ЕЖЕМЕСЯЧНЫЙ НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКИЙ И ПРОИЗВОДСТВЕННЫЙ ЖУРНАЛ

УПРОЧНЯЮЩИЕ ТЕХНОЛОГИИ И ПОКРЫТИЯ

№ 4 (28)
апрель
2007

Издается с января 2005 г.

Главный редактор
д-р физ.-мат. наук,
заслуженный деятель
науки РФ
В.Н. НЕВОЛИН

Председатель редакционного совета
д-р техн. наук, заслуженный
деятель науки и техники РФ
В.Ф. БЕЗЪЯЗЫЧНЫЙ

Заместители главного редактора:
И.Н. ЖЕСТКОВА
д-р физ.-мат. наук
В.Ю. ФОМИНСКИЙ

Заместители председателя редакционного совета:
д-р техн. наук
В.Ю. БЛЮМЕНШТЕЙН
д-р техн. наук
А.В. КИРИЧЕК
д-р техн. наук
О.В. ЧУДИНА

Редакционный совет:
Ю.П. АНКУДИМОВ
А.П. БАБИЧЕВ
В.П. БАЛКОВ
С.Н. ГРИГОРЬЕВ
В.Ю. ЗАМЯТИН
В.А. ЗЕМСКОВ
С.А. КЛИМЕНКО
В.А. ЛЕБЕДЕВ
В.В. ЛЮБИМОВ
Ф.И. ПАНТЕЛЕЕНКО
Ю.В. ПАНФИЛОВ
Х.М. РАХИМЯНОВ
Б.П. САУШКИН
В.П. СМОЛЕНЦЕВ
А.М. СМЫСЛОВ
В.А. ШУЛОВ
М.Л. ХЕЙФЕЦ

Редакция:
Н.А. ФЕТИСОВА
И.В. СИНЦОВА
Т.В. ПАРАЙСКАЯ

Отв. за подготовку номера
д-р. техн. наук О.В. ЧУДИНА

Журнал распространяется по подписке, которую можно оформить в любом почтовом отделении (индексы по каталогам: "Роспечать" **85159**, "Пресса России" **39269**, "Почта России" **60252**) или в издательстве.

Тел.: (495) 269-52-98, 269-66-00, 268-40-77.

Факс: (495) 269-48-97.

E-mail: realiz@mashin.ru, utp@mashin.ru

Журнал зарегистрирован в Министерстве РФ по делам печати, телерадиовещания и средств массовых коммуникаций. Свидетельство о регистрации ПИ № 77-17733 от 09.03.04 г.

СОДЕРЖАНИЕ

Петрова Л.Г. Кафедре металловедения и термообработки МАДИ (ГТУ) – 50 лет 3

ХИМИЧЕСКАЯ, ХИМИКО-ТЕРМИЧЕСКАЯ И ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКАЯ ОБРАБОТКА

Петрова Л.Г. Упрочнение аустенитных сталей и сплавов за счет формирования твердого раствора при азотировании 9

Александров В.А., Петрова Л.Г., Фомина Ю.Г. Планирование эксперимента и обработка результатов исследований по азотированию сталей в аммиачно-воздушных атмосферах 18

ОБРАБОТКА КОМБИНИРОВАННЫМИ МЕТОДАМИ

Чудина О.В. Моделирование процессов азотирования железной матрицы, дискретно легированной при лазерном нагреве 24

Чудина О.В., Александров В.А., Уханов Н.В., Самойлов В.И. Повышение износостойкости конструкционных сталей комбинированным методом термодиффузионного упрочнения 29

ОБРАБОТКА КОНЦЕНТРИРОВАННЫМИ ПОТОКАМИ ЭНЕРГИИ

Белашова И.С., Тарасова Т.В. Исследование кинетики массопереноса при лазерном легировании конструкционных сталей углеродом и кремнием в режиме оплавления поверхности 34

Белашова И.С., Шашков Д.П. Изменение механических и тепловых характеристик инструментальных сталей при лазерном легировании 39

КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА УПРОЧНЯЮЩЕЙ ОБРАБОТКИ

Александров В.А., Петрова Л.Г., Лохова Т.П., Шестопалова Л.П. Разработка комплекса методов исследования структуры и свойств упрочненных материалов и поверхностных слоев 44

Журнал входит в Перечень утвержденных ВАК РФ изданий для публикации трудов соискателей ученых степеней

© Издательство "Машиностроение", "Упрочняющие технологии и покрытия", 2007

THE MONTHLY SCIENTIFIC AND PRODUCTION JOURNAL

STRENGTHENING TECHNOLOGIES AND COATINGS

№ 4 (28)
April
2007

Since 2005, January

Editor-in-Chief
Dr of Phys. Math. Sci.,
The honoured worker
of a science of the RF
V.N. NEVOLIN

Chair of Editorial Council
Dr of Eng. Sci., The honoured
worker of a science and
technics of the RF
V.F. BEZYAZYCHNYI

Editorial Assistants:
I.N. ZHESTKOVA
Dr of Phys. Math. Sci.
V.Yu. FOMINSKY

Chairman Assistants:
Dr of Eng. Sci.
V.Yu. BLUMENSTEIN
Dr of Eng. Sci.
A.V. KIRICHEK
Dr of Eng. Sci.
O.V. CHUDINA

Editorial council:
Yu.P. ANKUDIMOV
A.P. BABICHEV
V.P. BALKOV
S.N. GRIGORIEV
V.Yu. ZAMYATIN
V.A. ZEMSKOV
S.A. KLIMENKO
V.A. LEBEDEV
V.V. LYUBIMOV
F.I. PANTELEENKO
Yu.V. PANFILOV
H.M. RAHIMYANOV
B.P. SAUSHKIN
V.P. SMOLENTSEV
A.M. SMYSLOV
V.A. SHULOV
M.L. KHEIFETS

Edition:
N.A. FETISOVA
I.V. SINTSOVA
T.V. PARAYSKAYA

Responsible for preparation of number
Dr. of Eng. Sci.
O.V. CHUDINA

Journal is spreaded on a subscription, which can be issued in any post office (index on the catalogues: "Rospechat" **85159**, "Pressa Rossii" **39269**, "Pochta Rossii" **60252**) or in publishing office.

Ph.: (495) 269-52-98, 269-66-00, 268-40-77.

Fax: (495) 269-48-97

E-mail: realiz@mashin.ru, utp@mashin.ru

Journal is registered by RF Ministry Tele- and Broadcasting of Mass Communications Media. The certificate of registration ПИ № 77-17733, March 9, 2004

CONTENTS

Petrova L.G. Department of physical metallurgy and heat treatment of MADI (STU) – 50 years 3

CHEMICAL, CHEMICO-THERMAL AND ELECTROCHEMICAL PROCESSING

Petrova L.G. Strengthening of austenitic steels and alloys due to forming of solid solution by nitriding 9

Aleksandrov V.A., Petrova L.G., Fomina Yu.G. Design of an experiment and processing of results on nitriding of steels in ammonia-air atmospheres 18

PROCESSING BY COMBINED METHODS

Chudina O.V. Modeling of nitriding process for discretely alloyed iron matrix received at laser heating 24

Chudina O.V., Aleksandrov V.A., Samoilov V.I., Ukhanov N.V. The combined method of constructional steels wearlessness increasing by thermal-diffusion hardfacing 29

PROCESSING BY CONCENTRATED STREAMS OF ENERGY

Belashova I.S., Tarasova T.V. The kinetic research of mass transfer in process of laser alloying by carbon and silicon for constructional steels in process of melting 34

Belashova I.S., Shashkov D.P. Mechanical and thermal characteristics changes at laser alloying for tool steels 39

QUALITY CONTROL OF STRENGTHENING PROCESSING

Aleksandrov V.A., Petrova L.G., Lokhova T.P., Shestopalova L.P. Development of complex of methods of strengthened materials and surface layers structure and properties investigation 44

Journal is included in the List of the Highest Attestation Committee of Russian Federation (VAK RF) for publication of basic results of doctoral theses

© "Mashinostroenie Publishers", "Strengthening Technologies and Coatings", 2007

Л.Г. Петрова, *зав. кафедрой, д-р техн. наук, проф. (МАДИ (ГТУ))*

Кафедре металловедения и термообработки МАДИ (ГТУ) – 50 лет

Кафедра металловедения и термообработки была создана в Московском автомобильно-дорожном институте в 1957 г., что было связано с бурным развитием в начале 50-х годов отечественного автомобильного и дорожного машиностроения. Со дня основания кафедрой руководил д-р техн. наук, заслуженный деятель науки и техники РФ, лауреат Государственной премии СССР, крупнейший ученый с мировым именем в области металловедения проф. Юрий Михайлович Лахтин.

Под руководством Ю.М. Лахтина кафедра за короткое время заняла лидирующее положение среди родственных кафедр машиностроительных и политехнических вузов страны. Заслуга проф. Лахтина заключается не только в его личном вкладе в металловедческую науку, но и в создании школы, основу которой составляют десятки ученых, объединенных общими научными подходами.

После ухода из жизни Ю.М. Лахтина в 1995 г. исполнение обязанностей заведующего кафедрой было возложено на проф. Наталью Эрнестовну Струве. С 1996 по 2005 г. кафедрой заведовал д-р хим. наук, проф. Дмитрий Павлович Шашков. С февраля 2005 г. заведующим кафедрой является д-р техн. наук, проф. Лариса Георгиевна Петрова.

Традиции научной школы Ю.М. Лахтина

Под руководством проф. Ю.М. Лахтина были проведены многочисленные исследовательские работы, направленные на разработку и внедрение в промышленность процессов химико-термической обработки и других упрочняющих технологий.

Среди многих научных направлений, входящих в сферу интересов кафедры, исторически приоритетным было развитие теории и технологии процессов азотирования металлов и сплавов. Развитие современного азотирования базируется на теоретических разработках, которые проводились на кафедре при личном участии и под непосредственным руководством проф. Лахтина. Неоценимый вклад в теорию процессов азотирования внесли работы Ю.М. Лахтина и Я.Д. Когана по систематизации и классификации этих процессов, а также созданная на кафедре концепция регулирования активности атмосферы и азотного потенциала как инструмента контроля процесса газового азотирования.

Исследования кафедры в области азотирования заслуженно получили международное признание. По инициативе Ассоциации металловедов России учреждены Лахтинские мемориальные чтения, которые проводятся на международном уровне. Третьи Лахтинские мемориальные чтения прошли в сентябре 2003 г. в Варшаве и были целиком посвящены современному состоянию и разработке процессов азотирования ("Nitriding technology").

Кафедра металловедения и термообработки МАДИ быстро заняла ведущие позиции в разработке различных технологических процессов азотирования и автоматизированного оборудования для их реализации. К концу 1960-х годов азотирование уже широко использовали в промышленности, внедрялось большое количество новых технологических процессов в разных температурных интервалах и насыщающих средах для упрочнения деталей машин, работающих в различных условиях. Так, технологические разработки кафедры по низкотемпературной нитроцементации деталей дорожно-строительного инструмента были удостоены премии ВНТО машиностроителей им. Н.А. Минкевича.

В те же годы на кафедре были начаты работы по азотированию с использованием электрофизических методов воздействия (тлеющий и коронный разряды, процессы с индукционным нагревом, с наложением магнитного поля или ультразвукового воздействия). Эти исследования внесли большой вклад в разработку научных основ промышленных технологий и оборудования. Именно на кафедре МАДИ была разработана и изготовлена первая в стране установка для ионного азотирования.

Исследования кафедры позволили значительно расширить диапазон азотируемых материалов. Помимо традиционных процессов азотирования конструкционных сталей и чугунов были разработаны технологии азотирования в целях повышения эксплуатационных характеристик тугоплавких металлов (ниобия, тантала, молибдена, ванадия, хрома, титана), инструментальных, титансодержащих, коррозионно-стойких и жаропрочных сталей.

В конце 1970-х годов на кафедре начались работы по применению компьютерной техники в металловедении и, в частности, по разработке программного обеспечения и компьютерному моделированию процессов, происходящих при азотировании. Эти исследования создали предпосылки для комплексной автоматизации процессов азотирования и других видов *химико-термической обработки* (ХТО) с использованием микроЭВМ и ПЭВМ в цепи управления.

Большинство научных исследований, проводимых на кафедре, доведены до промышленного внедрения, включая разработку и реализацию оборудования при участии отраслевых лабораторий и филиалов кафедры на предприятиях. Изготовлены и внедрены в производство отдельные системы, приборы и установки (для ХТО в кипящем слое, для низкотемпературной диффузионной металлизации, установки с системой азотирования с программным регулированием –

САРПА); созданы участки ХТО с программным управлением.

Помимо процессов азотирования в сфере научных интересов кафедры были и другие процессы поверхностного упрочнения металлов и сплавов. В 1960-е годы аспирантами проф. Лахтина выполнены исследования по технологиям газового борирования и силицирования стали. В более поздние годы были разработаны технологии борирования, силицирования, алитирования и хромирования с использованием самовоспламеняющегося высокотемпературного синтеза.

С 1980-х годов под руководством Ю.М. Лахтина на кафедре проводились обширные исследования перспективного способа поверхностного упрочнения с применением лазерного нагрева. Получен высокий упрочняющий эффект при лазерной термической обработке и поверхностном легировании конструкционных и инструментальных сталей, чугунов, титановых, алюминиевых и медных сплавов.

В то же время на кафедре начало развиваться интересное научное направление, связанное с получением защитных покрытий из паров металлоорганических соединений. На базе технологии осаждения была создана гамма композиционных материалов металл–неметалл, металл–химическое соединение. Были разработаны технологии получения декоративных покрытий, осаждаемых из паров бис-ареновых соединений хрома, и сконструированы установки для получения этих покрытий.

Современные направления научных исследований кафедры

1. Разработка и совершенствование регулируемых технологий химико-термической обработки. Многие из научных направлений, исторически сложившихся на кафедре, продолжают развиваться в настоящее время, и, в первую очередь, это совершенствование процессов азотирования. Разрабатываются новые регулируемые технологии азотирования, основанные на использовании широчайших возможностей этого процесса, которые позволяют получать принципиально различные варианты строения и фазового состава азотированного слоя, определяющие работоспособность изделий в условиях изнашивания, воздействия коррозионной среды, знакопеременных нагрузок, а также сопротивление ползучести при повышенных температурах. Современные способы регулирования параметров азотирования позволяют находить новые технологические решения, реализация которых обеспечивает широкий диапазон физико-механических характеристик материалов.

Так, под руководством проф. Л.Г. Петровой разработаны варианты технологии высокотемпературного азотирования для коррозионно-стойких аустенитных хромоникелевых сталей и жаростойких нихромов на основе термодинамического моделирования. Оптимизация параметров азотирования обеспечивает заданные состав и структуру слоя для повышения твердости, износостойкости, прочностных характеристик, сопротивления ползучести, стойкости к электрохимической и газовой коррозии. Для реализации этих технологий на кафедре разработана усовершенствованная система автоматизированного регулирования процессов ХТО. Эта система позволяет поддерживать оптимальные для каждого случая режимы азотирования путем автоматического дозирования состава насыщающей смеси и возможности его корректирования в процессе насыщения по заданной программе на основании поступающих данных о ходе процесса и параметрах слоя.

На кафедре проводятся работы по совершенствованию технологических процессов азотирования в различных насыщающих атмосферах: смесях азота или аммиака с аргоном, добавками метана, пропана, диссоциированного аммиака, воздуха, паров воды или водных растворов. Регулируемые технологии ХТО открывают возможности оптимизации процессов азотирования широкой номенклатуры сталей перлитного, аустенитного и карбидного классов путем управления их фазовым составом, контроля толщины слоя, скорости его роста и характера распределения микротвердости.

Возможности регулируемого азотирования в сочетании с компьютерным обеспечением позволили применить ряд технологий диффузионного насыщения в разных средах для упрочнения инструмента из быстрорежущих и хромистых сталей.

Разработана программа, позволяющая выбирать технологический вариант азотирования с заданным азотным потенциалом в зависимости от типа инструмента (сверла, метчики, плашки) и его размера (кривизны режущей кромки).

