

УДК 621.785.5

Н.Г. КУХАРЕВА, канд. техн. наук

Белорусский национальный технический университет, г. Минск

Т. БАБУЛЬ, д-р техн. наук

Институт механики прецизионной, г. Варшава, Республика Польша

А.А. ШИПКО, д-р техн. наук; Т.Н. ШТОЛИК

Объединенный институт машиностроения НАН Беларуси, г. Минск

ЦЕМЕНТАЦИЯ И НИТРОЦЕМЕНТАЦИЯ СТАЛИ 20 В ПСЕВДООЖИЖЕННОМ СЛОЕ

Представлены результаты исследований процессов цементации и нитроцементации из порошковых насыщающих сред в псевдоожигенном слое. Изучено строение, фазовый и химический состав и свойства полученных термодиффузионных покрытий.

Ключевые слова: цементация, нитроцементация, псевдоожигенный слой, вибрация, структура

Ряд деталей, определяющих ресурс работы машин, механизмов и инструментальной оснастки, работает в условиях интенсивного изнашивания. Статистический анализ показывает, что главной причиной выхода из строя машин является не их поломка, а износ подвижных сопряжений и рабочих органов под влиянием сил трения. При трении происходят коренные изменения приповерхностного объема материала соприкасающихся подвижных сопряжений, которые и определяют процесс износа. В связи с этим в ряде случаев поверхностное упрочнение путем нанесения термодиффузионных покрытий может являться весьма эффективным способом решения данной проблемы.

Обеспечение работоспособности деталей, работающих в условиях повышенных контактных напряжений, скоростей вращения и температурных воздействий, достигают применением таких процессов термодиффузионного поверхностного упрочнения как цементация и нитроцементация. Повышение эффективности использования этих процессов в производстве может быть достигнуто применением обработки в псевдоожигенном слое.

Исследования процессов химико-термической обработки в псевдоожигенном слое [1–4] — борирования, хромирования, боромеднения, борохромирования, цементации, азотирования, цинкования и др. — показывают, что применение этого метода позволяет интенсифицировать процессы ХТО, снизить энергозатраты и повысить комплекс физико-механических свойств диффузионно-упрочненных материалов. Так, скорость цементации в кипящем слое в 2 раза выше, чем в печи Ц105 и 2,5 раза выше, чем в безмуфельном агрегате, при этом механические свойства обработанных изделий несколько выше за счет получения более мелкозернистой структуры.

Применение псевдоожигенного слоя при проведении цементации и нитроцементации из по-

рошковых сред позволит не только сократить продолжительность процесса, но и уменьшить расход порошковой среды.

Цель настоящей работы — исследование процессов нитроцементации и цементации из порошковых насыщающих сред в псевдоожигенном слое, изучение строения, фазового и химического состава и свойств полученных термодиффузионных покрытий.

Термодиффузионную обработку в псевдоожигенном слое осуществляли в модернизированной печи FP 700, схема которой представлена на рисунке 1 (Институт механики прецизионной, г. Варшава). Псевдоожигение химически активной засып-

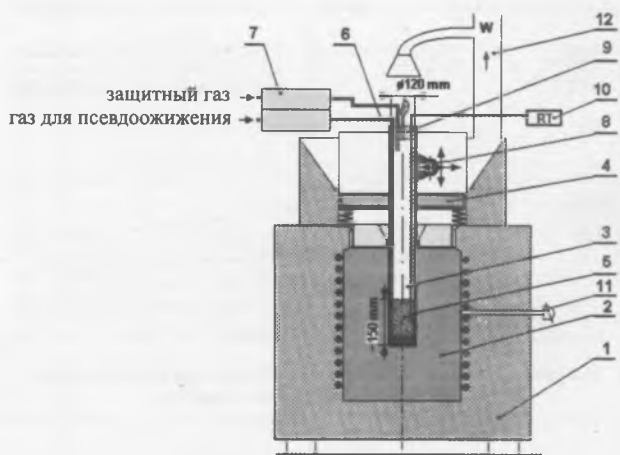


Рисунок 1 — Схема исследовательской установки с печью типа FP700 (с кипящим слоем):

