

# Plinsko in ionsko nitriranje orodij iz AISI H10 in H13 za toplo ekstruzijo aluminija ter njihova stabilnost kakovosti

## Gas and ion nitriding of dies for aluminium hot extrusion made from AISI H10 and H13 steels and their stability of quality

MILAN TERČELJ, ANTON SMOLEJ, RADO TURK

Oddelek za materiale in metalurgijo, Univerza v Ljubljani, Aškerčeva cesta 12, 1000 Ljubljana, Slovenija; E-mail: Milan.Tercelj@ntf.uni-lj.si

Received: June 1, 2005 Accepted: October 28, 2005

**Izvleček:** Orodja z ozkimi in globokimi režami, izdelana iz jekla AISI H10 in H13, so bila nitrirana pri različnih proizvajalcih naprav za ionsko in plinsko nitriranje, pri čemer so proizvajalci sami izbrali parametre nitiranja. Dobljene mikrostrukture kažejo na razlike glede na prisotnost ali odsotnost spojinske plasti (bele plasti), njene debeline in variiranja faznega razmerja  $\epsilon/\gamma$  v tej plasti ter glede na globino nitiranja (difuzijsko cono) in trdotni profil. Dobljene globine nitiranja, maksimalne vrednosti za trdote in  $\epsilon/\gamma$  fazno razmerje so ponavadi podobni za orodja nitrirana pri istem proizvajalcu, medtem ko za različne proizvajalce naprav te vrednosti variirajo. Ugotovljene so bile manjše razlike med mikrostrukturami v 1 mm in 4 mm reži, ki so tudi posledica različnega strujanja plinske mešanice. Nitirani vzorci so bili testirani na obrabo z "blok na cilinder" testno napravo. Strukture spojinskih plasti, ki so bližje monofazni, ob dovolj veliki trdoti in globini nitiranja, izkazujejo njeno poznejše luščenje. To rezultira v daljši življenski dobi orodja, saj spojinska plast ščiti površino orodja pred kemičnim reagiranjem z vročim Al.

**Abstract:** A specially shaped die (AISI H10 and H13) with 1 and 4 mm narrow gap was developed to analyse the efficiency of nitriding process in narrow gaps. The dies were gas or ionic nitrided at various manufacturers of nitriding equipments. The manufacturers themselves, based on their experience with extrusion dies, chose the optimal nitriding parameters. The microstructure obtained showed differences with regard to the presence or absence of a compound layer, its thickness and  $\epsilon/\gamma$  phase ratio (XRD), nitriding depth and microhardness values. The nitriding depths obtained, the maximum microhardness of the nitrided surfaces and  $\epsilon/\gamma$  phase ratio are usually similar on dies of the same manufacturer, while for different manufacturers these values differ. The different characteristics of the nitrided microstructures resulted in various times of compound layer spalling (removal) during testing for wear resistance. On the sites of compound layer removal accelerated chemical attack took place that increased wear on the die surface. The compound layer is chemically more resistant to hot aluminium in comparison to nitrided base material. Earlier removal of the compound layer consequently results in decreased die life and later removal leads to prolongation of die life.

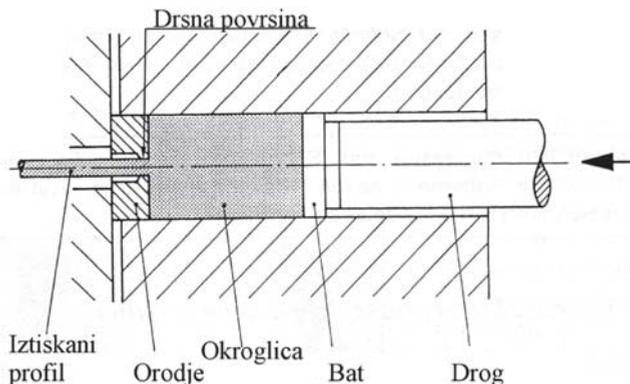
**Ključne besede:** Topla ekstruzija Al, AISI H10, AISI H13, nitriranje, spojinska plast, obraba.  
**Key words:** Al hot extrusion, AISI H10, AISI H13, nitriding, compound layer, wear.

## 1. Uvod

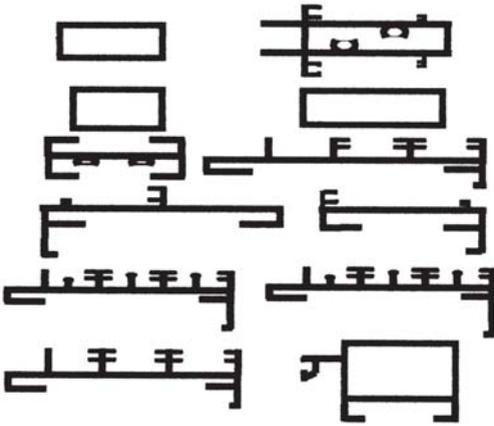
Toplo stiskanje aluminija (slika 1) je postopek, pri katerem se na cca. 450-500°C ogreta okroglica iztiskuje skozi odprtino na orodju, ki daje profilu želeno obliko. Potrebne sile stiskanja so v območju med 10-55 MN, izstopne hitrosti profila pa do 100 m/min. Poškodbe in tribološke razmere na drsni površini omenjene odprtine orodja vplivajo na kakovost površine ekstrudiranca. Kontaktni pritiski na drsni površini orodij dosegajo vrednosti do 100 MPa, temperature pa lahko lokalno porastejo celo nad 600°C, saj se med procesom ekstruzije generira veliko toplote, ki je posledica volumskega stiskanja okroglice in trenja na kontaktu iztiskovanega profila in površine orodja. Najpogosteje uporabljeno orodno jeklo za izdelavo matrice je AISI H13, pa tudi H11 in H10. Življenjska doba orodja je determinirana z dopustnimi tolerancami prečnega preseka, kot tudi z lepim izgledom površine ekstrudiranca [1-4].

Od orodij za toplo ekstruzijo aluminija zahtevamo, da imajo čim večjo odpornost proti abraziji, adheziji in mehanskemu utrujanju ter kemično obstojnost. Več o

kemičnih reakcijah med vročim Al in orodjem si bralec lahko prebere v literaturi [14-15]. Boljšo obrabno obstojnost in s tem daljšo življenjsko dobo orodij dosegamo z dodatnim oplemenitjenjem površine orodja in sicer s plinskim nitiranjem, ionskim nitiranjem, nitiranjem v kopeli, s CVD ali PVD prevlekami, dupleks postopki, itd [5-12]. Slabost nitiranja v kopeli je predvsem škodljiv vplivu tega postopka na okolje, omejitev PVD postopka pa je vezana na težave učinkovitega oplaščevanja površin, ki ležijo v ozkih in dolgih režah. Na orodjih so omenjene ozke in globoke reže zelo pogosto prisotne; ekstrudirani profili so namreč zaradi težnje po čim večjem vztrajnostnem momentu in tankih stenah posledično tudi zelo kompleksnih oblik (slika 2). Zaradi slednjega je plinsko nitiranje še vedno aktualno, saj je učinkovito tudi v ozkih in dolgih režah orodij. Pri nitiranju orodnih jekel (AISI H13, H11 in H10) pogosto nastaja spojinska plast (bela plast). Kemična sestava orodij in stanje površine, ki jo želimo nitrirati, kot tudi pravilna nastavitve parametrov žarjenja in nitiranja (plinska mešanica in njen pretok, temperatura, čas, itd.), vplivajo na nastanek in rast spojinske plasti (bele plasti), na razmerje faz ( $\epsilon$  in  $\gamma'$ ) v njej ter na difuzijo dušika v jekleno matico [5-8,12]. Mnenja



Slika 1. Princip tople ekstruzije aluminija in drsna površina na orodju.



