ nagniatania na właściwości (twardość) próbek o martenzytycznej strukturze osnowy był niewielki. Prawdopodobnie materiał został umocniony powierzchniowo na małą głębokość.

So, at the high temperature parts of the tools, made with chromium steels, decrease of the hardness and creep constantly. At this case we employ a high speed steel or chromium steel NC11LV (D2) contains greater value of alloy elements (molybdenum and vanadium). Information about the problem is at the paper [1]. The NC11LV steel has a good resistance for a high temperature, better than the other chromium steels, but it is cheaper than in high speed steels.

High speed steels have a good temperability, resistance for a high temperature. It causes that the nitriding is possible. The temperature of this process is lower than tempering temperature. The nitriding process besides extension of the hardness (the increase of the wear) causes improvement of the state of austenitic matrix. This paper contains results of the research specimens with martensitic structure.

The high thermal resistance of NC11LV (D2) steel (because of high value of Mo and V) enables application of nitriding to tools made with this steel. The problem is, that tempering temperature for this steel is lower than tempering temperature of high speed steels. Therefore, in the paper [4], we evaluated the possibilities to limit nitriding parameters (diffusion); reduction of the temperature and the time of the ion nitriding.

So far, the nitriding process used to tools made with the good temperabilities of steels; e.g. high speed steels and steels for hot plastic forming. At project [4], we tried to use nitriding of the NC11LV steel; it is characterized by smaller temperability. Because of the profitable influence of deformation, specimens (before nitriding) were burnished. Specimens were hardened in the traditional way and from high temperature. The aim was to obtain two extreme structures enclosing carbides on the martensitic or the austenitic matrix. This paper contains the result of the research specimens with martensitic structure.

The evaluation of properties of the NC11LV steel at different structure after deformation (burnishing) is shown in the paper [5]. The research shows that the influence of burnishing on properties (hardness) of specimens in martensitic state was small. Probably the material was strengthened on the little layer.

Wykazano ponadto, że wzrost wartości obciążenia przy nagniataniu nie spowodował istotnych zmian właściwości warstwy wierzchniej.

2. MATERIAŁ BADANY I OBRÓBKA PRÓBEK

Materiałem badanym była stal narzędziowa do obróbki plastycznej na zimno NC11LV, w stanie wyżarzonym hutniczo, w postaci prętów o średnicy $\phi 24$ mm i następującym składzie chemicznym, w %:

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

Podczas hartowania próbek zastosowano temperaturę 1020 °C, zalecaną przez normę PN-EN ISO 4957, optymalną w badaniach wpływu warunków austenitzowania (czasu i temperatury) na strukturę i własności stali [1]. Czas austenitzowania wybrany podczas tych badań wynosił 10 minut, co gwarantowało otrzymanie pseudodwufazowej struktury, zawierającej węgliki i martenzytyczną osnowę ze śladowym udziałem austenitu szczątkowego.

Obróbka plastyczna powierzchniowa, diamentowym nagniataniem, prowadzona była przy obciążeniu 150 i 400 N. Pozostałe parametry były stałe i wynosiły: posuw $p = 0,025$ mm/obr oraz obroty $n = 460$ obr/min. Nagniatano z dwóch stron do połowy promienia próbek, celem bezpośredniego porównania wpływu takiej obróbki na warstwę dyfuzyjną po azotowaniu jonowym. Próbki wymagały dokładnego przygotowania powierzchni; cięcie elektroerozyjne i docieranie celem usunięcia dodatkowych naprężeń w warstwie wierzchniej.

Próbki azotowano jonowo w piecu typu IONIMP produkcji krajowej, stosując jednakowy czas azotowania – 4 godziny. Temperatura procesu wynosiła 400, 440 i 480 °C, i była niższa od zalecanej, stosowanej w obróbce cieplno-chemicznej narzędzi ze stali szybkotnącej i narzędziowej do pracy na gorąco. Powodem była nieco mniejsza odporność na odpuszczające działanie temperatury stali NC11LV [1].

3. WPŁYW ODKSZTAŁCENIA NA SKUTKI AZOTOWANIA JONOWEGO

Nagniatanie stali NC11LV hartowanej na martenzyt nie spowodowało znacznego umocnienia, nie stwierdzono więc znacznego wzrostu twardości po nagniataniu przy mniejszym obciążeniu (150 N). Wzrost twardości po nagniataniu z większą siłą

The research proved that growth of the load in burnishing had a little effect in the surface layer.

2. MATERIAL AND TREATMENT OF SPECIMENS

The research material was NC11LV steel used for cold forming metals, in the annealing state, at 24 mm diameter and the chemical composition, in %:

*C-1,65; Cr-11,9; Si-0,27; Mn-0,30; P- 0,029;
S-0,025; Mo-0,9; V-0,7%.*

The hardening temperature 1020 °C recommended by PN-EN ISO 4957 was used at this paper. It was also an optimal temperature appointed at the research parameters of the austenitizing (the temperature and the time), presented on paper [1]. The time of the austenitizing accepted at this research was 10 minute. After hardening the structure contains carbides and martensitic matrix and the rest austenit in a vestigial part was obtained.

The burnishing process (using by diamante tools) performed at 150 and 400 N load. Another parameters was stable and were: power feed $p = 0,025$ mm per revolution, and rotation $n = 460$ revolution per minute. The burnishing process was for two side on a half radius of the specimens. It permits to comparing diffusion layers after nitriding in different cases. The surface layers were prepared by electroerosing cutting and lapping, for removal stresses from the surface layer.

The ion nitriding process was used in a JONIMP furnaces made in Poland, using equal nitriding time – four hour. The temperature of this process was 400, 440 and 480 °C, and was lower than recommendation temperature of the thermochemical treatment of high speed steels. It was, because the temperability of NC11LV steel is smaller.