Таким образом, на современном этапе совершенствования технологий азотирования усиливается тенденция к разработке комплексных процессов химико-термической обработки при научно обоснованном применении многокомпонентных газовых сред (нитрооксидирование, оксикарбонитрирование и др.). Например, комплексное насыщение сталей азотом и кислородом позволяет резко повысить коррозионную стойкость и износостойкость, заменить гальванические процессы на экологически безвредное диффузионное насыщение.

На кафедре продолжает активно развиваться научное направление разработки ресурсосберегающих технологий и интенсификации процессов ХТО. Эти технологии направлены не только на повышение эксплуатационных характеристик материалов в целях увеличения долговечности и надежности машин, но и

на снижение затрат на технологические процессы обработки материалов путем экономии энергоресурсов и расходных материалов, автоматизации и сокращения длительности процессов, повышения эффективности обработки.

Проблемы разработки регулируемых и ресурсосберегающих технологий поверхностного упрочнения решались на кафедре в рамках проведения научной работы по гранту Минобразования РФ по фундаментальным исследованиям в области технических наук на тему: "Разработка регулируемых и комбинированных технологий азотирования легированных сталей и сплавов для получения материалов с заданными свойствами" (2003–2005 гг.). В процессе выполнения работы были выделены три основных направления научных исследований по разработке следующих процессов: высокотемпературное внутреннее азотирование жаропрочных сталей и сплавов с регулируемым строением и фазовым составом азотированного слоя; азотирование коррозионно-стойких сталей с регулируемым составом насыщающей атмосферы; комбинированные процессы азотирования лазерно-легированной поверхности малоуглеродистых сталей. Каждое направление исследований представляет собой новое технологическое решение в области химико-термической обработки и поверхностного упрочнения.

2. Комплексное моделирование процессов поверхностного упрочнения. Широкое применение компьютерных технологий дает новые возможности для решения задач металловедения. Применительно к упрочняющим технологиям это, в первую очередь, компьютерное моделирование физических процессов, происходящих в металлах и сплавах при различных внешних воздействиях.

Профессорами кафедры Л.Г. Петровой и О.В. Чудиной предложен принципиально новый подход к разработке упрочняющих технологий, предусматривающий использование современных достижений структурной теории прочности. На основе законов дислокационной теории созданы модели различных механизмов упрочнения, устанавливающие количественные зависимости между структурным состоянием материала и его механическими свойствами. Совокупность таких металлофи́зических моделей позволяет прогнозировать уровень упрочнения материала при обработке разных видов. Таким образом, теоретические концепции структурной теории находят практическое применение для создания новых технологий в целях получения материалов с заданными эксплуатационными свойствами.

В частности, структурные модели упрочнения используют при разработке и оптимизации таких перспективных и прогрессивных способов поверхностного упрочнения, как технологические процессы с применением высококонцентрированных источников нагрева, например лазерного воздействия. Установлено, что активизация наибольшего числа упрочняющих механизмов возможна при реализации комбинированных технологий. Эти технологии позволяют сформировать структуру упрочненного слоя с оптимальным соотношением структурных параметров, отвечающих за повышение как прочностных, так и пластических свойств.

Математическое моделирование применяют при разработке технологий лазерного упрочнения различных материалов. Профессором И.С. Белашовой разработана модель интегральной твердости зоны лазерного легирования инструментальных сталей, позволяющая при оптимизации технологического режима *лазерной химико-термической обработки* (ЛХТО) прогнозировать износ инструмента в зависимости от состава насыщающей обмазки. Технологические исследования направлены на разработку способов поверхностного упрочнения инструментальных сталей, включающих ЛХТО, термогазоциклическое азотирование и нанесение покрытий из паров металлоорганических соединений.

Фактически разработка процессов, позволяющих регулировать структурное состояние металлов и покрытий на атомно-кристаллическом уровне, подводит к созданию новых материалов и поверхностных слоев на основе *нанотехнологий*.

Работа в этом направлении показала, что применение теоретических закономерностей и структурных моделей для разработки технологий поверхностного упрочнения требует единого методологического подхода. Выработке такого подхода посвящена научно-исследовательская работа по проекту "Научные и методологические аспекты исследований в инженерии поверхности металлических материалов", выполняемому в рамках аналитической ведомственной целевой программы Минобразования и науки РФ "Развитие научного потенциала высшей школы (2006–2008 гг.)". Результатом этой работы станет методологический комплекс, который будет включать математические и физические модели, составляющие теоретическую базу для прогнозирования показателей свойств материалов после упрочняющей обработки разных видов на основе закономерностей изменения их структурного состояния, новые и усовершенствованные методы исследования упрочненных слоев и покрытий, а также технологические рекомендации по разработке новых процессов модифицирования поверхности материалов.

3. Новые методы исследования материалов и поверхностных слоев. Очевидно, что создание и совершенствование методов исследования являются важнейшими задачами экспериментального блока методологического комплекса по разработке упрочняющих технологий.

В 2003 г. кафедра металловедения и термообработки победила в конкурсе Минобразования РФ по выбору экспериментальной площадки для выполнения проекта "Материально-техническое оснащение центров коллек-

тивного пользования материаловедческого профиля". В соответствии с этим проектом на кафедре организован *Центр коллективного пользования* (ЦКП) пробоподготовки и анализа материалов, научным руководителем которого является проф. Л.Г. Петрова.

К основным задачам ЦКП относятся научные исследования в области разработки упрочняющих технологий в целях повышения надежности и долговечности деталей машин и инструмента, изучение причин отказов деталей машин при эксплуатации и проведение материаловедческой экспертизы, а также повышение эффективности и качества преподавания материаловедческих дисциплин студентам технических специальностей и аспирантам путем активного использования исследовательского комплекса в учебном процессе.

ЦКП оснащен современным оборудованием, которое представляет собой исследовательский комплекс, позволяющий с высокой производительностью и эффективностью выполнять полный цикл базовых исследований материалов – от автоматизированного процесса подготовки образцов до получения детальной информации о структурных особенностях материала и его свойствах.

Оснащение кафедры новейшим оборудованием для анализа материалов и создание металловедческого центра коллективного пользования дали импульс к развитию нового научного направления – разработки комплекса современных методик исследования структуры и свойств металлов и сплавов. К ним относятся, в частности, *количественные методы анализа структуры* с помощью компьютерной обработки изображений. Метод используется при исследовании строения поверхностных слоев, полученных способами химико-термической обработки, для определения количественного соотношения фаз, параметров зёренной структуры, толщины слоя и его отдельных участков, объемной доли, геометрических параметров дисперсных выделений вторичных фаз и т.д.

Компьютерные методы обработки существенно расширяют возможности *дюрометрических исследований*, которые позволяют провести количественный анализ профилей изменения микротвердости по глубине упрочненного слоя сталей и сплавов. С введением новых интегральных и дифференциальных параметров твердости, характеризующих, соответственно, статические и динамические свойства упрочненного слоя, становится возможным экспресс-анализ поверхности на хрупкость (работа на скалывание) и диагностика работоспособности слоя в условиях изнашивания.

Под руководством науч. сотр. В.А. Александрова разработан новый метод исследования химического и фазового состава стали, применяющийся для анализа строения слоев, упрочненных химико-термической обработкой, – *лазерный эмиссионный микроспектральный анализ*. Применение цифровой камеры в сочетании с персональным компьютером позволяет полностью автоматизировать процесс анализа – от съемки спектрограмм до их расшифровки с выдачей локального химического состава и концентрации компонентов.

Предпринята попытка использовать так называемый *эффект Кирлиана* для экспресс-анализа структурного и фазового состояния металлов. Этот эффект заключается в специфическом свечении объектов под воздействием высоковольтных разрядов. Каждый из элементов, содержащихся в исследуемых образцах, имеет индивидуальный спектр излучения, поэтому сочетание цветов на фотографии указывает на наличие тех или иных элементов, фаз или структурных составляющих. Путем цифровой обработки цветного изображения с помощью компьютерной программы можно осуществить количественный структурный и фазовый анализ. Этот метод позволяет исследовать структурные и фазовые изменения упрочненных зон сталей, чугунов, цветных сплавов после химико-термической обработки, а также проводить фрактографический анализ изломов.

Эти и другие новые методы исследований используют не только при разработке упрочняющих технологий, но и в других прикладных исследованиях, например при разработке методик выбора материалов, способов диагностики и выявления причин отказов и разрушений деталей машин.

4. Материаловедческая экспертиза отказов и разрушений деталей машин при эксплуатации. Это направление предопределило разработку комплекса методов металловедческой экспертизы, в частности, применительно к автомобильным деталям.

Причиной аварийного разрушения отдельных деталей узлов и агрегатов автомобиля может послужить брак, допущенный на одном из этапов изготовления детали, некачественный ремонт, несвоевременная замена изношенных деталей, действие на деталь или узел усилий, превышающих конструкционную прочность.

Целью экспертизы является диагностика причин разрушений и отказов деталей машин, которые могут быть вызваны как эксплуатационными факторами, так и отклонениями состава материала детали или технологического процесса ее изготовления и обработки от нормативных требований.

Комплексная металловедческая экспертиза включает совокупность методов исследования (металлографический анализ структуры, спектрографический анализ химического состава, дюрометрические исследования, электронная микроскопия, фрактография, исследования фазового состава и т.д.), с помощью которых выявляют нарушения условий эксплуатации вышедшей из строя детали, конструкции, либо устанавливаются изначальные дефекты детали, связанные с составом или видом (качеством) обработки материала.

Проблемы эксплуатационных отказов и определения причин выхода из строя деталей автомобиля находятся в центре внимания лаборатории ЛАРО-МАДИ, которая проводит исследования на базе кафедры металловедения и термообработки под руководством зав. лабораторией, доц. кафедры Т.Е. Лихачевой. Необходимо отметить, что эти исследования вызывают особый интерес у наших студентов-автомобилистов.

На кафедре проводятся работы по изучению природы хрупкости хладноломких материалов (химических соединений различных структурных классов, полупроводниковых материалов, тугоплавких металлов и их сплавов). В течение многих лет проф. Д.П. Шашков занимается исследованием металлофизических основ хрупкости таких материалов; им разработаны технологии, позволяющие устранять хрупкость и получать их в пластичном состоянии при комнатной температуре.

Показатели научных достижений

За годы работы кафедры ее сотрудниками получено более 120 авторских свидетельств и патентов на изобретения, опубликовано более 1000 научных статей, издано около 40 монографий. К наиболее значимым научным изданиям, выпущенным на кафедре в последние годы, можно отнести следующие работы:

- Д.П. Шашков "Металлофизические основы хрупкости материалов с ковалентным типом связи" (2005);
- И.С. Белашова, Д.П. Шашков "Поверхностное упрочнение инструментальных сталей" (2004);
- В.М. Приходько, Л.Г. Петрова, О.В. Чудина "Металлофизические основы разработки упрочняющих технологий" (2003);
- О.В. Чудина "Комбинированные методы поверхностного упрочнения сталей с применением лазерного нагрева" (2003);
- "Современные упрочняющие технологии и их применение" (сборник научных трудов, посвященный 95-летию со дня рождения Ю.И. Лахтина, 2005);
- "Методы поверхностного упрочнения деталей машин и инструментов" (сборник научных трудов, 2002).

С 1981 г. в МАДИ (ГТУ) работал диссертационный совет под руководством Ю.М. Лахтина. Бессменным ученым секретарем диссертационного совета был доц. М.А. Потапов. За годы существования кафедры защитили диссертации более 70 аспирантов и сотрудников кафедры. Специалисты из Болгарии, Румынии, Ирака, Египта, Ливана и других стран обучались в аспирантуре на кафедре и успешно защитили кандидатские диссертации. С 2000 г. диссертационный совет работает в новом составе: председателем совета стал ректор МАДИ (ГТУ) д-р техн. наук, член-кор. РАН, проф. Вячеслав Михайлович Приходько. В обновленном совете защитили докторские диссертации сотрудники кафедры Л.Г. Петрова (2001), О.В. Чудина (2004), И.С. Белашова (2005).

Под руководством Ю.М. Лахтина кафедра способствовала объединению металловедов, работающих в различных отраслях промышленности разных стран. Научные исследования на кафедре проводились совместно с предприятиями и научно-исследовательскими институтами СССР и России. В рамках международного сотрудничества проводились работы с научно-исследовательскими институтами и вузами Польши, Болгарии, Венгрии, Китая и др.

В последние годы кафедра укрепляет свое положение в международных научных кругах. Сотрудники кафедры активно участвуют в международных конференциях и симпозиумах, посвященных современным проблемам упрочняющей обработки металлов, публикуя свои материалы и выступая с докладами. Результаты научных исследований, полученные на кафедре за последние годы, были представлены, в частности, на ежегодных форумах Международной федерации термообработки и инженерии поверхности (IFHTSE), Международном семинаре "Технология азотирования. Теория и практика" в Варшаве (Польская Республика, 2003), 2-й Международной конференции "Применение термообработки и инженерии поверхности в автомобильной промышленности" (Италия, 2005), 3-й Международной конференции "Моделирование термических процессов" (Венгерская Республика, 2006).

Успехи кафедры в научной работе традиционно представляются на ежегодных выставках "Достижения МАДИ (ГТУ)". Экспозиции посвящены новым технологиям химико-термической обработки, способам поверхностного упрочнения с использованием лазерного и ультразвукового воздействия, презентации исследовательского комплекса анализа материалов и результатов деятельности лаборатории исследования отказов и разрушения деталей машин. К подготовке участия в выставках активно привлекаются аспиранты и студенты, которые представляют результаты своих научных работ, в том числе в области технологических способов ХТО и металловедческой экспертизы. Кафедру неоднократно награждали дипломами выставки, в частности в 2006 г. за разработку перспективных технологий упрочнения деталей машин и инструмента.

Учебный процесс и методическая работа

Кафедра традиционно уделяет внимание методике преподавания и повышению эффективности педагогического процесса. Большая роль в совершенствовании вузовского инженерного образования принадлежит Ю.М. Лахтину. Им написан ряд учебников, ос-

новным из которых является "Металловедение и термическая обработка". Этот учебник переведен на английский, французский, арабский, китайский языки и широко используется для подготовки специалистов во многих странах. В 1987 г. третье издание этого учебника было удостоено Государственной премии СССР. Книги Ю.М. Лахтина отличаются глубоким теоретическим содержанием и ясным, доступным изложением, благодаря чему они очень популярны.

С 1972 г. проф. Ю.М. Лахтин возглавлял научно-методический совет по технологии конструкционных материалов и материаловедению Госкомобразования СССР. Заместителем председателя этого совета была проф. Н.Э. Струве, работавшая с Лахтиным со дня основания кафедры. Совместно ими был создан ряд учебных программ по металловедению. В настоящее время проф. Н.Э. Струве остается одним из наиболее авторитетных специалистов по методике преподавания металловедческих дисциплин.

Коллектив кафедры бережно сохраняет многолетние традиции преподавания, заложенные профессорами Ю.М. Лахтиным, Н.Э. Струве, Я.Д. Коганом, доцентами А.К. Огилько, К.М. Гельфанд, Т.М. Иващенко, Г.Н. Неустроевым, Н.Э. Айрапетян, Г.В. Гладовой, Л.И. Колыхан, С.А. Жиляевой.

В настоящее время кафедра принимает активное участие в работе научно-методического совета по материаловедению и технологии конструкционных материалов при Министерстве образования и науки РФ; проф. И.С. Белашова является заместителем председателя этого совета. Уже пять лет существует возобновленный совет, и ежегодно проходят Всероссийские совещания заведующих кафедрами материаловедения и технологии конструкционных материалов по актуальным проблемам деятельности технологических кафедр вузов: подготовка специалистов, формирование механизмов интеграционной деятельности кафедр, развитие научной, научно-методической и издательской работы.