**Slika 2.** Raznolikost ekstrudiranih profilov z ozkimi režami.

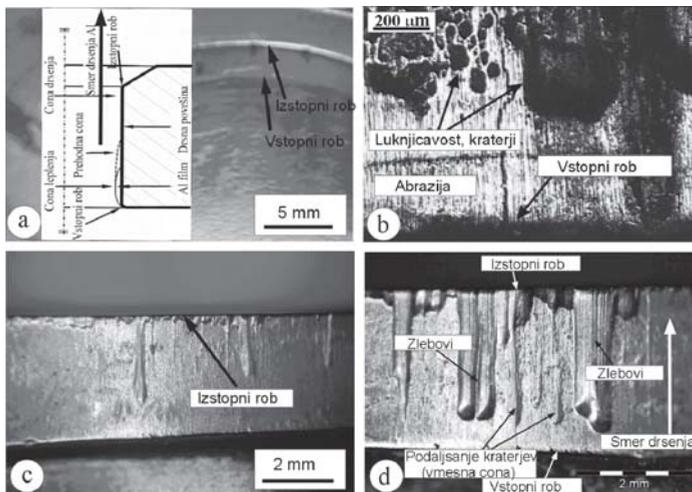
v literaturi o tem, ali spojinska plast pozitivno oz. negativno vpliva na obrabno obstojnost površine orodij so zelo deljena. Tudi proizvajalci naprav za ionsko in plinsko nitiranje niso enotnega mnenja o tem, katera mikrostruktura jekla nastala pri nitiranju je obrabno najbolj obstojna. Tako nekateri belo plast odklanjajo, nasprotno pa drugi želijo nitirane plasti s tankimi (3-5  $\mu\text{m}$ ) belimi

plastmi <sup>[1]</sup>. Iz prakse je tudi znano, da življenjska doba nitiranih orodij, celo pri ekstrudiranju enakega profila, zelo niha.

V prispevku so podane in analizirane mikrostrukture površin v zato posebej izdelanih ozkih in globokih režah orodij iz jekel AISI H10 in H13, ki so bila nitirana pri različnih proizvajalcih naprav za ionsko in plinsko nitiranje, nadalje je podana njihova fazna analiza (XRD), trdote, itd. Opravljeni preizkusi obrabe na nitiranih površinah so fokusirani na pojasnjevanje vloge spojinske plasti glede njene kemične odpornosti v kontaktu z vročim aluminijem.

## 2. POTEK (ANALIZA) OBRABE NITIRANE DRSNE POVRŠINE NA REALNEM ORODJU

Na drsni površini orodja (slika 3a) nastopajo tri različne cone in sicer cona lepljenja, prehodna (tranzicijska) cona in cona



**Slika 3.** Faze napredovanja obrabe na nitirani drsni površini orodja (a.) za toplo ekstruzijo okroglega profila, kemično reagiranje (luknjicavost) v coni tranzicije in formiranje kraterjev (b.) ter širitev (podaljševanje) kraterjev proti izstopnemu robu drsne površine (c.) - (d.).

drsenja [13]. Obrabi je najbolj izpostavljena prehodna cona, saj prav na tem mestu pride do občasnega sprijemanja (lepljenja) ekstrudiranega materiala s površno orodja in s tem tudi do kemičnih reakcij (aktivnosti) ter do ločitve omenjene zveze. Posledica tega je tvorba luknjičavosti (eng. pitting), ki pozneje vodi do tvorbe majhnih kraterjev (slika 3b), kateri se med nadaljnjim procesom ekstruzije počasi razširijo (podaljšajo) v smeri drsenja Al profila na celotno drsno cono vse do izstopnega roba drsne površine (slika 3c-d). Pri tem so prisotni obrabni mehanizmi kot kemično reagiranje aluminija s površino orodja, abrazija in adhezija.

### 3. IONSKO IN PLINSKO NITRIRANJE ORODIJ Z OZKIMI IN GLOBOKIMI REŽAMI

Naša študija temelji na analizi nitriranih mikrostruktur orodij z 1 mm in 4 mm režo (slika 4).

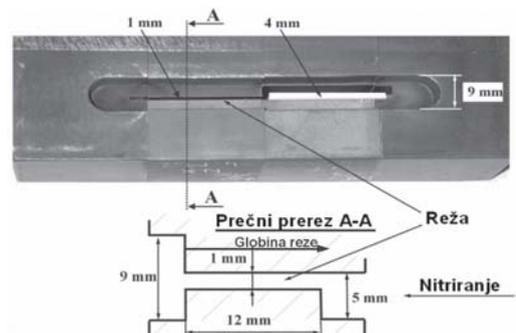
Kemična sestava uporabljenih orodnih jekel iz AISI H10 in H13, ki so bila nitrirana pri osmih različnih proizvajalcih naprav za ionsko (proizvajalec I-II) in plinsko nitiranje (proizvajalec IV-VIII), je podana v tabeli 1. Od proizvajalcev naprav (tabela 2) se je zahtevala izpolnitev dveh pogojev in sicer:

- celoten čas postopka nitiranja ne sme presegati 12 ur,
- minimalna globina nitiranja lahko znaša 120  $\mu\text{m}$ .

Proizvajalci so sami izbrali parametre nitiranja (vrednosti parametrov ne želijo posredovati) t.j. optimalno plinsko mešanico in pritisk, temperaturo, čas nitiranja, ohlajanje, itd. Iz nitiranega orodja smo potem s pomočjo elektroerozije izrezali

manjše bloke za analizo mikrostrukturne in meritve trdote difuzijske plasti, opravili fazno analizo in izmerili debelino spojinske plasti ter eksperimentalno indentificirali obrabo. Orodje z ozkimi in globokimi režami je bilo izbrano za primerjavo učinkovitosti plinskega z ionskim nitiranjem; namreč, ozke reže so na orodjih za ekstruzijo preje omenjenih kompliciranih oblik profilov pogosto prisotne in predstavljajo omejitev pri uporabi ionskega nitiranja. Ionsko nitiranje je namreč relativno neučinkovito v omenjenih ozkih in globokih režah orodij.

