

## ПРИМЕНЕНИЕ АЗОТИРОВАНИЯ СПЕЦИАЛЬНЫХ СТАЛЕЙ В УСЛОВИЯХ НЕСТАЦИОНАРНОГО НАГРЕВА

**Е.К. ПАЦЕКО, А.В. КОВАЛЬЧУК**, канд. техн. наук  
Белорусский национальный технический университет

*Установлено, что азотирование с применением термоциклирования позволяет интенсифицировать скорость формирования диффузионного слоя, а также повысить свойства слоя по сечению образца. С увеличением количества теплосмен происходит повышение толщины нитридной зоны (до 80 мкм), за счет чего микротвердость от поверхности по толщине диффузионного слоя остается на высоком уровне. За равный промежуток времени при термоциклировании образуется на 15–20 % большая толщина термодиффузионного слоя, чем при стационарном режиме.*

**Ключевые слова:** азотирование, термоциклирование, формирование диффузионного слоя, микротвердость.

## APPLICATION OF NITROGENING SPECIAL STEELS IN CONDITIONS OF NON-STATIONARY HEATING

**E.K. PATSEKO, A.V. KOVALCHUK**, Ph. D in Technical Science  
Belarusian National Technical University

*It was established that processes of nitriding under conditions of thermal cycling allow to intensify the rate of the diffusion layer formation and to increase the properties of layer across the sample cross-section. With an increase in number of heat transfers we have increase of the nitride zone thickness (up to 80 microns), due to which the microhardness from surface along the thickness of diffusion layer remains at a high level. For equal period of time thermal cycling produced on 15–20 % greater thickness of the thermodiffusion layer then on stationary condition.*

**Keywords:** nitriding, thermal cycling, formation of a diffusion layer, microhardness.

**Введение.** Широко используемые процессы химико-термической обработки металлов и сплавов, основанные на однократном нагреве и охлаждении, являются наиболее распространенными и обработан-

ными в промышленном производстве, однако зачастую не обеспечивают требуемые окончательные свойства сплавов. Недостатком стационарных процессов является их ограниченное влияние на микро- и субструктуру сплава, а, следовательно, на комплекс эксплуатационных свойств готового изделия. Термоциклирование может быть применено для железоуглеродистых сплавов и осуществляться в температурном диапазоне без полиморфных превращений, что соответствует традиционным температурам азотирования сталей. Температурный градиент, получаемый в процессе термоциклирования, создает значительные растягивающие термические растяжения, способствующие интенсификации процессов диффузии и, следовательно, скорости формирования и роста диффузионного слоя.

Процессы низкотемпературного азотирования также получили широкое распространение, поскольку после них не происходит разупрочнения сердцевины стального изделия и не требуется дополнительная термическая обработка. Однако на сегодняшний день такие процессы не реализуют всех потенциальных возможностей для повышения их эффективности, интенсификации и снижения себестоимости продукции. В связи с этим оптимизация классического процесса азотирования и сокращение времени насыщения в несколько раз при увеличении толщины диффузионного слоя без снижения физико-механических характеристик является актуальной задачей металловедения [1].

В настоящей работе исследовано влияние циклического нагрева при азотировании сталей на толщину, структуру и свойства азотированного слоя.

**Материалы и методики исследований.** Азотирование проводили на установке ФТИ 0.361 на кафедре «Материаловедение в машиностроении» БНТУ. Режимы процесса ИПА: напряжение разряда – 460 В; сила тока – 16 А; рабочее давление – 200 Па. В качестве рабочей среды использовали газовые смеси, состоящие из баллонного азота (ГОСТ 9293-74, сорт первый, повышенной чистоты), баллонного аргона (ГОСТ 10157-79, высший сорт), водорода технического (марка А, вырабатывается автономно из бидисциплированной воды по ТУ 6-09-2502-77).

Исследования структуры термодиффузионных слоев проводили на оптических микроскопах Neophot-21 и Альтами МЕТ 3М, осна-

шенных цифровыми видеокамерами. Для выявления структуры использовали стандартные металлографические реактивы.

**Результаты и их обсуждение.** Температурный интервал термоциклирования при циклическом азотировании инструментальных сталей представляет собой нагрев до 600 °С, выдержку в течение 2 ч и обработку в печи при температуре 400 °С с последующей выдержкой 1 ч (режим 1). Режим 2 заключался в нагреве до 600 °С, выдержке 1 ч и охлаждении в печи до температуры 400 °С с выдержкой в течение 1,5 ч. Режим 3 представляет собой нагрев до 600 °С с выдержкой 0,5 ч и охлаждение в печи до 400 °С с выдержкой 0,5 ч. Продолжительность для всех режимов циклического азотирования составила 8 ч.