3. INFLUENCE OF DEFORMATION ON RESULTS OF ION NITRIDING

The burnishing process of the NC11LV steel after hardening to the martensite hadn't effect. The burnishing with the power 150 N didn't induced the growth of the hardness of the specimen.

(400 N) był nieznaczny. Po nagniataniu próbek zahartowanych, a ponadto odpuszczonych w temperaturze 200 °C, twardość warstwy nagniatanej dla trzech różnych stanów obróbki była prawie jednokowa. Przyczyną małej twardości warstwy przy powierzchni był błąd, związany prawdopodobnie z zaokrągleniem krawędzi próbki [5].

Próbki w stanie zahartowanym oraz w stanie zahartowanym i odpuszczonym w temperaturze 200 °C azotowano jonowo w różnej temperaturze, zbliżonej do temperatury odpuszczania, w której wyraźny spadek twardości jeszcze nie występuje. Niewielkie zmiany twardości warstwy wierzchniej po nagniataniu stwarzały podstawy do stwierdzenia, że wpływ zgniotu na dyfuzję azotu będzie mierzalny.

Skutki azotowania jonowego w różnej temperaturze próbek nieodkształconych i nagniatanych oceniano metodą pomiaru twardości HK0,1 oraz podczas obserwacji z pomocą mikroskopu świetlnego i elektronowego, skaningowego firmy Philips. Podczas wyznaczania zawartości azotu w przypowierzchniowych strefach próbki wykorzystano metodę mikroanalizy rentgenowskiej tego mikroskopu. Posłużono się przy tym analizą liniową, wyznaczając azot w odstępach, co 5 µm. Poniżej podano wyniki badań dwóch serii próbek, hartowanych na martenzyt z temperatury 1020 °C: bez odpuszczania i odpuszczonych w temperaturze 200 °C w ciągu dwóch godzin.

3.1 Azotowanie próbek zahartowanych

Profile twardości próbek zahartowanych i azotowanych pokazano na rys. 1-3. Z porównania rysunków wynika, że korzystny wpływ odkształcenia plastycznego warstwy wierzchniej widoczny jest przy powierzchni próbki azotowanej w niższej temperaturze i nagniatanej z większą siłą (rys.1). Na pozostałych wykresach (rys. 2 i 3) próbek azotowanych w temperaturze 440 i 480 °C, nie zaobserwowano wyraźnego wpływu umocnienia na zmianę twardości, a tym samym – w pewnym stopniu – na dyfuzję azotu. Dotyczy to zwłaszcza próbki azotowanej w temperaturze 480 °C, gdyż w tym przypadku profile twardości, na całej głębokości warstwy, prawie się pokrywają. Można zatem przypuszczać, że podczas azotowania w temperaturze powyżej 440 °C, skutki odkształcenia zostają prawie całkowicie usunięte.

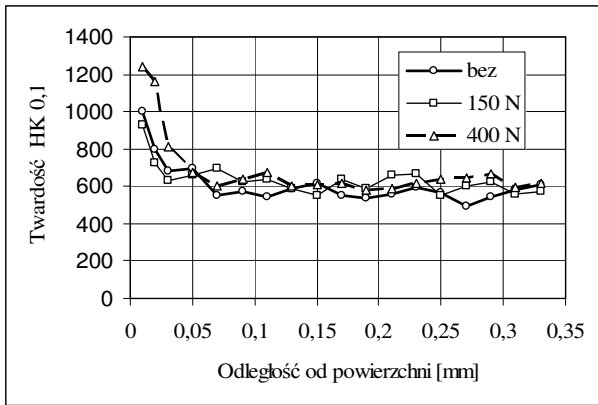
The growth was minimal at the specimen after burnishing by the power 400 N. In the case, specimens after hardening and tempering at 200 °C and after burnishing for a three different state of the treatment had a similar hardness. The reason of the little hardness near surfaces was an error induced probably by a round-of edge of the specimen [5].

Specimens at the hardening state or after hardening and tempering at 200 °C were ion nitriding in different temperature, nearing to the tempering temperature before soften. The small changes of the hardness of the surface layer after burnishing created expectation, that influence of the deformation on the nitrogen diffusion will be visible.

Results of the ion nitriding at different temperature of specimens, after burnishing and without deformation, evaluated by hardness testing HK0,1 and in microscopic observation; light microscope and scanning electron microscope made by Philips. During the analyses of the value of nitrogen at the surface layer by the microanalysis was applied. The nitrogen denominated by linear analysis on 5 µm spaces. Below results of the research are show in two specimen series in the martensitic state hardened from 1020 °C; after hardening and after hardening and tempering at 200 °C by two hours.

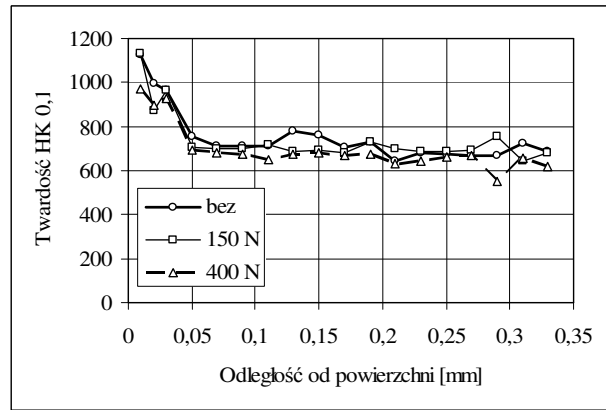
3.1. Ion nitriding after hardening

Diagrams of the hardness of specimens after hardening and after nitriding showed on figure 1-3. The comparing applies, that advisable influence of plastic deformation in the layer is evident at the surface of the specimen nitriding at lower temperature and after burnishing (Fig. 1). On remaining diagrams of specimens nitriding at 440 °C (Fig. 2) and 480 (Fig. 3), the influence of the strengthening on the nitriding diffusion didn't observed, especially on the specimen after nitriding at 480 °C. We can also observe on this specimen that effect of the deformation become overall to delete.



