

## БОРИРОВАНИЕ УГЛЕРОДИСТЫХ И ЛЕГИРОВАННЫХ СТАЛЕЙ В КИПЯЩЕМ СЛОЕ

Канд. техн. наук КУХАРЕВА Н. Г.<sup>1)</sup>, инж. ПЕТРОВИЧ С. Н.<sup>1)</sup>,  
кандидаты техн. наук ГАЛЫНСКАЯ Н. А.<sup>1)</sup>, ПРОТАСЕВИЧ В. Ф.<sup>1)</sup>,  
магистрант СМИРНОВА Т. Н.<sup>2)</sup>

<sup>1)</sup>Белорусский национальный технический университет,  
<sup>2)</sup>ИПНК НАН Беларуси

Ряд деталей, определяющих ресурс работы машин, механизмов и инструментальной оснастки, работает в условиях интенсивного изнашивания. Применение защитных покрытий, в частности боридных, полученных химико-термической обработкой из порошковых смесей при традиционном печном нагреве, позволяет повысить надежность и долговечность этих изделий.

Научно-исследовательская лаборатория упрочнения стальных изделий БНТУ разработала и успешно внедряет на белорусских предприятиях металлургические порошковые среды для процесса борирования. Эти смеси отличаются от других порошковых сред низкой энергоемкостью получения, большой кратностью использования (от 4 до 20 раз), высокой скоростью формирования зоны упрочнения, возможностью получать покрытия с регулируемым фазовым и химическим составами. Однако длительность процесса, которая составляет 8–10 ч, является основным недостатком этих смесей.

В ряде работ [1–4] показано, что применение кипящего слоя при борировании из порошков сокращает продолжительность процесса от 2 до 20 раз, снижает энергозатраты на 1 т изделий от 2 до 12 раз и уменьшает расход порошка в 10 раз.

Цель настоящей работы – исследование возможности проведения термодиффузионного борирования из металлургических порошковых сред в кипящем слое, изучение строения, фазового и химического составов и свойств полученных боридных покрытий.

Термодиффузионную обработку в кипящем слое осуществляли в модернизированной печи FP 700, схема которой представлена на рис. 1. Псевдооживление химически активной засыпки, в качестве которой использовали порошковую

металлотермическую среду для двухфазного борирования, достигалось аэродинамическим способом и (или) посредством механической вибрации. Насыщающую среду получали методом внепечной металлургии из оксидов алюминия, бора, циркония, хрома, меди и порошка алюминия [5]. Исследования проводили на образцах из сталей 20, 4Х5МФС и Х12МФ.

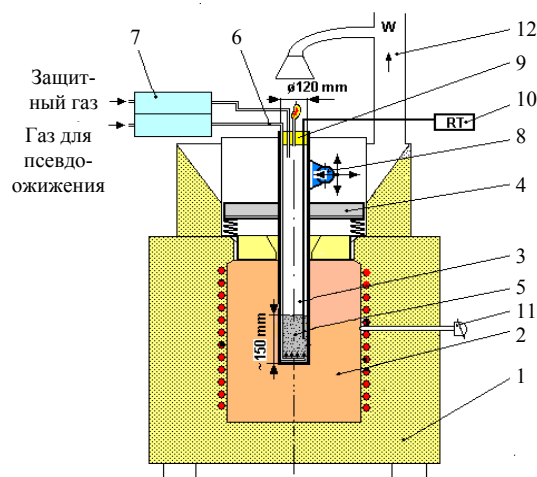


Рис. 1. Схема установки с печью типа FP 700 (с кипящим слоем): 1 – корпус печи с нагревательными элементами; 2 – нагревательная камера; 3 – реторта (флюидизатор); 4 – опора реторты с пружинами; 5 – засыпка исследуемой порошковой среды; 6 – газораспределительная решетка и подводящие трубки; 7 – ротаметры (регуляторы потока газов защитных и для псевдооживления); 8 – электровибратор для псевдооживления механической вибрацией; 9 – крышка флюидизатора; 10 – регулятор температуры засыпки порошковой среды; 11 – термопары, контролирующие нагрев печи; 12 – вытяжная вентиляция

Металлографические исследования проводили при использовании оптического микроскопа Olympus 1X70 и электронного микроскопа Hitachi S-3500N, оборудованного энергодисперсионным 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 (Dugacryl Plus), а затем шлифовали на шлифовальной бумаге с уменьшением размера зерна. Шлифованные поверхности полировали с использованием алмазной пасты. Приготовленные шлифы подвергали химическому травлению 3%-м раствором  $\text{HNO}_3$  в  $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ .

