

Technological scaling issues on the example of ferritic low-pressure nitrocarburizing

Problematyka skalowania technologicznego na przykładzie ferrytycznego azotonawęglania niskociśnieniowego



DOI: 10.15199/62.2026.9.3

Elements made of 16MnCr5 and 42CrMo4 steel were subjected to ferritic nitrocarburizing on both laboratory and industrial scales. The process was conducted in a vacuum furnace at pressures of 1, 10, or 26 mbar, at 570°C with alternating C_2H_2/NH_3 gases, for 3 h. The structural structure of the parts' surface layers after the nitrocarburizing process was analyzed, and the hardness and thickness of the resulting layers were measured. The functional properties of the technol. surface layers obtained in the large furnace did not match those obtained on a laboratory scale.

Keywords: low-pressure nitrocarburizing, technology scaling, vacuum, heat treatment

Przedstawiono wyniki badań doświadczalnych oraz problemy napotkane przy skalowaniu technologii ferrytycznego azotonawęglania niskociśnieniowego ze skali laboratoryjnej do skali przemysłowej. Przedstawiono wyniki badań procesów prowadzonych przy trzech różnych ciśnieniach obróbki cieplnej (1, 10 i 26 mbar), w temp. 570°C, z naprzemiennym dozowaniem gazów C_2H_2/NH_3 , przez 3 h. Opisano napotkane problemy oraz efekty procesów weryfikacyjnych, wykonanych w skali przemysłowej, dla zoptymalizowanej technologii.

Słowa kluczowe: azotonawęglanie niskociśnieniowe, skalowanie technologii, próżnia, obróbka cieplna

Ferrytyczne azotonawęglanie FNC (*ferritic nitrocarburizing*) stali to niskotemperaturowy proces obróbki cieplno-chemicznej, w którym warstwa wierzchnia elementów stalowych wzbogacana jest dyfuzyjnie w azot i węgiel, najczęściej w temp. 520–580°C. Umożliwia to powierzchniowe utwardzenie detali (do 1200 HV, w zależności od gatunku stali), często bez zmiany struktury rdzenia, co zapobiega odkształceniom elementów^{1–3}. Poza wysoką twardością użytkową detali zyskują one dobrą odporność na korozję, dobre właściwości tribologiczne i odporność na zużycie^{4–6}. Z uwagi na doskonałe właściwości tribologiczne (zmniejszenie tarcia i zatarć), ferrytyczne azotonawęglanie jest kluczowe w wielu gałęziach przemysłu. W branży motoryzacyjnej zwiększa żywotność elementów silnika, układów hamulcowych i zawieszenia (np. wałki rozrządu, amortyzatory, przekładnie kierownicze). W układach hydraulicznych i pneumatycznych zabezpiecza tłoczyska siłowników oraz zawory przed zużyciem adhezyjnym i korozją^{7, 8}. W apli-

kacjach narzędziowych wydłuża czas eksploatacji form wtryskowych, matryc i narzędzi tnących^{9, 10}. W przemyśle obronnym, poprzez wariant QPQ (z dodatkowym utlenianiem), zapewnia matowe, czarne wykończenie o ekstremalnej odporności na ścieranie i działanie czynników zewnętrznych^{11, 12}. Stosowane jest także w agresywnym środowisku chemicznym, w którym materiały są szczególnie narażone na korozję i zużycie mechaniczne oraz zjawiska chemiczne. Ferrytyczne azotonawęglanie sprawdza się dla pomp i zaworów przemysłowych, zabezpiecza wirniki pomp, uszczelnienia mechaniczne i korpusy zaworów przed erozją kawitacyjną oraz agresywnymi mediami¹³. Ponadto chroni elementy armatury wysokociśnieniowej narażone na ciągłe tarcie i kontakt z substancjami żrącymi, zmniejszając ryzyko zatarcia gwintów i elementów ruchomych^{14, 15}. Zabezpiecza pracujące pod dużym obciążeniem, w środowiskach lepkich i ściernych (np. przy produkcji tworzyw sztucznych), powierzchnie mieszalników i ekstruderów^{16, 17}.



Dr inż. Robert PIETRASIK (ORCID: 0000-0001-8186-9231) w roku 1993 ukończył studia na Wydziale Mechanicznym Politechniki Łódzkiej, kierunek inżynieria materiałowa. W 2000 r. uzyskał stopień doktora w dziedzinie technologia budowy maszyn na tym samym wydziale. Jest adiunktem w Instytucie Inżynierii Materiałowej Politechniki Łódzkiej i prezesem zarządu oraz dyrektorem ds. technologicznych hartowni usługowej Hart-Tech sp. z o.o. w Łodzi. Specjalność – inżynieria powierzchni, obróbka cieplna i cieplno-chemiczna, tribologia i komercjalizacja badań.



Dr Sylwester PAWĘTA (ORCID: 0000-0002-5994-161X) w roku 2009 ukończył studia na Wydziale Organizacji i Zarządzania Politechniki Łódzkiej, kierunek zarządzanie. W 2014 r. uzyskał stopień doktora nauk technicznych na Wydziale Mechanicznym tej samej uczelni. Jest adiunktem w Instytucie Inżynierii Materiałowej PŁ i prokurentem oraz dyrektorem operacyjnym hartowni usługowej Hart-Tech sp. z o.o. w Łodzi. Specjalność – obróbka cieplna i komercjalizacja wyników badań.

* Adres do korespondencji:

Instytut Inżynierii Materiałowej, Wydział Mechaniczny, Politechnika Łódzka, ul. Prof. Bohdana Stefanowskiego 1/15, 90-924 Łódź, tel.: (42) 631-30-47, e-mail: robert.pietrasik@p.lodz.pl

W ramach realizacji projektu badawczego opracowano, zweryfikowano i zgłoszono do ochrony patentowej technologię niskociśnieniowego azotonawęglania stali (w skali laboratoryjnej)^{18–20}. Technologia realizowana pod obniżonym ciśnieniem (1–26 mbar), poza ciśnieniem różni się od dotychczasowych rozwiązań technologicznych (konwencjonalnie 1013 mbar), m.in. stosowanymi gazami. W technologii standardowej wykorzystuje się amoniak (NH_3) i ditlenek węgla lub gaz endotermiczny, a w niskociśnieniowej NH_3 i acetylen (C_2H_2). Brak tlenu w atmosferze jest jedną z zalet nowej technologii, gdyż obecność śladowego tlenu w atmosferze może powodować powstawanie mikrotlenków na granicach ziaren, co osłabia wytrzymałość zmęczeniową obrabianych elementów²¹. Dodatkowo, ze względu na lepszą kinetykę rozpadu stosowanych gazów pod obniżonym ciśnieniem, a poprzez to większą efektywność ich wykorzystania, technologie niskociśnieniowe charakteryzują się mniejszym zużyciem gazów procesowych, a co za tym idzie również mniejszą emisją gazów poprocesowych do atmosfery²². Kolejną zaletą technologii realizowanych pod obniżonym ciśnieniem, szczególnie w odniesieniu do detali o skomplikowanych kształtach, jest równomierność obróbki. W warunkach podciśnienia cząsteczki gazów mają znacznie większą drogę swobodną, co pozwala na równomierne utwardzenie wnętrza bardzo wąskich otworów, gwintów i głębokich gniazd (kluczowe w narzędziach i armaturze wysokociśnieniowej)²³.