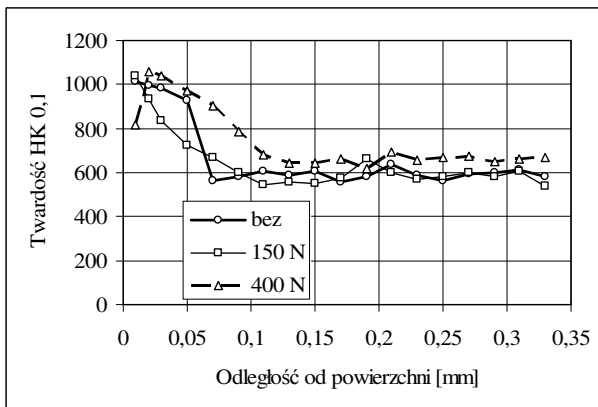
Rys. 1. Twardość warstwy wierzchniej próbek ze stali NC11LV azotowanych jonowo w temperaturze 400 °C w ciągu 4 godzin. Próbkę zahartowane z temperatury 1020 °C, nieodkształcone i nagniatane z siłą 150 i 400 N

Fig.1. Hardness distribution in specimens of NC11LV steel after ion nitriding in 400 °C during 4 hour. Quenching from 1020 °C; without deformation and burnishing with the power 150 and 400 N



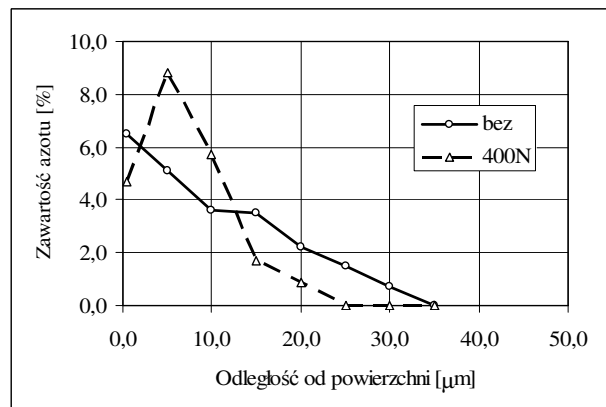
Rys. 2. Twardość warstwy wierzchniej próbek ze stali NC11LV azotowanych jonowo w temperaturze 440 °C w ciągu 4 godzin. Próbkę zahartowane z temperatury 1020 °C, nieodkształcone i nagniatane z siłą 150 i 400 N

Fig. 2. Hardness distribution in specimens of NC11LV steel after ion nitriding in 440 °C during 4 hour. Quenching from 1020 °C; without deformation and burnishing with the power 150 and 400 N



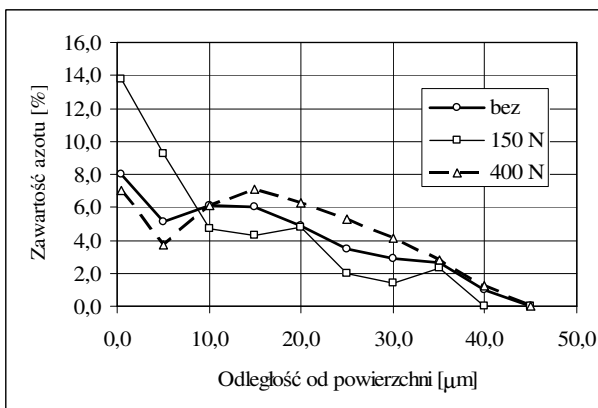
Rys. 3. Twardość warstwy wierzchniej próbek ze stali NC11LV azotowanych jonowo w temperaturze 480 °C w ciągu 4 godzin. Próbkę zahartowane z temperatury 1020 °C, nieodkształcone i nagniatane z siłą 150 i 400 N

Fig.3. Hardness distribution in specimens of NC11LV steel after ion nitriding in 480 °C during 4 hour. Quenching from 1020 °C; without deformation and burnishing with the power 150 and 400 N



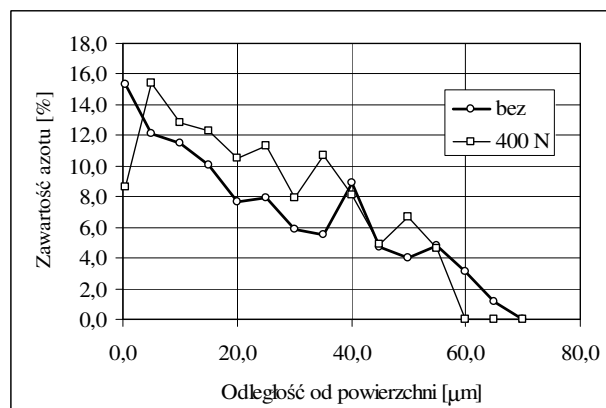
Rys. 4. Zawartość azotu w warstwie wierzchniej próbek ze stali NC11LV azotowanych jonowo w temperaturze 400 °C w ciągu 4 godzin. Próbkę zahartowane z temperatury 1020 °C, nieodkształcone oraz nagniatane z siłą 400 N

Fig. 4. Distribution of the nitrogen in specimens of NC11LV steel after ion nitriding in 400 °C during 4 hour. Quenching from 1020 °C; without deformation and burnishing with the power 400 N



Rys. 5. Zawartość azotu w warstwie wierzchniej próbek ze stali NC11LV azotowanych jonowo w temperaturze 440 °C w ciągu 4 godzin. Próbkę zahartowane z temperatury 1020 °C, nieodkształcone oraz nagniatane z siłą 150 i 400 N

Fig. 5. Distribution of the nitrogen in specimens of NC11LV steel after ion nitriding in 440 °C during 4 hour. Quenching from 1020 °C; without deformation and burnishing with the power 150 and 400 N



Rys. 6. Zawartość azotu w warstwie wierzchniej próbki ze stali NC11LV azotowanych jonowo w temperaturze 480 °C w ciągu 4 godzin. Próbkę zahartowane z temperatury 1020 °C, nieodkształcone oraz nagniatane z siłą 400 N

Fig. 6. Distribution of the nitrogen in specimens of NC11LV steel after ion nitriding in 480 °C during 4 hour. Quenching from 1020 °C; without deformation and burnishing with the power 400 N

Badania zawartości azotu w warstwie wierzchniej wykazały, że nagniatanie próbki azotowanej jonowo w temperaturze 400 °C (rys. 4) spowodowało powstanie grubszej warstwy, a zmiana zawartości azotu była bardziej „regularna”, w porównaniu z zawartością tego pierwiastka w próbce nieodkształconej. W próbce azotowanej w temperaturze 440 °C (rys. 5) największą zawartość azotu wykazała próbka nagniatana z siłą 150 N, co wiązało się także z podwyższeniem twardości (rys. 2).

