

Adam Kondej<sup>1\*</sup>, Dominik Kukla<sup>1,2</sup><sup>1</sup>Sieć Badawcza Łukasiewicz – Warszawski Instytut Technologiczny.<sup>2</sup>Instytut Podstawowych Problemów Techniki PAN

# Nieniszcząca ocena grubości przypowierzchniowej warstwy azotków w technicznych stopach żelaza metodą prądów wirowych

## Non-destructive assessment of the thickness of the near-surface layer of nitrides in technical iron alloys using the eddy current method

### STRESZCZENIE

Celem pracy było zbadanie możliwości zastosowania metody prądów wirowych, techniki pomiaru amplitudy napięcia i częstotliwości rezonansowej, do nieniszczącej oceny grubości przypowierzchniowej warstwy azotków żelaza w stali 42CrMo4 po azotowaniu gazowym. Zakres pracy obejmował wykonanie próbek badawczych, rozkłady twardości metodą Vickers'a oraz pomiary grubości warstw azotków na zglądach poprzecznych, badania warstw azotków metodą prądów wirowych, analizę korelacji wyników badań niszczących z nieniszczącymi. Główną aparaturę badawczą stanowił Wirotest M2 z zestawem głowic pomiarowych. Na podstawie wyników pomiarów wytypowano głowicę 100 kHz jako optymalną do oszacowania grubości warstwy azotków. Umożliwia ona także sortowanie próbek wg grubości strefy dyfuzyjnej na dwie grupy. Do oceny grubości warstwy azotków najdokładniejsza jest analiza amplitudy napięcia. W przypadku sortowania próbek pod względem grubości strefy dyfuzyjnej znajduje zastosowanie analiza amplitudowo-częstotliwościowa. Wirotest M2 może znaleźć zastosowanie w kontroli jakości stalowych części po azotowaniu do wykrywania przypowierzchniowej warstwy azotków żelaza oraz pomiaru jej grubości. Obszarem zastosowania może być przemysł narzędziowy, motoryzacyjny, lotniczy. Badania nieniszczące metodą prądów wirowych pozwalają na kontrolę wszystkich produkowanych części i mogą być uzupełnieniem dla badań niszczących, które są wykonywane dla wybranych elementów z danej partii produkcyjnej.

**Słowa kluczowe:** prądy wirowe; ocena grubości; warstwy azotowane; Wirotest.

### ABSTRACT

The aim of the work was to investigate the possibility of using the eddy current method, a technique for measuring voltage amplitude and resonant frequency, for non-destructive assessment of the thickness of the near-surface layer of iron nitrides in 42CrMo4 steel after gas nitriding. The scope of work included the preparation of test samples, hardness distributions using the Vickers method and measurements of the thickness of nitride layers on cross-sections, testing of nitride layers using the eddy current method, analysis of the correlation of the results of destructive and non-destructive tests. The main research apparatus was the Wirotest M2 with a set of measuring heads. Based on the measurement results a 100 kHz probe was selected as the optimal one for estimating the thickness of the nitride layer. It also enables the sorting of samples according to the thickness of the diffusion zone into two groups. The most accurate to assess the thickness of the nitride layer is the analysis of the voltage amplitude. In the case of sorting samples in terms of the thickness of the diffusion zone the amplitude-frequency analysis is used. The Wirotest M2 can be used in quality control of steel parts after nitriding to detect the surface layer of iron nitrides and measure its thickness. The area of application may be the tool, automotive and aviation industries. Non-destructive testing using the eddy current method allows for the control of all manufactured parts and can be a supplement to destructive testing, which is performed for selected elements from a given production batch.