Przy opracowaniu technologii w skali laboratoryjnej nie występuje wiele czynników, które pojawiają się dopiero w skali przemysłowej. Jest to jeden z najbardziej krytycznych i ryzykownych etapów. Najczęściej problemy wynikają ze zmiany fizyki i chemii układu, w dużej skali diametralnie zmienia się chociażby równomierność rozkładu temperatury i sposób odbioru ciepła, kinetyka reakcji oraz dynamika mieszania atmosfery²⁴. W dużym piecu przemysłowym zdecydowanie trudniej utrzymać identyczny potencjał azotujący (K_N) i węglowy (K_C) w każdym punkcie komory. Poza czynnikami chemicznymi, w przypadku gęsto ułożonych wsadów elementy wewnętrzne często cechują się mniejszą grubością efektywną warstw. Duże wsady (kilkaset kg) nagrzewają się znacznie wolniej i w sposób mniej równomierny niż pojedyncza próbka w piecu laboratoryjnym²⁵. Stąd też w przypadku potrzeby komercjalizacji wyników badań opracowanych w skali laboratoryjnej istotne są jej optymalizacja i przeskalowanie do aplikacji przemysłowych, zapewniające powtarzalność prowadzonych

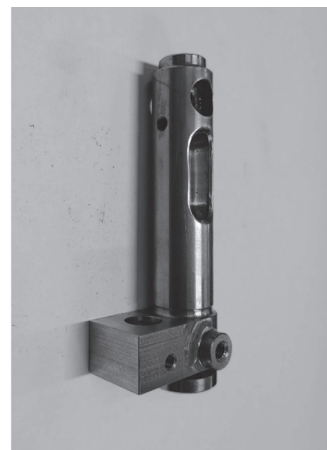


Fig. 1. Appearance of the parts used in the processes: a) made of 16MnCr5 steel, b) made of 42CrMo4 steel

Rys. 1. Wygląd detali użytych do procesów: a) wykonanego za stali 16MnCr5, b) wykonanego za stali 42CrMo4

procesów i właściwości uzyskiwanych technologicznych warstw wierzchnich.

Część doświadczalna

Materiały

Próbki do badań pochodziły z realizacji ostatecznego etapu skalowania, w ramach którego przeprowadzono 5 procesów technologicznych. Pierwsze 3 różniły się zastosowanym ciśnieniem w komorze (1, 10 i 26 mbar), a kolejne 2, po analizie wyników procesów wstępnych, zrealizowano po wybraniu optymalnego ciśnienia (10 mbar) jako procesy weryfikacyjne.

Aparatura i przeprowadzone procesy technologiczne

Wszystkie procesy były realizowane w uniwersalnym piecu próżniowym zmodyfikowanym do realizacji technologii niskociśnieniowego azotonawęglania ferrytycznego, o wielkości komory roboczej $400 \times 400 \times 600$ mm. Jako wsad wykorzystano 2 rzeczywiste detale przemysłowe pokazane na rys. 1. Wsad był zbudowany z naprzemiennie ułożonych detali: 300 ze stali 16MnCr5 (rys. 1a), o łącznej wadze 30 kg, oraz 400 ze stali 42CrMo4 (rys. 1b), o łącznej wadze 120 kg.

Serię wstępną (3 pierwsze procesy) prowadzono przy takich samych parametrach technologicznych: temp. 570°C , naprzemiennie dozowanie gazów $\text{C}_2\text{H}_2/\text{NH}_3$, w czasie odpowiednio 4/50, 3/60 i 3/60 min (łącznie czas procesu 3 h),



Mgr inż. Bartłomiej SZTERNAL w roku 2019 ukończył studia na Wydziale Mechanicznym Politechniki Łódzkiej, na kierunku inżynieria materiałowa. Obecnie pełni funkcję dyrektora ds. procesu w firmie Hart-Tech sp. z o.o. w Łodzi. Specjalność – inżynieria procesowa, obróbka cieplna i cieplno-chemiczna.



Mgr inż. Przemysław PAWĘTA w roku 2017 ukończył studia inżynierskie z zakresu inżynierii produkcji, a w 2020 r. studia magisterskie z zakresu inżynierii materiałowej na Wydziale Mechanicznym Politechniki Łódzkiej. Jest kierownikiem ds. kontroli jakości hartowni usługowej Hart-Tech sp. z o.o. w Łodzi. Specjalność – badania i analizy metalograficzne, obróbka cieplna i cieplno-chemiczna, zarządzanie kadrami specjalistów.

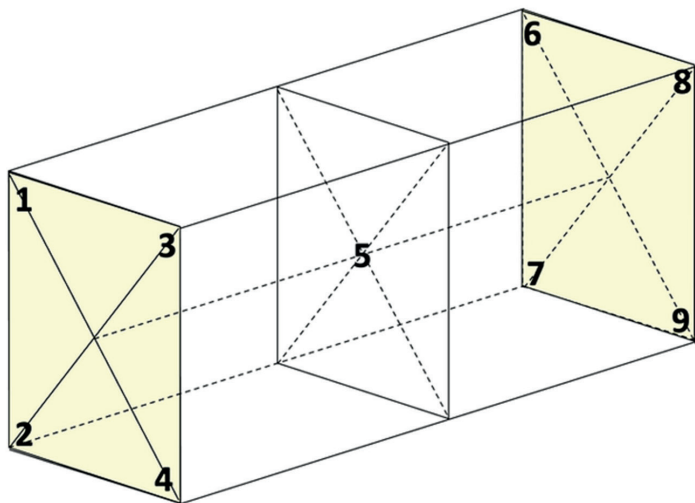


Fig. 2. View of the arrangement of details in the furnace chamber, taken for testing according to the CQI9 standard

Rys. 2. Widok rozmieszczenia detali w komorze pieca, pobranych do badań wg CQI9

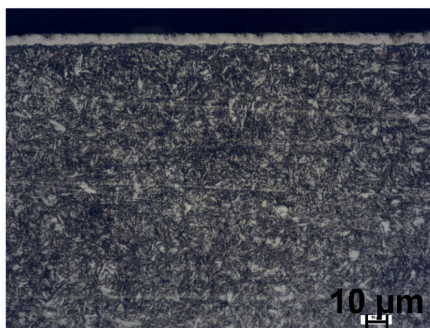
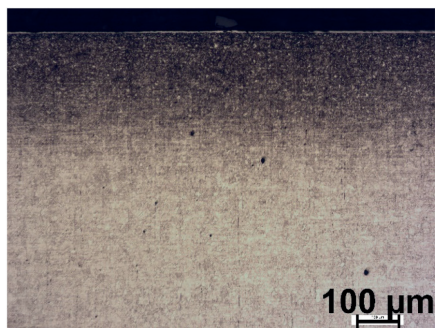


Fig. 3. View of an example structure obtained on 16MnCr5 steel in the second preliminary process (10 mbar) etched in Nital; magnification a) 100× and b) 500×

Rys. 3. Widok przykładowej struktury otrzymanej na stali 16MnCr5 w drugim procesie wstępnym (10 mbar), trawionej Nitałem; powiększenie a) 100× i b) 500×

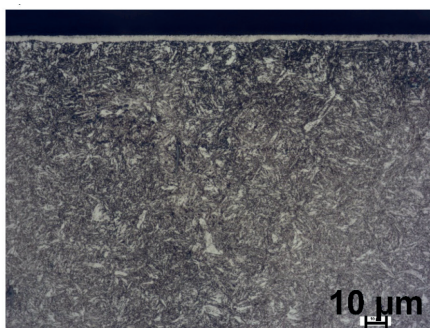
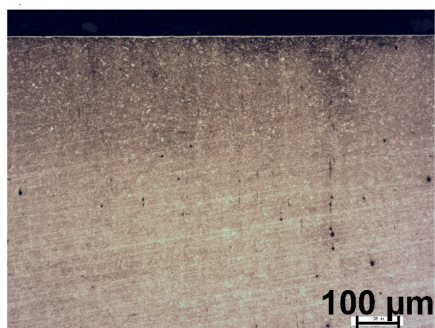