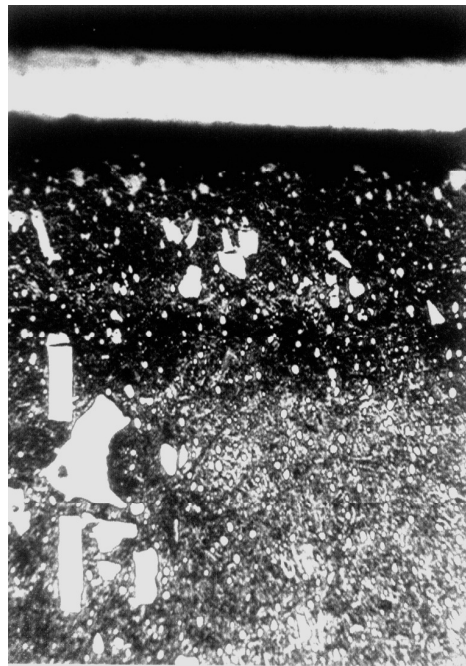
Podczas azotowania jonowego w temperaturze 480 °C (rys. 6) otrzymano warstwy, w których zawartość azotu zmieniała się w różny sposób. W warstwie nagniatanej zawartość azotu przy powierzchni rosła, a w odległości 60 μm od powierzchni gwałtownie malała. Podczas, gdy w próbce nienagniatanej zmiana zawartości azotu była łagodniejsza, a całkowita grubość warstwy nieco większa. Odmienną tendencję zmian wykazała próbka azotowana w temperaturze 400 °C.

Na rysunkach 7-9 pokazano struktury próbek odkształconych plastycznie z siłą 400 N oraz azotowanych w temperaturze 440 °C (rys. 7) i 480 °C (rys. 8). Z porównania struktur wynika, że warstwa dyfuzyjna otrzymana po azotowaniu w wyższej temperaturze jest grubsza, a ponadto zawiera pasemkowe wydzielenia węglikoazotków. Podobne wydzielenia zaobserwowano na próbce nieodkształconej, i również azotowanej w temperaturze 480 °C (rys. 9). Na tejże próbce, przy powierzchni, pojawiła się także jasna warstwa azotków.

The research of the nitrogen at the surface layer show, that burnishing of the specimen after ion nitriding at 400 °C (Fig. 4) caused to arise bigger layer and changes of the nitrogen was clear, to compare at the specimen without surface deformation. At the specimen after nitriding in 440 °C (Fig. 5) the most contents of nitrogen was in specimen after burnishing with the power 150 N, it caused the hardness high (Fig. 2).

At the iron nitriding ion 480 °C (Fig. 6) received layers where volume of nitrogen changing in different ways. In the burnishing layer the volume of the nitrogen near surface growth, but on the distance 60 μm from the surface rapidly decreased. Changing of the nitrogen value in the specimen after burnishing was smaller but the whole size of the layer was bigger. The different tendency of the changing had a specimen after nitriding at 400 °C.

Fig. 7-9 illustrated structures of specimens after burnishing with the power 400 N and nitriding at 440 °C (Fig. 7) and 480 °C (Fig. 8) temperatures. The comparison of structures appeared, that diffusion layer after nitriding in high temperature is bigger and contains strips of carbonitrid precipitations. Similar precipitation was observed in the specimen after hardening and after nitriding 480 °C temperature (Fig. 9). At this specimen the white layer of nitrides appeared.



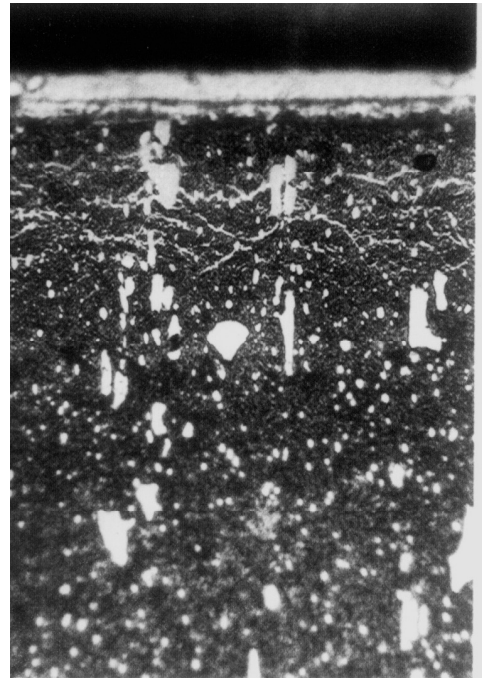
Rys. 7. Struktura próbki ze stali NC11LV zahartowanej z temperatury 1020 °C i nagniatanej z siłą 400 N, po azotowaniu jonowym w temperaturze 440 °C. Pow. 500 x

Fig. 7. Structure of the specimen of NC11LV steel after hardening from 1020 °C and burnishing with the power 400 N and after ion nitriding at 440 °C, magnification 500 x



Rys. 8. Struktura próbki ze stali NC11LV zahartowanej z temperatury 1020 °C i nagniatanej z siłą 400 N, po azotowaniu jonowym w temperaturze 480 °C. Pow. 500 x