Сотрудниками кафедры совершенствуются программы и содержание дисциплин "Материаловедение", "Металловедение и технология конструкционных материалов", "Электротехническое материаловедение", "Выбор материалов". Разработаны новые специальные дисциплины, такие как "Конструкционные металлические и неметаллические материалы", "Оборудование для упрочняющих технологий", "Теоретические основы современных методов упрочнения", "Фрикционные материалы" и др. Регулярно обновляются и издаются учебные и методические пособия по различным дисциплинам. За последние годы изданы следующие учебные пособия:

- Л.Г. Петрова, Г.В. Гладова, О.В. Чудина, И.С. Белашова "Классификация и маркировка сталей" (2006);
- Г.В. Гладова, Л.Г. Петрова, О.В. Чудина, Т.Е. Лихачева "Износостойкие материалы" (2005);
- О.В. Чудина, Г.В. Гладова "Выбор материалов" (2003);
- Д.П. Шашков "Материаловедение в автомобилестроении" (2003);
- Г.В. Гладова, Д.П. Шашков "Композиционные материалы" (2003);
- Л.Г. Петрова "Методы исследования структуры металлических материалов" (2002);
- М.А. Потапов, Л.Г. Петрова "Электроматериаловедение" (2000);
- Л.Г. Петрова, О.В. Чудина "Методы повышения конструктивной прочности сталей и сплавов" (2000).

Сотрудники кафедры активно внедряют современные технические средства в учебный процесс, включая мультимедийные обучающие технологии. Совместно с кафедрой "Автоматизированные системы управления" проводится работа над инновационным учебно-методическим комплексом по дисциплине "Материаловедение" с использованием средств мультимедиа. Задача такого издания – наглядная визуализация с помощью компьютерных технологий процессов, происходящих в материалах при различных внешних воздействиях, что может быть использовано преподавателем непосредственно для лекций и практических занятий. Кроме того, мультимедийные учебные материалы открывают дополнительные возможности при организации самостоятельной работы студентов, в том числе с использованием системы тестирования.

Преподаватели кафедры, занимающиеся разработкой этого издания, приобрели бесценный международный опыт в сфере создания и использования мультимедийных средств в учебном процессе, участвуя в совместном европейском Темпус-проекте "Teachers training on electronic manual development" (TREM). Большим интернациональным авторским коллективом выпущено учебное пособие "Подготовка преподавателей по разработке электронных учебников" (2005) в текстовом и мультимедийном вариантах в помощь преподавателям при создании электронных учебных материалов.

Успехи и достижения кафедры в научно-исследовательской и учебно-методической работе стали возможны благодаря формированию на кафедре металловедения и термообработки сплоченного коллектива высококвалифицированных специалистов, среди которых не только профессора и доценты, но также научные сотрудники, аспиранты, лаборанты, техники.

В год 50-летнего юбилея хочется поздравить наш дружный коллектив и пожелать всем сотрудникам кафедры металловедения и термообработки дальнейшей плодотворной работы, высоких достижений в науке, смелых прогрессивных начинаний в учебно-методической деятельности и большого личного счастья.

Л.Г. Петрова, *д-р техн. наук, проф. (МАДИ (ГТУ))*

Упрочнение аустенитных сталей и сплавов за счет формирования твердого раствора при азотировании

Показано, что твердорастворное упрочнение азотом особенно эффективно для сплавов железа с элементами, повышающими растворимость азота. Для аустенитных сталей и сплавов рассчитаны коэффициенты активности азота в зависимости от содержания в них хрома и никеля, а также коэффициенты твердорастворного упрочнения азотом, которые могут быть использованы при прогнозировании уровня упрочнения. Установлено, что регулированием параметров процесса азотирования (температуры и состава насыщающей среды) в исследуемых сплавах может быть сформирована структура однофазного легированного азотом аустенита, что дает сочетание эффекта твердорастворного упрочнения с сохранением высокого уровня жаростойкости и коррозионной стойкости этих сплавов.

It is shown that solid solution strengthening by nitrogen is especially effective for iron-based alloys with elements which raise the solubility of nitrogen. For austenitic steels and alloys coefficients of nitrogen activity are calculated depending on nickel and chromium contents, and coefficients of solid solution strengthening by nitrogen are determined that can be used for prediction of strengthening level. It is determined that by the regulation of nitriding parameters (temperature and composition of saturating atmosphere) it is possible to form in the investigated alloys the structure of monophase nitrogen-alloyed austenite that results in combination of solid solution strengthening with preservation of high level of heat resistance and corrosion resistance of these alloys.

Механизмы и количественные закономерности твердорастворного упрочнения

При образовании твердых растворов легирующих элементов и примесей в металлах происходит их упрочнение, обусловленное комплексом взаимосвязанных эффектов. Согласно дислокационной теории основной механизм упрочнения связан с взаимодействием растворенных в кристаллической решетке примесных атомов с дислокациями, что влияет на степень деформационного упрочнения. Во-первых, создаются искажения решетки вокруг растворенных атомов, приводящие к торможению дислокаций в поле упругих напряжений. Во-вторых, многие дислокации оказываются заблокированными атомами растворенного элемента вследствие образования скоплений – атмосфер [1–4].

Склонность к образованию атмосфер Коттрелла, представляющих собой сегрегации примесей внедрения в виде цепочки атомов под краем экстраплоскости, проявляют углерод и азот, особенно в сталях и сплавах с ОЦК-решеткой.

Атмосферы Снука возникают в результате перераспределения атомов внедрения под напряжением и представляют собой упорядоченные скопления этих атомов в октаэдрических порах ОЦК-решетки в направлении приложенной нагрузки. В этом случае эффект блокирования дислокаций связан с напряжением, необходимым для нарушения этого упорядочения при прохождении дислокации вблизи атмосферы.

Атмосферы Сузуки образуются, как правило, в металлах с ГЦК-решеткой вследствие химического взаимодействия растворенных атомов замещения с дефектами упаковки. Причиной образования таких сегрегаций является разная растворимость примеси в матричной ГЦК-решетке и в области дефектов упаковки, которые имеют укладку, характерную для гексагональной плотноупакованной решетки. Образование атмосфер увеличивает напряжение, необходимое для отрыва и скольжения дислокации, т.е. вызывает упрочнение.

При образовании твердых растворов сопротивление пластическому течению может возрастать также вследствие затруднения поперечного скольжения дислокации при обходе растворенных атомов [3]. Основными причинами этого явления считаются увеличение силы трения при движении краевой дислокации и уменьшение энергии дефектов упаковки при легировании.

Причинами упрочнения металлов при легировании являются также изменение сил Пайерлса–Набарро ввиду большого количества легирующего

элемента, особенно в ОЦК-металлах [3], и электрическое взаимодействие между дислокациями и ионами растворенных элементов. Кроме того, заметную роль в упрочнении некоторых сплавов играют механизмы упорядочения, при котором происходят усложнение внутризеренной структуры и появление поверхностных дефектов – антифазных границ и границ доменов, являющихся дополнительными препятствиями для движения дислокаций [1, 3].

Многообразие возможных механизмов твердорастворного упрочнения сильно затрудняет точное количественное описание этих процессов. В первом приближении степень твердорастворного упрочнения количественно описывается на основе теории Мотта и Набарро, согласно которой локальные внутренние напряжения, вызванные искажениями кристаллической решетки растворенными атомами, зависят, главным образом, от различий в размерах атомов растворителя и растворенного элемента. Этот эффект учитывается путем введения параметра размерного несоответствия атомов растворенного компонента и матричного металла [4]:

$$\delta_r = \frac{r_р - r_м}{r_м}, \qquad (1)$$

где $r_р$, $r_м$ – атомные радиусы растворенного элемента и матричного металла.

Показано [5], что при растворении примесей внедрения, например углерода и азота, в большинстве низкоуглеродистых феррито-перлитных и аустенитных сталей допустимо линейное соотношение между приростом предела текучести и концентрацией растворенного элемента $C_р$. Таким образом, для разбавленных растворов, к которым можно отнести большинство конструкционных сталей, при расчете прироста напряжения течения за счет твердорастворного упрочнения можно использовать выражение

$$\Delta\tau_{т.р} = G\delta_r^2 C_р, \qquad (2)$$

где G – модуль сдвига матричного металла.

Твердорастворное упрочнение азотом легированного феррита

Известно, что атомы внедрения упрочняют твердый раствор существенно сильнее (на один-два порядка), чем атомы замещения. Эти различия связаны с бóльшим значением параметра размерного несоответствия для элементов внедрения в металлах. Кроме того, атомы внедрения вызывают более сильные анизотропные упругие искажения матричной решетки, чем атомы замещения, которые обусловливают в решетке растворителя симметричные искажения.

Элементами, эффективно упрочняющими твердый раствор на основе железа, являются углерод и азот. Преимущество азота заключается в его более высокой растворимости в α- и в γ-железе. Дополнительная возможность получения повышенной концентрации азота в ферритной матрице обусловлена наличием в ней легирующих элементов из группы переходных металлов (например, Cr, Mo, W, V, Ti). Известно, что эти элементы существенно повышают растворимость азота в феррите, что связано с увеличением потенциала ионизации и размера октаэдрических пор, зависящего от соотношения радиусов атомов железа и легирующего элемента. Так, по данным работ [6, 7], предельная растворимость азота в железе при добавлении 13 % хрома составляет 1,9 % по массе, при введении 8 % ванадия – 3 % N, при концентрации молибдена 6,5 % – 0,73 % N, при содержании 2,5 % Ti – 1,5 % N.

Таким образом, благодаря высокой концентрации растворенного азота, получаемой в сплавах железа с переходными металлами, можно ожидать высокого уровня твердорастворного упрочнения азотом в легированном феррите.

Для определения содержания азота в двойных сплавах Fe–ЛЭ в зависимости от концентрации *легирующих элементов* (ЛЭ) можно воспользоваться предложенными Ю.М. Лахтиным, Я.Д. Коганом и А.А. Булгачом коэффициентами активности азота в легированном феррите [8]. Коэффициент активности для данного легирующего элемента γ_L^N показывает, во сколько раз концентрация азота в двойном сплаве C_N^L больше или меньше, чем концентрация азота в чистом железе C_N^0, принимаемая равной 0,05 % для температур 500...520 °С:

$$C_N^L = \frac{C_N^0}{\gamma_L^N}. \qquad (3)$$

Коэффициенты активности для различных легирующих элементов зависят от их концентрации C_L:

$$\lg\gamma_L^N = K(C_L)^n, \qquad (4)$$

где K – коэффициент пропорциональности;

n – показатель степени.

На основании данных работы [6] построены зависимости растворимости азота C_N от концентрации легирующего элемента C_L в α-железе (рис. 1). Наиболее высокая растворимость азота достигается при легировании железа ванадием, титаном, хромом, причем эффект повышения растворимости азота сильно растет с увеличением концентрации этих элементов. Несколько ниже степень повышения растворимости азота в присутствии марганца, молибдена и вольфрама.

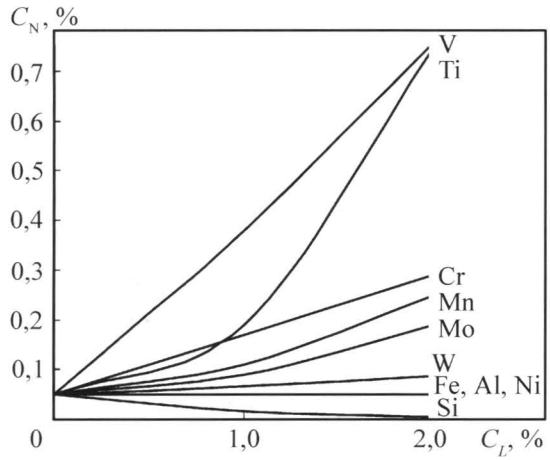


Рис. 1. Влияние легирующих элементов на растворимость азота в α-железе

Расчет прироста предела текучести легированного феррита за счет твердорастворного упрочнения азотом в первом приближении может быть проведен по формуле

$$\Delta\sigma_{\text{т.р}}^{\text{N}} = k_{\text{N}} C_{\text{N}}^{L}, \qquad (5)$$

где k_{N} = 4670 МПа – коэффициент твердорастворного упрочнения α-железа азотом независимо от типа легирующего элемента [6].

Для более точного расчета следует учесть возможное уменьшение концентрации легирующего элемента в твердом растворе при образовании его нитридов, что повлечет за собой соответствующее снижение концентрации растворенного азота. Чтобы учесть эффект уменьшения твердорастворного упрочнения из-за перераспределения легирующего элемента между раствором и нитридными фазами, можно в формулу (5) ввести поправку на специфическую склонность конкретного элемента к нитридообразованию:

$$\Delta\sigma_{\text{т.р}}^{\text{N}} = k_{\text{N}} C_{\text{N}}^{L} - k_L C_L (1-\xi_L), \qquad (6)$$

где $\xi_L = C_L^{\alpha} / C_L$ – коэффициент перераспределения, представляющий собой отношение концентрации элемента в твердом растворе C_L^{α} к исходному содержанию элемента в сплаве (табл. 1);

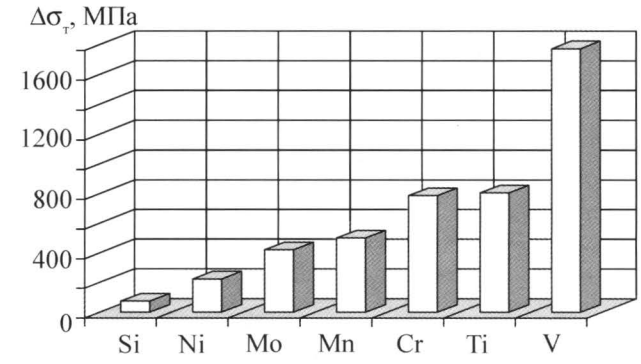


Рис. 2. Прирост предела текучести $\Delta\sigma_т$ двойных сплавов Fe–ЛЭ за счет твердорастворного упрочнения азотом при концентрации легирующего элемента 1 % по массе

k_L – коэффициент твердорастворного упрочнения феррита легирующим элементом;

$C_L(1 - \xi_L)$ – концентрация легирующего элемента, связанного в нитриды.

Рассчитанные по формуле (6) значения прироста предела текучести при твердорастворном упрочнении азотом двойных сплавов железа, содержащего 1 % легирующего элемента, показаны на рис. 2. Как следует из расчетов, наиболее сильно происходит упрочнение твердого раствора азотом в сплавах Fe–V, довольно высокий уровень упрочнения в сплавах Fe–Ti и Fe–Cr. Никель и кремний, понижающие растворимость азота, а также алюминий, не изменяющий ее, не способствуют, таким образом, увеличению степени твердорастворного упрочнения азотом.

С помощью аналогичных расчетов можно не только прогнозировать уровень твердорастворного упрочнения сталей азотом в зависимости от типа и концентрации легирующего элемента, но и регулировать составы азотсодержащих сталей для получения требуемого уровня прочности.

Оценка влияния легирующих элементов на твердорастворное упрочнение аустенита азотом

Азот считается особенно эффективным упрочняющим элементом в аустенитных сталях и сплавах, так как он не только сильнее упрочняет твердый раствор

Таблица 1

Коэффициенты перераспределения легирующих элементов ξ_L и твердорастворного упрочнения k_L [1, 6]

Элемент	Cr	Mo	W	V	Ti	Mn	Ni	Si
ξ_L	0,75	0,6...0,7	0,5...0,8	0,1	0,0001	0,6...0,7	1	1
k_L, МПа	31	11	–	3	82	33	30	86

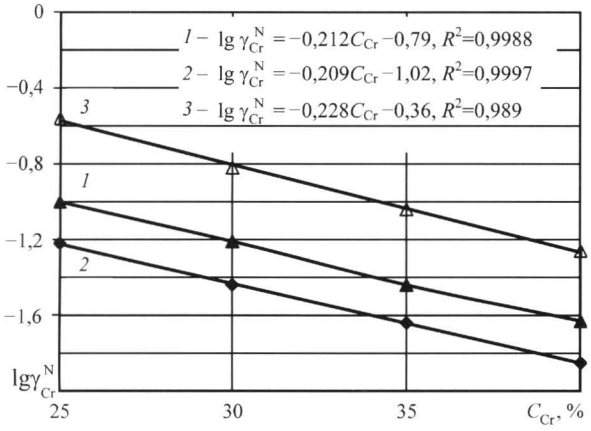


Рис. 3. Зависимости расчетных коэффициентов активности азота γ^N_{Cr} в аустените от концентрации хрома C_{Cr}:

1 – сплав Fe–25 % Ni–Cr, t = 1000 °C; *2* – сплав Ni–Cr, t = = 800 °C; *3* – сплав Ni–Cr, t = 1150 °C

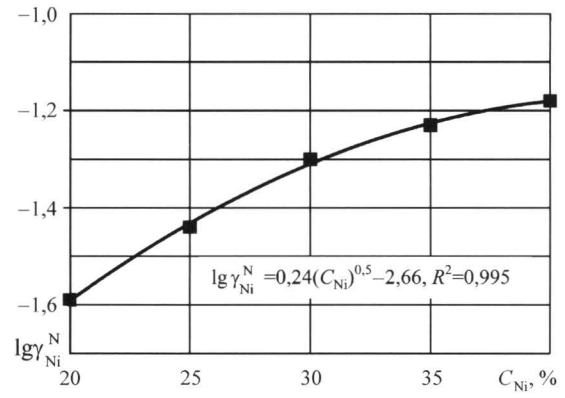


Рис. 4. Зависимость расчетного коэффициента активности азота γ^N_{Ni} от концентрации никеля C_{Ni} в сталях Fe–Ni–35 % Cr при t = 1000 °C

по сравнению с углеродом, но и оказывает минимальное влияние на сопротивление сплавов межкристаллитной коррозии [5, 9]. Положительное действие азота в аустенитных сталях проявляется еще и в том, что он, являясь аустенитообразующим элементом, повышает устойчивость аустенита к мартенситному превращению и исключает образование в структуре δ-феррита.