Tako za plinsko, kot tudi za ionsko nitirana orodja, je značilna možnost nastanka spojinske plasti, na kar pri plinskemu nitiranju vplivajo sledeči parametri: temperatura in čas nitiranja, vrsta orodnega jekla, kemična sestava plinske mešanice in strujanje plina v peči (parcialni tlak dušika), čas nitiranja, itd. Dostopna literatura še ne poroča o učinkovitosti plinskega nitiranja v ozkih in globokih režah oz. kako na to vpliva intenziteta lokalnega strujanja plinske mešanice. Pri vplivu spojinske plasti na obrabno obstojnost je potrebno upoštevati, da ta nima enotne debeline, ampak se le-ta spreminja. To ima za posledico povečanje hrapavosti na mestu njenega luščenja in s tem tudi površine za cca. 100% [12].



Slika 4. Orodje z 1 in 4 mm režo ter prečnim presekom A-A.

**Tabela 1.** Kemčna sestava uporabljenih orodnih jekel, (AISI, METAL Ravne), [mas.%].

Metal Ravne	AISI	C	Si	Mn	Cr	Mo	V	Fe
Utop 33	H10	0.30	0.30	0.38	3.0	2.80	0.45	Ost.
Utop Mo2	H13	0.40	1.0	0.40	5.05	1.28	0.95	Ost.

**Tabela 2.** Seznam proizvajalcev za ionsko (ION) in plinsko (GSN) nitiranje orodij, debeline spojinske plasti (DSP), globine difuzijske plasti (GDP), in maksimalne vrednosti trdote (MHRD) v 1 mm in 4 mm visoki reži na orodjih iz jekel H10 in H13.

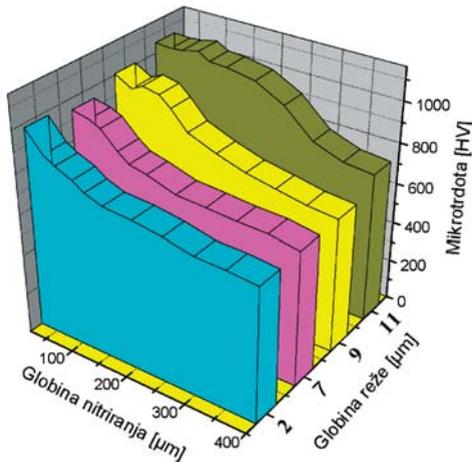
Proizvajalec		I.	II.	III.	IV.	V.	VI.	VII.	VIII.
Način nitiranja		ION	ION	PLN	PLN	PLN	PLN	PLN	PLN
	<b>Reža</b>	<b>Glavni parametri - H10</b>							
DSP [µm]	1mm	/	/	4-12	4-12	8-14	8-12	4-10	5-10
	4mm	/	0-5	4-8	6-13	8-14	8-12	6-12	6-12
GDP [µm]	1mm	170-30	150-70	120	160	180	120	160	150
	4mm	150-70	340-100	110	180	180	130	170	150
MHRD [Hv]	1mm	1200-700	934-819	1135	1120	1130	1020	1092	1120
	4mm	1185-1065	1054-945	1146	1130	1130	1035	1100	1146
	<b>Reža</b>	<b>Glavni parametri - H13</b>							
DSP [µm]	1mm	/	/	4-12	4-12	5-8	8-12	4-10	3-7
	4mm	/	/	8-16	6-13	8-12	8-12	6-12	5-8
GDP [µm]	1mm	170-30	150-70	120	130	150	120	140	130
	4mm	150-70	340-100	110	140	150	120	150	140
MHRD [Hv]	1mm	1200-500	850-790	1050	1100	1150	1020	1090	1080
	4mm	1185-700	1054-900	1070	1100	1150	1035	1100	1080

#### 4. MIKROSTRUKTURA, FAZNA SESTAVA IN TRDOTA JEKLA NA POVRŠINI

##### 4.1 Ionsko nitiranje

Na orodjih iz obeh uporabljenih jekel in nitiranih pri proizvajalcih I in II, smo ugotovili (izmerili) razlike tako v globini nitiranja (difuzijska cona) v 1 mm in 4 mm reži, kot tudi v zvezi s spojinsko plastjo (prisotnost oz. neprisotnost). Globina nitiranja je bila določena na osnovi merjenega profila trdot. Boljša učinkovitost nitiranja v 4 mm reži, v primerjavi z 1 mm režo, je značilna za oba proizvajalca. Proizvajalec II je bil uspešnejši v obeh primerih, čeprav uspešnost nitiranja v 1mm

reži ne zadošča postavljenim pogojem. Na sliki 5 je prikazan profil trdote (globina nitiranja) za proizvajalca št. II v 4 mm reži in orodje iz jekla H10. Vidimo lahko, da je globina nitiranja med cca. 340 µm na začetku, in cca. 100 µm na koncu 12 mm reže. V 1mm reži pa dobimo 150 µm na začetku, in 70 µm na koncu reže, kar so prenizke vrednosti za orodja za toplo ekstruzijo Al. Za proizvajalca I velja, da so mikrostrukture v 1 in 4 mm reži brez spojinske plasti. Enako velja za 1 mm režo pri proizvajalcu II medtem ko smo v 4 mm reži dobili 0-5 µm debelo belo plast. Dejstvo, da smo v 4 mm reži dobili spojinsko plast, v 1mm reži pa ne, lahko pripišemo različnemu strujanju (histrosti) plinske mešanice znotraj 1 in 4 mm reže in temu posledično tudi različnemu gradientu vplivnih parametrov



**Slika 5.** Potek trdotne pod površino ionsko nitriranega jekla H10 v štiri milimetrski reži, proizvajalec II.

(tlak, temperatura, itd). Tudi pri drugem orodju obeh proizvajalcev smo dobili podobne rezultate za globino nitriranja in maksimalne trdote na površini. Proizvajalec II bi torej lahko zadovoljivo nitriral v 4 mm režah le v primeru, če so te krajše (cca. 5 mm). Iz prakse je znano, da je dolžina drsnih površin ponavadi v območju med 3,5 mm do 12 mm.

Za orodje iz jekla H13 so bili dobljeni podobni mikrotrdotni profili, le da so bile vrednosti za trdote še nekoliko nižje.