**Keywords:** eddy currents; thickness assessment; nitriding layers; Wirotest.

### 1. Wstęp

Azotowanie jest obróbką cieplno-chemiczną stopów żelaza, która poprawia właściwości mechaniczne materiału (odporność na zużycie ścierne, twardość, odporność zmęczeniową) oraz zwiększa odporność na korozję. Polega na dyfuzyjnym nasyceniu powierzchni metalu azotem. W efekcie azotowania tworzy się warstwa wierzchnia, której struktura i skład fazowy zależy od temperatury, czasu, składu

chemicznego przedmiotu i atmosfery. Azotowanie stosuje się do obróbki części maszyn oraz narzędzi.

Najszerzej stosowaną metodą azotowania jest azotowanie gazowe. Do innych metod należą: azotowanie plazmowe (jarzeniowe), azotowanie w złożach fluidalnych, azotowanie w proszkach, azotowanie jonowe.

Azotowaniu gazowemu poddaje się stale węglowe, niskostopowe i stopowe. Atmosferę azotującą wytwarza się z amoniaku lub mieszaniny amoniaku i amoniaku zdysocjowanego, bądź amoniaku i azotu. Sam proces opiera się na utrzymaniu odpowiedniej termodynamicznej

\*Autor korespondencyjny.

E-mail: adam.kondej@wit.lukasiewicz.gov.pl

aktywności atmosfery azotującej, określanej umownie poprzez wartość potencjału azotowego. W czasie obróbki zachodzą trzy podstawowe procesy: dysocjacja amoniaku, absorpcja i dyfuzja azotu. Azotowanie przeprowadza się w temperaturze 420+600°C i w czasie od kilku do kilkudziesięciu godzin. Parametrami atmosfery są stopień dysocjacji amoniaku lub potencjał azotowy atmosfery azotującej. Zmiany ich wartości wymuszane są przez zmianę składu atmosfery wlotowej bądź natężenia jej przepływu [1].

Podczas azotowania ferrytycznego żelaza lub stali niskowęglowej tworzyć się może warstwa składająca się z trzech stref: strefy  $\alpha$ , strefy  $\gamma'+\alpha$  i strefy  $\epsilon+\gamma'+\alpha$ . Podczas azotowania stali stopowych będą dodatkowo wytwarzały się azotki i węglazotki pierwiastków stopowych. Od budowy fazowej (strefowej) warstwy silnie zależą właściwości użytkowe, takie jak odporność na zużycie ścierne i zatarcie, odporność na korozję, wytrzymałość zmęczeniowa. Przyjmuje się, że przypowierzchniowa strefa azotków żelaza  $\epsilon+\gamma'$  zwiększa odporność na zużycie ścierne, zatarcie oraz korozję, natomiast strefa dyfuzyjna (wydzieleniowa)  $\alpha$  zwiększa wytrzymałość zmęczeniową. Właściwości użytkowe warstwy azotowanej można poprawić kształtując proporcje faz  $\epsilon$  i  $\gamma'$  w strefie azotków, profile stężenia azotu i twardości w warstwie, naprężenia warstwie i rdzeniu [2].

Kształtowanie budowy fazowej warstwy azotowanej jest ważne i wymaga precyzyjnej regulacji podaży azotu do stali, a więc regulacji kinetyki wzrostu warstwy. Wraz ze wzrostem czasu azotowania przy intensywnej atmosferze azotującej, jakim jest amoniak, wzrasta grubość warstwy azotków oraz jej porowatość. Strefa azotków żelaza ma charakter warstwy przyrostowej i częściowo dyfuzyjnej, co sprawia, że wraz ze wzrostem jej grubości rosą wymiary zewnętrzne obrabianej części. W przypadku części precyzyjnych należy to uwzględnić. Większa porowatość warstwy azotków pogarsza twardość, a także obniża odporność na korozję. Celowe zatem jest kontrolowanie grubości nie tylko dyfuzyjnej warstwy azotowanej, ale także przypowierzchniowej warstwy azotków żelaza, która często jest pomijana na etapie kontroli jakości gotowych wyrobów.