При увеличении содержания азота в аустенитой коррозионно-стойкой Fe–Cr–Ni-стали от 0,25 до 0,5 % предел текучести повышается вдвое [5]. Увеличить концентрацию растворенного азота в аустените можно путем регулирования состава твердого раствора за счет элементов, повышающих растворимость азота. Для целенаправленного регулирования состава азотсодержащих сталей необходимо располагать данными по влиянию элементов на растворимость азота в аустените. Анализ литературных данных показывает, что хром существенно повышает растворимость азота в Ni- и Fe–Ni-аустените, тогда как увеличение концентрации никеля, наоборот, снижает растворимость азота в аустенитных сталях [10–12].

Для оценки изменения растворимости азота в аустените в зависимости от концентрации легирующих элементов проведем расчет (аналогично расчету для феррита) коэффициентов активности азота γ^N_L. По литературным данным и опубликованным диаграммам состояния [10–12] были рассчитаны значения $\lg\gamma^N_L$ в зависимости от концентрации хрома и никеля в двойных Ni–Cr-сплавах и тройных Fe–Ni–Cr-сплавах.

Результаты расчета, представленные на рис. 3, показывают, что зависимости $\lg\gamma^N_{Cr}$ от концентрации хрома в никелевой и железоникелевой матрице в диапазоне 25...40 % Cr обратно пропорциональны с достоверностью аппроксимации, близкой к единице.

В тройных сплавах Fe–Ni–Cr зависимость $\lg\gamma^N_{Ni}$ от концентрации никеля в диапазоне 20...40 % Ni является параболической (рис. 4). При температуре 800 °C с увеличением содержания хрома в никелевой матрице от 25 до 40 % растворимость азота увеличивается от 0,15 до 0,65 % по массе.

При увеличении содержания никеля в аустенитной стали Fe–Ni–35 % Cr от 20 до 30 % растворимость азота при температуре 1000 °C падает с 0,57 до 0,32 % по массе.

Отсутствие в литературе данных о коэффициентах твердорастворного упрочнения азотом для никелевой матрицы и высоконикелевых аустенитных сталей не позволяет напрямую провести расчет упрочнения по формуле (5). Коэффициенты k_N можно определить из выражения (2), используя справочные данные о модуле сдвига и атомных радиусах матричного металла и азота. Учитывая соотношение $\Delta\sigma^N_{т.р} = m\Delta\tau_{т.р}$, где m – ориентационный множитель Тейлора (для ГЦК-решетки m = 3,1) для расчета k_N получаем выражение

$$k_N = AmG\delta_r^2, \qquad (7)$$

где $A \approx 0{,}04$ – коэффициент перевода из атомной концентрации азота в концентрацию по массе.

Для определения прироста предела текучести за счет растворенного азота были получены следующие выражения:

$\Delta\sigma^N_{т.р} = 1650C_N$ для Ni–Cr-сплавов,

$\Delta\sigma^N_{т.р} = 1820C_N$ для Fe–Ni–Cr-сплавов.

Предел текучести таких сплавов, упрочненных растворенным азотом, может быть оценен как сумма $\sigma_т = \sigma_0 + \Delta\sigma^N_{т.р}$, где в качестве σ_0 используется предел текучести сплава, не содержащего азота, в отожженном состоянии.

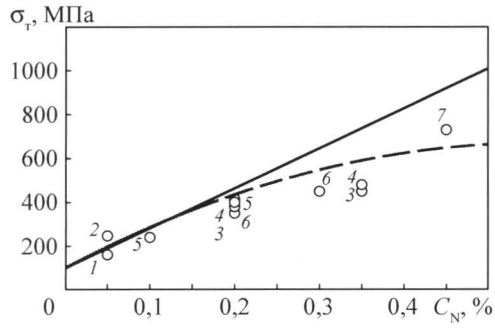


Рис. 5. Сравнение расчетного твердорастворного упрочнения азотом Fe–Cr–Ni-аустенита с данными по пределу текучести некоторых промышленных сталей:
1 – 04Х18Н10 [13]; *2* – AISI 304 [5]; *3* – AISI 304 + N_2 [5]; *4* – AISI 316 + N_2 [5]; *5* – AISI 347 + N_2 [5]; *6* – Fe–18 % Cr–8 % Ni + N_2 [9]; *7* – Fe–18 % Cr–8 % Ni (азотирование) [14]

Результаты такого расчета для аустенитной Fe–Cr–Ni-стали в сопоставлении с данными по пределам текучести некоторых промышленных сталей с азотом приведены на рис. 5. Как видно, результаты расчета вполне удовлетворительно коррелируют со значениями пределов текучести азотсодержащих аустенитных сталей при небольших концентрациях азота (до 0,2...0,25 %). При более высоком содержании азота расчет по линейной зависимости $\Delta\sigma_т \approx C_N$ дает завышенные значения пределов текучести и более сопоставимые результаты дает зависимость $\Delta\sigma_т \approx C_N^{0,5}$ (штриховая линия на рис. 5). Характерно, что, по данным работы [13], прямая пропорциональная зависимость между содержанием азота в твердом растворе и прочностью аустенита сохраняется до C_N = 0,3 %.

Реализация механизма твердорастворного упрочнения аустенитных сталей азотом путем азотирования

Разработка азотсодержащих сталей является известным технологическим способом, позволяющим почти в 2 раза повысить предел текучести аустенитных коррозионно-стойких сталей. Стали, легированные азотом, обладают достаточно высоким запасом пластичности как при комнатной (δ = 30...50 %), так и при пониженных температурах вплоть до температур сжиженного водорода ($\delta_{-253} \approx 20$ %) [5, 13]. В работе [14] показано, что при увеличении содержания азота относительное удлинение аустенитной азотсодержащей стали Fe–18 % Cr–8 % Ni несколько снижается (с δ = 45 % при 0,034 % N до δ = 34 % при 0,32 % N) и минимально при 0,15 % N (δ = 30 %).

Азотсодержащие стали обладают высокой коррозионной стойкостью как основного металла, так и сварного соединения в окислительных и окислительно-восстановительных атмосферах.

Обычно количество азота, которое удается ввести в хромоникелевую сталь металлургическим способом, не превышает сотой доли концентрации хрома, т.е. составляет около 0,2 %. Чтобы растворить большее количество азота, требуется заменить в сталях часть никеля, снижающего растворимость азота, на марганец. По этой причине наибольшее распространение получили азотсодержащие хромомарганцевые или хромомарганцевоникелевые стали. Так, в стали 000Х19Н10Г9АМ2, полученной методом плазменно-дугового переплава под давлением, достигнуто содержание азота 0,73 %, при этом ее предел текучести составляет 750 МПа [13].

Основная трудность при введении азота в аустенитные стали металлургическим способом заключается в необходимости поддерживать концентрацию азота при выплавке в пределах его растворимости. При пересыщении расплава азот не усваивается и выделяется в газообразном виде, что приводит к дефектам слитка при кристаллизации: пузыристости и пористости. При последующей обработке давлением это влечет за собой образование в деформированном металле раковин и волосовин. Таким образом, верхний предел концентрации азота, вводимого при выплавке, ограничивается технологическими условиями изготовления стальной заготовки и составляет для Fe–Cr–Ni-сталей 0,2...0,25 % [9, 15].

Другим подходом к формированию азотсодержащих сталей, позволяющим избежать трудностей при их металлургическом производстве, служит азотирование – процесс насыщения азотом готового изделия из газовой фазы [6]. Азотирование является способом поверхностного упрочнения деталей, и оно выражается, прежде всего, в повышении твердости сталей. Чаще всего увеличение твердости связывают с образованием различных нитридных фаз, выделяющихся при взаимодействии легирующих элементов или основного металла с азотом. Однако в ряде работ [15–17] показано существенное увеличение твердости азотированных слоев в Fe–Cr–Ni-сталях при отсутствии выделений нитридов, т.е. в результате твердорастворного упрочнения азотом.

Экспериментальные исследования показывают, что после высокотемпературного азотирования аустенитных Fe–Cr–Ni-сталей и сплавов на никелевой и кобальтовой основе достигаются высокие концентрации азота в сплавах (до 1,8 % по массе). В результате азотирования часть азота связывается в нитриды с легирующими элементами, а часть остается растворенной в сплаве, обеспечивая твердорастворное упрочнение.

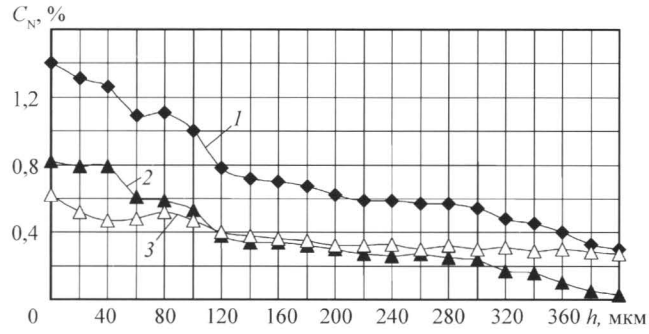


Рис. 6. Распределение концентрации азота C_N по толщине азотированного слоя h в сплаве Ni–25 % Cr–10 % W–2 % Ti ($t_{аз}$= = 1100 °C, $\tau_{аз}$ = 15 ч):
1 – $C_N^{общ}$; *2* – $C_N^{связ}$; *3* – $C_N^{тв.р}$

Степень этого упрочнения определяется концентрацией азота, оставшегося в твердом растворе. С помощью методики раздельного послойного определения концентраций азота, находящегося в нитридах и в твердом растворе [18], получены концентрационные профили азота (рис. 6). Повышенная концентрация азота в твердом растворе наблюдается не только в азотированном слое, но и за пределами наблюдаемой при металлографическом исследовании зоны внутреннего азотирования с выделениями дисперсных нитридов. Эти данные объясняют тот факт, что повышенная микротвердость азотированных сплавов наблюдается не только в зоне внутреннего азотирования, но и на определенном расстоянии от видимой границы слоя.

Содержание азота в аустените, определяющее уровень твердорастворного упрочнения, зависит от температуры $t_{аз}$, продолжительности азотирования $\tau_{аз}$, состава насыщающей среды и химического состава сплава. В табл. 2 и 3 приведены усредненные значения концентраций азота в твердом растворе в азотированном слое и в сердцевине Ni–Cr-сплава и Fe–Cr–Ni-стали, которые были получены на основании профилей распределения растворенного азота при различных условиях азотирования.

При повышении температуры азотирования сплава концентрация растворенного азота растет как в слое, так и за его пределами. При увеличении продолжительности азотирования концентрация растворенного азота в пределах слоя не изменяется, а в сердцевине несколько возрастает. При азотировании в аммиаке концентрация растворенного азота выше, чем при азотировании в чистом азоте, тогда как после насыщения в разбавленном азоте его содержание в аустените оказывается существенно меньше.

При одних и тех же температурах азотирования экспериментально определенная концентрация растворенного азота в аустенитной стали Fe–25 % Cr–20 % Ni–2 % Ti выше, чем в никелевом сплаве с тем же содержанием хрома и близкой концентрацией титана. Это подтверждают результаты расчетов, показавшие уменьшение растворимости азота при увеличении концентрации никеля в сплавах. Экспериментальные исследования также подтвердили положительное влияние хрома на повышение концентрации растворенного азота. Например, при азотировании ($t_{аз}$ = 1200 °C) повышение концентрации хрома в никелевом сплаве от 20 до 25 % увеличивает концентрацию растворенного азота в слое от 0,4 до 0,5 % по массе. В процессе азотирования при $t_{аз}$=1100 °C увеличение содержания хрома в сплаве от 25 до 33 % приводит к повышению концентрации азота в аустените от 0,3 до 0,37 % по массе.

Полученные результаты позволяют рассчитать прирост предела текучести за счет твердорастворного упрочнения азотом в Fe–Ni–Cr-сплавах по формуле (5) с использованием коэффициента упрочнения k_N = = 1820 МПа. Как показывает анализ полученных зависимостей, расчетный уровень твердорастворного упрочнения азотом тем выше, чем больше температу-

Таблица 2

Концентрация растворенного азота C_N в сплаве Ni–25 % Cr–10 % W–15 % Co–1,7 % Ti после азотирования при различных режимах

$t_{аз}$, °C	$\tau_{аз}$, ч	Насыщающая среда	C_N, % по массе	
			в слое	в сердцевине
1000	15	N_2	0,2	0,2
1100	15	N_2	0,3	0,3
1200	5	N_2	0,5	0,3
1200	15	N_2	0,5	0,35
1200	15	NH_3	0,6	0,4
1200	15	50 % N_2+50 % Ar	0,3	0,25

Таблица 3

Концентрация растворенного азота C_N в стали Fe–25 % Cr–20 % Ni– 2 % Ti после азотирования при различных режимах

$t_{аз}$, °C	$\tau_{аз}$, ч	Насыщающая среда	C_N, % по массе	
			в слое	в сердцевине
1000	5	N_2	0,15	0,1
1000	10	N_2	0,15	0,12
1050	10	N_2	0,35	0,3
1100	10	N_2	0,55	0,4
1100	10	15 % N_2+85 % Ar	0,25	0,15

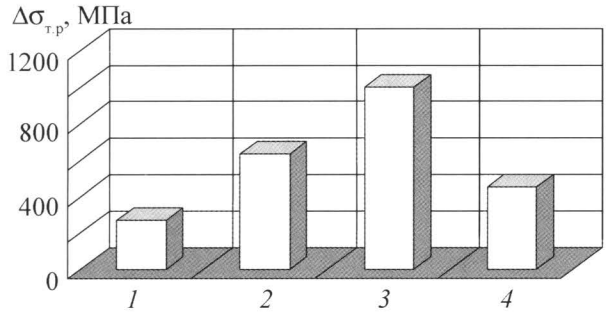


Рис. 7. Расчетный прирост предела текучести при твердорастворном упрочнении $\Delta\sigma_{т.р}$ азотом сплава Fe–25 % Cr–20 % Ni–2 % Ti после азотирования при различных режимах:
1 – $t_{аз}$ = 1000 °C, N_2; *2* – $t_{аз}$ = 1050 °C, N_2; *3* – $t_{аз}$ = 1100 °C, N_2; *4* – $t_{аз}$ = 1100 °C, 15 % N_2 + 85 % Ar

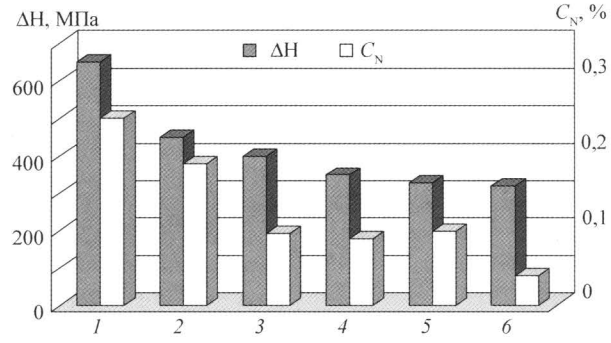


Рис. 8. Экспериментальные значения микротвердости ΔH и концентрации азота C_N азотированных слоев сплавов Ni–20 % Cr с различными элементами:
1 – 1 % Ti; *2* – 1 % Zr; *3* – 0,3 % Ti; *4* – 0,7 % Hf; *5* – 0,3 % Zr; *6* – 1 % Nb

ра и азотный потенциал насыщающей атмосферы (рис. 7).