После проведения стационарного процесса азотирования при 600 °С в течение 8 ч получили термодиффузионный слой толщиной 110 мкм, микроструктура которого представлена на рисунке 1. Толщину слоя можно определить только по микротвердости, которая имеет свой максимум 1150 HV0.1 на поверхности, а далее идет резкое падение по толщине слоя. Толщина зоны внутреннего азотирования составляет 40 мкм.

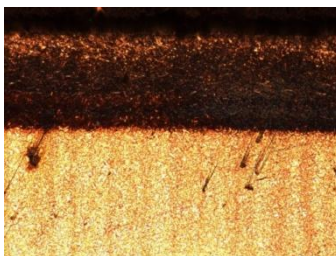


×200

Рисунок 1 – Микроструктура термодиффузионного азотированного слоя на стали 4X5MFC после стационарного насыщения 600 °С, 8 ч

На рисунке 2 представлена микроструктура стали 4X5MFC после термоциклирования по режиму 1 с тремя термоциклами. Результат фактически не отличается от стационарного режима.

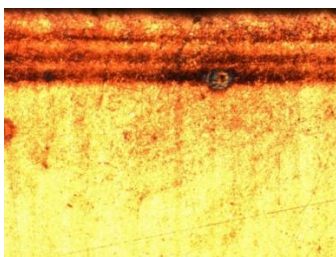
Установлено, что термоциклирование с частотой теплосмен реже, чем 6 за 8 часов, не оказывает значительного интенсифицирующего действия на процесс ионно-плазменного азотирования.



×200

Рисунок 2 – Микроструктура термодиффузионного азотированного слоя на стали 4X5MFC, полученного в результате ИПА с тремя термоциклами

Проведение термоциклирования по режиму 2 с количеством теплосмен, равным 4, показывает отличительные особенности от стационарного режима уже на микроструктуре (рисунок 3). В результате этого термоциклического азотирования формируются композиционные нитридные слои с чередующимися прослойками высокоазотистых и низкоазотистых фаз и азотистого феррита. Толщина слоя составляет 124 мкм. Микротвердость меняется более плавно по толщине слоя, что достигается за счет увеличения зоны внутреннего азотирования, равной уже 60 мкм.

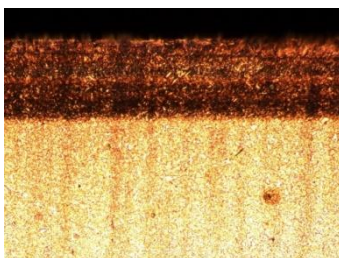


×200

Рисунок 3 – Микроструктура термодиффузионного азотированного слоя на стали 4X5MFC, полученного в результате ИПА с 4 термоциклами

На рисунке 4 изображена микроструктура термодиффузионного слоя, образованного при термоциклическом азотировании с 6 термоциклами. Структура слоя опять же слоистая, однако, представляет собой более тонкие равномерные слои. Общая толщина слоя в

этом случае составляет 138 мкм, из которой 80 мкм занимает зона внутреннего азотирования.



×200

Рисунок 4 – Микроструктуры термодиффузионного азотированного слоя на стали 4X5MFC, полученного в результате ИПА с 6 термоциклами

Установлено, что за равный промежуток времени (8 ч) при термоциклировании формируется на 15–20 % большая толщина термодиффузионного слоя.

На рисунке 5 изображен график распределения микротвердости по толщине азотированного слоя после термоциклических процессов, который показывает, что при уменьшении длительности полуциклов в процессах, заканчивающихся рассасыванием, микротвердость непрерывно и существенно возрастает.

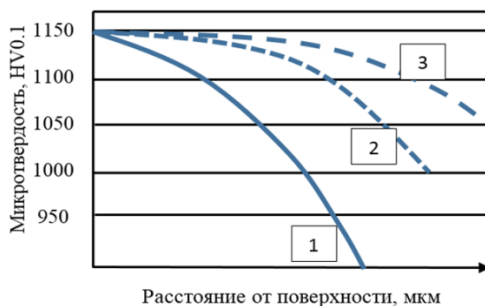


Рисунок 5 – Распределение микротвердости по диффузионному слою

Наиболее низкие значения микротвердости по толщине азотированного слоя наблюдаются после термоциклического азотирования с наибольшей продолжительностью полуциклов (режим 1) на ста-

дии насыщения и деазотирования. С уменьшением продолжительности полуциклов микротвердость диффузионного слоя растет и достигает максимального значения при полуциклах по 0,5 ч.

Максимальное повышение микротвердости в азотированном слое наблюдается также после термоциклического азотирования с продолжительностью полуциклов согласно режиму 2 и режиму 3. Это связано с более интенсивным процессом насыщения образцов азотом за счет образования в азотированном слое зоны азотистого эвтектоида, появление которого при деазотировании ускоряет этот процесс и, соответственно, ускоряет процесс азотирования на последующей стадии насыщения, а также вследствие измельчения зерна в слое при термоцикле.