## 4.2 Plinsko nitriranje

Orodja iz jekel H10 in H13 so bila nitrirana pri šestih različnih proizvajalcih naprav za plinsko nitriranje. Dobili smo precej podobne vrednosti tako za maksimalne trdote, kot tudi za globine nitriranja na orodjih nitriranih pri istem proizvajalcu. To velja za obe orodni jekli, pri čemer smo za jeklo iz H10 dobili nekoliko višje globine nitriranja in maksimalne vrednosti za trdote (tabela 2). Naslednja značilnost je, da večina orodji za jeklo iz H10 posedujejo belo plast, katere

debelina pa se ponavadi malo razlikuje glede na 1 mm in 4 mm režo (tabela 2). V 1 mm reži smo dobili manjše trdote. V isti tabeli so podane še globine nitriranja za 1 in 4 mm režo. Pri orodjih iz jekla H13 je bilo opaziti večjo variabilnost glede prisotnosti oz. neprisotnosti spojinske plasti saj je bila na nekaterih orodjih prisotna na drugih pa ne. Na slikah 6a-1 so podane tipične mikrostrukture tako brez spojinske plasti, kot tudi z spojinsko plastjo na površini orodja iz jekla H13, katere debelina se rahlo spreminja od orodja do orodja, še bolj pa od proizvajalca do proizvajalca. V nekaterih primerih ni spojinske plasti. To nas napeljuje na sklep, da je proces nitriranja zelo občutljiv; strujanje plinske mešanice namreč ni konstantno po celotnem volumnu peči kar pomeni, da so relevantni parametri za nitriranje odvisni od pozicije orodja v peči oz. od razmer na lokalnem nivoju, kar rezultira v različnih dobljenih mikrostrukturah nitriranih plasti. Debeline spojinske plasti, maksimalne trdote in globine nitriranja so za orodno jeklo H13 prav tako podane v tabeli 2.

Tudi fazna analiza nitriranih površin kaže na podobno razmerje faz  $\bar{1}/\bar{a}'$  med orodji nitriranih pri istih proizvajalcih in sicer tako za orodja iz jekla H10 (slika 7) kot tudi za orodja iz jekla H13.

### Orodja iz jekla H10:

Kot je bilo že omenjeno, smo pri jeklu H10 skoraj pri vseh nitriranih orodjih dobili spojinsko plast na površini. Proizvajalec III je v 1 mm reži dosegel relativno majhno globino nitriranja, ki znaša cca. 120  $\mu\text{m}$ , maksimalna vrednost trdote pa cca 1146 HV, debelina spojinske plasti pa 4-12  $\mu\text{m}$ . V 4mm

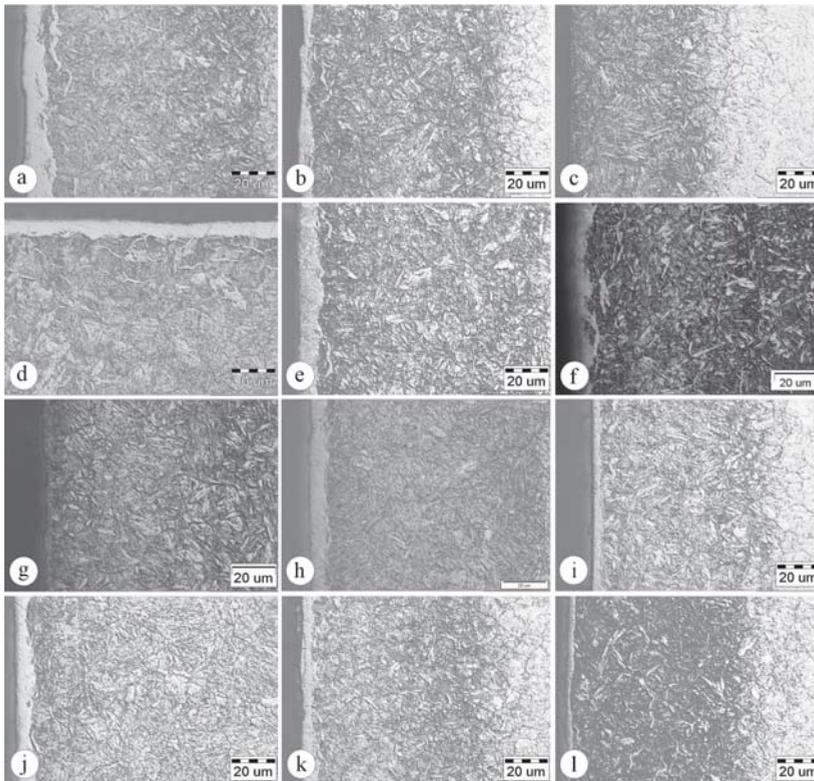
reži je bila dosežena globina nitiranja cca. 110  $\mu\text{m}$ , debelina spojinske plasti cca. 4-8  $\mu\text{m}$ , maksimalna trdota je cca. 1135 HV. Fazna analiza (XRD) na nitirani površini (slika 7) razkriva precej večji delež faze  $\epsilon$  kot faze  $\gamma$  ter železove okside. Ocenjeno  $\epsilon/\gamma$  fazno razmerje znaša cca. 6, kar pomeni, da je sestava spojinske plasti relativno blizu  $\epsilon$  monofazni mikrostrukturi.

Proizvajalec IV je v 1 mm reži dosegel relativno veliko globino nitiranja, t.j. cca. 160  $\mu\text{m}$ , maksimalna trdota je cca. 1120 HV, debelina spojinske plasti pa cca. 4-12  $\mu\text{m}$ . V 4 mm reži je bila namerjena globina nitiranja cca. 180  $\mu\text{m}$ , malenkostno večja debelina

spojinske plasti, t.j. cca. 6-13  $\mu\text{m}$ , in maksimalna trdota cca. 1130 HV. XRD (slika 7) nam razkriva velik delež  $\epsilon$  in nekoliko več faze  $\gamma$  glede na orodja pri proizvajalcu III. Ocenjeno fazno razmerje  $\epsilon/\gamma$  znaša cca. 3 (slika 7), kar je manj kot v pri proizvajalcu III.

Za proizvajalca V je značilna velika globina nitiranja cca 180 mm za obe reži, debelina spojinske plasti cca. 8-14  $\mu\text{m}$  ter maksimalna trdota cca 1130 HV. Ocenjeno fazno razmerje  $\epsilon/\gamma$  znaša cca. 0,7 (slika 7), kar pomeni, da je v spojinski plasti več faze  $\gamma$ .

Za proizvajalca VI je značilna relativno majhna globina nitiranja cca 120-130  $\mu\text{m}$ ,



**Slika 6.** Variabilnost mikrostruktur iz jekla H13 med orodji in različnimi proizvajalci: (a-c) - proizvajalec III, (d) - proizvajalec IV, (e-g) - proizvajalec V, (h) - proizvajalec VI, (i-j) - proizvajalec VII, (k-l) - proizvajalec VIII, OM, jedkano z nitalom.