Упрочнение, достигнутое в результате азотирования, проявляется в повышении микротвердости азотированных слоев аустенитных сталей и сплавов. Экспериментально зафиксированный прирост микротвердости ΔH азотированных никель-хромовых сплавов тем выше, чем больше концентрация в них растворенного азота (рис. 8), которая, в свою очередь, зависит от типа и количества легирующего элемента. Таким образом, данные по растворимости азота в сплавах могут быть использованы для оценки уровня твердорастворного упрочнения при азотировании.

Азотирование аустенитных сталей и сплавов позволяет решить проблему их упрочнения. Однако при этом необходимо сохранить коррозионную стойкость и жаростойкость азотированных сплавов. Опасность снижения значений этих характеристик в результате азотирования аустенитных хромсодержащих сталей и сплавов связана с возможностью образования нитридов хрома и уменьшением его концентрации в твердом растворе. Поэтому основные технологические разработки в настоящее время нацелены на изыскание способов исключить или ограничить выделение этих нитридов в процессе азотирования. В частности, одним из путей решения этой задачи является выбор технологических режимов азотирования, обеспечивающих формирование твердого раствора без образования нитридных фаз или с выделением только наиболее стабильных нитридов (например, нитридов титана).

Наиболее очевидным способом свести к минимуму выделение нитридов хрома при азотировании является повышение температуры процесса. При высоких температурах азотирования достигаются температурные пределы термодинамической устойчивости нитридов. Исследования показывают, что в результате высокотемпературного азотирования ($t_{аз}$ > 1100 °C) в чистом азоте никель-хромовых сплавов, содержащих 20...25 % Cr, наименее стабильный нитрид хрома CrN отсутствует в структуре азотированного слоя. Чтобы избежать выделения более стабильного нитрида Cr_2N, необходимо поднять температуру азотирования выше 1200 °C [19]. Вместе с тем для высокохромистых сплавов (>25 % Cr) температуры азотирования, позволяющие получить структуру без выделения нитридов хрома, должны быть еще выше. Поэтому способ высокотемпературного азотирования при парциальном давлении азота p_{N_2} =1 наиболее эффективен для сплавов с относительно небольшими концентрациями хрома.

Условия, при которых будет затруднено выделение нитридов хрома в аустенитных сталях и сплавах, могут быть созданы путем регулирования состава насыщающей среды при азотировании. Понижение азотного потенциала путем разбавления азота инертным газом (p_{N_2} <1) существенно изменяет термодинамические условия образования нитридов при азотировании в сторону уменьшения предельной температуры их существования. Концентрация активного азота, поступающего в сплав из разбавленной насыщающей смеси, уменьшается, что также снижает вероятность выделения нитридов хрома.

Экспериментально установлено, что при азотировании сплава Ni–25 % Cr–10 % W–15 % Co–2 % Ti в азоте, разбавленном аргоном в соотношении 15 % N_2 + 85 % Ar, количество нитридов хрома существенно уменьшается по сравнению с азотированием в чистом азоте при той же температуре (рис. 9, кривые *1* и *2*).

Таким образом, вероятность получения в азотированном слое однофазного твердого раствора тем выше, чем больше температура азотирования и ниже азотный потенциал. Критические значения темпера-

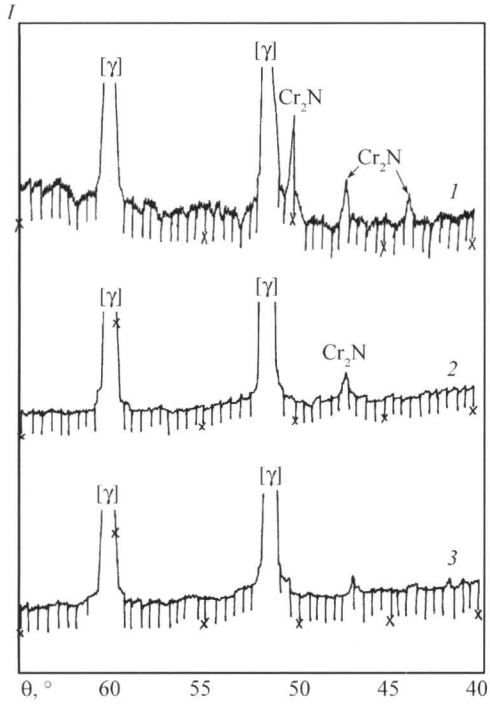


Рис. 9. Фазовый состав азотированного слоя никель-хромового сплава после азотирования при $t_{аз}$ = 1150 °С (дифрактограммы ДРОН-3):
1 – в чистом азоте; *2* – в смеси 15 % N_2+85 % Ar; *3* – в азоте с последующим отжигом в аргоне; *I* – относительная интенсивность; θ – угол дифракции

туры и состава насыщающей смеси зависят, в свою очередь, от количества хрома в сплаве: чем его меньше, тем менее жесткими могут быть условия азотирования, обеспечивающие образование требуемой структуры. Так, экспериментальные исследования показали, что при азотировании стали 12Х18Н10Т при температурах выше 1000 °С в азотоаргонной смеси с содержанием азота не более 15 % образуется однофазный легированный азотом аустенит без выделений нитридных фаз [20]. При азотировании этой стали в чистом азоте такая структура формируется при температурах выше 1150 °С.

Формирование азотированного слоя без нитридов хрома возможно путем проведения двухступенчатых процессов с изменяющимся азотным потенциалом, состоящих из азотирования в чистом азоте и последующего отжига в аргоне при той же или более высокой температуре. На стадии азотирования образуются нитриды хрома, а на стадии отжига эти нитриды разлагаются, так как парциальное давление азота на поверхности равно нулю и создается отрицательный градиент концентраций азота, который является движущей силой процесса "деазотирования". При диссоциации нитридов хрома высвобождается азот, который диффундирует в твердом растворе в область его малых концентраций. Это обеспечивает диффузионное продвижение фронта внутреннего азотирования и дополнительное увеличение толщины зоны азотированного слоя с повышенной концентрацией азота. На рис. 9 (кривая *3*) видно, что после таких процессов в структуре азотированного слоя полностью отсутствуют нитриды хрома.

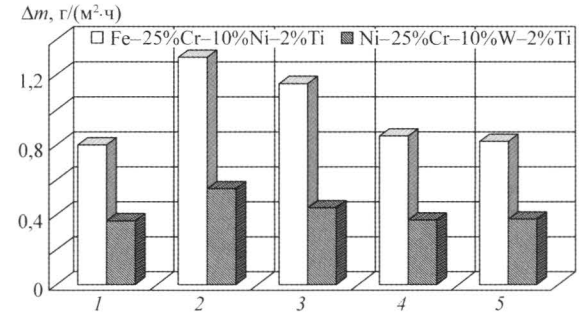


Рис. 10. Жаростойкость по привесу Δm сплавов, азотированных при различных режимах, по сравнению с исходными образцами:
1 – исходное состояние – деформированное, ε = 25 %; *2* – азотирование при $t_{аз}$ = 1100 °С в чистом азоте; *3* – азотирование при $t_{аз}$ = 1200 °С в чистом азоте; *4* – азотирование при $t_{аз}$ = 1150 °С в смеси 15 % N_2+85 % Ar; *5* – азотирование при $t_{аз}$ = 1200 °С в чистом азоте с последующим отжигом при той же температуре в аргоне

Испытания азотированных сплавов на жаростойкость по привесу Δm (рис. 10) показали, что именно процессы, которые не приводят к образованию в азотированном слое нитридов хрома, позволяют сохранить стойкость азотированных сплавов Ni–Cr и Fe–Ni–Cr к газовой коррозии на уровне показателей жаростойкости этих сплавов без обработки.

Выводы

1. На основании проведенных расчетов с использованием количественных закономерностей классической структурной теории установлено повышение эффекта твердорастворного упрочнения азотом при легировании железа элементами, увеличивающими растворимость азота. Наибольший уровень твердорастворного упрочнения азотом достигается в двойных сплавах Fe–V, Fe–Ti, Fe–Cr.

2. В аустенитных Ni–Cr- и Fe–Ni–Cr-сплавах увеличение концентрации хрома существенно повышает растворимость азота и, следовательно, уровень твердорастворного упрочнения азотом, а увеличение содержания никеля вызывает обратный эффект. Расчетным путем определены коэффициенты активности азота в зависимости от концентрации хрома

и никеля в аустените, которые позволяют количественно оценить предельный уровень растворенного азота в различных сплавах.

3. Рассчитанные коэффициенты твердорастворного упрочнения азотом для Ni–Cr- и Fe–Ni–Cr-сплавов, связывающие предел текучести с концентрацией растворенного азота, могут быть использованы для прогнозирования характеристик упрочнения. Показано, что линейная аппроксимация зависимости предела текучести от концентрации растворенного азота адекватна при $C_N \leq 0{,}2...0{,}25$ %. При бóльших значениях C_N более точно реальные характеристики отражает параболическая зависимость.

4. Твердорастворное упрочнение азотом аустенитных сталей и сплавов может быть реализовано путем регулируемых процессов высокотемпературного азотирования. Формирование однофазной структуры легированного азотом аустенита без выделения нитридов тем более вероятно, чем выше температура азотирования, ниже азотный потенциал насыщающей атмосферы (что достигается путем разбавления азота инертным газом) и меньше концентрация хрома в исходном сплаве. Образование такой структуры позволяет наряду с достижением эффекта твердорастворного упрочнения сохранить высокие показатели стойкости сплавов к газовой коррозии.

ЛИТЕРАТУРА

1. **Гольдштейн М.И., Литвинов В.С., Бронфин Б.М.** Металлофизика высокопрочных сплавов: учеб. пособие для вузов. М.: Металлургия, 1986. 312 с.

2. **Тушинский Л.И.** Теория и технология упрочнения металлических сплавов. Новосибирск: Наука. Сиб. отд-ние, 1990. 306 с.

3. **Мак-Лин Д.** Механические свойства металлов: пер. с англ. М.: Металлургия, 1965. 431 с.

4. **Шашков Д.П.** Дислокационный механизм упрочнения: учеб. пособие. М.: Изд-во Литфонда РФ, 1995. 60 с.

5. **Пикеринг Ф.Б.** Физическое металловедение и разработка сталей: пер. с англ. М.: Металлургия, 1982. 184 с.

6. **Теория** и технология азотирования / Ю.М. Лахтин, Я.Д. Коган, Г.-И. Шпис, З. Бемер. М.: Металлургия, 1991. 320 с.

7. **О растворимости** азота в легированном феррите / А.В. Белоцкий, О.Г. Пахаренко, В.Г. Пермяков, И.М. Самсонюк // Украинский физический журнал. 1968. Т. 13. № 10. С. 1749–1751.

8. **Лахтин Ю.М., Коган Я.Д., Булгач А.А.** Влияние легирующих элементов на термодинамическую активность и растворимость азота в фазах азотированного слоя // Металловедение и термическая обработка металлов. 1982. № 4. С. 15–18.

9. **Kirkby H.W.** Special stainless steels // J. West of Scotland Iron and Steel Inst. 1965/66. Vol. 73. No. 570. P. 97–142.

10. **Frisk K.A.** Thermodynamic evaluation of the Cr–Fe–N–Ni system // Z. Metallk. 1991. Vol. 82. No. 2. P. 108–117.

11. **Corney N.S., Turkdogan E.T.** The effect of alloying elements on the solubility of nitrogen in iron // J. Iron and Steel Inst. 1955. Vol. 180. P. 334.

12. **Ono N., Kajihara M., Kikuchi M.** Экспериментальное построение изотермического разреза тройной системы Ni–Cr–N при 1273 K // J. Iron and Steel Inst. Jap. 1991. Vol. 77. No. 9. P. 1473–1480.

13. **Ульянин Е.А.** Современные коррозионно-стойкие стали и сплавы // Новые стали и сплавы в машиностроении. М.: Машиностроение, 1976. С. 122–129.

14. **Yamanaka N., Kusuka K., Kitohara M.** Effect of various elements on properties of high-N–19Cr–8Ni valve steel // J. Iron and Steel Inst. Jap. 1962. Vol. 48. No. 5. P. 688–695.

15. **Stratton P.F., Huang W., Chang E.K.** Improving the properties of austenitic stainless steels by surface engineering // Proc. 11th Congr. Int. Fed. Heat Treat. and Surface Eng. and 4th ASM Heat Treat. and Surface Eng. Conf. (Florence, Milano). 1998. Vol. 1. P. 211–219.

16. **Siebert S.** Слои с высоким содержанием азота на нержавеющей стали, полученные азотированием твердого раствора // Bull. Cercle etud. metaux. 1995. Nr. 10. P. 21.1–21.9.

17. **Poirier L., Corre Y., Lebrun J.P.** Solution to improve the surface hardness of stainless steels without loss of their corrosion resistance // Proc. 11th Congr. Int. Fed. Heat Treat. and Surface Eng. and 4th ASM Heat Treat. and Surface Eng. Conf. (Florence, Milano). 1998. Vol. 1. P. 321–330.

18. **Анализ** азотосодержащих соединений в сплавах железа / И.Е. Лев, В.В. Покидышев, Б.Г. Лазарев и др. М.: Металлургия, 1987. 121 с.

19. **Петрова Л.Г.** Регулирование фазового состава азотированных слоев в многокомпонентных сплавах // Металловедение и термическая обработка металлов. 2002. № 4. С. 13–19

20. **Петрова Л.Г., Зюзин Д.М.** Термодинамический подход к регулированию фазового состава азотированной хромоникелевой стали // Упрочняющие технологии и покрытия. 2005. № 5. С. 6–14.

В.А. Александров, *науч. сотр.*; **Л.Г. Петрова**, *зав. кафедрой, д-р техн. наук, проф.*;
Ю.Г. Фомина, *инж. (МАДИ (ГТУ))*

Планирование эксперимента и обработка результатов исследований по азотированию сталей в аммиачно-воздушных атмосферах

Предложена методика планирования эксперимента для разработки регулируемых технологий химико-термической обработки с оптимальными параметрами относительно заданного критерия оптимизации. Алгоритм экспериментальных исследований составлен для процесса азотирования сталей в среде аммиака и воздуха. С помощью математических методов обработки профилей распределения микротвердости по толщине азотированных образцов получены данные по интегральной твердости азотированных слоев различных сталей в зависимости от параметров насыщения: температуры и состава аммиачно-воздушной атмосферы. Построены диаграммы оптимальных технологических режимов азотирования по параметру максимальной интегральной твердости, которые позволяют прогнозировать эксплуатационные свойства азотированной поверхности в условиях изнашивания.

The procedure of design of an experiment is suggested for working out technologies of thermo-chemical treatment with optimal parameters related to given optimization criterion. The algorithm of experimental studies is composed for a process of nitriding of steels in ammonia-air atmospheres. By means of mathematic methods of analyses of microhardness distribution profiles along nitrided specimens depth the data was obtained on integral hardness of nitrided layers of different steels depending on saturation parameters: the temperature and composition of ammonia-air atmosphere. Diagrams of optimal nitriding technological processes for the parameter of maximum integral hardness are made which allow to predict working properties of nitrided surface in wear conditions.