- 1 — корпус печи с нагревательными элементами;
- 2 — нагревательная камера; 3 — реторта (флюидизатор);
- 4 — опора реторты с пружинами; 5 — засыпка исследуемой порошковой среды; 6 — газораспределительная решетка и подводные трубки; 7 — ротаметры (регуляторы потока газов защитных и для псевдоожигения); 8 — электровибратор для псевдоожигения механической вибрацией;
- 9 — крышка флюидизатора; 10 — регулятор температуры засыпки порошковой среды; 11 — термопары, контролирующие нагрев печи; 12 — вытяжная вентиляция

ки, в качестве которой использовали порошковые насыщающие среды для цементации и нитроцементации, достигалось посредством механической вибрации. В работе использовали следующие параметры вибрации: частота колебаний — 25 Гц, амплитуда колебаний — 2,0 мм, высота слоя порошковой среды в спокойном состоянии — 100 мм. Диаметр используемого контейнера — 100 мм. Насыщающую среду получали смешиванием и размоллом исходных компонентов, входящих в ее состав. Состав порошковых сред и параметры проведения термодиффузионной обработки представлены в таблице 1. Исследования проводили на образцах из малоуглеродистой стали 20. В таблице 2 дана последовательность термодиффузионной обработки при использовании псевдооживленного слоя.

Металлографические исследования проводили при использовании оптического микроскопа Olympus 1X70 и электронного микроскопа Hitachi S-3500N, оборудованного энерго-дисперсионным

рентгеновским спектрометром EDS фирмы Thermo Noran. EDS-анализ использовали для определения химического состава поверхности диффузионных слоев, полученных на образцах с помощью характеристического рентгеновского излучения атомов. Для металлографических исследований использовали также микроскоп Axiovert 200 MAT фирмы Carl Zeiss. Микроструктуры записывали в цифровом виде с использованием фотокамеры AxioCam MRc5.

Анализ микроструктуры и измерение толщины полученных диффузионных слоев выполняли на металлографическом микроскопе на поперечных шлифах. Вырезанные образцы заливали акриловой смолой (Duracryl Plus), а затем шлифовали на шлифовальной бумаге с уменьшением размера зерна. Шлифованные поверхности полировали с использованием алмазной пасты. Приготовленные шлифы подвергали химическому травлению трехпроцентным раствором HNO_3 в $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$.

Таблица 1 — Составы порошковых сред и температурно-временные параметры проведения цементации и нитроцементации стали 20 в псевдооживленном слое

| Название процесса | Состав насыщающей среды, масс. % | Параметры насыщения | | Номер образца |
|-------------------|---|---------------------|----------|---------------|
| | | Температура, °С | Время, ч | |
| Нитроцементация | 77,0 % Cr_2O_3 + 6,0 % C + 5 % $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6$ + 10 % Al_2O_3 + 2,0 % NaHCO_3 | 820 | 2 | 5А |
| | | 870 | 4 | 10А |
| Цементация | 70 % Cr_2O_3 + 15 % Al_2O_3 + 10 % C + 4 % NaHCO_3 + 1 % NH_4Cl | 900 | 2 | 5N |
| | | 930 | 4 | 10N |

Таблица 2 — Схемы проведения термодиффузионной обработки в псевдооживленном слое

| № пп | Последовательность обработки образцов из стали 20 |
|--|---|
| НИТРОЦЕМЕНТАЦИЯ 820 °С, 2 ч и 870 °С, 4 ч № вариантов: 5А, 10А | |
| 1 | Нагрев порошковой среды № 2 до температуры обработки с псевдооживлением механической вибрацией |
| 2 | Загрузка образцов в засыпку; включение псевдооживления механической вибрацией и включение защитной эндоатмосферы под крышкой флюидизатора |
| 3 | Через 2 ч выемка образцов (5А из стали 20) из засыпки в масло ОН70 |
| 4 | Через 4 ч выемка образцов (10А из стали 20) из засыпки в масло ОН70 |
| ЦЕМЕНТАЦИЯ 900 °С, 2 ч и 930 °С, 4 ч № вариантов: 5N, 10N | |
| 1 | Нагрев порошковой среды № 3 до температуры обработки с псевдооживлением механической вибрацией |
| 2 | Загрузка образцов в засыпку; включение псевдооживления механической вибрацией и включение защитной эндоатмосферы под крышкой флюидизатора |
| 3 | Через 2 ч выемка образцов (5N из стали 20) из засыпки в масло ОН70 |
| 4 | Через 4 ч выемка образцов (10N из стали 20) из засыпки в масло ОН70 |

Поверхностную твердость и распределение твердости в диффузионном слое определяли методом Vickers при нагрузке 100 г.