Do badań wytworzonych warstw azotowanych stosuje się badania niszczące oraz nieniszczące. Do badań niszczących (DT – Destructive Testing) należą badania metalograficzne na próbkach świadkach przy wykorzystaniu mikroskopii świetlnej i elektronowej, pomiary twardości na przekroju poprzecznym, badania stężenia azotu w warstwie i badania rentgenograficzne. Do badań nieniszczących (NDT - Non-destructive Testing) należą pomiary zmian pola magnetycznego (metoda magnetyczna) [3, 4] oraz pomiary zmian fizycznych właściwości materiału, np. przewodności elektrycznej właściwej, względnej przenikalności

magnetycznej (metoda indukcyjna) [5]. Stosowane są także pomiary twardości powierzchniowej warstwy przy różnych obciążeniach węgelnika Vickersa [6, 7]. Zaletą badań nieniszczących jest to, że mogą one być prowadzone na gotowych elementach. Jest to szczególnie ważne w przypadku dużych, drogich i odpowiedzialnych części, takich jak formy i matryce, części lotnicze itd. [2].

Autorzy pracy [2] wskazują na możliwość zastosowania metody prądów wirowych (ET - Eddy Current Testing) oraz urządzeń typu Wirotest poprzedniej generacji, wykorzystujących pomiar amplitudy napięcia, do oceny grubości strefy azotków żelaza  $\epsilon+\gamma'$  oraz strefy wydzieleniowej  $\alpha$ . Wyniki badań zamieszczone w pracy [8] także potwierdzają skuteczność metody ET w ocenie grubości warstwy dyfuzyjnej oraz azotków. Nie ma natomiast publikacji co do wykorzystania techniki amplitudowo-częstotliwościowej do charakteryzacji tego typu warstw.

## 2. Cel i zakres pracy

Celem pracy było zbadanie możliwości zastosowania metody prądów wirowych, a dokładniej techniki pomiaru amplitudy napięcia i częstotliwości rezonansowej, do nieniszczącej oceny grubości przypowierzchniowej warstwy azotków żelaza.

Zakres pracy obejmował wykonanie próbek badawczych, rozkłady twardości metodą Vickersa oraz pomiary grubości warstw azotków na zglądach poprzecznych, opracowanie i wykonanie głowic pomiarowych, badania warstw azotków metodą prądów wirowych, analizę korelacji wyników badań niszczących z nieniszczącymi.

## 3. Metody badawcze i przedmiot badań

Przedmiotem badań były próbki ze stali do ulepszenia cieplnego o oznaczeniu 42CrMo4 wg EN (40HM wg PN), skład chemiczny stali zamieszczono w tabeli 1. Próbki zostały wycięte z pręta i miały postać krążków. Stalowe krążki poddano procesom azotowania gazowego w piecu typu NX609. Przeprowadzono dziesięć procesów o różnych parametrach, aby uzyskać próbki o różnej grubości warstwy azotków (tab. 2).

Do jednoznacznej oceny grubości warstwy azotków zastosowano badania niszczące. Z każdej grupy wytypowano po jednej próbce, z której wykonano poprzeczny zgląd metalograficzny. Zglądy trawiono Nitalem o stężeniu 2%. Za pomocą mikroskopu świetlnego rejestrowano obraz warstwy azotków przy powiększeniach 500+1500x, a następnie za pomocą oprogramowania mierzono jej grubość w 6+8 miejscach. Średnie wartości grubości warstwy azotków dla poszczególnych próbek odniesienia zamieszczono w tabeli 2.

Tab. 1. Skład chemiczny stali 42CrMo4

Tab. 1. The chemical composition of 42CrMo4 steel.