Азотирование является одним из наиболее эффективных и перспективных способов упрочняющей химико-термической обработки. Технологии азотирования используют в разных отраслях машиностроения для повышения надежности и долговечности широкой номенклатуры деталей машин и инструмента [1]. Технологические варианты процессов азотирования обеспечивают широкий диапазон физико-механических характеристик материалов. В зависимости от особенностей строения азотированного слоя можно значительно повысить различные эксплуатационные характеристики: износостойкость, предел выносливости, коррозионную стойкость, жаропрочность сталей и сплавов.

Конкретные условия эксплуатации требуют создания регулируемых технологий азотирования с получением диффузионных слоев различных фазового состава и структуры, что определяет работоспособность изделий в условиях изнашивания, воздействия коррозионной среды, знакопеременных нагрузок, а также сопротивление ползучести при повышенных температурах. В связи с этим большое значение приобретает создание разных вариантов технологии, которые позволяют получить заданные структуру и фазовый состав азотированного слоя, обеспечивающие оптимальные характеристики изделий [2].

Традиционно при азотировании формируются многослойные диффузионные покрытия, состоящие из поверхностной нитридной зоны и диффузионного подслоя – зоны внутреннего азотирования. При эксплуатации каждая зона слоя выполняет определенные служебные функции. Нитридная зона обеспечивает сопротивление изнашиванию и коррозии, а развитая зона внутреннего азотирования – сопротивление ползучести, усталости при повышенных температурах, динамическому изнашиванию и ударным нагрузкам [2]. Формирование азотированных слоев того или иного состава можно регулировать путем управления основными технологическими параметрами процесса – температурой, временем насыщения, составом насыщающей газовой атмосферы (азотным потенциалом атмосферы).

Актуальными задачами химико-термической обработки являются разработка регулируемых процессов, обеспечивающих заданные строение и свойства модифицированной поверхности, а также интенсификация процессов насыщения в целях повышения скорости формирования упрочненного слоя.

Толщина азотированного слоя определяется кинетическими параметрами процесса. Для обеспечения большей скорости роста азотированного слоя необходимо выполнение следующих условий: высокий азотный потенциал и достаточно высокая степень диссоциации. Этим условиям наиболее полно отвечает насыщение в кислородсодержащих атмосферах. Проведенными ранее исследованиями термодинамических и кинетических параметров установлено [3], что процессы азотирования в среде аммиака и воздуха позволяют существенно (в 1,5...2 раза) интенсифицировать процесс насыщения азотом широкого класса сталей по сравнению с традиционным азотированием в аммиаке.

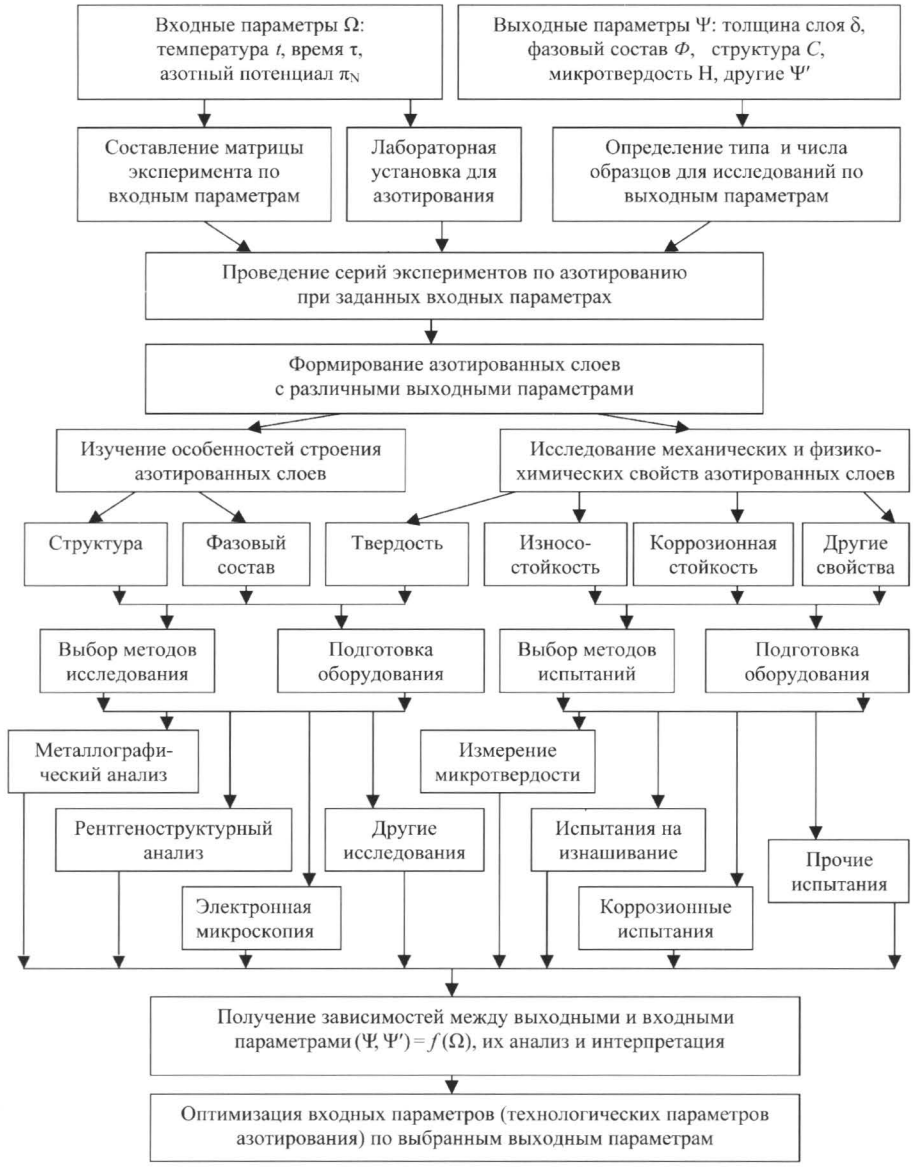


Рис. 1. Алгоритм экспериментальных исследований по азотированию

На основе термодинамического анализа химических реакций при взаимодействии компонентов насыщающей смеси с металлом установлены основные причины ускорения роста слоя в кислородсодержащих атмосферах и активизирующего влияния воздуха на процесс азотирования. Во-первых, разбавление аммиака воздухом способствует его диссоциации вследствие снижения парциального давления аммиака, что приводит к увеличению скорости высвобождения атомарного азота. Во-вторых, связывание водорода, образующегося при разложении аммиака, в присутствии кислорода ($H_2 + 0{,}5O_2 = H_2O$) способствует повышению азотного потенциала атмосферы и увеличению термодинамической активности азота в металле. Кроме того, образование на поверхности металла рыхлой пористой оксидной пленки из Fe_2O_3 и Fe_3O_4 при окислении сталей кислородом воздуха облегчает диффузию азота через поры в объем металла при одновременном восстановлении железа из этих оксидов водородом.

Представляет научный и практический интерес совершенствование регулируемых технологических процессов азотирования в аммиачно-воздушных атмосферах, обеспечивающих интенсификацию процесса насыщения по сравнению с азотированием в аммиаке.

Разработка технологических процессов поверхностного упрочнения включает определение оптимальных параметров обработки для формирования заданной структуры поверхностного слоя и его свойств. Процедуру получения контролируемых характеристик слоя за счет нахождения оптимальных режимов технологического процесса можно описать в виде строгой последовательности действий, необходимых для достижения заданного результата. Такая последовательность заранее спланированных шагов экспериментальных исследований довольно типична для любых процессов упрочняющей обработки. Рассмотрим подобный алгоритм эксперимента на примере разработки регулируемых процессов азотирования сталей и сплавов.

Для разработки регулируемых процессов азотирования с оптимальными технологическими режимами относительно заданных характеристик слоя предлагается следующий **алгоритм экспериментальных исследований**, который позволяет получить наиболее полную информацию о строении азотированного слоя, его свойствах и об их взаимосвязи с параметрами обработки (рис. 1).

1. Составление матрицы эксперимента:

1) определение совокупности основных входных параметров эксперимента Ω, подлежащих оптимизации. Для технологического процесса азотирования – это температура процесса *t*, его продолжительность τ и азотный потенциал (или состав) насыщающей атмосферы π_N, т.е. $\Omega = \cup (t, \tau, \pi_N)$;

2) определение совокупности основных выходных параметров процесса Ψ, подлежащих контролю, например толщины азотированного слоя *y*, его фазового состава *Ф*, особенностей строения *С*, а также механических свойств слоя. Чаще всего для первичного контроля механических свойств азотированного слоя используется микротвердость Н как базовый параметр упрочнения. Таким образом, $\Psi = \cup (\delta, Ф, C, H)$;

3) определение специфических выходных параметров процесса Ψ′ в зависимости от целей и задач разрабатываемой технологии, например износостойкости, коррозионной стойкости, сопротивления усталости и т.д.;

4) определение диапазонов и шагов изменения основных входных параметров, необходимых для построения экспериментальных зависимостей. Диапазон изменения параметров определяется на основании анализа установленных корреляционных зависимостей $(\Psi, \Psi') = f(\Omega)$. Поэтому экспериментальным исследованиям предшествуют тщательный анализ научных результатов, опубликованных в литературе, моделирование соответствующих процессов и научное прогнозирование возможных эффектов, наблюдающихся в выбранном диапазоне параметров.

В результате составления матрицы эксперимента исследователь располагает информацией о числе экспериментов, необходимых для охвата всех выбранных диапазонов параметров, а также имеет возможность для корректной регистрации экспериментов и учета их результатов.

2. Подготовка или конструирование лабораторной установки для азотирования с учетом следующих условий:

1) установка должна позволять задавать необходимые значения входных параметров процесса в выбранном диапазоне с установленным шагом в соответствии с матрицей эксперимента. Для регулируемых процессов желательно предусмотреть автоматическое изменение входных параметров и автоматический контроль выходных параметров процесса;

2) рационализация лабораторного эксперимента должна предусматривать выполнение оптимального количества серий экспериментов в соответствии с матрицей эксперимента.

3. Систематизированное получение информации по выходным параметрам процесса:

1) определение перечня методов исследований структуры, фазового состава и свойств упрочненных сплавов. Так, в целях исследования азотированных слоев традиционно используют металлографический, рентгеноструктурный и дюрометрический анализ, а также испытания для определения характеристик специфических свойств (Ψ′), например испытания на изнашивание. Для получения более детальной информации при необходимости исследователь должен предусмотреть привлечение и других методов исследования, например электронной микроскопии, методов химического анализа и т.д.;

2) подготовка соответствующего оборудования: оптического металлографического микроскопа, установки для снятия дифрактограмм, микротвердомера, установки для испытаний на изнашивание;

3) выбор методики исследований; при этом исследователь должен четко представлять возможности каждого метода исследований и его ограничения в соответствии с целями и задачами эксперимента;

4) выбор параметра (параметров) оптимизации: из всей совокупности выходных параметров (Ψ, Ψ′) необходимо определить один или несколько параметров Ψ_{opt}, по которым будет проводиться оптимизация входных параметров химико-термической обработки Ω. Например, могут быть выбраны, с одной стороны, максимальная толщина слоя y_{max}, с другой – максимальная микротвердость слоя H_{max}. В общем случае каждому из этих параметров будет соответствовать своя совокупность оптимальных входных параметров Ω_{opt};

5) определение числа и параметров образцов для каждой серии эксперимента. Для наиболее рационального проведения эксперимента в каждом случае необходимо предусмотреть обработку образцов всех типов как для структурных исследований, так и для испытаний в целях определения характеристик механических или физико-химических свойств. Такой порядок позволит систематизировать результаты эксперимента по выходным параметрам и получить искомые зависимости параметров Ψ, Ψ′ от входных параметров Ω.

4. Интерпретация полученных результатов и перспективы дальнейших исследований. Если полученные зависимости $(\Psi, \Psi') = f(\Omega)$ показывают однозначный эффект в соотношении ожидаемого качества строения слоя и повышения свойств, то они являются предпосылкой для определения оптимальных входных параметров процесса $\Omega_{opt} = f(\Psi_{opt})$. В некоторых случаях данных первичного поставленного эксперимента оказывается недостаточно для однозначной интерпретации. Тогда следует принять решение о расширении матрицы эксперимента, например увеличить диапазон одного из параметров или сузить шаг его изменения либо применить дополнительные методы исследования для более детального выявления возникающих эффектов.

Разработанный алгоритм эксперимента применен для планирования экспериментальных исследований по разработке регулируемых высокоэффективных

технологий азотирования в аммиачно-воздушной атмосфере. Для исследований были выбраны пять сталей разных классов, среди которых конструкционные углеродистые (I – сталь 45), легированные (II – сталь 40Х), азотируемые нитраллои (III – сталь 38Х2МЮА), штамповые стали (IV – сталь 5ХНМ) и быстрорежущие инструментальные стали (V – сталь Р6М5К5). Первые четыре из выбранных сталей являются среднеуглеродистыми и отличаются, в основном, степенью легированности. Сравнение результатов, полученных для образцов из этих сталей, позволяет сделать вывод о влиянии легирующих элементов на параметры азотированного слоя, причем в первом приближении влиянием углерода можно пренебречь.

Для каждой стали была составлена матрица плана эксперимента (таблица), где в качестве изменяющихся входных параметров (элементов матрицы) использованы температура азотирования (t – параметр A) и степень разбавления аммиака воздухом, которая выражается через процентное (по объему) содержание аммиака в смеси (N – параметр B). Продолжительность азотирования (τ – параметр C) выбрана постоянной и равной 3 ч. С учетом проведения каждого эксперимента по азотированию для каждой из пяти выбранных сталей в итоге для всей совокупности исследуемых сталей получена трехмерная матрица плана, в которой каждый единичный эксперимент имеет трехзначный цифровой номер (например, IV.3.5 – эксперимент для стали IV при 3-м выбранном значении параметра A ($A3$ – t = 570 °С) и 5-м значении параметра B ($B5$ – N = 54 %)).

Матрица эксперимента по азотированию каждой стали в аммиачно-воздушной атмосфере

Параметр B		Параметр A		
		$A1$	$A2$	$A3$
Номер параметра	Значение N, %	Значение t, °С		
		520	540	570
B1	100	1,1	2,1	3,1
B2	84	1,2	2,2	3,2
B3	78	1,3	2,3	3,3
B4	72	1,4	2,4	3,4
B5	54	1,5	2,5	3,5
B6	24	1,6	2,6	3,6
B7	18	1,7	2,7	3,7.
B8	12	1,8	2,8	3,8

В качестве базовых выходных параметров по каждому эксперименту исследовали микроструктуру азотированных слоев, их фазовый состав, толщину слоя и его микротвердость как характеристику упрочнения. Дополнительным выходным параметром являлась характеристика износостойкости азотированной поверхности.

Лабораторные исследования проводили на специально разработанном оборудовании с системой автоматического регулирования процесса азотирования, позволяющем программно задавать и автоматически поддерживать состав аммиачно-воздушной атмосферы на входе и температуру в печи, а также контролировать степень диссоциации аммиака на выходе с помощью акустического диссоциометра. Для получения информации о выходных параметрах использовали стандартные методы металлографического и рентгеноструктурного анализа, цифровые методы дюрометрии и испытания на изнашивание.

В качестве параметра оптимизации технологического процесса был выбран интегральный параметр твердости.

Этот параметр вводят в целях определения статики упругих свойств упрочненного слоя деталей: $H_{инт} = \frac{1}{\delta_1}\int_0^{\delta} H(\delta)d\delta$. Он представляет собой интеграл функции профиля твердости по толщине упрочненного слоя. Параметр $H_{инт}$ интерпретируется как количество энергии, которое может быть преобразовано в теплоту без нарушения кристаллической структуры, и характеризует износостойкость модифицированного покрытия. Таким образом, параметр $H_{инт}$ позволяет проводить экспресс-диагностику работоспособности упрочненного слоя в условиях изнашивания.

Указанные параметры определяются с помощью специально разработанной программы, которая анализирует и обрабатывает экспериментально полученные профили распределения микротвердости по толщине упрочненного слоя.