Дифракционные картины снимали на двух дифрактометрах: D8Advance и Simens D500 при использовании медного и кобальтового характеристического излучения с монохроматизацией  $\text{K}\alpha_1$ . Для фокусировки лучей в рентгеновском гониометре использовали методы Брэгг–Брентано и малоуглового рассеяния рентгеновских лучей при скользящих углах падения луча с постоянным углом падения  $\alpha = 5^\circ$  или  $\alpha = 3^\circ$ .

Поверхностную твердость и распределение твердости в диффузионном слое определяли методом Vickers при нагрузках массой 100 и 200 г.

При исследовании износостойкости использовали трехвалковый метод, согласно польскому нормативу PN-83/H-04302, на установке I-47-K-54. На рис. 2 показан вид машины и об-

разцов. 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 были построены графики Лоренца.

На первом этапе исследований для осуществления процесса борирования порошковую смесь в количестве  $\sim 100 \text{ см}^3$  (высота слоя  $\sim 10 \text{ см}$ ), помещенную в реторту диаметром 3,7 см, нагревали в печи до температуры обработки  $950^\circ\text{C}$  при включенной вибрации. После прогрева смеси образцы закладывали в реторту и выдерживали 6 ч. Затем вынимали реторту с образцами из печи, а после снижения температуры до  $300^\circ\text{C}$  извлекали образцы из порошка на воздух.

Микроструктуры диффузионных борированных слоев, полученных в кипящем слое, представлены на рис. 3. На исследуемых сталях образуются диффузионные слои, не имеющие характерного игольчатого строения и двухфазной структуры, как при борировании из этих же смесей при традиционном печном нагреве в контейнерах с плавким затвором.

Так, при температуре борирования  $950^\circ\text{C}$  в течение 6 ч на образцах, обработанных при традиционном печном нагреве в контейнерах с плавким затвором из порошковой среды для двухфазного борирования, формируются двухфазные слои [6]. На стали 20 образуется слой толщиной 400 мкм с микротвердостью по глубине слоя от 1290 до 2010 HV<sub>0,1</sub> (рис. 4), на стали 4X5MФС – 140 мкм с микротвердостью от 1780 до 2290 HV<sub>0,1</sub> и на стали X12MФ – 90 мкм с микротвердостью 1890 HV<sub>0,1</sub>.



Рис. 2. Общий вид установки и образцы, используемые при испытании износостойкости трехвалковым методом: а – установка I-47-K-54; б – комплект образцов для исследований