C	Mn	Si	P	S	Cr	Ni	Mo	W	V	Cu
0,38÷ 0,45	0,4÷ 0,7	0,17÷ 0,37	max 0,035	max 0,035	0,9÷ 1,2	max 0,3	0,15÷ 0,25	max 0,2	max 0,05	max 0,25

Tab. 2. Wykaz próbek odniesienia

Tab. 2. List of reference samples

Lp.	Wymiary próbki [mm]	Nr procesu azotowania	Grubość warstwy azotków [μm]	Grubość strefy dyfuzyjnej [μm]
1	Ø20x4	Nx1258	0,0	220
2	Ø20x4	Nx1258	2,0	220
3	Ø25x6	Nx1300	7,6	280
4	Ø20x4	Nx1251	11,0	260
5	Ø25x6	Nx1302	12,9	370
6	Ø38x10	Nx1302	14,8	380
7	Ø20x4	Nx1292	17,7	450
8	Ø38x10	Nx1292	20,5	520
9	Ø38x10	Nx1293	25,3	350
10	Ø20x4	Nx1239	30,9	440

Na poprzecznym zglądzie metalograficznym, przed trawieniem, mierzono twardość rdzenia w trzech miejscach oraz wykonano rozkład twardości metodą Vickers'a przy obciążeniu HV0,5. Za pomocą wykresu rozkładu twardości wyznaczono grubość strefy dyfuzyjnej. Wartość grubości odczytano na osi odległości od powierzchni wyrażonej w mikrometrach dla średniej twardości rdzenia zwiększonej o 50 HV0,5. Wartości grubości strefy dyfuzyjnej dla poszczególnych próbek odniesienia zamieszczono w tabeli 2.

Główną metodą badań nieniszczących próbek po azotowaniu była metoda prądów wirowych. Aparaturę badawczą stanowił zminiaturyzowany układ kontrolno-pomiarowy Wirotest M2, wykorzystujący technikę amplitudowo-częstotliwościową. Do nieniszczącej oceny grubości warstwy azotków zastosowano głowice powierzchniowe o częstotliwości pracy: 50 kHz, 100 kHz, 200 kHz, 274 kHz, 483 kHz, 840 kHz, 911 kHz. Pomiar odbywał się w sposób kontaktowy. W celu zwiększenia dokładności i powtarzalności pozycjonowania głowicy względem powierzchni badanej zastosowano dedykowany statyw z uchwytem zapewniającym jej stały docisk. Zdjęcie stanowiska pomiarowego zamieszczono na rysunku 1.

Po pierwszym uruchomieniu Wirotestu M2 układ pomiarowy nagrzewa się. Nagrzewanie cewki powoduje zmianę jej oporu, a tym samym zmianę wartości bezwzględnej wyindukowanego napięcia. Jest to efekt płynięcia, który przejawia się mimowolną zmianą amplitudy napięcia w czasie. Efekt ten jest niekorzystny i w przypadku badań grubości cienkich warstw azotków żelaza wpływa na wynik pomiaru. W związku z tym wymagana jest stabilizacja temperaturowa układu pomiarowego, która polega na odczekaniu około 30 minut po pierwszym uruchomieniu Wirotestu M2 lub po każdej zmianie głowicy pomiarowej.

#### 4. Wyniki badań

W wyniku przeprowadzonych badań wytypowano głowicę 100 kHz jako najdokładniejszą, tzn. dla której uzyskano najwyższą wartość współczynnika determinacji R2. Współczynnik ten określa jaka część danych jest wytłumaczona



Rys. 1. Stanowisko pomiarowe do nieniszcząca ocena grubości przypowierzchniowej warstwy azotków.

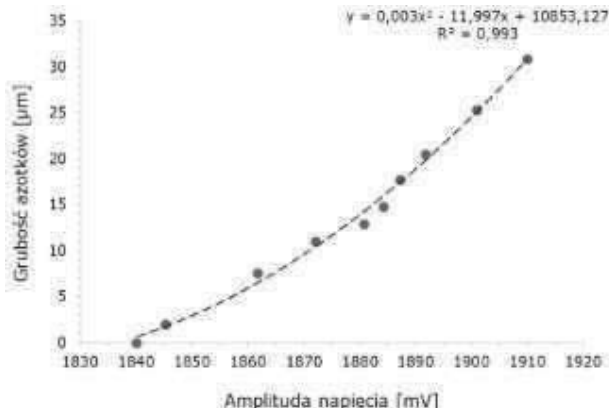
Fig. 1. The measuring station for on-destructive assessment of the thickness of the near-surface layer of nitrides.