Fig. 8. Structure of the specimen of NC11LV steel after hardening from 1020 °C and burnishing with the power 400 N and after ion nitriding at 480 °C, magnification 500 x

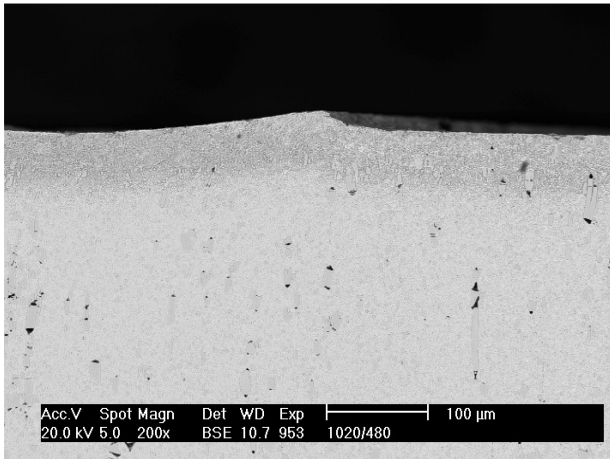


Rys. 9. Struktura próbki ze stali NC11LV zahartowanej z temperatury 1020 °C po azotowaniu jonowym w temperaturze 480 °C. Pow. 500 x

Fig. 9. Structure of the specimen of NC11LV steel after hardening from 1020 °C and after ion nitriding at 480 °C, magnification 500 x

Obserwacja struktury z pomocą mikroskopu skaningowego, w obszarze przejściowym, pomiędzy odkształconą i nieodkształconą częścią próbki azotowanej w temperaturze 480 °C, nie wykazała zmian grubości warstwy azotowanej (rys.10). Widać natomiast liczne pustki, wynik „łamania” szkieletu ledeburycznego, niedostatek klasycznej technologii wytwarzania stali NC11LV. Warstwę azotowaną odkształconej części próbki pokazano na rys.11. Oprócz martenzytycznej osnowy, widoczne są mikropęknięcia węglików, powstałe prawdopodobnie podczas powierzchniowego odkształcania próbki. Zarówno pustki, jak i mikropęknięcia stanowią ogniska zarodkowania pęknięć i są przyczyną zniszczenia narzędzi.

The observation by scanning microscope between deformed and undeformed part of the specimen, after nitriding at 480 °C didn't prove changing at the thickness of nitriding layer (Fig. 10). It's evident many of voids, result of crushing of the ledeburic skeleton, the mistake of the classical production of NC11LV steel. The nitric layer in a deformed part of specimens presents on Fig. 11. Except the martensitic matrix, cracks of carbides are visible; result probably during surface deformation of the specimen. Voids and micro cracks sources decided of the cracking nucleation and the reason of the tool destruction.



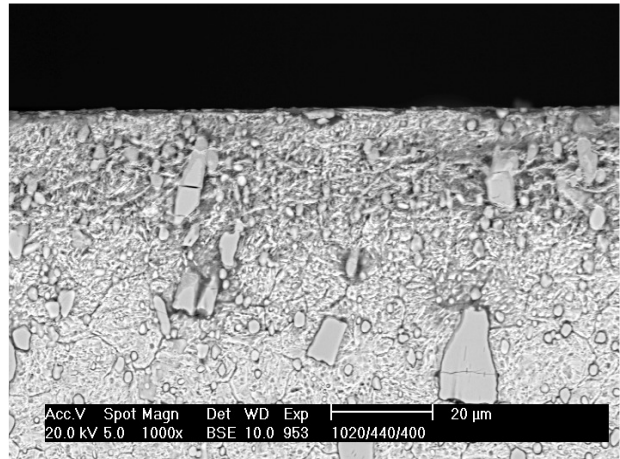
Rys. 10. Przejście pomiędzy częścią odkształconą i nieodkształconą próbki ze stali NC11LV zahartowanej z temperatury 1020 °C i azotowanej jonowo w temperaturze 480 °C. Pow. 200 x

Fig. 10. Transition between deformed and undeformed part of the specimen of NC11LV steel after hardening from 1020 °C and after ion nitriding at 480 °C, scanning electron microscope, magnification 200 x

3.2. Azotowanie próbek zahartowanych i odpuszczonych

Dodatkowe odpuszczanie próbek w temperaturze 200 °C (przed azotowaniem) nie spowodowało istotnych zmian własności stali NC11LV, w porównaniu do tendencji zaobserwowanych wcześniej, na próbkach zahartowanych i niedopuszczonych. Na próbce azotowanej w niższej temperaturze 400 °C (rys.12) oraz 440 °C (rys. 13) widać niewielki wpływ nagniatania z większą siłą – 400 N, w przypowierzchniowej strefie warstwy wierzchniej. Skutki azotowania w temperaturze 480 °C były niezależne od poprzedniej, powierzchniowej obróbki plastycznej (rys. 14). Pomiar zawartości azotu w warstwie wierzchniej próbek zahartowanych i odpuszczonych nie dały jednoznacznych rezultatów (rys. 15). Stwierdzono jedynie, że grubość warstwy azotków zależy od temperatury azotowania: np. głębokość zalegania azotu w warstwie utworzonej w temperaturze 400 °C wynosiła około 20 μm, a w temperaturze 440 °C – 30 μm.

Na rys.16 pokazano strukturę próbki ze stali NC11LV zahartowanej z temperatury 1020 °C i odpuszczonej w temperaturze 200 °C, po nagniataniu z siłą 150 N i po azotowaniu jonowym w temperaturze 440 °C. Przy powierzchni, w warstwie azotowanej widoczne są pasemka węglikoazotków. Widać ponadto przyciemnione obwódki węglików pierwotnych. Badania, z pomocą mikroanalizatora rentgenowskiego wykazały, że są to obszary naazotowane, w których węgiel został częściowo zastąpiony azotem [6].