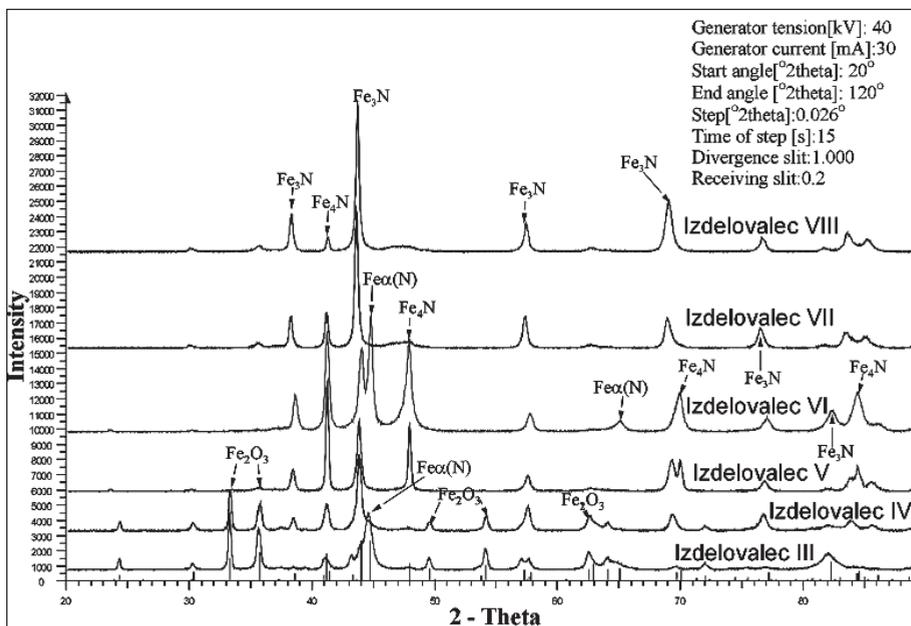
debelina spojinske plasti cca. 8-12  $\mu\text{m}$ , ter maksimalna trdota cca 1030 HV. XRD nam pokaže veliko faze  $\gamma'$  (ocenjeno fazno razmerje  $\epsilon/\gamma'$  znaša cca. 0,8) ter tudi vrh  $\alpha_{(\text{Fe})}$  kar pomeni, da spojinska plast verjetno ni prekrila celotne nitrirane površine ali pa je ta pretanka. To posledično odpira vprašanje o učinkovitosti plinskega nitriranja v ozkih in globokih režah tega proizvajalca.

Za proizvajalca VII je značilna relativno velika globina nitrirane plasti in sicer v 1 mm reži znaša cca. 160  $\mu\text{m}$ , debelina spojinske plasti pa cca. 4-10  $\mu\text{m}$  ter 170  $\mu\text{m}$  oz. 6-12  $\mu\text{m}$  v 4 mm reži. Maksimalne trdote so cca. 1100 HV. XRD nitrirane plasti pokaže na veliko faze  $\epsilon$  ter malo faze  $\gamma'$ . Ocenjeno fazno razmerje  $\epsilon/\gamma'$  znaša cca. 4.

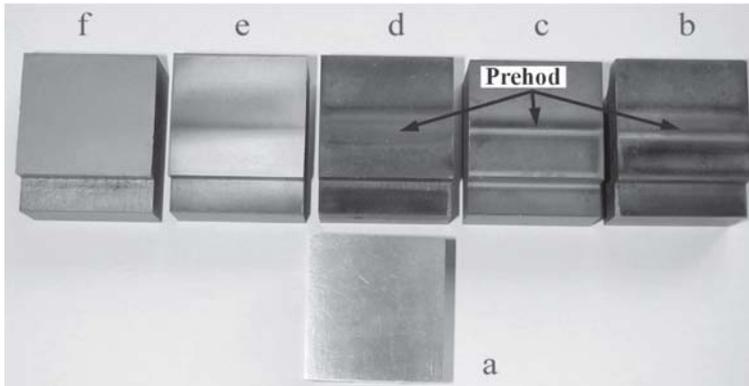
Za proizvajalca VIII je značilna nekoliko nižja globina nitriranja v obeh režah t.j. cca.

150 mm, debelina spojinske plasti pa znaša 5-10  $\mu\text{m}$  v 1 mm reži in 6-12  $\mu\text{m}$  v 4 mm reži. Maksimalne trdote so cca. 1120-1150 HV. XRD analiza razkrije skoraj monofazno mikrostrukturo spojinske plasti, saj ima ocenjeno fazno razmerje  $\epsilon/\gamma'$  znaša cca. 10.

Vzroke za prisotnost oz. neprisotnost spojinske plasti in ponavadi malenkostno večjo globino nitriranja in debelino spojinske plasti v 4 mm reži je treba iskati v že omenjenem različnem strujanju plinske mešanice tako v peči za nitriranje, kot tudi v 1 in 4 mm reži. Na sliki 8 so prikazani površinski izgledi nitriranih površin nekaterih blokov, kjer je jasno viden prehod iz 9 mm reže na 1 oz. 4 mm režo, kar nakazuje na vpliv lokalnega strujanja (hitrost, pritisk, itn.) plinske mešanice na nitriranje.



Slika 7. Fazna analiza (XRD) nitriranih površin orodij iz jekla H10 pri proizvajalcih III-VIII.



**Slika 8.** Izgled nekaterih plinsko nitriranih površin z jasnim prehodom iz 9 mm reže v 1 oz. 4 mm režo.

## 5. INDIVIDUALNO TESTIRANJE OBRABE NITRIRANIH MIKROSTRUKTUR

Posebna izvedba "blok na cilinder" naprave za študij obrabe (slika 9) je omogočilo testiranje pri povišanih temperaturah in visokih kontaktnih pritiskih, ki so značilni za toplo ekstruzijo Al; testni pogoji so podani v tabeli 3. Dimenzije ogretyh cilindrov iz zlitine AA 6063 (0.5 Mg, 0.5 Si, 0.19 Fe, 0.05 Mn), ki predstavljajo ogreti ekstrudiranec, so bile premera  $\Phi 146$  mm x 35 mm, dimenzije testiranih blokov pa so bile 30 mm x 30 mm x 20 mm. Ogrevanje Al cilindrov je induktivno s pomočjo tuljave s samo polovico ovoja. Na obeh straneh Al cilindra sta nameščena bakrena diska, preko katerih je tudi posredno kontrolirana temperatura Al (sevalni koeficient bakra znaša cca. 0,8); namreč, sevalni koeficient Al je zelo nizek in napake meritev na Al cilindru bi posledično lahko bile zelo velike. Nadalje, omenjeni bakreni diski omogočajo testiranje pri visokih kontaktnih pritiskih, kar ima za posledico krajše potrebne čase testiranja, sočasno pa onemogočajo plastično defor-

macijo Al cilindrov. V realnem procesu tople ekstruzije drsenje med površino orodja in ekstrudirancem poteka v skoraj neoksidativnih pogojih, zato med testiranjem v komoro dovajamo argon (kemična sestava v volumskih ppm: O<sub>2</sub> max 5 ppm, H<sub>2</sub>O max 10 ppm, CO<sub>2</sub> max 0,5 ppm, N<sub>2</sub> max 20 ppm). Testiranje obrabe z vročim Al sodijo med najbolj zahtevna tribološka testiranja, zato so objave s tega področja v literaturi tudi zelo redke. Pri topli ekstruziji so eksperimentalni podatki o vlogi spojinske plasti pri življenjski dobi orodja še posebej zaželeni, saj je študij v industrijskih pogojih zelo otežen.