Основные особенности фазового состава азотированного слоя сталей после *химико-термической обработки* (ХТО) в аммиачно-воздушной смеси изучены как экспериментально, так и теоретически на основе термодинамических расчетов химических реакций, происходящих между металлом и компонентами газовой атмосферы. В зависимости от азотного потенциала π_N насыщающей атмосферы и температуры t на сталях формируется сложная зона химических соединений, состоящая из нитридных и оксидных фаз (рис. 2). При увеличении температуры и (или) степе-

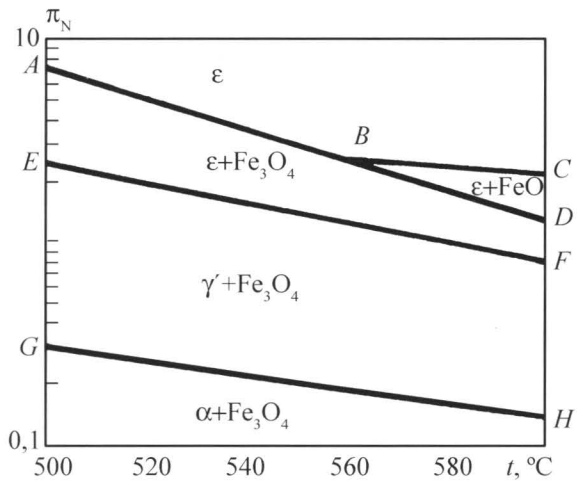


Рис. 2. Влияние азотного потенциала атмосферы π_N и температуры *t* процесса на фазовый состав азотированного слоя при насыщении в среде аммиака и воздуха

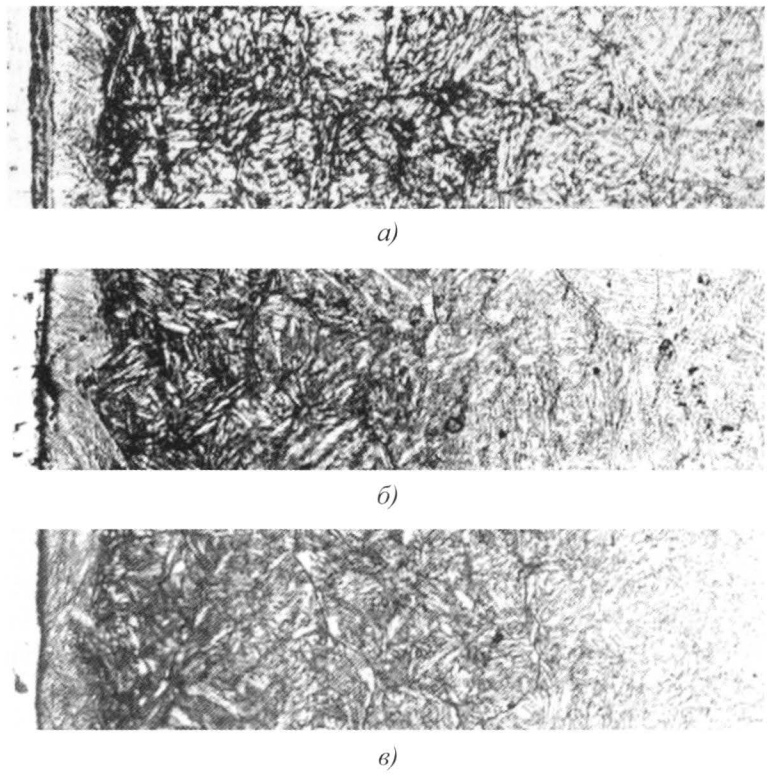


Рис. 3. Микроструктура (×200) стали 38Х2МЮА после азотирования в аммиачно-воздушной атмосфере с разным содержанием NH_3, %: *а* – 54; *б* – 72; *в* – 84

ни диссоциации аммиака наблюдаются следующие тенденции:

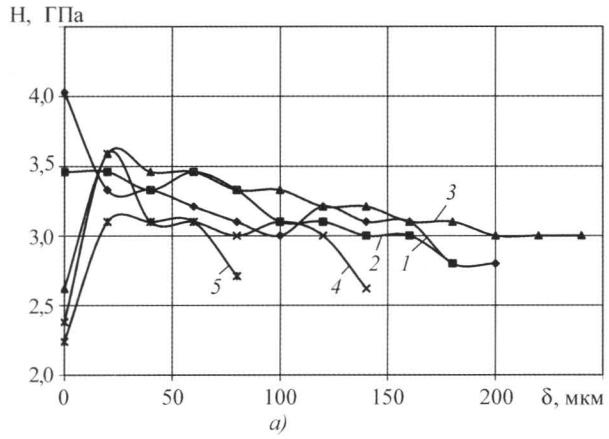
• сужается область образования оксидов FeO и Fe_3O_4;

• расширяется область α-твердого раствора при сужении области γ′- и ε-фаз;

• расширяется область ε-фазы за счет сужения области ε + Fe_3O_4.

Микроструктура и фазовый состав азотированных слоев зависят от концентрации воздуха в смеси: при малом содержании воздуха в азотированном слое фазы располагаются в такой последовательности: ε → → γ′ → α, при повышенном – ε + Fe_3O_4 → γ′ → α (рис. 3). Состав смеси при N = 84 % (84 % NH_3), соответствующий малой концентрации кислорода, приходится на область со строением ε + γ′ + α, характерным для азотирования в чистом аммиаке. Составы N = 54 и 24 % обеспечивают формирование слоя ε + Fe_3O_4. Наличие слоя оксида четко выявляется в микроструктуре в виде серого сплошного слоя толщиной δ = 2...4 мкм. Толщина зоны химических соединений экстремально зависит от состава атмосферы, причем максимум, как правило, соответствует режиму при N = 78 %.

Полученные в каждом единичном эксперименте по азотированию профили распределения микротвердости по толщине образцов из исследуемых сталей были обработаны по интегральному параметру твердости. Результаты исследований микротвердости и этого параметра показывают сильную зависимость характеристик упрочнения от состава стали, температуры и состава насыщающей атмосферы, что связано с характерными особенностями фазового состава, соответствующего данным входным параметрам. В качестве примера на рис. 4 для выборочных режимов показаны кривые распределения микротвердости и результаты расчета интегральной микротвердости для стали 45. Однозначных тенденций влияния каждого из указанных входных параметров на параметры оптимизации не прослеживается, т.е. максимальное упрочнение на каждой из исследованных сталей может быть достигнуто при строго индивидуальных значениях входных параметров *A* и *B*. Например, для стали 45 максимум интегральной микротвердости достигается после азотирования при *t* = 540 °С в среде, содержащей 24 % NH_3, для сталей 40Х и 38Х2МЮА – при *t* = 570 °С и 72 % NH_3, для стали 5ХНМ при *t* = = 570 °С и 100 % NH_3, для стали Р6М5К5 – при *t* = = 570 °С и 54 % NH_3. Для удобства выбора оптимального режима азотирования, обеспечивающего наибольшее значение интегральной микротвердости, что может быть интерпретировано как максимальная ожидаемая износостойкость, для каждой стали могут быть построены диаграммы оптимизации входных параметров *A* и *B* по критерию интегральной микротвердости (рис. 5).



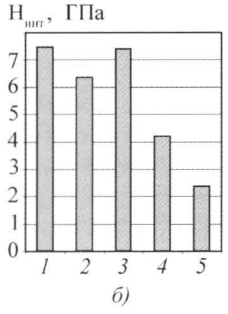


Рис. 4. Распределение микротвердости H по толщине δ азотированного слоя (*а*) и значения интегральной микротвердости $H_{инт}$ (*б*) стали 45 после азотирования при температуре $t = 570$ °С, $\tau = 3$ ч в аммиачно-воздушной атмосфере с разным содержанием NH_3, %: *1* – 100; *2* – 72; *3* – 54; *4* – 18; *5* – 12

На основании изложенного можно сделать следующие **выводы:**

1) с помощью предложенной методики планирования эксперимента по ХТО разработан алгоритм экспериментальных исследований по совершенствованию регулируемых технологических процессов азотирования в аммиачно-воздушной атмосфере с разным содержанием NH_3, который позволяет организовать полный комплекс лабораторных исследований для определения оптимальных технологических режимов;

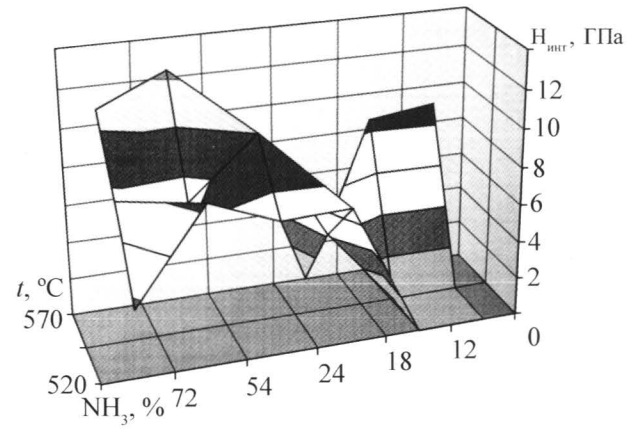


Рис. 5. Диаграмма оптимальных режимов азотирования стали 38Х2МЮА по максимальной интегральной микротвердости $H_{инт}$

2) в качестве параметра оптимизации выбран критерий максимальной интегральной твердости азотированного слоя, который позволяет прогнозировать наилучшие эксплуатационные характеристики азотированного слоя в условиях изнашивания;

3) предложенная методика позволяет определить оптимальные технологические параметры азотирования: температуру процесса и состав аммиачно-воздушной атмосферы для сталей разных классов.

ЛИТЕРАТУРА

1. **Лахтин Ю.М., Коган Я.Д.** Азотирование стали. М.: Машиностроение, 1976. 256 с.

2. **Лахтин Ю.М., Коган Я.Д.** Структура и прочность азотированных сплавов. М.: Металлургия, 1982. 160 с.

3. **Петрова Л.Г., Александров В.А., Фомина Ю.Г.** Особенности формирования азотированного слоя при обработке конструкционных сталей в среде аммиака и воздуха // Упрочняющие технологии и покрытия. 2005. № 2. С. 5–9.

АНОНС

Читайте в следующем номере журнала:

Бровер Г.И., Дьяченко Л.Д., Бровер А.В. Повышение эксплуатационных характеристик химических покрытий на сталях лазерной термообработкой.

О.В. Чудина, *д-р техн. наук, проф. (МАДИ (ГТУ))*

Моделирование процессов азотирования железной матрицы, дискретно легированной при лазерном нагреве

Построена математическая модель диффузионного насыщения азотом железной матрицы, предварительно легированной ванадием при лазерном нагреве. Установлено, что толщина азотированного слоя в дискретно легированной матрице растет неравномерно. Результаты расчетов подтверждены экспериментальными исследованиями распределения азота в зоне лазерного легирования и металлографическим анализом микроструктуры стали 20, легированной ванадием при лазерном нагреве.

The mathematical model of diffusion saturation by nitriding of the iron matrix preliminary alloyed by vanadium at laser heating was constructed. It is established, that the front of the nitrated layer in discretely alloyed matrix grows non-uniformly. Results of calculations are confirmed by experimental researches of nitrogen distribution in laser alloying zone and metallographic analysis of steel 20 microstructure alloyed by vanadium at laser heating.

Лазерные методы упрочнения целесообразны при необходимости создания "пятнистого" поверхностного упрочнения значительных площадей, при котором не образуется сплошного хрупкого слоя, склонного к растрескиванию, при обработке поверхностей сложной конфигурации, деформирование которых должно быть сведено к минимуму, при упрочнении труднодоступных полостей, углублений, куда луч лазера может быть введен с помощью оптических устройств и т.д. Однако после лазерной термообработки в поверхностном слое формируется неблагоприятное распределение остаточных напряжений: под областью сжимающих напряжений расположена область с растягивающими остаточными напряжениями, что способствует зарождению и распространению трещин [1].

Сложное распределение остаточных напряжений по толщине слоя, упрочненного лазерным лучом, и выход растягивающих напряжений на поверхность являются основными причинами снижения трещиностойкости, контактной выносливости, износостойкости и других характеристик конструкционной прочности изделий и, как следствие, препятствием для широкого применения лазерных технологий в промышленности.

Для предотвращения образования растягивающих напряжений на поверхности некоторые исследователи предлагают повторно нагревать деталь, но такой способ приводит к снижению поверхностной твердости и износостойкости [1–3].

Сочетание лазерной обработки и последующего азотирования позволяет не только устранить неблагоприятное распределение внутренних напряжений, но и значительно повысить поверхностную твердость деталей. Если после лазерного легирования нитридообразующими элементами провести азотирование, то растягивающие напряжения, возникшие на границе зоны легирования с матрицей после лазерной обработки, исчезают, так как при образовании нитридных фаз формируются напряжения сжатия. Кроме того, вторую стадию обработки – азотирование – проводят при температурах 510...570 °С, что также способствует более благоприятному распределению остаточных напряжений в поверхностном слое упрочняемого изделия. Следует отметить, что такая комбинированная технология упрочнения конструкционных сталей не снижает преимуществ лазерного упрочнения, а напротив, позволяет получить комплекс механических свойств, существенно превышающий уровень упрочнения, который был бы достигнут лазерной обработкой или азотированием даже высоколегированных сталей в отдельности.

Выбор технологических параметров процесса азотирования обусловлен необходимостью достижения сквозного насыщения азотом лазерно-легированных слоев. Автором установлено, что азотирование сталей, подвергнутых предварительному лазерному легированию, позволяет сформировать упрочненный слой с равномерным распределением микротвердости по всей его толщине, что является важным преимуществом этой технологии по сравнению с азотированием легированных сталей. Азотирование малоуглеродистых сталей, подвергнутых предварительному поверх-

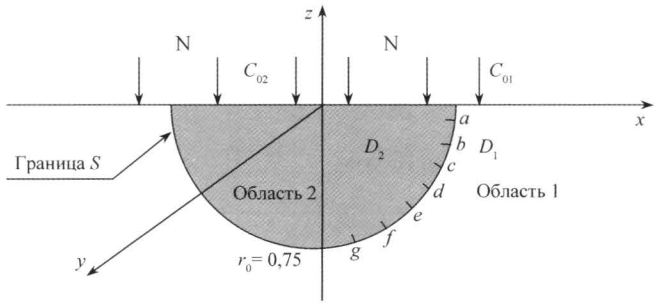


Рис. 1. Схема диффузионного насыщения азотом матрицы, подвергнутой предварительному лазерному легированию

ностному диффузионному насыщению легирующими элементами, приводит к резкому снижению твердости от поверхности к сердцевине [4–6].

Поскольку уровень твердости при азотировании во многом определяется твердорастворным упрочнением азотом, то особое значение имеет регулирование содержания азота в зоне лазерного легирования. В связи с этим математическое решение задачи диффузионного насыщения азотом дискретно легированной железной матрицы является актуальным, так как позволяет прогнозировать концентрацию азота и характер его распределения с течением времени в зоне легирования, на границе с матрицей и в непосредственной близости от зоны лазерного легирования в материале матрицы.

Для построения математической модели составляли уравнения, описывающие концентрацию азота в α-фазе, в соответствии со схемой, представленной на рис. 1. Задачу решали для частного случая, когда азотированию подвергаются образцы из армко-железа, предварительно легированные ванадием до концентрации C_V = 15 % с помощью луча лазера радиусом r_0 = 0,75 мм.

Изменение концентрации азота с течением времени в каждой точке зоны легирования и матрицы подчиняется уравнениям диффузии

$$\frac{\partial C_1}{\partial t} = D_1 \cdot \Delta C_1; \qquad (1)$$

$$\frac{\partial C_2}{\partial t} = D_2 \cdot \Delta C_2, \qquad (2)$$

где C_1, C_2 – концентрации азота в матрице и в легированной зоне в момент времени t, % по массе;

D_1, D_2 – коэффициенты диффузии азота в матрице и в легированной зоне, см^2/с.

Граничные условия:

$$\text{при } \sqrt{x^2+y^2} > r_0 \quad C(x, y, z=0, t) = C_{01}; \qquad (3)$$

$$\text{при } \sqrt{x^2+y^2} \le r_0 \quad C(x, y, z=0, t) = C_{02}. \qquad (4)$$

Условие равенства потоков азота на границе раздела зоны легирования и матрицы имеет вид

$$-D_1 (\text{grad} C_1)|_S \vec{n} = -D_2 (\text{grad} C_2)|_S \vec{n}, \qquad (5)$$

где $\vec{n}$ – нормаль к поверхности раздела S.