При исследовании износостойкости использовали трехвалковый метод согласно польскому нормативу PN-83/H-04302 на установке I-47-K-54. На рисунке 2 показан вид машины и образцов. Испытания проводили в условиях трения—скольжения при нагрузках 50, 100, 200 и 400 МПа. В качестве смазки использовали масло LUX-10, скорость подачи которого составляла 30 капель в минуту. На основании полученных результатов построены графики Лоренца.

В таблицах 1–2 представлены составы порошковых насыщающих сред, параметры термодиффузионной обработки и схемы проведения цементации и нитроцементации образцов из стали 20 в псевдооживленном слое.

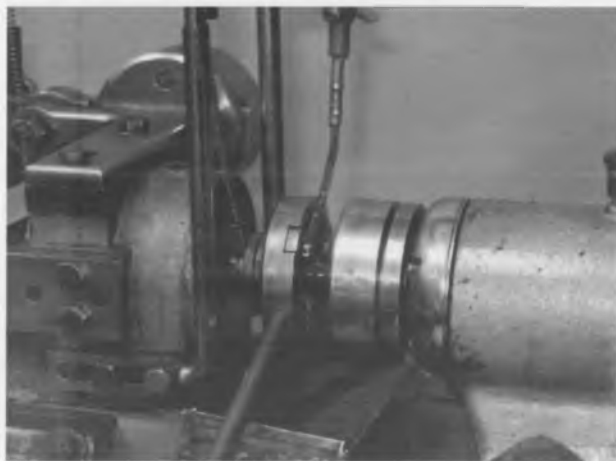
Методом конечных элементов [5] рассчитано, что время нагрева порошковой среды до температуры обработки как при осуществлении процесса цементации, так и нитроцементации в виброожи-

женном слое составляет 1–2 минуты, в то время как при традиционном печном нагреве время достижения рабочих температур составляет 1–1,5 часа.

Микроструктура стали 20 после нитроцементации при температуре 820 °С в течение 2 часов показана на рисунке 3. На микроструктуре можно различить очень тонкую (несколько микрометров) карбонитридную зону, а под ней диффузионный слой толщиной около 200 мкм. Падение микротвердости (рисунок 4) по диффузионному слою происходит плавно и на расстоянии 200 мкм составляет 250 HV0,1.

Данные рентгеноспектрального анализа, полученного с использованием энерго-дисперсионного рентгеновского спектрометра, показали наличие в поверхностных слоях ~ 1 масс. % азота. Содержание насыщающих элементов в слое представлено в таблице 3. Повышенное содержание углерода, как в данном случае, так и во всех остальных приведенных ниже результатах, обусловлено использованием при подготовке шлифа углеродсодержащей пасты. Данные рентгеновского анализа выявили на поверхности карбидную фазу Fe₃C.

Микроструктура стали 20 после нитроцементации при температуре 870 °С в течение 4 ч показана на рисунке 5: поверхностная карбонитридная зона тонкая (несколько микрометров), под ней диффузионная зона толщиной около 200 мкм, а затем переходная зона толщиной около 0,5 мм.



а



б

Рисунок 2 — Общий вид установки и образцы, используемые при испытаниях износостойкости трехвалковым методом: а — установка типа I-47-K-54; б — комплект образцов для исследований