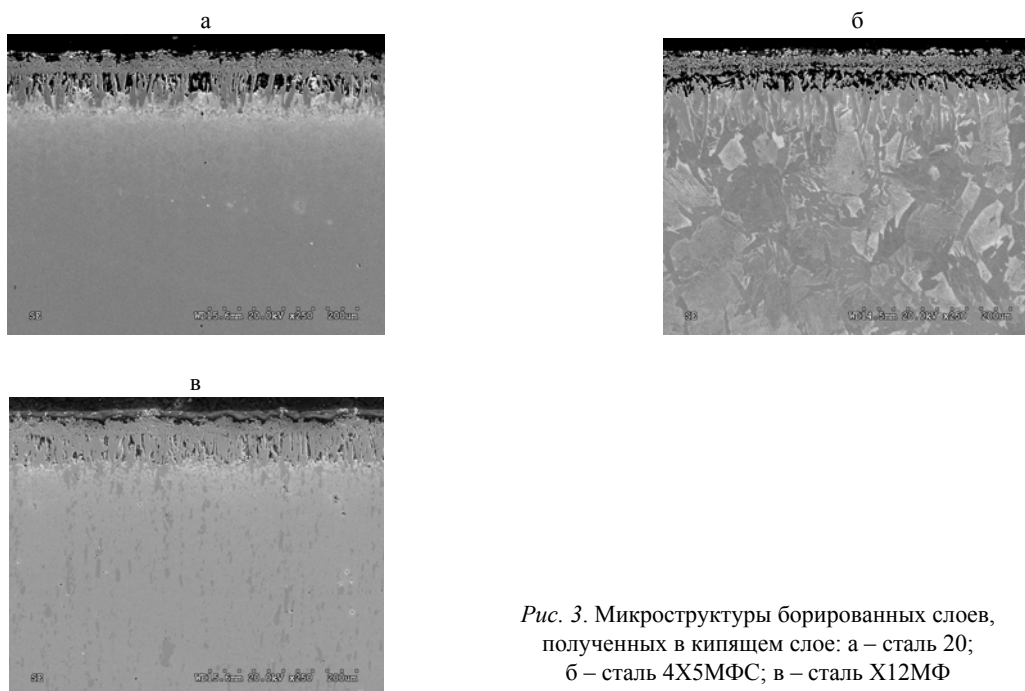


Рис. 3. Микроструктуры борированных слоев, полученных в кипящем слое: а – сталь 20; б – сталь 4X5MFC; в – сталь X12MФ

Проведенный EDS-анализ образцов, борированных в кипящем слое, показал наличие в поверхностных слоях на стали 20 сложного оксида алюминия  $Al_5(BO_3)O_6$ , что свидетельствует об окислении поверхности в процессе насыщения, а на сталях 4X5MFC и X12MФ – борида  $Fe_2B$ .

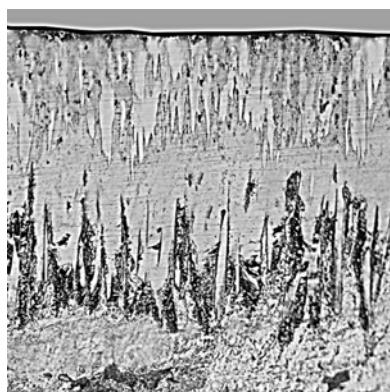


Рис. 4. Микроструктура диффузионного слоя, полученного при традиционном печном нагреве,  $\times 300$

Поверхностная твердость борированных в кипящем слое сталей составила: 1500 HV<sub>0,1</sub> – на стали 20, 1400 HV<sub>0,1</sub> – на стали 4X5MFC и 1260 HV<sub>0,1</sub> – на стали X12MФ. Содержание бора в поверхностном слое на стали 20, по данным EDS-анализа, не превышало 4,79 мас. %, а на легированных сталях 4X5MFC и X12MФ – 7,10 и 7,55 мас. % соответственно. Такое со-

держание бора в поверхностных слоях свидетельствует о недостаточной мощности диффузионного источника.

Проведенные исследования показали, что структура и фазовый состав боридных слоев, полученных на исследуемых сталях в кипящем слое из порошковой среды для двухфазного борирования, отличаются от структуры и фазового состава слоев, формирующихся при традиционном печном нагреве в контейнерах с плавким затвором. Эти слои имеют пониженную микротвердость, что объясняется фазовым составом и структурой полученного борированного слоя. Особенности фазового состава и структуры слоя связаны, с одной стороны, с большой скоростью диффузии бора в глубь стали благодаря быстрому нагреву до весьма высоких температур, а с другой – с меньшей активностью применяющейся насыщающей борсодержащей среды из-за отсутствия плавкого затвора. В результате этого в поверхностных слоях стали не успевает создаваться концентрация бора, необходимая для образования зоны боридов, как при печном нагреве под плавким затвором.

Получить боридные слои традиционных состава и свойств на исследуемых сталях в кипящем слое возможно изменением либо состава металлотермической борлирующей порошковой среды, либо схемы обработки в кипящем слое, в том числе и способа флюидизации.

В настоящем исследовании была предпринята попытка получить на исследуемых сталях из металлургической порошковой среды в кипящем слое традиционные боридные слои путем изменения схемы обработки. При этом процесс насыщения осуществляли в реторте диаметром 10 см, количество порошковой смеси составляло  $\sim 1200 \text{ см}^3$  (высота слоя  $\sim 15 \text{ см}$ ).

По первой схеме процесс осуществляли следующим образом: включали механическую вибрацию, после нагрева до температуры обработки загружали образцы, выдерживали при температуре  $950 \text{ }^\circ\text{C}$  в течение 6 ч, поднимали образцы над слоем внутри реторты без подачи защитного газа и после одночасовой выдержки доставали образцы из реторты на воздух.

Во втором варианте флюидизация порошковой среды достигалась продувкой азота. Температура борирования составляла также  $950 \text{ }^\circ\text{C}$ , время – 6 ч. Охлаждение образцов в кипящем слое с флюидизацией азотом в течение  $\sim 2,5 \text{ ч}$  проводили до температуры  $\sim 720 \text{ }^\circ\text{C}$ , затем выключали азот и охлаждали с печью  $\sim 13 \text{ ч}$  до температуры  $\sim 340 \text{ }^\circ\text{C}$ , после чего извлекали образцы из реторты.