Fig. 4. View of an example microstructure obtained on 42CrMo4 steel in the second pretreatment process (10 mbar) and etched with Nital; magnified a) 100× and b) 500×

Rys. 4. Widok przykładowej struktury otrzymanej na stali 42CrMo4 w drugim procesie wstępnym (10 mbar), trawionej Nitałem; powiększenie a) 100× i b) 500×



Mgr inż. Adam REWERS ukończył studia inżynierskie na kierunku nanotechnologia na Wydziale Chemicznym Politechniki Łódzkiej, a studia magisterskie ukończył na Wydziale Organizacji i Zarządzania tej samej uczelni, kierunek zarządzanie i inżynieria produkcji. Jest Liderem Projektu oraz właścicielem procesu w systemie zarządzania jakością IATF 16949:2016 w hartowni usługowej Hart-Tech sp. z o.o. w Łodzi. Specjalność – obróbka cieplna i cieplno-chemiczna, wdrażanie projektów, APQP.

utrzymując w każdym z nich inne ciśnienie w komorze (odpowiednio 1, 10 i 26 mbar) analogicznie do procesów w skali laboratoryjnej.

Po zakończeniu i analizie wyników serii wstępnej wykonano jeszcze 2 procesy w analogicznych warunkach, pod ciśnieniem 10 mbar. Łącznie 3 procesy prowadzone pod ciśnieniem stanowiły serię procesów dowodowych przekalowania przemysłowego technologii.

Metodyka badań

Po przeprowadzeniu wszystkich procesów odbiorowych z każdego z nich, z obydwu materiałów, pobrano po 9 detali umieszczonych we wsadzie w sposób analogiczny jak w CQI9 (*heat treat system assessment*), standardzie opracowanym przez AIAG (Automotive Industry Action Group). Jest to obowiązkowy standard dla dostawców w sektorze motoryzacyjnym, u których występują procesy obróbki cieplnej i ma na celu zapewnienie stabilności, niezawodności

i najwyższej jakości części poddawanych takim obróbkom (rys. 2).

Następnie pobrane próbki poddano badaniom metalograficznym. Wykonano zglądy metalograficzne i przeprowadzono analizę budowy strukturalnej warstwy wierzchniej za pomocą mikroskopu optycznego Nikon Eclipse MA200. Przed rozpoczęciem obserwacji zglądy poddano trawieniu w 4-proc. roztworze HNO_3 w etanolu (Nital).

Wykonano również pomiary twardości uzyskanych warstw. Pomiar twardości powierzchniowych i rozkłady mikrotwardości w funkcji odległości od powierzchni badanej próbki określono za pomocą twardościomierza Innovatest Nexus 4305. Pomiary przeprowadzono przy stałym obciążeniu wynoszącym 10 N, zgodnie z normą²⁶⁾. Wartości mikrotwardości określono jako średnią z 3 pomiarów, a uzyskany profil mikrotwardości ustalono na podstawie obliczonych wartości średnich.

Wyniki badań

Omówienie wyników badań serii wstępnej

Uzyskane we wstępnej serii struktury metalograficzne były prawidłowe, typowe dla technologii ferrytycznego azotonawęglania, dla stosowanych gatunków stali. Przykładowe struktury dla stali 16MnCr5, otrzymane w 2. procesie wstępnym (10 mbar) dla detalu nr 5 umieszczonego w środku komory pieca, zamieszczono na rys. 3. Przykładowe struktury dla stali 42CrMo4 z tego samego procesu i elementów analogicznie umiejscowionych we wsadzie zamieszczono na rys. 4.

Analiza mikrostruktur wykazała ich pewną prawidłowość: zauważalna była różnica w otrzymanych grubościach białej strefy. Wraz ze wzrostem ciśnienia procesu dla obydwu gatunków materiałów otrzymywano wzrost grubości białej strefy, zbudowanej z azotków $\text{Fe}_3\text{N}_{1,1}$ i węglikoazotków $\text{Fe}_3\text{C}_{0,8}\text{N}_{0,2}$ ¹⁸⁾. Grubość ta wynosiła średnio 3 μm przy ciśnieniu 1 mbar, 5 μm przy 10 mbar oraz 10 μm przy 26 mbar.

Dla 9 detali pobranych zgodnie z CQI9 wykonano również rozkłady twardości, wyznaczono efektywną grubość technologicznej warstwy wierzchniej (przy kryterium 50 HV, powyżej twardości rdzenia) oraz zmierzono ich twardości powierzchniowe. Zestawienie wyników dla serii procesów wstępnych dla stali 16MnCr5 przedstawiono na rys. 5, a dla stali 42CrMo4 na rys. 6.

Średnia twardość powierzchniowa warstwy wierzchniej na stali 16MnCr5 w procesach wstępnych w zależności od ciśnienia wyniosła: dla 1 mbar $621,2 \pm 16,2$ HV, przy rozrzucie 2,6%, dla 10 mbar $644,7 \pm 10,2$ HV, przy rozrzucie 1,6%, oraz dla 26 mbar $636,9 \pm 12,8$ HV, przy rozrzucie 2,0%. Analogicznie na stali 42CrMo4 było to: dla 1 mbar $635,1 \pm 11,2$ HV, przy rozrzucie 1,8%, dla 10 mbar $663,3 \pm 7,5$ HV, przy rozrzucie 1,1%, oraz dla 26 mbar $646,3 \pm 9,0$ HV, przy rozrzucie 1,4%.

W przypadku grubości technologicznych warstw wierzchnich (rys. 7 i 8) średnia dla stali 16MnCr5 w procesach wstępnych w zależności od ciśnienia wyniosła: dla 1 mbar $0,186 \pm 0,011$ mm, rozrzut 5,7%, dla 10 mbar $0,202 \pm 0,006$ mm, rozrzut 3,0%, oraz dla 26 mbar $0,194 \pm 0,008$ mm,

rozzrzt 4,1%. Analogicznie dla stali 42CrMo4 było to: dla ciśnienia 1 mbar $0,194 \pm 0,010$ mm, rozrzut 5,3%, dla 10 mbar $0,211 \pm 0,005$ mm, rozrzut 2,6%, oraz dla 26 mbar $0,203 \pm 0,007$ mm, rozrzut 3,3%.

Reasumując, na podstawie procesów wstępnych zaobserwowano wpływ ciśnienia na stabilność procesów azotonawęglania niskociśnieniowego w skali przemysłowej. Zdecydowanie najgorsze wyniki uzyskano przy najniższym ciśnieniu (1 mbar). Dla obydwu gatunków stali uzyskano najmniejsze wartości twardości powierzchniowych i grubości wytworzonych warstw. Najistotniejsze jest jednak uzyskanie dużego rozrzutu grubości warstw, przekraczającego 5%, którą to wartość powszechnie przyjmuje się w praktyce przemysłowej za nieprzekraczalną wg tzw. *best practice*²⁵⁾, co praktycznie eliminuje zastosowanie ciśnienia 1 mbar w aplikacjach przemysłowych. Warto zaznaczyć, że wyniki badań laboratoryjnych nie wykazywały takich nieprawidłowości. Z kolei najwyższe badane ciśnienie (26 mbar) dało lepsze rezultaty, dopuszczalne z punktu widzenia praktyki przemysłowej, ale nadal nie optymalne. Najlepsze wyniki w skali przemysłowej uzyskano przy ciśnieniu 10 mbar.