przez model. Im jest on większy tym linia trendu jest lepiej dopasowana do danych. Dla amplitudy napięcia średnia wartość współczynnika R2 z pięciu prób wyniosła 0,993. Korzystając z współczynnika determinacji R2 można obliczyć współczynnik korelacji r, wyciągając pierwiastek z R2. Dla amplitudy napięcia wartość współczynnika korelacji r wyniosła 0,996.

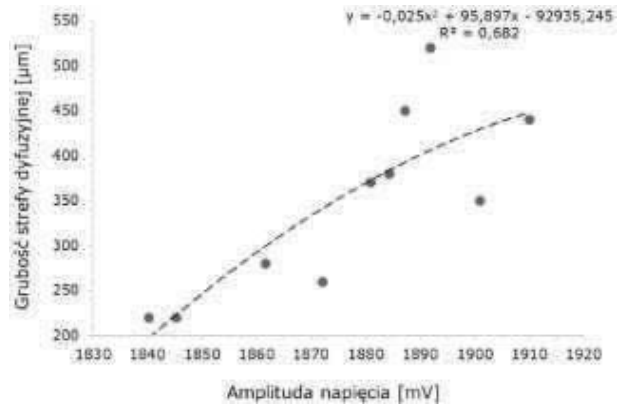
Na rysunku 2 zamieszczono wykres punktowy zależności amplitudy napięcia od średniej grubości warstwy azotków dla głowicy 100 kHz podczas pomiarów 10 próbek odniesienia. Wraz ze wzrostem grubości warstwy azotków rośnie wartość amplitudy napięcia.

Wykres posiada linię trendu z dopasowaniem wielomianowym drugiego stopnia, którego równanie zamieszczono na wykresie.

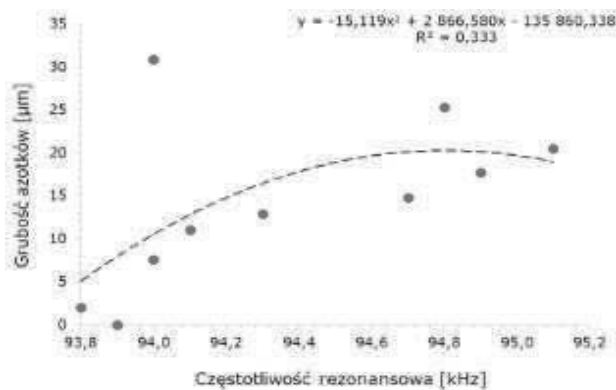
Na rysunku 3 zamieszczono wykres punktowy zależności częstotliwości rezonansowej od średniej grubości warstwy azotków. Pomiar częstotliwości rezonansowej nie pozwala na ocenę grubości warstwy azotków. Dla otrzymanych danych wyznaczono linię trendu o niezadowalającym dopasowaniu.



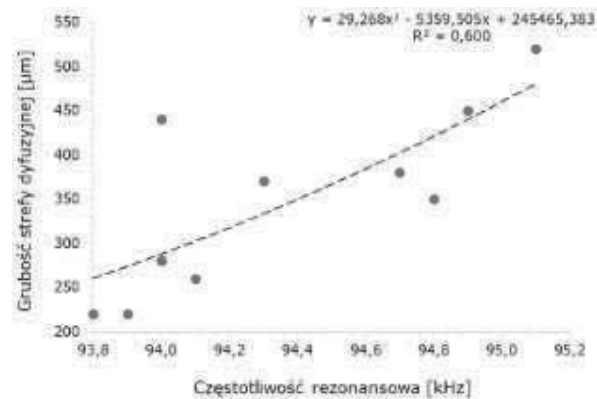
Rys. 2. Wykres punktowy zależności amplitudy napięcia od grubości warstwy azotków dla głowicy 100 kHz  
Fig. 2. The scatterplot of voltage amplitude versus nitride layer thickness for 100 kHz measuring head.