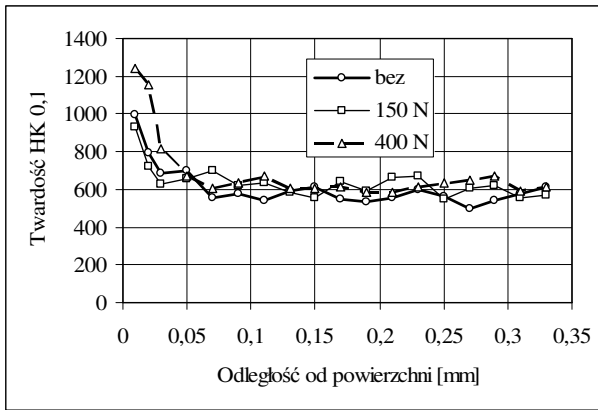
Rys.11. Struktura próbki ze stali NC11LV zahartowanej z temperatury 1020 °C i nagniatanej z siłą 400 N, po azotowaniu w temperaturze 440 °C. Mikroskop skaningowy, pow. 1000 x

Fig. 11. Structure of the specimen of NC11LV steel after hardening from 1020 °C and burnishing with the power 400 N and after ion nitriding at 440 °C, scanning electron microscopy, magnification 1000 x

3.2. Nitriding specimens after hardening and tempering

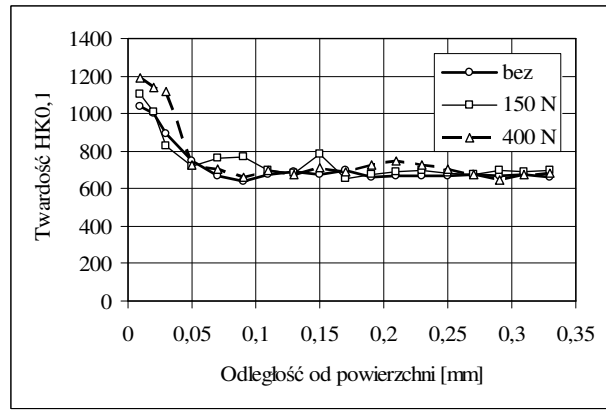
The tempering at temperature 200 °C of specimens (before nitriding) didn't induce real changes properties of the NC11LV steel, to compare earlier tendency on specimens after hardening. On the specimen nitriding in the low temperature 400 °C (Fig. 12) and 440 °C (Fig.13) shows, near surface, a small influence of strong burnishing, with the power 400 N. Results of the nitriding at temperature 480 °C were independent from previous surface plastic deformation (Fig. 14). Measurements of the nitrogen contents in the surface layer on the specimen after hardening and tempering wasn't got unequivocal results (Fig. 15). It was prove, that the thickness of the nitrides layer depended from the nitriding temperature, e.g. the depth of the nitrogen fill at the layer used at temperature 400 °C was about 20 μm, but at 440 °C – 30 μm.

Fig. 16 shows the structure of the specimen of the NC11LV steel after hardening from 1020 °C and tempering at temperature 200 °C and after burnishing (power - 150 N) and ion nitriding at 440 °C. Near surface in the nitriding layer strips of carbides and fringe of primary carbides was visible. The research by microprobe analyser shows that there are part of the specimen with nitrogen, where the carbon was changing by the nitrogen.



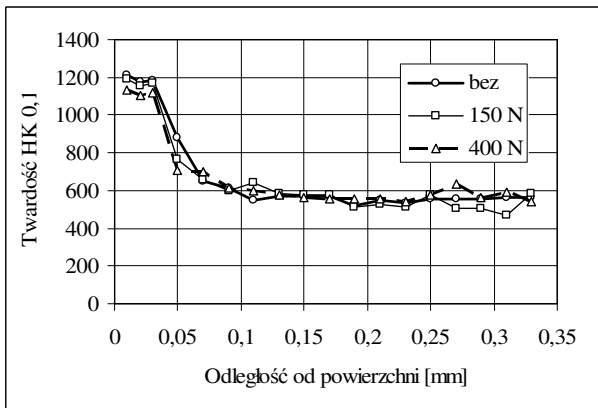
Rys. 12. Twardość warstwy wierzchniej próbek ze stali NC11LV azotowanych jonowo w temperaturze 400 °C w ciągu 4 godzin. Próbkki zahartowane z temperatury 1020 °C i odpuszczone w temperaturze 200 °C, nieodkształcone i nagniatane z siłą 150 i 400 N

Fig. 12. Hardness distribution in specimens of NC11LV steel after nitriding in 400 °C by 4 hour. Quenching from 1020 °C and tempering at 200 °C; without deformation and burnishing with the power 150 and 400 N



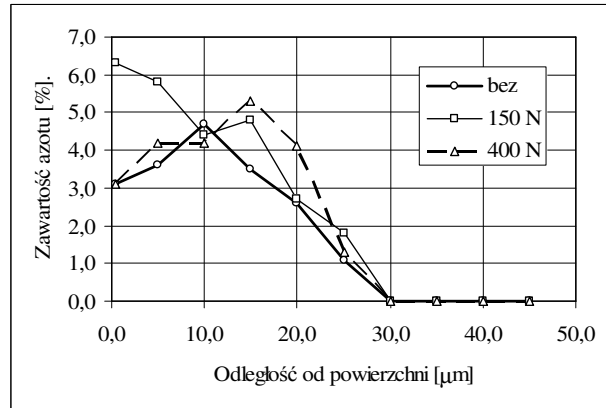
Rys.13. Twardość warstwy wierzchniej próbek ze stali NC11LV azotowanych jonowo w temperaturze 440 °C w ciągu 4 godzin. Próbkki zahartowane z temperatury 1020 °C, nieodkształcone i nagniatane z siłą 150 i 400 N