Kluczem do zrozumienia takiego wyniku wydają się fluktuacja dostępności i zużycia, głównie azotu, oraz rozkładu temperatur w objętości wsadu. Przy skrajnie niskim ciśnieniu (1 mbar) średnia droga swobodna cząsteczek gazu jest długa, gaz dociera głównie do zewnętrznych powierzchni wsadu, a jego reszta dociera w głąb wsadu, ulega natychmiastowej

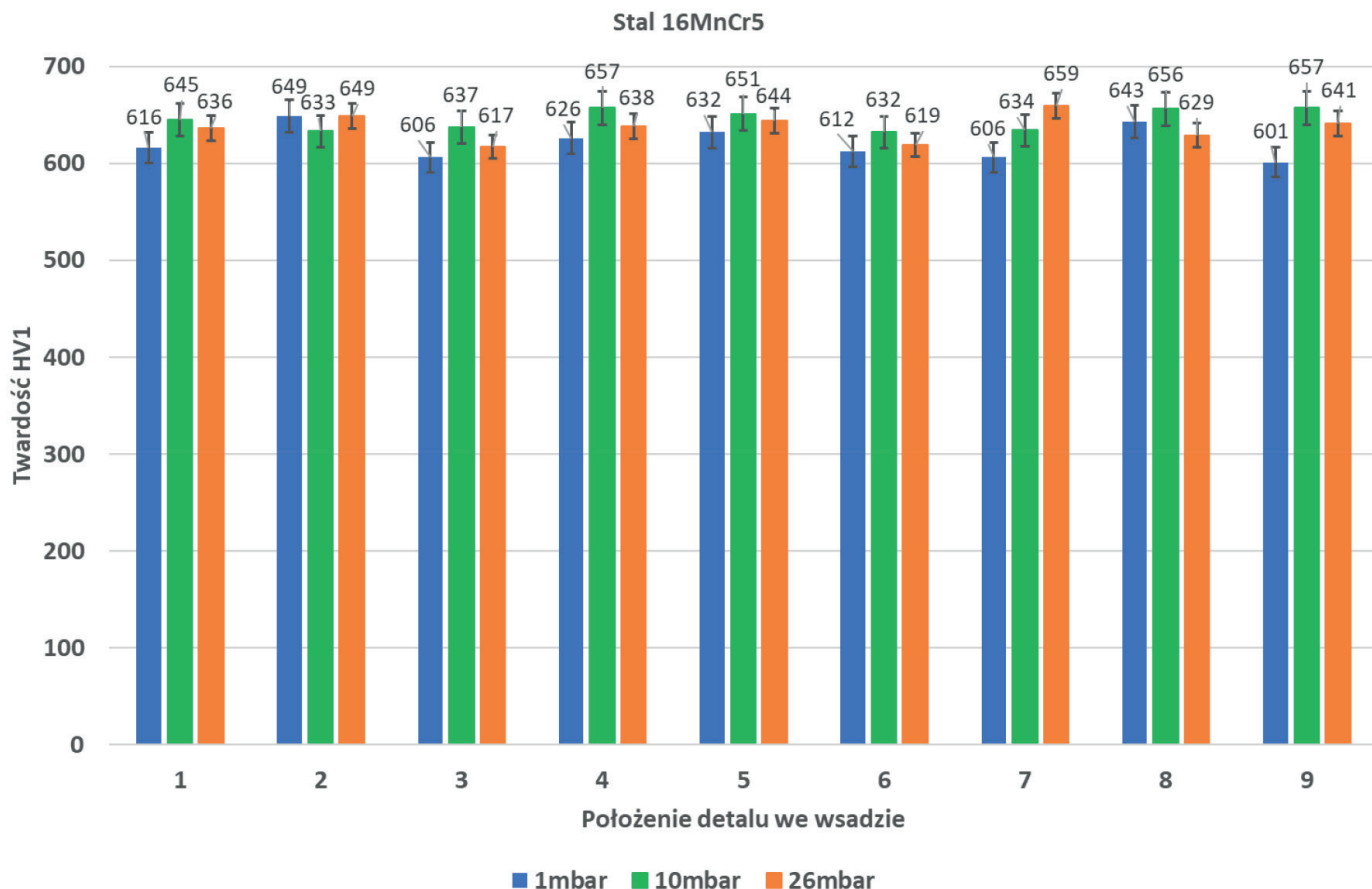


Fig. 5. Summary of surface hardness values for 9 details made of 16MnCr5 steel during preliminary processing

Rys. 5. Zestawienie wartości twardości powierzchniowej dla 9 detali wykonanych ze stali 16MnCr5, otrzymanych w procesach wstępnych