Установлено, что микротвердость на поверхности слоя после всех режимов одинаковая, однако характер распределения вглубь металла отличается: стационарный режим – резкое падение микротвердости по толщине слоя, термоциклирование – с увеличением количества теплосмен идет увеличение толщины нитридной зоны, имеющей более высокую твердость, что позволяет поддерживать высокую твердость по всей толщине диффузионного слоя.

Для определения и сравнения фазового состава диффузионных слоев на стали 4X5MФС после различных режимов азотирования был проведен рентгеноструктурный анализ дифрактограмм, представленных на рисунках 6, 7. Фазовый состав диффузионных слоев включает в себя нитридные фазы  $Fe_4N$ ,  $Fe_3N$ ,  $CrN$ ,  $Cr_2N$ ,  $Mo_2N$  и  $\alpha$ -Fe. Качественный состав при стационарном режиме и режимах термоциклирования одинаковый, однако, количественный отличается, что позволяет судить о свойствах получаемых слоев. После стационарного режима и термоциклирования в 6 циклов преобладают нитридные фазы  $CrN$ ,  $Fe_3N$ ,  $Mo_2N$ , а после термоциклирования в 4 цикла –  $Fe_4N$ ,  $Fe_3N$ . В таблице 1 представлены некоторые характеристики упрочняющих фаз, присутствующих в слоях, что позволяет судить о свойствах последних. Главное отличие состоит в том, что после термоциклирования в 6 циклов преобладающими являются такие фазы как  $CrN$  и  $Mo_2N$ , микротвердость которых выше, чем у преобладающих фаз при 4 циклах.

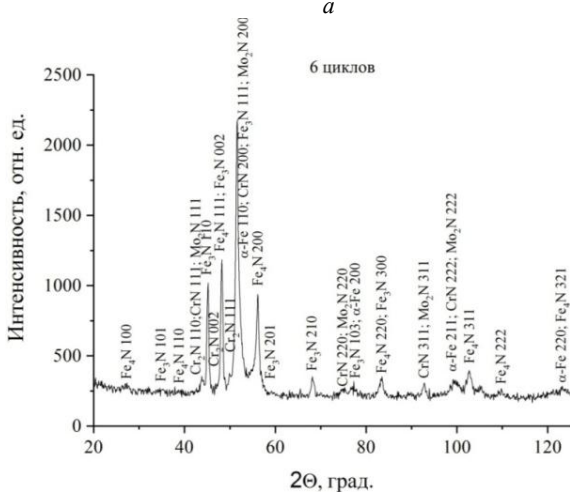
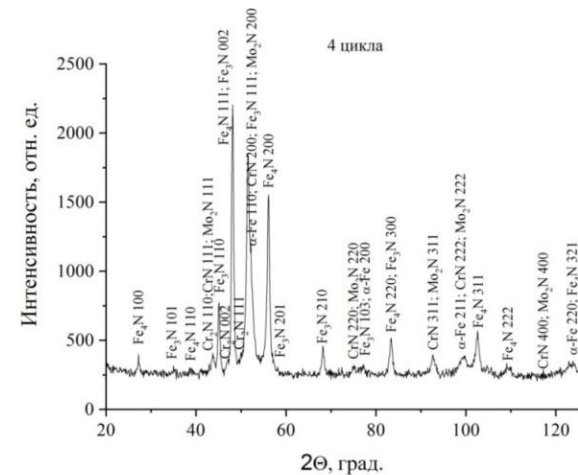


Рисунок 6 – Фрагменты рентгеновских дифрактограмм СоКа от поверхности стали 4Х5МФС, подвергнутой ИПА:

*a* – 4 цикла; *б* – 6 циклов

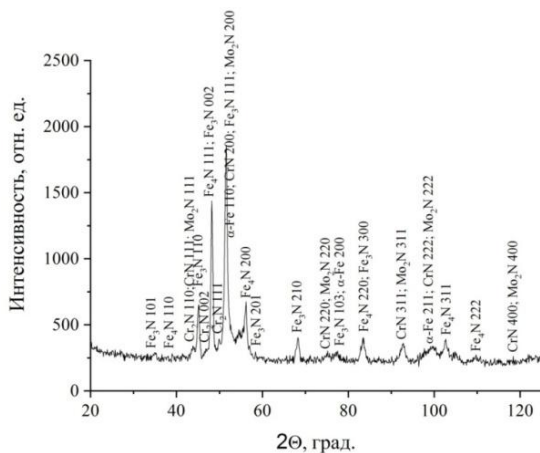


Рисунок 7 – Фрагменты рентгеновских дифрактограмм СоКа от поверхности стали 4Х5МФС, подвергнутой ИПА: стационарный процесс