Rys. 4. Wykres punktowy zależności amplitudy napięcia od grubości strefy dyfuzyjnej dla głowicy 100 kHz.  
Fig. 4. The scatter plot of the dependence of the voltage amplitude on the thickness of the diffusion zone for the 100 kHz measuring head.



Rys. 3. Wykres punktowy zależności częstotliwości rezonansowej od grubości warstwy azotków dla głowicy 100 kHz.  
Fig. 3. The measuring station for on-destructive assessment of the thickness of the near-surface layer of nitrides.



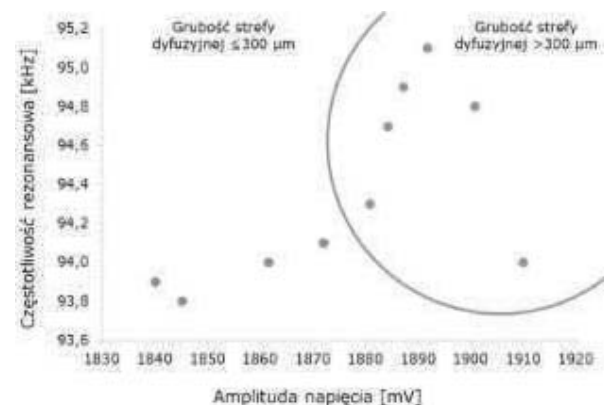
Rys. 5. Wykres punktowy zależności częstotliwości rezonansowej od grubości strefy dyfuzyjnej dla głowicy 100 kHz.  
Fig. 5. The scatter plot of the dependence of the resonance frequency on the thickness of the diffusion zone for the 100 kHz measuring head.

Na rysunku 4 zamieszczono wykres punktowy zależności amplitudy napięcia od grubości strefy dyfuzyjnej. Wraz ze wzrostem grubości strefy dyfuzyjnej rośnie wartość amplitudy napięcia. Dla otrzymanych danych wyznaczono linię trendu o zadowalającym dopasowaniu. Wartość współczynnika R2 wyniosła 0,682, co daje współczynnik korelacji r na poziomie 0,826.

Na rysunku 5 zamieszczono wykres punktowy zależności częstotliwości rezonansowej od grubości strefy dyfuzyjnej. Wraz ze wzrostem grubości strefy dyfuzyjnej rośnie wartość częstotliwości rezonansowej. Dla otrzymanych danych wyznaczono linię trendu o słabym dopasowaniu. Wartość współczynnika R2 wyniosła 0,600, co daje współczynnik korelacji r na poziomie 0,775.

Na rysunku 6 zamieszczono wykres punktowy zmian amplitudy napięcia i częstotliwości rezonansowej. Na wykresie umieszczono fragment alarmu kołowego, za pomocą którego możliwe jest segregowanie próbek azotowanych według grubości strefy dyfuzyjnej na dwie grupy:

- $g_{str.dyf.} \leq 300 \mu m$ ;
- $g_{str.dyf.} > 300 \mu m$ .



Rys. 6. Wykres punktowy zmian amplitudy napięcia i częstotliwości rezonansowej dla głowicy 100 kHz podczas pomiarów 10 próbek odniesienia.  
Fig. 6. The scatter plot of changes in voltage amplitude and resonant frequency for a 100 kHz measuring head during measurements of 10 reference samples.

## 5. Wnioski

Ocena grubości warstwy azotków żelaza wymaga doboru odpowiedniej częstotliwości pracy głowicy pomiarowej. Od tego parametru zależy głębokość wnikania prądów wirowych. Wraz ze wzrostem częstotliwości spada głębokość wnikania prądów wirowych. Pożądane jest, aby indukowane prądy obejmowały swoim działaniem obszary badane w taki sposób, aby mierzona pośrednio wielkość najsilniej wpływała na sygnał pomiarowy.