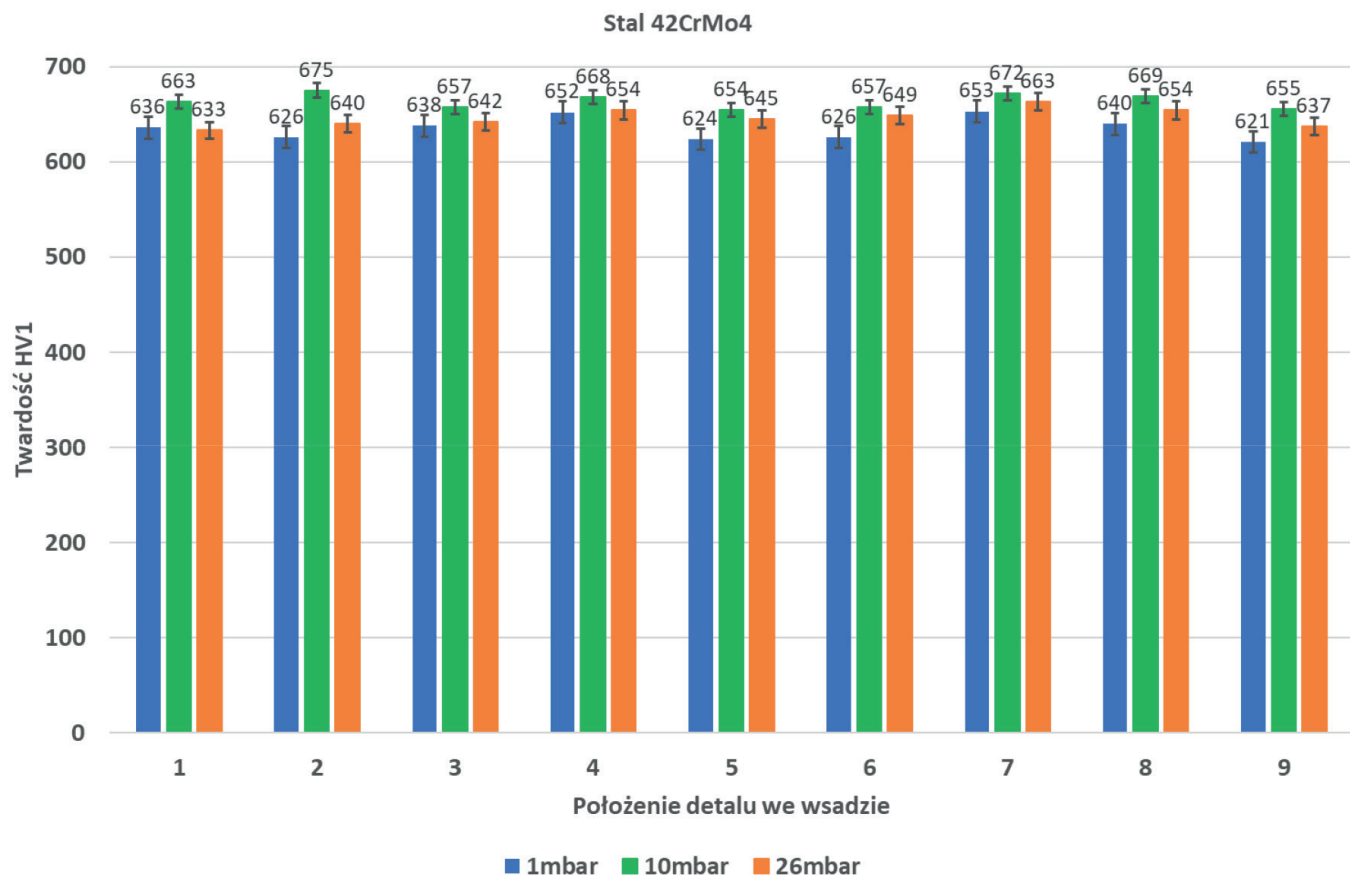


Fig. 6. Summary of surface hardness values for 9 details made of 42CrMo4 steel during preliminary processing

Rys. 6. Zestawienie wartości twardości powierzchniowej dla 9 detali wykonanych ze stali 42CrMo4, otrzymanych w procesach wstępnych

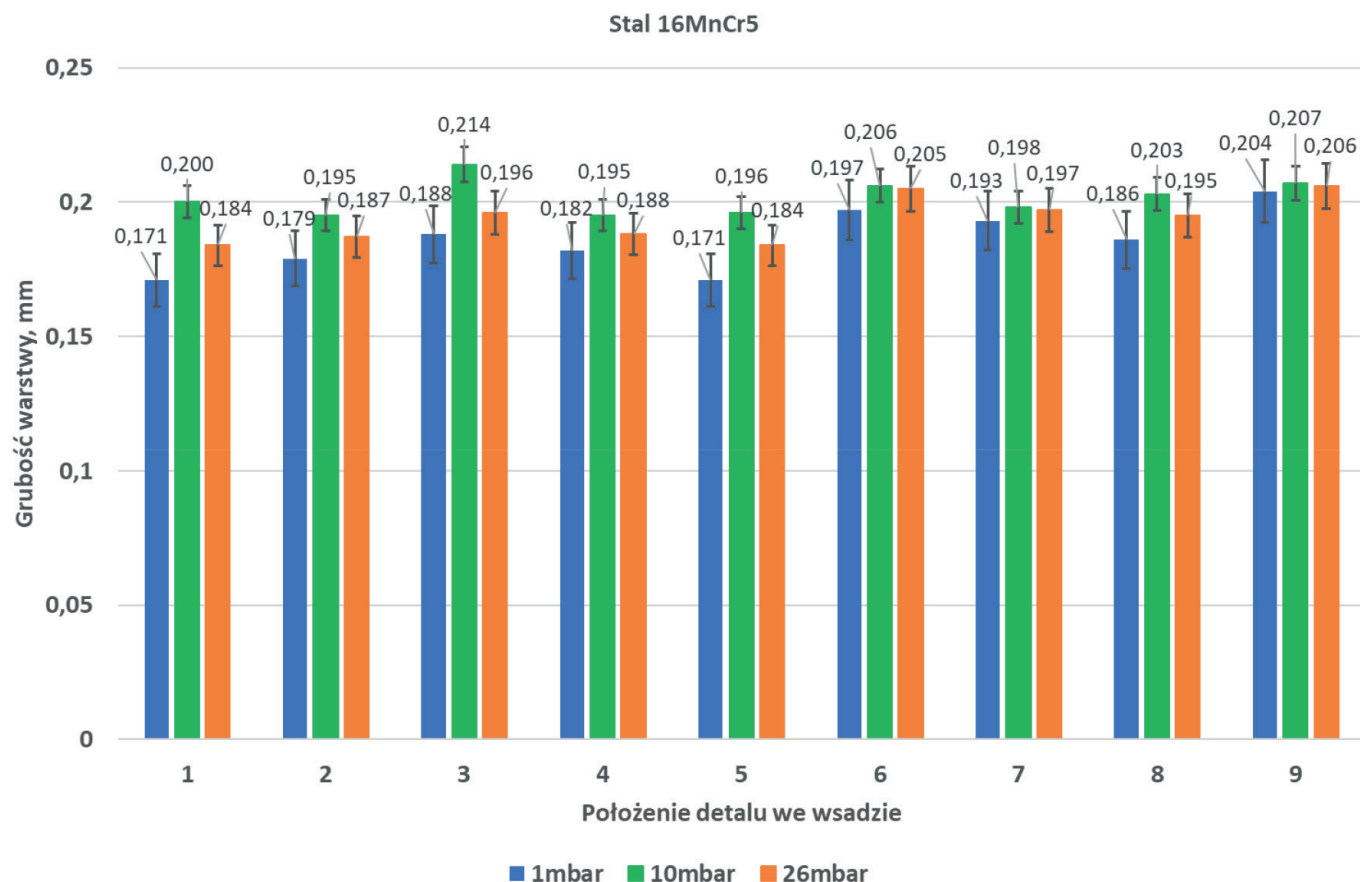


Fig. 7. Summary of the effective surface layer thickness for 9 details made of 16MnCr5 steel in preliminary processes

Rys. 7. Zestawienie wartości efektywnej grubości warstwy wierzchniej dla 9 detali wykonanych ze stali 16MnCr5, otrzymanych w procesach wstępnych