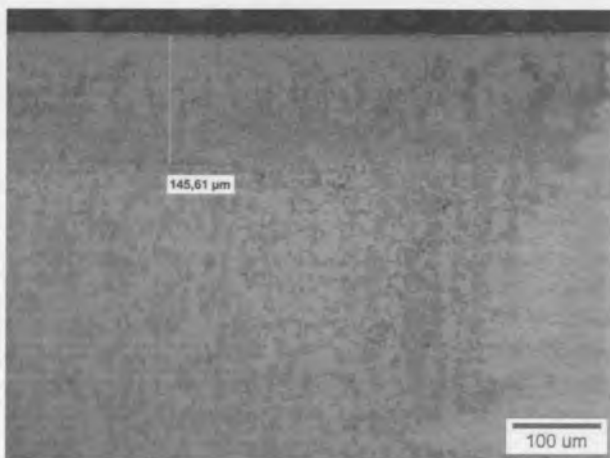


Рисунок 3 — Микроструктура диффузионного слоя образца 5А

5А



Рисунок 4 — Распределение микротвердости по толщине диффузионного слоя

Таблица 3 — Содержание насыщающих элементов в диффузионном слое

| Линия элемента | Содержание элемента, масс. % | Ошибка, ± масс. % | Содержание элемента, ат. % | Ошибка, ± ат. % |
|----------------|------------------------------|-------------------|----------------------------|-----------------|
| C Kα | 14,83 | ± 0,61 | 40,14 | ± 1,64 |
| N Kα | 1,12 | ± 1,59 | 2,61 | ± 3,69 |
| O Kα | 5,73 | ± 0,71 | 11,64 | ± 1,44 |
| Fe Kα | 78,32 | ± 1,08 | 45,61 | ± 0,63 |
| ИТОГО: | 100,00 | — | 100,00 | — |

Как видно из приведенных данных, увеличение температуры и времени осуществления процесса нитроцементации стали 20 (схема проведения процесса остается одной и той же) приводит к значительному (~ 2,5 раза) росту диффузионного слоя. В то же время происходит увеличение количества азота в поверхностных слоях до 1,74 масс. %. Содержание насыщающих элементов дано в таблице 4. Незначительное падение микротвердости

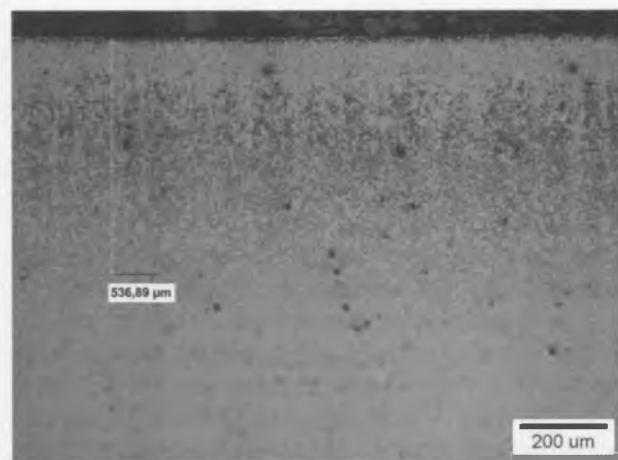


Рисунок 5 — Микроструктура диффузионного слоя образцов 10А

Таблица 4 — Содержание насыщающих элементов в диффузионном слое

| Линия элемента | Содержание элемента, масс. % | Ошибка, ± масс. % | Содержание элемента, ат. % | Ошибка, ± ат. % |
|----------------|------------------------------|-------------------|----------------------------|-----------------|
| C Kα | 17,62 | ± 0,84 | 45,51 | ± 2,17 |
| N Kα | 1,74 | ± 1,70 | 3,85 | ± 3,77 |
| O Kα | 4,22 | ± 0,74 | 8,18 | ± 1,44 |
| Fe Kα | 76,43 | ± 1,03 | 42,46 | ± 0,57 |
| ИТОГО: | 100,00 | — | 100,00 | — |

по диффузионному слою происходит ступенчато и даже на глубине 200–300 мкм микротвердость составляет ~ 600 HV0,1 (рисунок 6). Фазовый состав слоя по данным рентгеноструктурного анализа изменений не претерпевает.

Микроструктура образцов из стали 20, цементированной при температуре 900 °С в течение 2 ч, как и после нитроцементации, имеет поверхностную зону — зону карбидов с толщиной несколько микрометров и под ней переходную зону с толщиной около 300 мкм (рисунок 7). Изменение микротвердости по толщине слоя представлено на рисунке 8. Как видно из графика, микротвердость плавно падает по толщине слоя до 600 мкм, затем остается постоянной и равной ~ 300 HV0,1. По данным рентгеновского анализа на поверхности идентифицирована карбидная фаза Fe₃C. В таблице 5 содержатся данные по количеству насыщающих элементов в слое.