Таблица 1 – Некоторые упрочняющие фазы на поверхности углеродистой и легированной стали после ХТО

Фаза	Элементарная ячейка	Структурный тип	Содержание неметалла (н.э.), масс. %	Микротвердость, ГПа
Fe <sub>4</sub> N	куб.	Fe <sub>4</sub> N	5,9	7,0–8,0
Fe <sub>3</sub> N	гекс.	Co <sub>2</sub> N	7,7	4,5–6,0
CrN	куб.	NaCl	21,2	10,8
Cr <sub>2</sub> N	гекс.	–	11,9	15,7
Mo <sub>2</sub> N	куб.	NaCl	6,8	6,3

**Заключение.** Таким образом, установлено, что при термоциклировании с частотой менее 1 термоцикла в час толщина слоя практически не отличается от стационарного режима и составляет 110–120 мкм (за 8 ч).

Установлено, что азотирование с применением термоциклирования в условиях печного нагрева позволяет интенсифицировать диффузию азота, скорость формирования диффузионного слоя, а также повысить свойства диффузионного слоя по сечению и на поверхности стали. Тем самым за равный промежуток времени (8 ч) при термоциклировании формируется на 15–20 % большая толщина термодиффузионного слоя.



При термоциклировании образуются термодиффузионные слои композиционного типа, тогда как при стационарном режиме слой на микроструктуре мало отличим от металла, не подвергнутого обработке. Определить толщину такого слоя можно по изменению микротвердости от поверхности вглубь металла.

Микротвердость на поверхности слоя после всех режимов одинаковая, однако характер распределения вглубь металла отличается: при стационарном режиме наблюдается резкое падение микротвердости по толщине слоя (толщина нитридной зоны 40 мкм) при термоциклировании – с увеличением количества теплосмен происходит увеличение толщины нитридной зоны (до 80 мкм), имеющей более высокую твердость, за счет чего микротвердость от поверхности по толщине диффузионного слоя остается на высоком уровне.

Установлено, что после термоциклического азотирования за счет увеличения нитридной зоны уменьшается количество хрупкой фазы, что, как следствие, повышает коррозионную стойкость и износостойкость.

Интенсификация процессов достигается за счет градиента температуры и термических напряжений в поверхностном слое стального изделия; формирования растягивающих напряжений на поверхности во время стадии охлаждения образца, интенсивности теплосмен в единицу времени (не менее 8 раз за 8 ч) при одинаковой общей продолжительности насыщения [2, 3].

### Список литературы

**1. Применение** циклического нагрева при азотировании легированных инструментальных сталей / Г.А. Ткаченко [и др.] // *Металлургия* : Республ. межведом. сб. науч. тр. / редкол.: И. А. Иванов (гл. ред.) [и др.]. – Минск : БНТУ, 2019. – Вып. 40. – С. 179–188.

**2. Кидин, И.Н.** Влияние дефектов структуры аустенита на диффузию углерода / И.Н. Кидин, В.И. Андрияшечкин, В.А. Волков // *Изв. вузов. Черная металлургия*. – 1969. – № 11. – С. 132–135.

**3. Ворошнин, Л.Г.** Теория и практика получения защитных покрытий с помощью ХТО / Л.Г. Ворошнин, Ф.И. Пантелеенко, В.М. Константинов. – Минск : ФТИ НАН Беларуси, 2001. – 148 с.

## References

**1. *Primenenie ciklicheskogo nagreva pri azotirovanii legirovannykh instrumental'nykh stalej*** [Application of cyclic heating for nitriding alloyed tool steels] / G.A. Tkachenko [et al.] // *Metallurgiya: respublikanskij mezhvedomstvennyj sbornik nauchnykh trudov = Metallurgy: republican interdepartmental collection of scientific papers.* – Minsk: BNTU Publ., 2019 – Vyp. 40. – P. 179–188.

**2. *Kidin, I.N. Vliyanie defektov struktury austenita na diffuziyu ugleroda*** [Influence of structural defects of austenite on carbon diffusion] / I.N. Kidin, V.I. Andryushechkin, V.A. Volkov // *Izv. vuzov. Chernaya metallurgiya = Proceedings of higher educational institutions. Ferrous metallurgy.* – 1969. – No. 11. – P. 132–135.

**3. *Voroshnin, L.G. Teoriya i praktika polucheniya zashchitnykh pokrytij s pomoshch'yu HTO*** [Theory and practice of obtaining protective coatings using thermal chemical treatment] / L.G. Voroshnin, F.I. Panteleenko, V.M. Konstantinov. – Minsk: FTI NAS Belarus Publ., 2001. – 148 p.

*Поступила 21.08.2020*

*Received 21.08.2020*