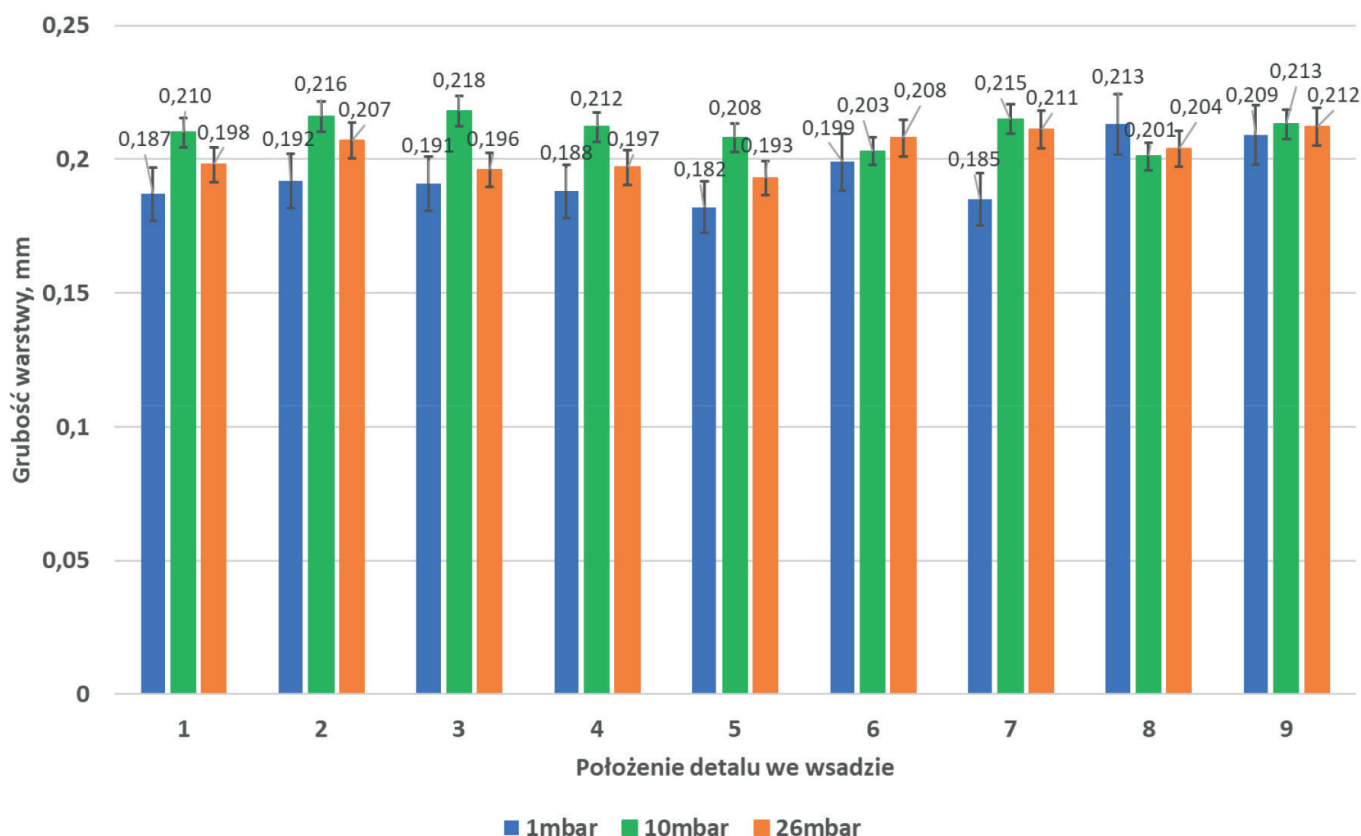


Fig. 8. Summary of the effective surface layer thickness for 9 details made of 42CrMo4 steel in preliminary processes

Rys. 8. Zestawienie wartości efektywnej grubości warstwy wierzchniej dla 9 detali wykonanych ze stali 42CrMo4, otrzymanych w procesach wstępnych

dysocjacji termicznej. Przy zmniejszonej ilości amoniaku azot ulega w znacznej części reakcji rekombinacji do postaci cząsteczkowej, nieaktywnej chemicznie z punktu widzenia tworzenia warstwy. Stąd też znaczny rozrzut grubości warstwy i najmniejsza jej grubość wewnątrz wsadu. Opisane zjawisko ma też wpływ na problemy z równomiernością utrzymania potencjału azotującego atmosfery w gęsto upakowanych wsadach przemysłowych, co powoduje trudności w tworzeniu zwartych, twardych stref wydzielenia azotków i węglikoazotków i skutkuje mniejszą twardością powierzchniową. Dodatkowo, przy ciśnieniach rzędu 1 mbar wymiana ciepła przez gaz (konwekcja) praktycznie nie istnieje, dominuje promieniowanie, które z kolei jest bardziej efektywne w wyższych temperaturach. Jeśli wsad przemysłowy ma skomplikowaną geometrię (zasłonięte obszary), powierzchnie detali mogą wykazywać fluktuację temperatury w zależności od położenia we wsadzie. Ponieważ dyfuzja azotu w głąb stali jest procesem silnie zależnym od temperatury, nawet niewielkie wahania temperatury przy 1 mbar potęgują rozrzut grubości warstwy.

W przypadku najwyższego z zastosowanych ciśnień (26 mbar) uzyskano lepszą twardość powierzchniową i grubość warstw, ale nadal gorszą w porównaniu z 10 mbar. Można to wytłumaczyć tym, że przy wyższym ciśnieniu cząsteczki gazu bardzo często zderzały się ze sobą. Amoniak dysocjował na powierzchni metalu, uwalniając atomy azotu oraz gazowy wodór. Przy 26 mbar uwolniony wodór nie był odprowadzany ze strefy przypowierzchniowej wystarczająco

szybko. Tworzył on wokół detali lokalne „poduszki gazowe” bogate w wodór, blokując dostęp nowym cząsteczkom amoniaku. Ponieważ w gęstym wsadzie przemysłowym ten efekt blokowania był silniejszy w środku niż na brzegach wsadu, równomierność grubości znowu zaczynała spadać. Dodatkowo nadmiar wodoru na powierzchni detali bezpośrednio obniżał potencjał azotowania atmosfery, przesuwając równowagę reakcji chemicznej dysocjacji amoniaku. Duże stężenie wodoru hamowało rozpad amoniaku i utrudniało adsorpcję azotu przez stal, co powodowało nieco mniejszą twardość powierzchniową niż przy 10 mbar. Z punktu widzenia praktyki przemysłowej zaobserwowano też jeszcze jedno niekorzystne zjawisko. W niektórych obszarach wsadu (gęsto upakowanych), przy ciśnieniu 26 mbar pojawiły się na powierzchni detali ślady depozytu węglowego pochodzącego z rozpadu acetyleny. Takie zjawisko obserwowano w warunkach laboratoryjnych, ale jedynie przy zbyt długich czasach dozowania acetyleny.

Opisane powyżej zjawiska dobrze korespondują z rozważaniami teoretycznymi zawartymi w literaturze opisującej modelowanie zjawisk fizykochemicznych podczas azotowania i azotonawęglania^{27, 28)}.

Omówienie wyników badań serii dowodowej

W świetle opisanych wyników badań wstępnych uznano, że najlepszy spośród badanych, obiecujący dla skalowania do aplikacji przemysłowej był proces prowadzony przy

ciśnieniu 10 mbar. W celu potwierdzenia jego przydatności przeprowadzono 2 procesy w warunkach identycznych jak 2. proces wstępny (10 mbar), zarówno pod względem konfiguracji wsadu, jak i parametrów technologicznych, tak aby te 3 procesy łącznie (numery 2, 4 i 5) stanowiły bazę do rozstrzygnięcia możliwości skalowania technologii do aplikacji przemysłowych.

Zestawienie wyników średnich twardości powierzchniowych otrzymanych na detalach obrabianych w 3 procesach dowodowych (10 mbar) dla obydwu gatunków materiałów przedstawiono na rys. 9. Dla stali 16MnCr5 wyniosła ona $646,2 \pm 9,5$ HV, co daje rozrzut na poziomie 1,5%, a dla stali 42CrMo4 $662,3 \pm 7,2$ HV, co daje rozrzut na poziomie 1,1%.

Na rys. 10 przedstawiono zestawienie średnich efektywnych grubości warstw uzyskanych na detalach w 3 procesach dowodowych (10 mbar) dla obydwu gatunków materiałów. Dla stali 16MnCr5 wyniosła ona 202 ± 6 μm (rozrzut na poziomie 3,2%), natomiast dla stali 42CrMo4 209 ± 6 μm (rozrzut 2,8%).

Podsumowanie

Wyniki badań wstępnych pokazały, że dostosowanie parametrów technologicznych do skali przemysłowej może napotykać znaczące problemy. Właściwości użytkowe technologicznych warstw wierzchnich uzyskanych w dużym piecu nie pokrywają się z tymi uzyskiwanymi

w skali laboratoryjnej, głównie w zakresie powtarzalności efektów obróbki w ekonomicznie upakowanych wsadach typowych dla produkcji seryjnej. Przedyskutowano możliwe przyczyny takiego zjawiska w odniesieniu do technologii ferrytycznego azotonawęglania niskociśnieniowego.