Fig. 13. Hardness distribution in specimens of NC11LV steel after ion nitriding in 440 °C during 4 hour. Quenching from 1020 °C; without deformation and burnishing with the power 150 and 400 N



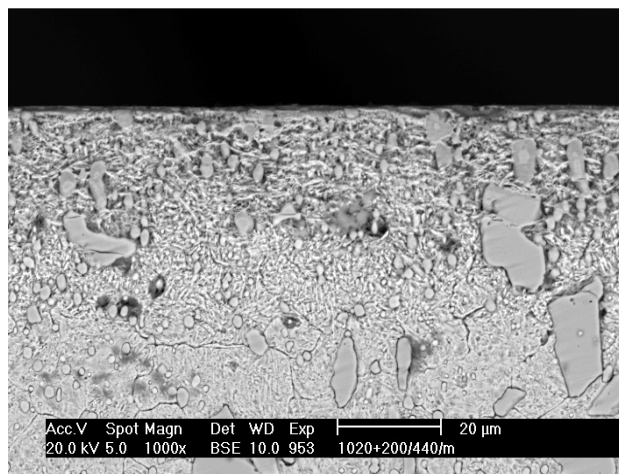
Rys. 14. Twardość warstwy wierzchniej próbek ze stali NC11LV azotowanych jonowo w temperaturze 480 °C w ciągu 4 godzin. Próbkki zahartowane z temperatury 1020 °C, bez zgniotu i nagniatane z siłą 150 i 400 N

Fig. 14. Hardness distribution in specimens of NC11LV steel after nitriding in 480 °C during 4 hour. Quenching from 1020 °C; without deformation and burnishing with the power 150 and 400 N



Rys. 15. Zawartość azotu w warstwie wierzchniej próbek ze stali NC11LV azotowanych jonowo w temperaturze 440 °C w ciągu 4 godzin. Próbkki zahartowane z temperatury 1020 °C i odpuszczone w temperaturze 200 °C; bez zgniotu oraz nagniatane z siłą 150 i 400 N

Fig. 15. Distribution of the nitrogen in specimens of NC11LV steel after ion nitriding in 440 °C during 4 hour. Quenching from 1020 °C and tempering at 200 °C; without deformation and burnishing with the power 150 and 400 N



Rys. 16. Struktura próbki ze stali NC11LV zahartowanej z temperatury 1020 °C i odpuszczonej w temperaturze 200 °C, nagniatanej z siłą 150 N, po azotowaniu w temperaturze 440 °C. Mikroskop skaningowy, pow. 1000 x

Fig. 16. Structure of the specimen of NC11LV steel after hardening from 1020 °C and tempering at 200 °C, burnishing with the power 150 N and after ion nitriding at 440 °C, scanning electron microscopy, magnification 1000 x

4. Podsumowanie i wnioski

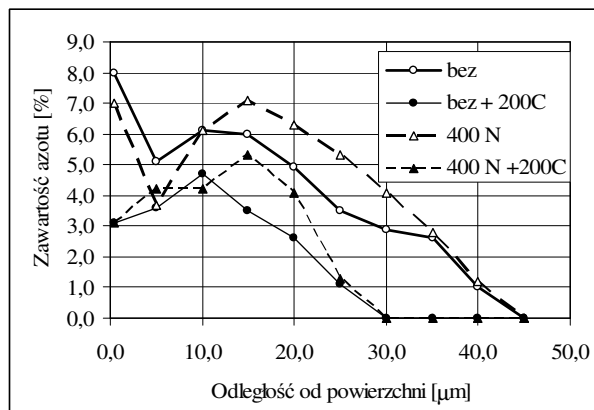
Badania miały dać odpowiedź na pytanie, czy odkształcenie plastyczne nagniataniem wpłynie korzystnie na dyfuzję podczas azotowania jonowego stali NC11LV (D2) w stanie zahartowanym na martenzyt. Ocena skutków odkształcenia plastycznego stali o martenzytycznej osnowie [6] wykazała zmiany twardości próbek na niewielkiej głębokości od powierzchni. Stwierdzono także pęknięcia węglików pierwotnych, które stanowią zarodki dla uszkodzeń (pęknięcia i zmęczeniowego wykruszania). Dlatego też nie oczekiwano rewelacyjnych zmian właściwości warstwy, azotowanej po nagniataniu zahartowanej stali.

Korzystny wpływ odkształcenia plastycznego warstwy wierzchniej zauważono po azotowaniu próbek w niższej temperaturze 400 °C. Azotowanie w wyższej temperaturze zniszczyło skutki obróbki plastycznej powierzchniowej. Zauważono, że wzrost temperatury azotowania powoduje zmiany strukturalne różniące się nieco w próbkach nagniatanych i o nieobrobionej powierzchni. Odpuszczanie w temperaturze 200 °C nie spowodowało zmiany powyższych tendencji. Z porównania rozkładów stężenia N pokazanych na rys.17 wynika jednak, że odpuszczanie w temperaturze 200 °C powoduje zmniejszenie zawartości azotu w warstwie dyfuzyjnej, lecz nie wpływa na jej grubość; niezależnie od stanu warstwy wierzchniej przed azotowaniem.

4. Summary and conclusion

The research has got the answer for the question, if the plastic deformation by burnishing influences on the diffusion during ion nitriding of the NC11LV (D2) after hardening in martensitic state. The evaluation of the plastic deformation results of the steel on martensitic matrix [6] shows changes of the hardness on the little distance from the surface. Cracks of primary carbides are sources of failure (brittle and cracks). Therefore, sensational results, change of the layer of the hardened NC11LV steel after burnishing and nitriding, were not expectation.

The advisable of the plastic deformation of surface layer was on specimens after nitriding in low temperature 400 °C. The nitriding at the higher temperature destroyed the result of plastic deformation. Noticed, that the growth of the nitriding temperature causes the structural changes, unlike in specimens after burnishing and without treatment. The tempering at temperature 200 °C hadn't such tendency. With comparing the graphs on Fig. 17 follow from that the tempering at 200 °C causes the reduction of nitrogen at the diffusion layer, but hasn't influence on the thickness; independently from state of surface layer before nitriding.