W przypadku badań ET ferromagnetyków wyznaczenie optymalnej częstotliwości jest trudne, ponieważ wiąże się to koniecznością zmierzenia przewodności elektrycznej właściwej  $\gamma$  oraz przenikalności magnetycznej względnej  $\mu_r$  badanego materiału. Dodatkowym utrudnieniem podczas badań ET Wirotestem M2 (tj. układem rezonansowym) jest fakt, że częstotliwość pracy głowicy zmienia się podczas zbliżania jej do materiału badanego. To sprawia, że dobór optymalnej częstotliwości sprowadza się do prób doświadczalnych.

Na podstawie wyników pomiarów wytypowano głowicę 100 kHz jako optymalną do oszacowania grubości warstwy azotków żelaza w stali 42CrMo4. Za pomocą głowicy możliwe jest także sortowanie próbek wg grubości strefy dyfuzyjnej na dwie grupy.

Do oceny grubości warstwy azotków najdokładniejsza jest analiza amplitudy napięcia. Natomiast w przypadku sortowania próbek pod względem grubości strefy dyfuzyjnej znajduje zastosowanie analiza amplitudowo-częstotliwościowa.

Wirotest M2 może znaleźć zastosowanie w kontroli jakości stalowych części po azotowaniu do wykrywania przypowierzchniowej warstwy azotków żelaza oraz pomiaru jej grubości. Obszarem zastosowania może być np. przemysł narzędziowy, motoryzacyjny, lotniczy. Badania nieniszczące metodą prądów wirowych pozwalają na kontrolę wszystkich produkowanych części i mogą być uzupełnieniem dla badań niszczących, które są wykonywane dla wybranych elementów z danej partii produkcyjnej.

## 6. Literatura

- [1] P. Wach, J. Michalski, J. Tacikowski, „Przemysłowe procesy regulowanego azotowania gazowego” *Inżynieria Powierzchni*, vol. 19, no. 2, pp. 66-72, 2014.
- [2] B. Pachutko, L. Małdziński, „Badania nieniszczące warstw azotowanych na stalach narzędziowych za pomocą przyrządów Wirotest” *Inżynieria Powierzchni*, no. 2, pp. 40-46, 2006.
- [3] D. Kukła, P. Grzywna, M. Kopeć, Z. L. Kowalewski, „Assessment of hardened layer thickness for 40HNMA steel using eddy current method” *Inżynieria Materiałowa*, vol. 213, no. 5, pp. 263–266, 2016.
- [4] D. Kukła, M. Wyszowski, „Hardness assessment of induction hardened layers based on the analysis of eddy current signal” *Inżynieria Powierzchni*, vol. 24, no. 4, pp. 3–9, 2019.
- [5] Z. Żurek, D. Baron, „Measurement of changes of magnetic permeability and electrical conductivity values in generator rotor retaining rings” *Prace Naukowe Instytutu Maszyn, Napędów i Pomiarów Elektrycznych Politechniki Wrocławskiej*, no. 66, 2012.
- [6] S. Caprili, F. Mattei, I. Mazzatura, F. Ferrari, M. Gammino, M. Mariscotti, M. Mori, A. Piscini, „Evaluation of mechanical characteristics of steel bars by non-destructive Vickers micro-hardness tests” *Procedia Structural Integrity*, vol. 44, pp. 886-893, 2023.
- [7] S. Krall, M. Prießnitz, C. Baumann, F. Bleicher, „Non-destructive characterization of strain induced surface hardness increase by measuring magnetic properties of AISI 304” *Materials & Design*, vol. 226, pp. 1-13, 2023.
- [8] S. Jończyk, T. Samborski, S. Włodarczyk, „Możliwość zastosowania metody prądów wirowych do kontroli jakości warstw azotowanych” *Inżynieria Powierzchni*, no. 2, pp. 52-57, 2014.