Микроструктура стали 20, цементованной при температуре 930 °С в течение 4 ч, показана на рисунке 9. На поверхности образца можно различить тонкую поверхностную зону карбидов (несколько микрометров), под ней диффузионная цементированная зона с толщиной около 200 мкм и далее переходная зона — около 0,5 мм. Структура полученного слоя аналогична структуре слоя, полученного при осуществлении процесса нитроцементации стали 20 при температуре 870 °С в течение 4 ч (образец 10А). Кривая распределения микротвердос-



Рисунок 6 — Распределение микротвердости по толщине диффузионного слоя

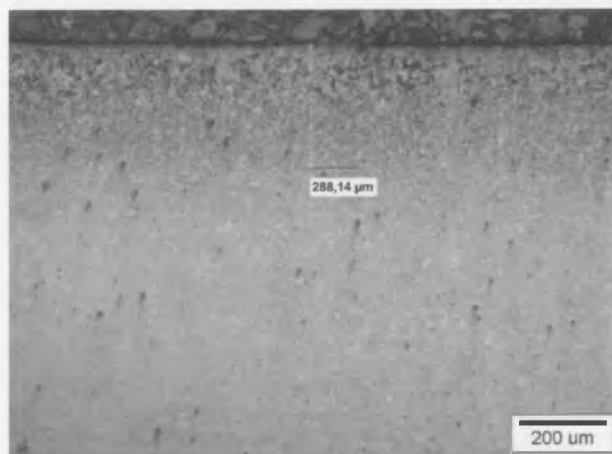


Рисунок 7 — Микроструктура диффузионного слоя образцов 5N

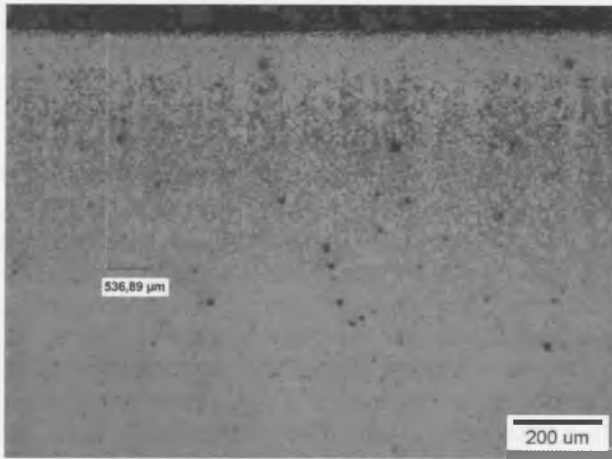


Рисунок 8 — Распределение микротвердости по толщине диффузионного слоя

Таблица 5 — Содержание насыщающих элементов в диффузионном слое

| Линия элемента | Содержание элемента, масс. % | Ошибка, ± масс. % | Содержание элемента, ат. % | Ошибка, ± ат. % |
|----------------|------------------------------|-------------------|----------------------------|-----------------|
| C Kα | 18,62 | ± 0,61 | 47,83 | ± 1,56 |
| O Kα | 4,76 | ± 0,53 | 9,19 | ± 1,02 |
| Si Kα | 0,69 | ± 0,09 | 0,76 | ± 0,10 |
| S Kα | 0,62 | ± 0,08 | 0,60 | ± 0,07 |
| Fe Kα | 75,31 | ± 1,03 | 41,62 | ± 0,57 |
| ИТОГО: | 100,00 | — | 100,00 | — |

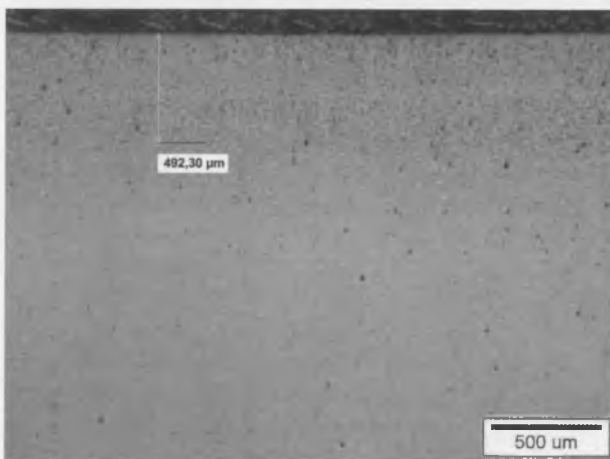


Рисунок 9 — Микроструктура диффузионного слоя образцов 10N

ти по толщине диффузионного слоя представлена на рисунке 10. Таблица 6 содержит данные по содержанию насыщающих элементов в диффузионном слое.