В третьем варианте вначале включали механическую вибрацию, сразу загружали образцы и нагревали в кипящем слое до  $950 \text{ }^\circ\text{C}$ , затем включали флюидизацию эндогазом, после выдержки в течение 6 ч образцы извлекали из кипящего слоя вверх при сохранении защитной эндотермической атмосферы в течение 1 ч, после чего образцы вынимали из реторты на воздух.

Для дальнейших исследований была выбрана третья схема обработки, что обусловлено большей толщиной диффузионного слоя, формирующегося в этих условиях на исследуемых сталях. Температура химико-термической обработки составляла  $950 \text{ }^\circ\text{C}$ , время выдержки – 8 ч.

Проведение борирования исследуемых сталей 20, 4X5MФС и X12MФ в кипящем слое при вышеуказанных условиях не позволило получить характерную игольчатую структуру. Твердость боридного слоя также ниже, чем при традиционной обработке в контейнере с плавким затвором (рис. 5–7), что связано с уменьшением мощности диффузионного источника за счет снижения давления в контейнере при отсутствии плавкого затвора и соответственно изменением состава парогазовой фазы.

На рис. 8, 9 представлены результаты испытаний износостойкости стали 20 после бориро-

вания двумя способами – в кипящем слое и в контейнере с плавким затвором. При небольших нагрузках, равных 50 и 100 МПа, легирование поверхностных слоев стали 20 бором до 4,79 мас. % приводит к повышению ее износостойкости в два раза по сравнению с износостойкостью боридных слоев, полученных традиционным методом. При нагрузке 400 МПа после 60 мин испытаний для стали 20, борированной в кипящем слое, начинается катастрофическое разрушение диффузионного слоя (рис. 8).



Рис. 5. Микротвердость стали 20 при борировании в кипящем слое



Рис. 6. Микротвердость стали 4X5MФС при борировании в кипящем слое

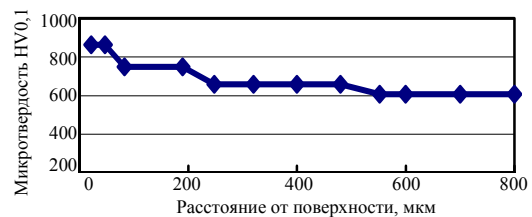
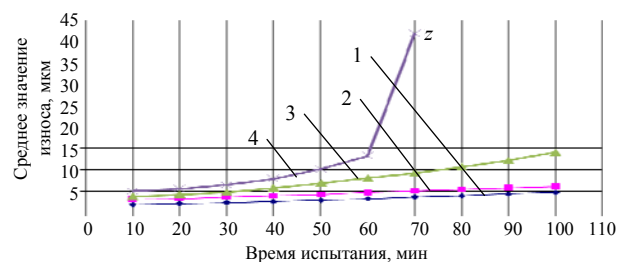


Рис. 7. Микротвердость стали X12MФ при борировании в кипящем слое





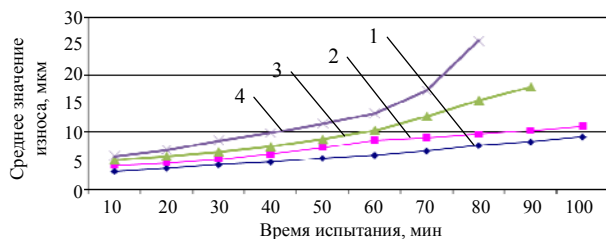


Рис. 9. Износостойкость стали 20, борированной при традиционном печном нагреве, при нагрузках, МПа: 1 – 50; 2 – 100; 3 – 200; 4 – 400

Борированное покрытие, полученное в кипящем слое, хотя и имеет пониженную микротвердость, отличается хорошей вязкостью. Эти слои имеют преимущество при испытаниях на износостойкость в условиях трения – скольжения при небольших нагрузках (50 и 100 МПа). Тогда как двухфазные боридные слои в силу своего строения – игольчатость, наличие границы раздела между боридами FeB и FeB<sub>2</sub> – имеют повышенную хрупкость и скорость разрушения их выше, чем у покрытий, полученных в кипящем слое.