Z kolei dla wybranego zakresu parametrów wyniki przeprowadzonych badań dla procesów dowodowych potwierdziły, że efekt technologiczny jest stabilny i powtarzalny zarówno w objętości pojedynczego wsadu, jak i dla kolejnych wsadów w analogicznych parametrach obróbki.

We wszystkich badaniach dowodowych zaobserwowano prawidłową budowę fazową struktury technologicznych warstw wierzchnich. Uzyskane różnice twardości powierzchniowych w przypadku stali 16MnCr5 w poszczególnych procesach dowodowych wahają się w zakresie 1,3–1,6%, a rozrzut efektywnych grubości warstw wynosi 2,7–3,5%. Różnice twardości powierzchniowych w przypadku stali 42CrMo4 w poszczególnych procesach dowodowych wahają się w zakresie 0,8–1,2%, a rozrzut efektywnych grubości warstw wynosi 2,6–2,9%.

Rozpatrując powtarzalność procesów, łącznie dla 3 procesów dowodowych uzyskane różnice twardości powierzchniowych w przypadku stali 16MnCr5 cechuje rozrzut 1,5%, a różnice efektywnej grubości warstw 3,2%. Dla stali 42CrMo4 wartości te wynosiły odpowiednio 1,1% i 2,8%.

Uzyskane wartości powtarzalności cech użytkowych wytworzonych technologicznych warstw wierzchnich

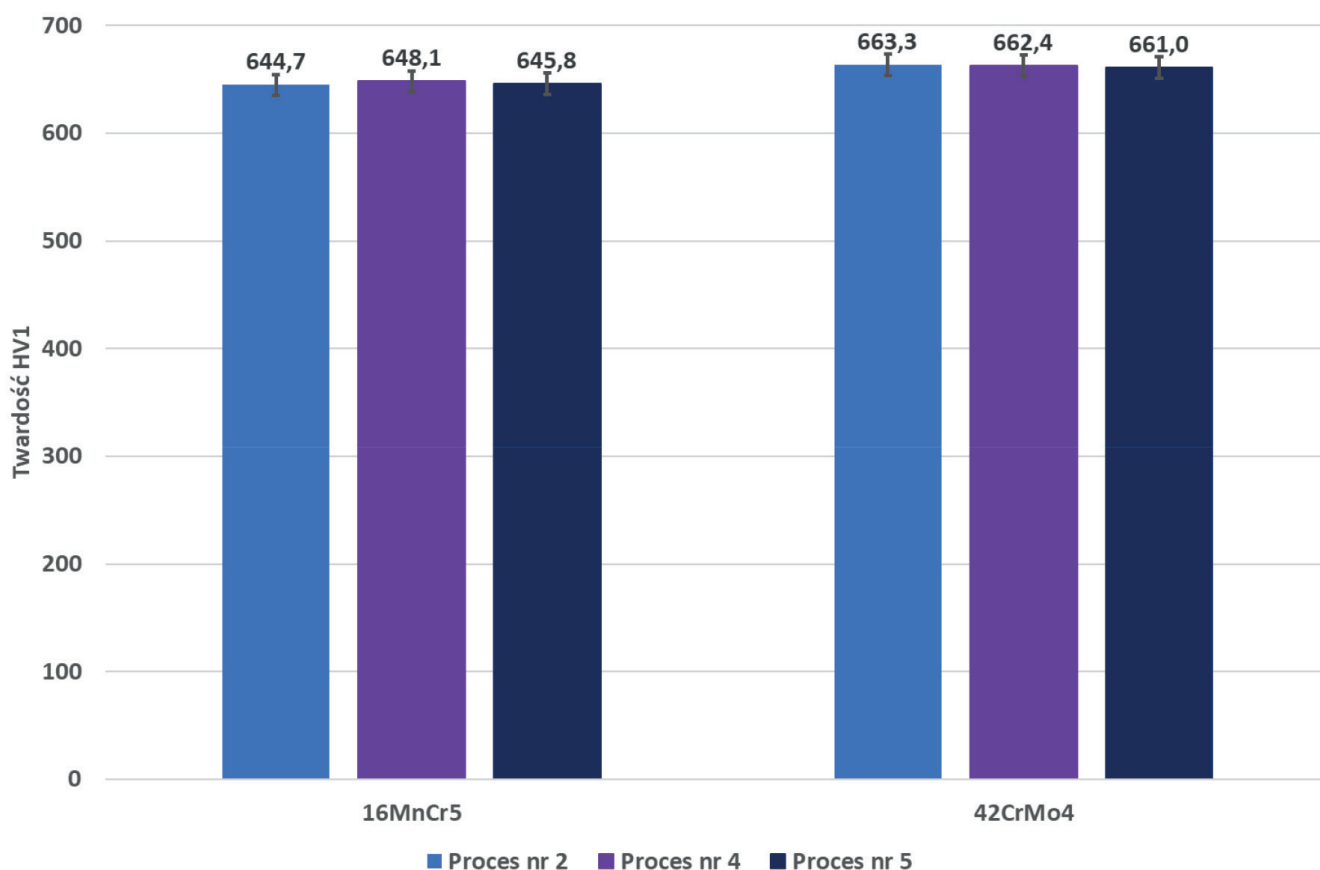


Fig. 9. Comparison of average surface hardness values in heat treatment processes (10 mbar) for details made of 16MnCr5 and 42CrMo4 steel

Rys. 9. Zestawienie średnich twardości powierzchniowych w procesach dowodowych (10 mbar) dla detali wykonanych ze stali 16MnCr5 i 42CrMo4