Как видно из приведенных данных, увеличение температуры насыщения приводит к увеличению

поверхностной твердости. Характер распределения микротвердости по толщине диффузионного слоя аналогичен всем ранее приведенным данным, при этом снижение микротвердости по толщине слоя носит ступенчатый характер, что говорит о существовании различных по структуре зон слоя, которые представлены на рисунке 10.

Результаты испытаний на износ трехвалковым методом нитроцементованных образцов приведены на рисунке 11.

Как видно из рисунков, при испытаниях с прилагаемой нагрузкой 50, 100 и 200 МПа в течение заданного времени испытаний (100 мин) все образцы равномерно изнашиваются. При этом более низкие количественные показатели износа зафиксированы у образцов, нитроцементованных при температуре 870 °С в течение 4 ч.

Повышение удельной нагрузки до 400 МПа привело к увеличению скорости изнашивания всех нитроцементованных образцов. За 100 мин испытаний износ образцов стали 20, нитроцементованных при температуре 870 °С в течение 4 ч, составил 12 мкм, а образцов, нитроцементованных при температуре 820 °С в течение 2 ч, — 17 мкм.

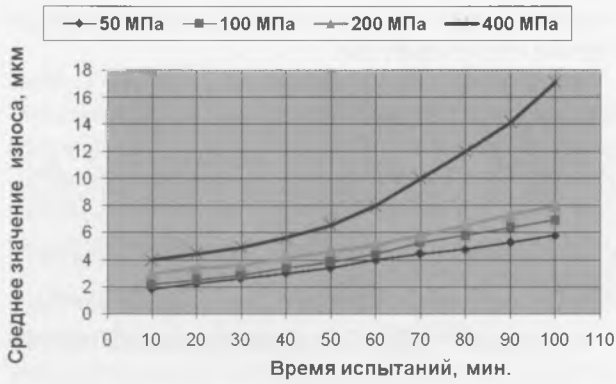
Таким образом, при всех исследуемых нагрузках образцы, нитроцементованные при темпера-



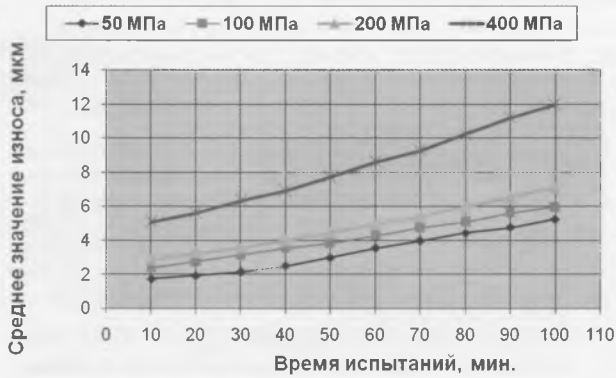
Рисунок 10 — Распределение микротвердости по толщине диффузионного слоя

Таблица 6 — Содержание насыщающих элементов в диффузионном слое

| Линия элемента | Содержание элемента, масс. % | Ошибка, ± масс. % | Содержание элемента, ат. % | Ошибка, ± ат. % |
|----------------|------------------------------|-------------------|----------------------------|-----------------|
| C Kα | 14,26 | ± 0,58 | 40,11 | ± 1,63 |
| O Kα | 4,81 | ± 0,50 | 10,16 | ± 1,05 |
| Si Kα | 0,60 | ± 0,09 | 0,72 | ± 0,11 |
| S Kα | 0,87 | ± 0,09 | 0,92 | ± 0,09 |
| Fe Kα | 79,46 | ± 1,08 | 48,09 | ± 0,66 |
| ИТОГО: | 100,00 | — | 100,00 | — |