Легирование поверхностных слоев сложнолегированных сталей 4X5MΦC и X12MΦ бором в количестве 7,10 и 7,55 мас. % соответственно привело к увеличению их износостойкости в условиях трения – скольжения со смазкой при всех применяемых нагрузках по сравнению с износостойкостью стали 20, борированной при традиционном печном нагреве (рис. 10, 11). На сталях 4X5MΦC и X12MΦ отсутствует катастрофическое разрушение диффузионного слоя при большой нагрузке – 400 МПа.

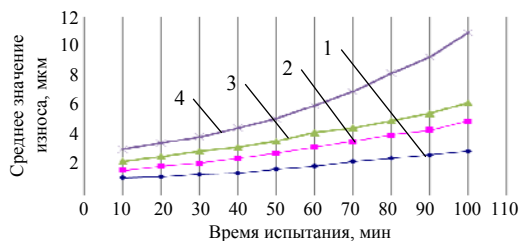


Рис. 10. Износостойкость стали 4X5MΦC, борированной в кипящем слое, при нагрузках, МПа: 1 – 50; 2 – 100; 3 – 200; 4 – 400

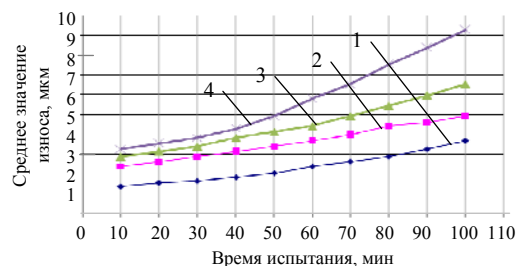


Рис. 11. Износостойкость стали X12MΦ, борированной в кипящем слое, при нагрузках, МПа: 1 – 50; 2 – 100; 3 – 200; 4 – 400

## ВЫВОДЫ

1. Получены боридные покрытия на сталях 20, 4X5MΦC и X12M, обработанных в кипящем слое с использованием в качестве активной засыпки металлотермической порошковой среды для двухфазного борирования. На исследуемых сталях образуются слои, не имеющие характерного игольчатого строения и двухфазной структуры, как при традиционном борировании в печи в контейнерах с плавким затвором.

2. Изменение схемы обработки в кипящем слое и способа флюидизации при использовании в качестве активной засыпки металлотермической порошковой среды для двухфазного борирования не привело к получению на исследуемых сталях диффузионных боридных слоев традиционной структуры и свойств. Вероятно, это станет возможным при использовании порошковой борлирующей среды с увеличенным количеством активного бора.

3. Изучены фазовый и химический составы, структура диффузионных боридных слоев. В поверхностном слое на стали 20 обнаружен сложный оксид алюминия Al<sub>5</sub>(BO<sub>3</sub>)O<sub>6</sub>, а на сталях 4X5MΦC и X12M – борид Fe<sub>2</sub>B.

4. Результаты испытаний износостойкости в условиях трения – скольжения сталей с покрытиями, полученными в кипящем слое, показали, что при небольших нагрузках износостойкость увеличивается в два раза по сравнению с износостойкостью стали 20, борированной при традиционном печном нагреве.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Файншмидт, Е. М. Теория и практика термической обработки в кипящем слое изделий из металлов и сплавов / Е. М. Файншмидт // *Металловедение и термическая обработка металлов.* – 2005. – № 3. – С. 4–19.
2. Баландин, Ю. А. Исследование процесса насыщения штамповых сталей бором и никелем в виброкипящем слое / Ю. А. Баландин // *Известия вузов. Черная металлургия.* – 2005. – № 9. – С. 32–34.
3. Баландин, Ю. А. Комплексное насыщение поверхности инструментальных сталей бором, медью и хромом в псевдооживленном слое / Ю. А. Баландин // *Известия вузов. Черная металлургия.* – 2005. – № 7. – С. 50–52.
4. Алиев, А. А. Цементация и нитроцементация автотракторных деталей в кипящем слое / А. А. Алиев, А. Ю. Ампилогов, Ак. А. Алиев // *Металловедение и термическая обработка металлов.* – 2009. – № 4. – С. 31–33.
5. Исследование порошковых металлотермических сред для борирования / Б. Б. Хина [и др.] // *Вестник БНТУ.* – 2010. – № 1. – С. 31–34.
6. Особенности формирования боридных покрытий из композиционных металлотермических порошковых сред / Н. А. Гальнская [и др.] // *Вестник БНТУ.* – 2011. – № 4. – С. 15–20.

Поступила 02.05.2012