Pri laboratorijskem testiranju (testni pogoji 1, tabela 3) nas je zanimal predvsem vpliv spojinske plasti na obrabno obstojnost: in sicer njena odpornost proti kemičnemu reagiranju z vročim aluminijem, način njene odstranitve z nitrirane površine ter odziv tako nanovo nastale površine na kontakt z vročim Al. Začetno stanje površine je podano na slika 10a. Opazili smo, da je za odstranitev spojinske plasti bistven proces nastanka razpok na njeni površini (slika 10b) kar vodi do njenega postopnega (delnega) luščenja

(40-60 %), kot je prikazano na slika 10c. To nas tudi napeljuje na dejstvo, da je duktilnost spojinske plasti zelo pomembna karakteristika, ki bo vplivala na čas njene odstranitve. Nadalje, na mestu odstranitve spojinske plasti začne vroč aluminij (cca. 570 °C, relativno blizu tališča) pospešeno reagirati z novo nastalo površino (slika 10c). Vzrok za to lahko pripišemo povečanju hrapavosti na mestu odstranitve spojinske plasti, kar ima za posledico povečanje (cca. 100 % <sup>[12]</sup>) površine, potencialno primerne za kemično reagiranje s toplim Al; spojinska plast namreč ni enakomerne debeline, kot je to vidno iz slik 6a-f ter iz tabele 2. Proces delnega luščenja spojinske plasti in pospešenega kemičnega reagiranja smo opazili na vseh testiranih blokih, razlikoval se je le čas, ko je prišlo do pojava luščenja (tabela 4). Iz slike 10c je tudi razvidno, da je spojinska plast kemično bolj obstojna proti vročemu Al kot osnovni material, saj so ta mesta (Ang. pitting) na spojinski plasti komaj opazna. Poslabšanje kvalitete površine v poznejši fazi testiranja je verjetno posledica intenzivnega kemičnega reagiranja z razkrito površino, pa tudi adhezije (slika 10d).

V tabeli 4 so podani približni časi delnega luščenja (cca. 40-60 %) spojinske plasti za nekatere proizvajalce oz. za nekatere tipične lastnosti nitriranih mikrostruktur in sicer za H10 in H13. Manj krhke so monofazne spojinskih plasti, pri čemer pa je vsekakor bolj zaželjena  $\gamma'$ , ki je manj krhka kot  $\epsilon$ . S tega vidika je bila dobljena spojinska plast proizvajalca III relativno ugodna, vendar je

zaradi manjše globine nitriranja in manjših maksimalnih trdot prišlo do delnega luščenja (cca. 40-60 %) že po eni uri testiranja (tabela 4). Isto je bilo opaženo tudi pri proizvajalcu V, z relativno neugodno fazno sestavo spojinske plasti, kljub relativno veliki globini nitriranja in visokih maksimalnih vrednosti trdote.

Delno luščenja spojinske plasti po dveh urah (tabela 4) pa je bilo opaženo pri proizvajalcu VII. Omenjena mikrostruktura namreč poseduje strukturo spojinske plasti, ki vsebuje malo  $\gamma'$  faza in relativno zelo globoko difuzijsko plast. Spojinska plast proizvajalca VIII je skoraj monofazna ( $\epsilon$ ), poleg tega pa ima še relativno veliko globino difuzijske plasti (150  $\mu\text{m}$ ), kar je rezultiralo z delnim luščenja po 2 dveh urah testiranja (slika 10c).

Kot je bilo že omenjeno so rezultati delnega luščenja spojinske plasti za obe nitrirani jekli podani v tabeli 4.

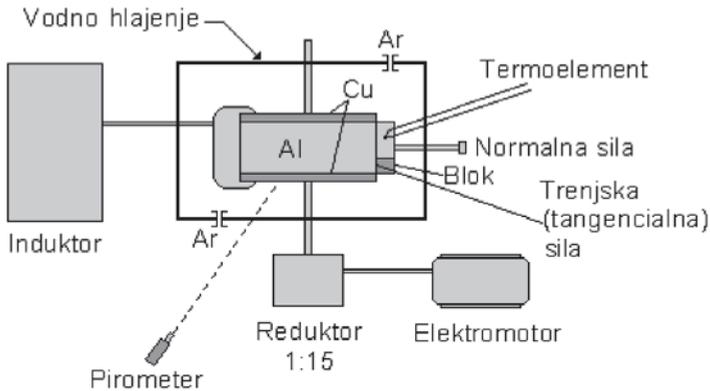
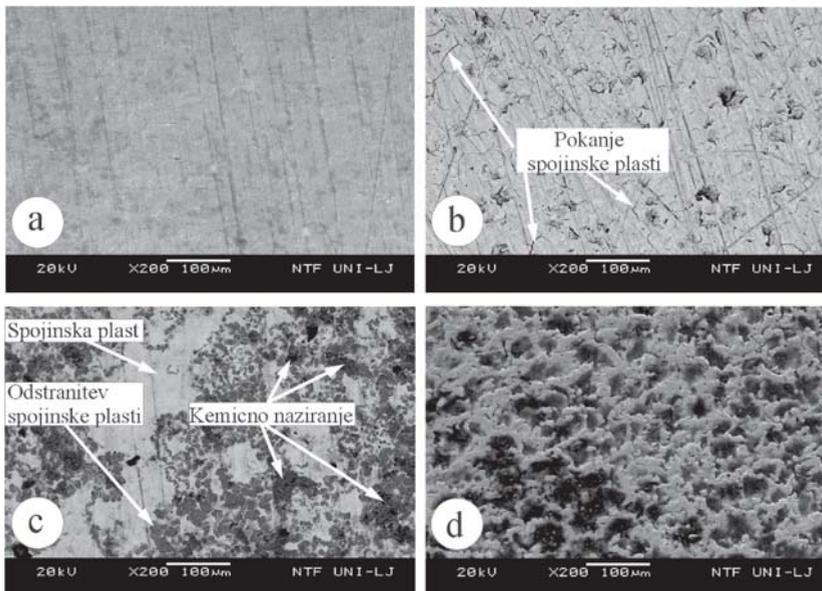
Potek obrabe površin, kot je prikazan na slika 10a-d, je značilen za vse testirane mikrostrukture. Karakteristike spojinske plasti in difuzijske cone pa pogojujejo dinamiko obrabnih procesov na testirani površini oz., kdaj bo nastopilo določeno stanje na površini, kot je prikazano na prej omenjeni sliki. Kdaj bo prišlo do luščenja spojinske plasti je odvisno od predvsem od njene mikrostrukture (zaželena monofazna mikrostruktura) in nosilnosti difuzijske plasti (zaželena čim večja nosilnost).