а

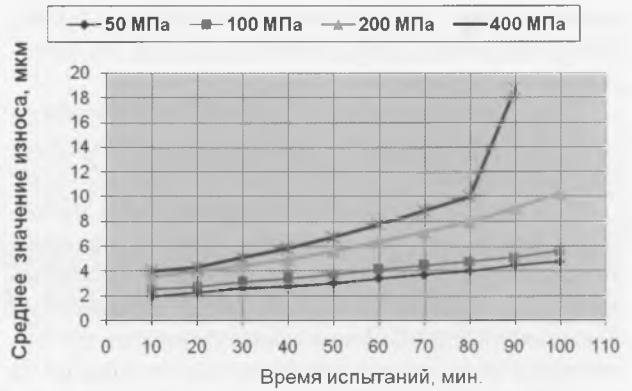


б

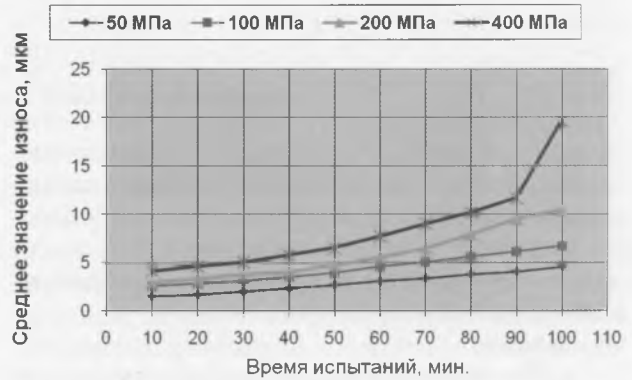
Рисунок 11 — Износостойкость нитроцементованной стали 20:
а — температура насыщения — 820 °С, время — 2 ч;
б — температура насыщения — 870 °С, время — 4 ч

туре 870 °С и времени выдержки 4 ч, показали более низкие численные значения износа, по сравнению с образцами, нитроцементованными при температуре 820 °С и времени выдержки 2 ч. Увеличение удельной нагрузки приводит к увеличению скорости изнашивания нитроцементованных образцов независимо от температурно-временных условий их обработки.

Результаты испытаний на износ цементованной стали 20 приведены на рисунке 12, из которых следует, что увеличение температуры и времени проведения процесса цементации образцов в псевдооживленном слое существенно не влияет на скорость изнашивания и количественные показатели износостойкости при нагрузках 50, 100 и 200 МПа. При нагрузке 400 МПа скорость изнашивания образцов увеличивается независимо от температурно-временных условий проведения процесса цементации. Однако резкое падение износостойкости при нагрузке 400 МПа наблюдается при температуре цементации (900 °С, 2 ч) через 80 мин проведения испытаний, а при более высокой температуре (930 °С, 4 ч) — через 90 мин испытаний. Таким образом, увеличение толщины цементованного слоя при увеличении температуры до 930 °С и времени проведения процесса цементации до 4 ч в некоторой степени



а



б

Рисунок 12 — Износостойкость цементованной стали 20:
а — температура насыщения — 900 °С, время — 2 ч;
б — температура насыщения — 930 °С, время — 4 ч

тормозит начало интенсивного разрушения образцов при высокой нагрузке.

На рисунке 13 представлены гистограммы результатов сравнительных испытаний на износ образцов из стали 20, обработанных в псевдооживленном слое в порошковых средах для цементации и нитроцементации, с учетом прилагаемой нагрузки за время испытаний — 100 мин. Из полученных

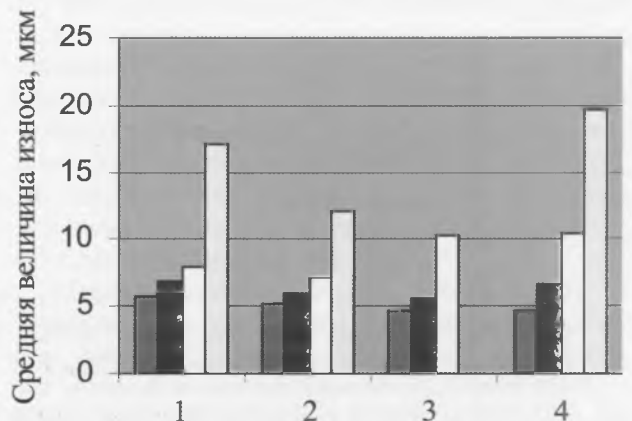


Рисунок 13 — Износостойкость образцов из стали 20, прошедших термодиффузионную обработку в псевдооживленном слое:
1 — сталь 20 нитроцементация ($t = 820$ °С, $t = 2$ ч); 2 — сталь 20 нитроцементация ($t = 870$ °С, $t = 4$ ч); 3 — сталь 20 цементация ($t = 900$ °С, $t = 2$ ч); 4 — сталь 20 цементация ($t = 930$ °С, $t = 4$ ч)

данных видно, что вид химико-термической обработки оказывает существенное влияние на износостойкость стали 20.