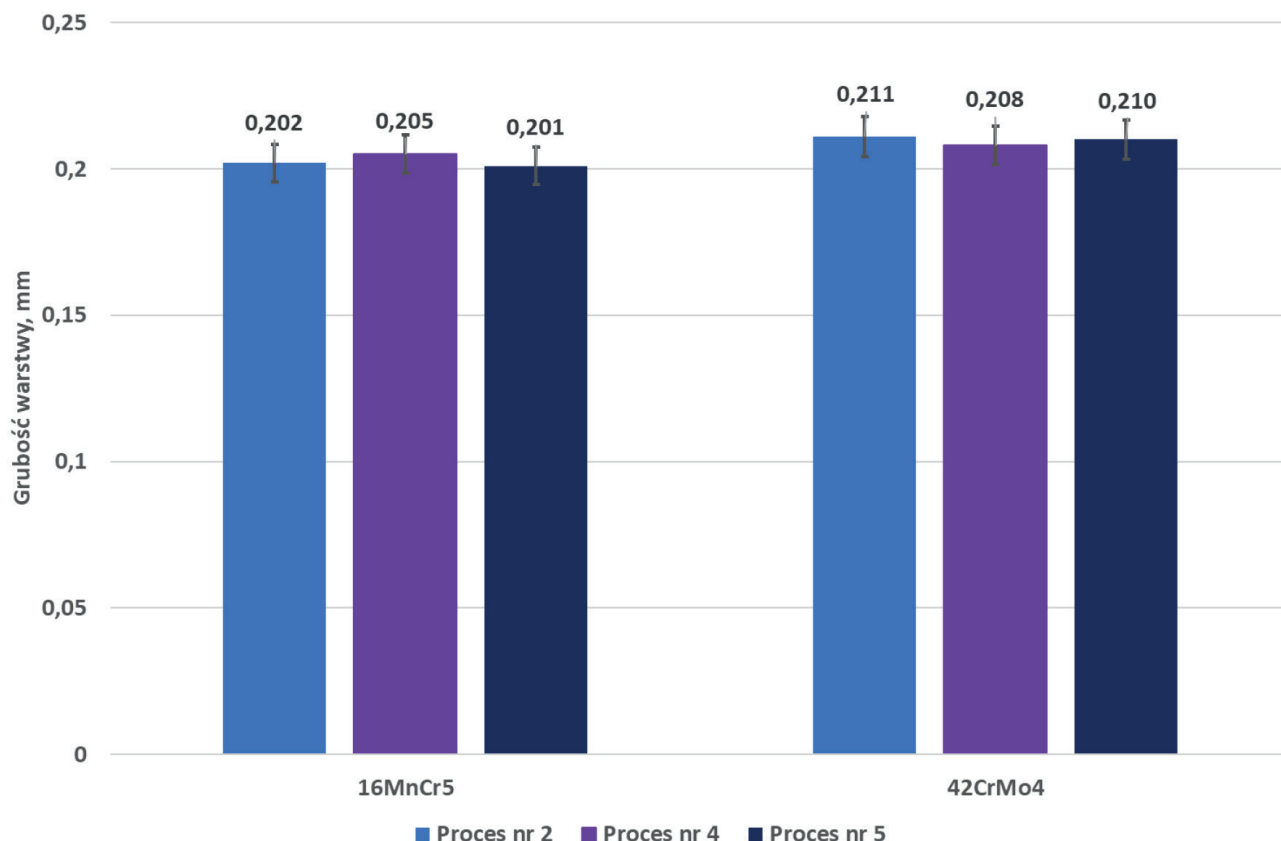


Fig. 10. Summary of the average effective layer thicknesses obtained in the testing processes (10 mbar) for details made of 16MnCr5 and 42CrMo4 steel

Rys. 10. Zestawienie średnich efektywnych grubości warstw uzyskanych w procesach dowodowych (10 mbar) dla detali wykonanych ze stali 16MnCr5 i 42CrMo4

w pełni mieszczą się w wymaganiach stosowanych w praktyce przemysłowej, tzw. *best practice* (rozzruty poniżej 5%).

Celowe wydaje się również kontynuowanie badań, co pozwoli z jednej strony na lepsze opracowanie statystyczne wyników i weryfikację hipotez, a z drugiej na poszerzoną i szczegółową charakterystykę otrzymywanych warstw wierzchnich, przeprowadzoną za pomocą skaningowej mikroskopii elektronowej (SEM), analizy EDS, dyfrakcji rentgenowskiej (XRD), spektrometrii wyładowań jarzeniowych (GDOES), mikroskopii EBSD i pomiarów naprężeń własnych. Prochazka i współpr.²⁹⁾ wykazali, że połączenie badań mikrotwardości, analizy SEM i korelacja z oceną właściwości tribologicznych pozwala na znacznie pełniejsze scharakteryzowanie warstw oraz pogłębione wnioskowanie o procesie i jego skalowaniu.

Projekt finansowany przez Narodowe Centrum Badań i Rozwoju – program LIDER XII, numer umowy LIDER/3/0025/L-12/20/NCBR/2021.

Otrzymano: 14-07-2026

Zrecenzowano: 05-08-2026

Zaakceptowano: 17-08-2026

Opublikowano: 17-09-2026

LITERATURA

- [1] E.J. Mittemeijer, M.A.J. Somers, *Thermochemical surface engineering of steels. Improving materials performance*, Woodhead Publishing, 2014.
- [2] J. Taczala-Warga, S. Pawęta, *Archiv. Mater. Sci. Eng.* 2023, **119**, nr 2, 62.
- [3] A.S. Biro, E. Szabo, M. Tisza, *Mater. Sci. Forum* 2015, **812**, 253.
- [4] L. Dossett, G.E. Totten (red.), *ASM handbook. Steel heat treating fundamentals and processes*, ASM International, 2023.
- [5] K. Ormanbekov, Z. Satbayeva, D. Orynbekov, A. Zhassulan, B. Rakhadilov, A. Shynarbek, N. Kadyrbolat, *Metals* 2026, **16**, nr 3, 356.
- [6] Materiały informacyjne SECO/WARWICK, Gas Nitriding Furnace ZeroFlow® Case Study, https://www.secowarwick.com/wp-content/uploads/2022/09/Gas-Nitriding-Furnace_ZeroFlow_Case-Study-2.pdf.
- [7] M. Manivannan, V. Stoilov, D.O. Northwood, *SAE Int. J. Mater. Manuf.* 2015, **8**, nr 4, 482.
- [8] T. Bell, *Heat Treat. Met.* 2001, **28**, nr 2, 35.
- [9] G. Castro, M.C. Garcia-Alonso, F.J. Pascual i in., *J. Mater. Process. Technol.* 2006, **174**, nr 1–3, 150.
- [10] J. King, P.C. King, R.W. Reynoldson, A. Brownrigg, *Surf. Eng.* 2005, **21**, nr 5–6, 405.
- [11] Y. Sun, X.H. She, J.L. Wang, *J. Univ. Sci. Technol. Beijing* 2014, **36**, nr 3, 365.
- [12] S. Adelmann, *Heat Treat Today* 2018, January 24, <https://www.heat-treat-today.com/processes/nitrocarburizing/nitrocarburizing-technical-content/precise-heat-treatment-determines-effectiveness-of-fnc-bathed-rifle-barrels/>.
- [13] M.A.J. Somers, T.L. Christiansen, *Compr. Mater. Process.* 2010, **4**, 404.
- [14] E. Rolinski, *Ind. Heat.* 2015, **82**, nr 9, 55.
- [15] Aalberts Surface Technologies, Ferritic Nitrocarburizing (FNC) for Industrial Valves and Fluid Control. Technical Report, 2025.
- [16] J. Menezes, A.M. Abrão, A.E. Diniz, E.C. Bianchi, *Wear* 2019, **438–439**, 203061.
- [17] Y. Birol, *Mater. Sci. Eng. A* 2012, **532**, 218.
- [18] S. Pawęta, M. Galeziwska, A. Rewers, P. Pawęta, B. Szternal, R. Pietrasik, *Adv. Eng. Mater.* 2023, **25**, nr 24, 2301166.
- [19] S. Pawęta, R. Pietrasik, E. Wołowicz-Korecka, *Archiv. Mater. Sci. Eng.* 2014, **129**, nr 1, 5.
- [20] *Zgł. pat. pol.* 450898 (2025).
- [21] S. Li, X. Yang, D. Shi, G. Zhao, *Int. J. Fatigue* 2020, **143**, 10.
- [22] T.T. Bell, Y. Sun, A. Suhadi, *Vacuum* 2020, **59**, nr 1, 14.
- [23] P. Heilmann, M.A.J. Somers, *Mater. Sci. Forum* 2011, **658**, 284.
- [24] P. Heilmann, M.A.J. Somers, *HTM J. Heat Treat. Mater.* 2013, **68**, nr 4, 162.
- [25] K. Gensel, H.J. Spies, *Surf. Eng.* 2015, **31**, nr 8, 590.
- [26] PN-EN-ISO-6507-1:2018, *Metale. Pomiar twardości sposobem Vickersa. Cz. 1. Metoda badania*.
- [27] M. Yang, X. Wang, R.D. Sisson Jr., *Nitriding (ferritic nitrocarburizing). Fundamentals, modeling and process optimization*, Worcester Polytechnic Institute, 2012.
- [28] H. You, *Modeling of gaseous ferritic nitrocarburizing of steels*, PhD Thesis, Worcester Polytechnic Institute, 2024.
- [29] J. Prochazka, Z. Pokorný, J. Jasenak, J. Majerik, V. Neumann, *Materials* 2021, **14**, nr 13, 3714.