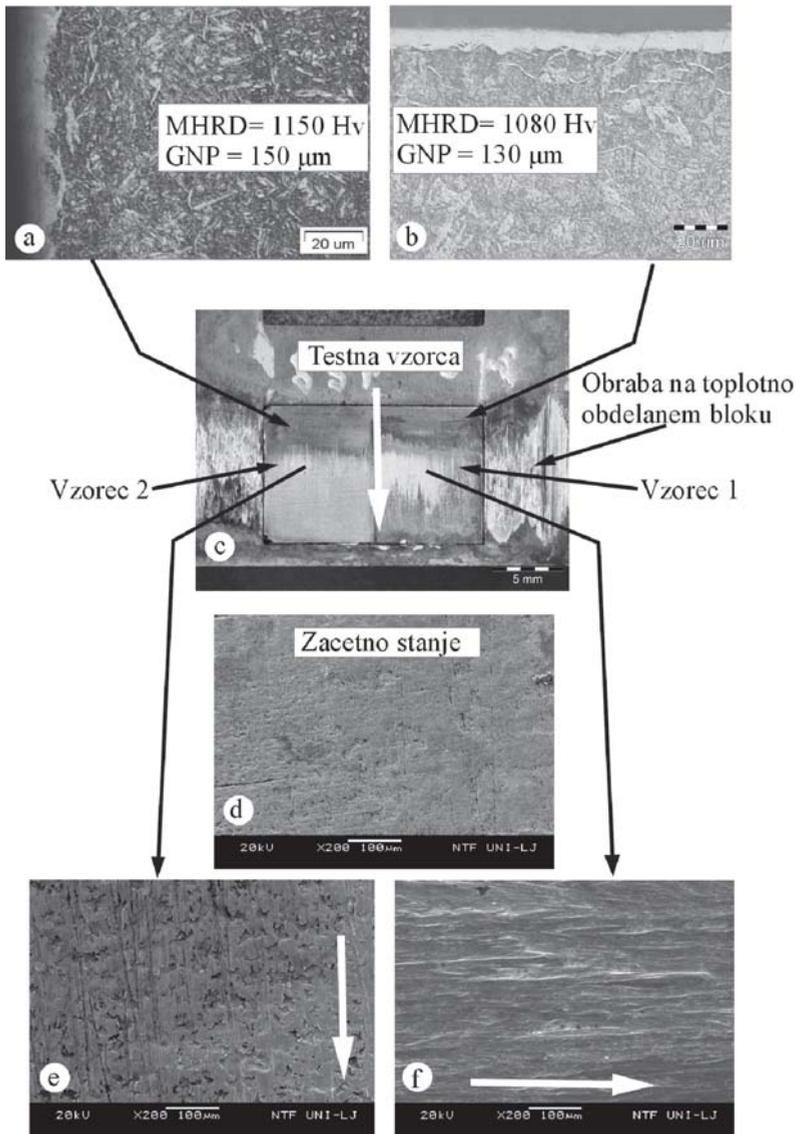
**Tabela 3.** Testni pogoji.

Orodno jeklo	Čas	1h	2h
H10	Proizvajalec	III, V, VI	IV, VII, VIII
H13	Proizvajalec	III, VI	V, VII, VIII

**Tabela 4.** Približni časi delnega (40-60 %) luščenja spojinske plasti, testni pogoji 1.

	Testni pogoji 1	Testni pogoji 2
Normalna sila [N]	2200	1920
Naležna površina [mm x mm]	30 x 10	30 x 5
Povprečni kontaktni pritisk [MPa]	7,5	15
Relativna hitrost zdrsa [m/min]	25	25
Temperatura Al cilindra [°C]	510	510

**Slika 9.** Shema naprave "blok na cilindru"**Slika 10.** Časovni potek obrabe nitriranih površin: začetno stanje, SEI (a.), pokanje spojinske plasti, SEI (b.), delna odstranitev spojinske plasti in pospešena obraba (najverjetneje zaradi kemične reagiranja z vročim Al) na mestu njene odstranitve, BEC (c.) in kemično reagiranje in adhezija na mestih brez spojinske plasti, SEI (d.), (testni pogoji 1).



**Slika 11.** Primerjalno testiranje ( $t=3h$ ) vzorcev z različnimi mikrostrukturama: vzorec 2 (a.), vzorec 1 (b.), toplotno obdelani blok z vstavljenima vzorcema in makro posnetek obrabljenih površin (c.), začetno sanje površine (d.), površina vzorca 2 posneta v SEI (e.), površina vzorca 1 posneta v SEI (f.), (testni pogoji 2), smer drsenja označena s puščico.

Debelina spojinske plasti pri različnih proizvajalcih in orodjih ni nihala v takem obsegu, da bi iz tega lahko izpeljevali

enolične zaključke. V povprečju je znašala okrog 4-15  $\mu m$ .

## 6. PRIMERJALNO TESTIRANJE OBRABE

Na osnovi individualnega testiranja smo ugotovili, da ohranjanje spojinske plasti na drsni površini podaljšuje življenjsko dobo orodja. Znano je tudi, da večja trdota in globlja difuzijska cona povečuje obrabno obstojnost orodij. Za pojasnjevanje dileme, kaj bolj povečuje obrabno obstojnost, ali srednje debela spojinska plast z ugodno fazno sestavo (proizvajalec IV, H13, vzorec 2, slika 11a,c) ob zadostni globini difuzijske cone in velikosti trdot ali tanka spojinska plast z manj ugodno sestavo ob večji trdoti (proizvajalec V, H13, vzorec 1, slika 11b-c) in globini difuzijske cone, smo izvedli primerjalno ( $t=3h$ ) testiranje obrabe omenjenih vzorcev pri večjih kontaktnih pritiskih (testni pogoji 2, tabela 3). Makrografski posnetek površin na sliki 11 c nam kaže, da je drugi vzorec, kljub manj ugodni sestavi spojinske plasti, vendar z njeno tanjšo debelino ter z večjo trdoto in globino difuzijske cone, obrabno bolj obstojen (sliki 11c,f).

Daljšo življenjsko dobo orodij lahko torej povečujemo tudi z večjo globino nitriranja; smo pa z globino nitriranja tudi omejeni, saj to lahko privede do prenitiranja, če ta postopek večkrat ponovimo.