Так, при нагрузках 200 и 400 МПа самое высокое сопротивление износу, как видно из гистограммы, наблюдается у нитроцементованной стали 20.

Сравнение результатов, полученных в настоящей работе при использовании псевдооживленного слоя, с традиционным проведением процессов цементации и нитроцементации из порошковых насыщающих сред [6] позволяет утверждать, что кинетика формирования диффузионных покрытий на стали 20 и их физико-механические свойства практически не изменяются. При этом время осуществления исследованных процессов химико-термической обработки существенно уменьшается за счет сокращения до 60 раз времени прогрева порошковых сред до температуры проведения цементации и нитроцементации, а также уменьшается до 10 раз количество используемой порошковой среды для обработки изделий. Таким образом, осуществление цементации и нитроцементации углеродистой стали в псевдооживленном слое имеет явные преимущества по сравнению с традиционным печным нагревом.

Выводы.

1. При обработке в псевдооживленном слое так же, как и при традиционном печном нагреве, увеличение температуры ХТО и времени выдержки приводит к росту толщины диффузионного слоя и его микротвердости.

2. Химический и фазовый состав диффузионных покрытий на стали 20, исследованный с использованием рентгеноструктурного и микрорентгеноспектрального методов анализа, аналогичен

составу покрытий, формирующихся при традиционном печном нагреве.

3. Термодиффузионные покрытия на основе азота и углерода, полученные на углеродистых сталях в псевдооживленном слое с использованием в качестве химически активной засыпки порошковых сред, могут быть использованы в узлах трения скольжения со смазкой в широком диапазоне удельных нагрузок — от 50 до 400 МПа.

4. Наибольшую стойкость при средних (200 МПа) и высоких (400 МПа) удельных нагрузках показала сталь 20, нитроцементованная в псевдооживленном слое при температуре 870 °С в течение 4 ч.

Список литературы

1. Файншмидт, Е.М. Теория и практика термической обработки в кипящем слое изделий из металлов и сплавов / Е.М. Файншмидт // *Металловед. и термич. обраб. мет.* — 2005. — № 3. — С. 4–19.
2. Алиев, А.А. Технология и оборудование цементации стальных деталей в кипящем слое при производстве автотракторного электрооборудования (АТЭ) / А.А. Алиев // *Изв. ВУЗов. Черная металлургия.* — 2005. — № 7. — С. 45–49.
3. Алиев, А.А. Цементация и нитроцементация автотракторных деталей в кипящем слое / А.А. Алиев, А.Ю. Ампилов, Ак.А. Алиев // *Металловед. и термич. обраб. мет.* — 2009. — № 4. — С. 31–33.
4. Об азотировании сталей в виброкипящем слое / А.С. Заваров [и др.] // *Совершенствование методов термич. и химико-термич. обработки в станкостроении: тез. докл., Рязань, 17–19 мая 1983 г.* — М., 1983. — С. 67–68.
5. Сегерлинд, Л. Применение метода конечных элементов / Л. Сегерлинд. — М.: Мир, 1979. — 392 с.
6. Химико-термическая обработка металлов и сплавов: справ. / под ред. Л.С. Ляховича. — М.: Металлургия, 1981. — С. 80–121.
7. Кухарева, Н.Г. Химико-термическая обработка углеродистых и легированных сталей в кипящем слое / Н.Г. Кухарева, С.Н. Петрович, Н.А. Галынская // *Материалы 15 Междунар. симпоз. «Технологии. Оборудование. Качество».* Белорус. пром. форум — 2012, 15–18 мая 2012 г, Минск. — С. 51–54.

Kyhareva N.G., Babyl T., Shipko A.A., Shtolik T.N.

Carburizing and nitriding of the steel 20 in fluid bed

The results of studies of the processes of carburizing and nitriding from powder saturating media in fluid bed are shown. The structure, phase and chemical composition and properties of thermomdiffusion coatings.

Keywords: carburizing, nitriding, fluid bed, vibration, structure

Поступила в редакцию 05.03.2013.