Rys. 17. Zawartość azotu w warstwie wierzchniej próbek ze stali NC11LV azotowanych jonowo w temperaturze 440 °C w ciągu 4 godzin. Próbkę zahartowane z temperatury 1020 °C bez odpuszczania i odpuszczone w temperaturze 200 °C; bez zgniotu oraz nagniatane z siłą 400 N

Fig. 17. Distribution of the nitrogen in specimens of NC11LV steel after ion nitriding in 440 °C during 4 hour. Quenching from 1020 °C without tempering and tempering at 200 °C; without deformation and burnishing with the power 400 N

Wnioski z badań były następujące:

1. Nagniatanie próbek zahartowanych na martenzyt nie spowodowało istotnych zmian w osnowie warstwy wierzchniej próbek.
2. Korzystny wpływ odkształcenia plastycznego na proces dyfuzji widoczny był na próbkach azotowanych w niższej temperaturze (400°C) a w próbkach azotowanych w wyższej temperaturze nie zauważono wpływu nagniatania; profile twardości i rozkład azotu w warstwie wierzchniej były podobne.
3. Dodatkowe odpuszczanie próbek w temperaturze 200 °C (przed azotowaniem) nie spowodowało istotnych zmian właściwości stali NC11LV, w porównaniu do zmian zaobserwowanych po azotowaniu próbek zahartowanych oraz zahartowanych i nagniatanych, choć zmniejszyło zawartość azotu w warstwie dyfuzyjnej.
4. Struktura warstwy wierzchniej, a zwłaszcza jej grubość, zależała przede wszystkim od temperatury azotowania. Warstwa uzyskana podczas azotowania w wyższej temperaturze zawierała pasemka azotków. W warstwie próbki nieodkształconej przy powierzchni pojawiła się cienka warstewka azotków, a pasemka były nieco grubsze.

W następnej publikacji przedstawione będą wyniki badania wpływu odkształcenia plastycznego nagniataniem na skutki azotowania stali NC11LV, zahartowanej z temperatury 1150 °C; o strukturze osnowy zawierającej austenit i śladowe ilości fazy α .

Badania zrealizowano w ramach projektu nr 1012/T08C/96/11 - „Podstawy technologii narzędzi z wykorzystaniem dyfuzji azotu w odkształconych, wysokochromowych stalach ledeburytycznych”, finansowanego przez Komitet Badań Naukowych [4].

Conclusion:

1. *The burnishing of specimens hardened on the martensite didn't caused real changing in the matrix of surface layer of specimens.*
2. *The profitable influence of the plastic deformation on the diffusion process was visible on specimens after nitriding at lower temperature (400 °C). On specimens nitriding at high temperature the influence of burnishing wasn't observed; hardness profiles and distribution of the nitrogen was similar.*
3. *Further tempering at 200 °C (before nitriding) didn't cause the change of properties of the NC11LV steel, in comparing to the change after nitriding (hardened or hardened and burnishing) specimens, though nitrogen value in the diffusion layer was diminished.*
4. *The structure of the surface layer, especially the thickness, depended from temperature of nitriding process. The layer after nitriding at the high temperature contains strips of nitrides. Near the surface of the undeformed specimen the thin layer of nitrides appeared and strips of carbides were bit bigger.*

In the next paper will be published results of the research influence of plastic deformation by burnishing on the effect of nitriding the NC11LV steel hardened from temperature 1150 °C. The structure of the steel contains an austenite and a vestigial part of α - phase.

The research realized at the project no 1012/T08C/96/11 – “Basis of the tool technology using the diffusing of the nitrogen in deformed, high chromium ledeburitic steel”, financed by KBN - Comity of Scientific Research [4].

LITERATURA/REFERENCES

- [1] Berkowski L., Borowski J.: Wpływ struktury na skutki azotowania chromowych stali ledeburytycznych. Część III: Warunki obróbki cieplnej stali NC11LV. *Obróbka Plastyczna Metali* 2007 t. 18 nr 3 s. 23-33, 15 rys. 4 tab. bibliogr. 6 poz.
- [2] Berkowski L.: Wpływ struktury na skutki azotowania chromowych stali ledeburytycznych. Część I: Informacje o materiale badań. *Obróbka Plastyczna Metali* 2005 t. 16 nr 5 s. 5-15, 12 rys. 2 tab. bibliogr. 26 poz.
- [3] Berkowski L., Borowski J.: Wpływ struktury na skutki azotowania chromowych stali ledeburytycznych. Część II: Warunki obróbki cieplnej stali NC10. *Obróbka Plastyczna Metali* 2007 t. 18 nr 1 s. 23-33, 13 rys. 4 tab. bibliogr. 9 poz.
- [4] Berkowski L.: Podstawy technologii narzędzi z wykorzystaniem dyfuzji azotu w odkształconych, wysokochromowych stalach ledeburytycznych. Projekt badawczy KBN nr 1012/T08C/96/11. INOP – Poznań, 1999, s. 78, 91 rys. 14 tab.

- [5] Berkowski L., Borowski J., Rybak Z., Stefko A.: Wpływ struktury na skutki azotowania chromowych stali ledeburtycznych. Część V: Odkształceniowe umacnianie warstwy wierzchniej hartowanej stali NC11LV. *Obróbka Plastyczna Metali* 2008 t. 19 nr 2 s. 45-51, 7 rys. bibliogr. 8 poz.
- [6] Borowski J.: Wpływ stanu strukturalnego hartowanej stali NC11LV na skutki krótkookresowego azotowania. (Rozprawa doktorska). Politechnika Poznańska, Wydział Maszyn Roboczych Transportu, Poznań 2002, s. 95, 80 rys. 16 tab. bibliogr. 92 poz.