## 7. Zaključki

Izdelana so bila laboratorijska orodja iz jekel H10 in H13 z ozkimi (1 mm oz. 4 mm) in dolgimi (12 mm) režami, ki so bila nitrirana pri različnih proizvajalcih za plinsko in ionsko nitriranje, pri čemer so slednja služila za primerjavo uspešnosti obeh postopkov

nitriranja po dolžini različno ozkih rež. Dobljene mikrostrukture jekla plinsko nitriranih površinah se precej razlikujejo, tako glede globine difuzijske cone in maksimalne vrednosti dobljenih trdot, kot tudi glede sestave oz. deleža  $\epsilon$  ali  $\gamma$  spojinske plasti. Globine difuzijskih plasti nihajo v območju med 110-190  $\mu m$ , fazno razmerje  $\epsilon/\gamma$  pa se spreminjal od proizvajalca do proizvajalca od skoraj monofazne  $\epsilon$  sestave do  $\epsilon/\gamma$  razmerja cca. 0,7. Pri nobenem od proizvajalcev ni bila dobljena čista monofazna  $\gamma$  sestava spojinske plasti. Debeline spojinskih plasti so se gibale v območju cca. 4-16  $\mu m$ . V 1 in 4 mm reži istega orodja so bile opažene manjše razlike, tako v globini nitriranja, kot tudi v debelini spojinske plasti. Te razlike bi lahko pripisali različnemu strujanju plinske mešanice v 1 mm in 4 mm reži. Različne, zgoraj karakterizirane mikrostrukture so rezultirale tudi v različnih časih luščenja spojinske plasti med tribološkim simuliranjem vroče ekstruzije aluminija. Spojinska plast je kemično bolj obstojna proti vročemu aluminiju. Na mestih njenega luščenja zaradi povečanja hrapavosti pride najverjetneje do pospešenega kemičnega reagiranja z vročim aluminijem, kar pospeši obrabo. Zato v primeru, ko se spojinska plast odluči v zelo zgodnji fazi procesa tople ekstruzije, to luščenje negativno vpliva na življenjsko dobo orodja. V primeru kasnejšega luščenja spojinske plasti, pa zaradi njene večje kemične stabilnosti do vročega Al, to rezultira v daljši življenjski dobi orodja. Sestava spojinske plasti, ki se približuje enofazni, je bolj odporna proti luščenju. Fazna razmerja cca. 1:1 povečujejo krhkost spojinske plasti in s tem zmanjšujejo življenjsko dobo orodja. Orodja z relativno neugodno sestavo spojinske plasti ter večjo

difuzijsko cono in trdoto so v primerjalnem testiranju izkazale boljšo obrabno obstojnost v primerjavi z orodjem z ugodno sestavo spojinske plasti, vendar manjšo difuzijsko cono in manjšo trdoto.

Pri ionskem nitriranju so bile dobljene večje razlike v učinkovitosti nitriranja, tako glede na geometrijo rež 1 in 4 mm, kot tudi glede na proizvajalca. V 1 mm reži nihče od proizvajalcev ni bil uspešen. V primeru, da ima orodje z 4 mm ozko režo krajšo drsno površino (do cca. 5 mm), bi bila učinkovitost drugega proizvajalca lahko zadovoljiva.

## LITERATURA

- [1] BJÖRK, T., WESTEGÅRD, R., HOGMARK, S. (2001): Wear of surface treated dies for aluminium extrusion - a case study, *Wear* 249/2, 316-323.
- [2] BJÖRK, T., BERGER, M., WESTERGLRD, S., HOGMARK, R., BERGSTRÖM, J. (2001): New physical vapour deposition coatings applied to extrusion dies, *Surface & Coatings Technology* 146-147, 33-41.
- [3] MORI, T., TAKATSUJI, N., MATSUKI, K., AIDA, T., MURITANI, K., UETOKO, K. (2002): Measurement of pressure distribution on die surface and deformation of extrusion die in hot extrusion of 1050 aluminium rod, *Journal of Materials Processing Technology* 130-131, 421-425.
- [4] TERČELJ, M., KUGLER, G., TURK, R., CVAHTE, P., FAJFAR, P. (2005): Measurement of temperature on bearing surface of industrial die and assessment of heat transfer coefficient in aluminium hot extrusion - a case study, *International Journal of Vehicle Design* 39/1-2, 93-109.
- [5] BARANOWSKA, J., WYSIECKI, M. (2000): Influence of surface pre-treatment on case formation during gaseous nitriding, *Surface & Coatings Technology* 125, 30-34.
- [6] BARANOWSKA, J., SZCZECINSKI, K., WYSIECKI, M. (2003): Growth of nitrided layer after cathode sputtering, *Vacuum* 70, 293-297.
- [7] CELIK, A., KARADENIZ, S. (1996): Investigation of compound layer formed during ion nitriding of AISI 4140 steel, *Surface & Coatings Technology* 80, 283-286.
- [8] LIAPINA, T., LEINEWEBER, A., MITTEMEIJER, E.J. (2003): Nitrogen redistribution in  $\gamma/\gamma'$ -iron nitride compound layers upon annealing, *Scripta Materialia* 48, 1643-1648.
- [9] PANJAN, P., CVAHTE, P., ČEKADA, M., NAVINŠEK, B., URANKAR, I. (2001): PVD CrN coating for protection of extrusion dies, *Vacuum* 61, 241-244.
- [10] COOKE, K.E., YANG, S., SELUCK, C., KENNEDY, A., TEER, D.G., BEALE, D. (2004): Developed of duplex nitrided and closed unbalanced magnetron sputter ion plated CrTiAlN-based coatings for H13 aluminium extrusion dies, *Surface and Coatings Technology* 188-189, 697-702.
- [11] SMOLIK, J., WALKOWIC, J., TACIKOWSKI, J. (2000): Influence of the structure of the composite: nitrided layer/PVD coating on the durability of tools for hot working, *Surface and Coatings Technology* 125, 134-140.
- [12] KRISHNARAJ, N., BALA SRINIVASAN, P., IYER, L.J.L., SUNDARESAN, S. (1998): Optimization of compound layer thickness for wear resistance of nitrocarburized H11 steel, *Wear* 215, 123-130.
- [13] CLODE, M.P., SHEPPARD, T. (1990): Formation of die lines during extrusion of AA 6063, *Materials Science and Technology* 6, 755-763.

## Zahvala

Avtorji se zahvaljujejo Metalu Ravne d.o.o. iz Raven in Impolu d.o.o. iz Slovenske Bistrice za pomoč pri izdelavi orodij. Posebej se avtorji zahvaljujejo tudi prof. dr. Ladislavu Koscu za dragocene napotke pri nastajanju članka.

- [14] SUNDQVIST, M., BJÖRK, T., HOGMARK, S., SRINIVASAN, I. (1996): Tribological evaluation of surface treatments of extrusion dies, *Proceeding feom Extrusion Aluminium Seminar*, Chicago, IL, USA, 1-4.
- [15] YU, M., SHIVPURI, R., RAPP, R.A. (1995): Effect of molten Aluminum on H13 Dies and Coatings, *Journal of Materials Engineering and Performance* 4/2, 175-181.