Кроме того,

$$C(x, y, z, t<0) = 0; \qquad (6)$$

$$C(x, y, z=\infty, t) = 0. \qquad (7)$$

Уравнения (1) и (2) с учетом граничных условий (3)–(7) решались с помощью компьютерной программы методом граничных элементов [7].

Фундаментальное решение уравнения диффузии и его производная по направлению вектора $n(x)$ (x – совокупность пространственных координат) имеют вид

$$C_i^*(\zeta, x, t_F, t) = \begin{cases} (4\pi D_i \tau)^{-3/2} \exp\left[-\dfrac{\|\zeta - x\|^2}{4 D_i \tau}\right] & \text{при } t_F > t; \\ 0 & \text{при } t_F < t; \end{cases} \qquad (8)$$

$$q_i^*(\zeta, x, t_F, t) = \begin{cases} \dfrac{\langle \zeta - x, n(x)\rangle}{16\pi^{3/2}(D_i\tau)^{3/2}} \exp\left[-\dfrac{\|\zeta - x\|^2}{4 D_i \tau}\right] & \text{при } t_F > t; \\ 0 & \text{при } t_F < t, \end{cases} \qquad (9)$$

где n = 1, 2;

$\tau = t_F - t$;

$\langle \mathbf{a}, \mathbf{b} \rangle$ – скалярное произведение векторов **a** и **b**;

$\|\mathbf{a}\|$ – длина вектора **a**.

С учетом симметрии областей интегральное уравнение, связывающее концентрацию и ее производную по внешней нормали к границе в цилиндрической системе координат, можно записать следующим образом:

$$K(\zeta)U(t_F, \zeta) = D\int_0^{t_F}\int_S q(t, x)\int_0^{2\pi} U^*(\zeta, x, t_F, t)\, d\theta(x) R(x) dS(x) dt - D\int_0^{t_F}\int_S U(t, x)\int_0^{2\pi} q^*(\zeta, \hat{x}, t_F, t)\, d\theta(x) R(x) dS(x) dt, \qquad (10)$$

где $K(\zeta) = 1$, если ζ – внутренняя точка области, или $K(\zeta)$ вычисляется в зависимости от величины изгиба границы области S в точке ζ, если ζ – граничная точка, или $K(\zeta) = 1/2$ в случае гладкости границы S в точке ζ;

S – сечение границы области полуплоскостью $\{(x, y, z),\ y = 0,\ x \ge 0\}$ $\hat{x} \equiv (X, \theta)$;

$R(x)$ – расстояние от точки $x \in S$ до оси вращения.

Представив трехмерное фундаментальное решение в цилиндрической системе координат и проинтегрировав его по окружности радиусом $R(x)$, лежащей в плоскости z = const, получим

$$\overline{U^*}(\zeta, x, t_F, t) = \int_0^{2\pi} U^*(\zeta, \hat{x}, t_F, t)\, d\theta(x) = \\ = \frac{2\pi}{(4\pi Dt)^{3/2}} \exp\left(-\frac{S}{4Dt}\right) I_0\left(\frac{l}{2Dr}\right), \quad (11)$$

где I_0 – модифицированная функция Бесселя первого рода нулевого порядка;

$l = R(\zeta)R(x)$;

$S = R^2(\zeta) + R^2(x) + [z(\zeta) - z(x)]^2$.

Аналогично интегрируем q^*:

$$q^*(\zeta, x, t_F, t) = \frac{l}{8\pi^{1/2}(Dr)^{5/2}} \exp\left(-\frac{S}{4Dr}\right) \times \\ \times \left\{ \left[R(x) I_0\left(\frac{l}{2Dr}\right) - R(\zeta) I_1\left(\frac{l}{2Dr}\right) \right] n_R(x) - \right. \quad (12) \\ \left. - [z(\zeta) - z(x)] I_0\left(\frac{l}{2Dr}\right) n_Z(x) \right\},$$

где I_1 – модифицированная функция Бесселя первого рода первого порядка;

n_R, n_Z – координаты единичного нормального вектора.

Таким образом, граничное интегральное уравнение (9) приводится к виду

$$K(\zeta) U(t_F, \zeta) = D \int_0^{t_F} \int_S q(t, x) \overline{U^*}(\zeta, x, t_F, t) R(x)\, dS(x)\, dt - \\ - D \int_0^{t_F} \int_S U(t, x) \overline{q^*}(\zeta, x, t_F, t) R(x)\, dS(x)\, dt. \quad (13)$$

Для приближенного решения уравнения (13) временную ось разбивали на равные промежутки Δt = = 0,05 ч, криволинейную часть границы S – на восемь равных частей, прямолинейные части S – на пять равных частей, а затем решения $U(t, x)$ и $q(t, x)$ искали среди кусочно-постоянных функций.

Расчет концентрации азота в областях *1*, *2* и на границе S проводили по формуле (13). Поверхностная концентрация азота в железе C_{01} = 0,11 % указана в работе [8]. Для определения коэффициента диффузии азота в α-фазе использовали данные, приведенные в работе [9]. Экстраполяция при температуре T = = 570 °С дает значение коэффициента диффузии азота в α-фазе $D_N^{\alpha} = 1{,}1 \cdot 10^{-7}$ см^2/с. Значения предельной растворимости азота и коэффициента диффузии для Fe–V-сплава с 15%-ным содержанием ванадия получены из анализа экспериментальных данных, приведенных в работе [10], и равны соответственно: $C_N^{Fe-V} = 0{,}4$ %, $D_N^{Fe-V} = 0{,}2 \cdot 10^{-7}$ см^2/с.

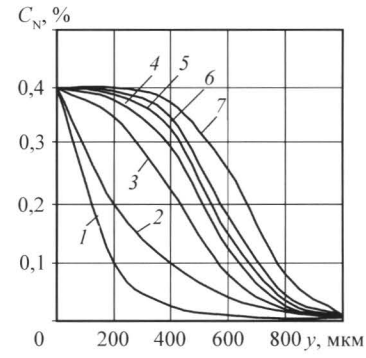


Рис. 2. Расчетные кривые изменения концентрации C_N азота внутри зоны лазерного легирования с течением времени τ, ч:
1 – 1; *2* – 2; *3* – 3; *4* – 4; *5* – 5; *6* – 6; *7* – 7

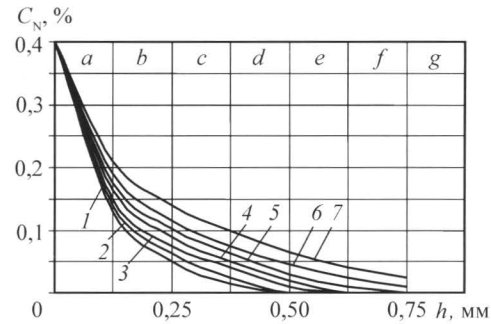


Рис. 3. Расчетные кривые изменения концентрации C_N азота на границе зоны лазерного легирования с матрицей с течением времени τ, ч:
1–*7* – то же, что и на рис. 2

Расчеты проводили с использованием разработанной автором компьютерной программы. На рис. 2 и 3 показаны расчетные кривые распределения азота по толщине слоя внутри легированной зоны и на ее границе с матрицей после лазерного легирования ванадием и последующего азотирования. Видно, что с увеличением длительности процесса азотирования τ градиент концентрации азота по толщине диффузионного слоя уменьшается и через 7 ч концентрация остается практически неизменной на глубине до 300 мкм. Малые концентрации азота под зоной легирования по результатам расчета появляются через 5 ч азотирования.

На рис. 4 и 5 приведены расчетные кривые распределения азота по толщине упрочненной зоны с течением времени. Увеличение продолжительности азотирования τ приводит к постепенному выравниванию фронта диффузионного слоя. Анализ расчетных данных показал, что концентрация азота на заданной глубине в центре зоны легирования ниже значений в точках, близких к боковой границе зоны легирования. Это объясняется тем, что поставленная задача трехмерна, т.е. азот диффундирует во всех направлениях, а не только перпендикулярно к плоскому фронту.

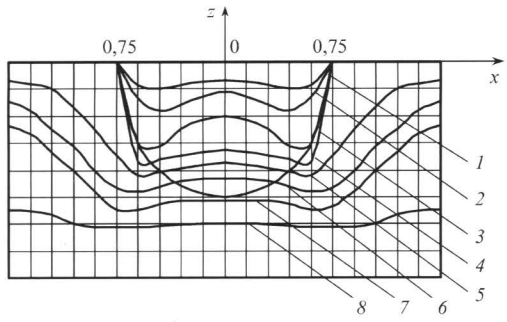


Рис. 4. Изменение фронта азотированного слоя с концентрацией азота C_N = 0,05 % по толщине *y* зоны лазерного легирования с течением времени τ, ч:
1 – 1; *2* – 2; *3* – 3; *4* – 4; *5* – 5; *6* – 6; *7* – 7; *8* –10

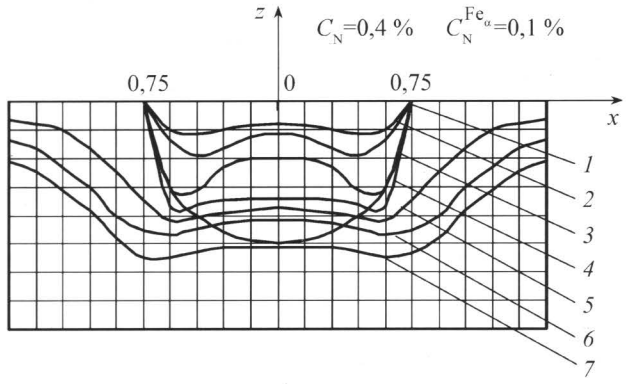


Рис. 5. Расчетные кривые изменения концентрации азота C_N по толщине *y* зоны лазерного легирования после азотирования при *T* = 570 °С, τ = 7 ч:
1 – C_N = 0,35 %; *2* – 0,3; *3* – 0,2; *4* – 0,1; *5* – 0,095; *6* – 0,09; *7* – C_N = 0,05 %

Металлографический анализ подтвердил существование характерных особенностей при заполнении азотом зоны, легированной нитридообразующими элементами. Так, на рис. 6 видно, что зона повышенной травимости несколько меньше в центре зоны лазерного легирования и расширяется к границе с матрицей. Азотированные зоны, легированные ванадием, после азотирования в течение 29 ч имеют равномерную по степени травимости структуру.

Разработанная математическая модель позволяет получать расчетные данные о концентрации азота, а следовательно, и об уровне упрочнения железной матрицы в любой момент времени при азотировании на заданной глубине и для заданной концентрации легирующего элемента в зоне лазерного воздействия.

Экспериментальные исследования характера распределения азота по толщине слоя проводили на ионном диссоциометре для контроля процесса азотирования, разработанном на кафедре металловедения и термообработки МАДИ (ГТУ) [11].

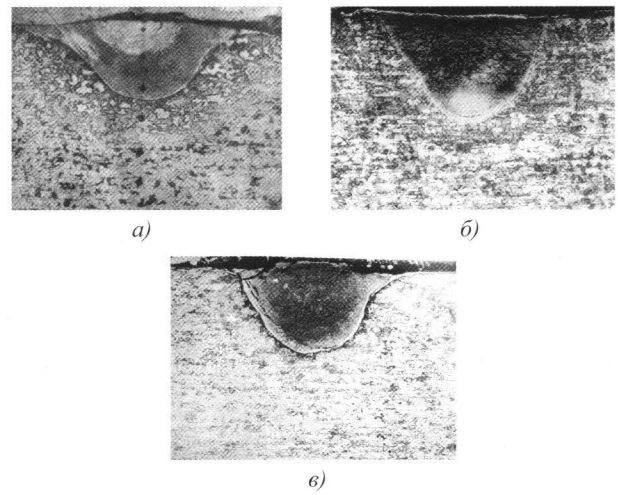


Рис. 6. Микроструктура (×80) стали 20 после лазерного легирования ванадием и последующего азотирования:
а – при *T* = 570 °С , τ = 3,5 ч; *б* – при *T* = 510 °С , τ = 7 ч + + *T* = 560 °С, τ = 6 ч; *в* – при *T* = 540 °С, τ = 29 ч

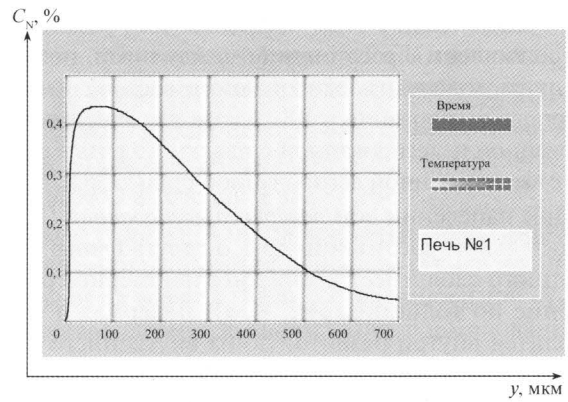


Рис. 7. Изменение концентрации азота C_N по толщине *y* зоны лазерного легирования после азотирования при *T* = 570 °С, τ = 7 ч

Характер изменения концентрации азота по толщине зоны лазерного легирования (рис. 7) совпадает с результатами расчетов, что подтверждает адекватность построенной математической модели.

Математическое решение задачи диффузионного насыщения азотом дискретно легированной матрицы удовлетворительно описывает процессы, протекающие внутри зоны лазерного легирования и на ее границе с основным металлом. Однако принятые в задаче граничные условия не учитывают влияния активности атмосферы. Поэтому расчетные значения концентрации азота в основном металле вблизи зоны лазерного легирования оказались заниженными.

Известно [8, 10, 12], что концентрация диффундирующего элемента на поверхности зависит от активности насыщающей атмосферы, обеспечивающей приток атомов этого элемента к поверхности, от химического состава обрабатываемого металла, от скорости диффу-

зионных процессов, приводящих к переходу этих атомов в глубь металла. В процессе азотирования на поверхности детали концентрация азота получается тем выше, чем в большей степени сталь легирована элементами, обладающими высоким сродством к азоту. Но поскольку легирующие элементы в стали увеличивают растворимость азота, процесс проникновения азота в глубь металла замедляется, т.е. уменьшаются коэффициент диффузии азота и толщина азотированного слоя в сравнении с нелегированной сталью. Поэтому объемное легирование стали нельзя рассматривать как способ увеличения концентрации азота на поверхности и как путь интенсификации процесса азотирования в целях увеличения толщины слоя. Напротив, в сталях, легированных ванадием, хромом и молибденом, толщина азотированного слоя всегда меньше, чем в нелегированных сталях. В связи с этим целесообразно легировать поверхность стали *дискретно*, т.е. наносить легированные зоны на некотором расстоянии друг от друга.

Экспериментально установлено, что азотирование стальной поверхности, легированной нитридообразующими элементами в виде отдельных зон, размер которых сопоставим с расстоянием между ними, позволяет увеличить толщину азотированного слоя вблизи зоны лазерного легирования в 1,8...2 раза в сравнении с азотированной нелегированной сталью и в 3 раза в сравнении с азотированной легированной сталью 38Х2МЮА.

При нанесении зон *лазерного легирования* (ЛЛ) на значительном расстоянии друг от друга фронт азотированного слоя имеет крайне неравномерное распределение по толщине (рис. 8, *а*). Лазерная дорожка находится внутри развитой зоны внутреннего азотирования, состоящей из азотистой α-фазы с многочисленными выделениями γ'-фазы. Для более равномерного распределения азотированного слоя по толщине упрочненного слоя зоны лазерного легирования следует наносить на расстоянии, равном ширине дорожки, т.е. примерно с 50%-ным заполнением поверхности упрочненными зонами (рис. 8, *б*).

Выявленные особенности формирования азотированного слоя при дискретном легировании поверхности создают дополнительные предпосылки для повышения конструкционной прочности сталей.

Таким образом, **математическое моделирование процесса азотирования дискретно легированной железной матрицы позволяет прогнозировать характер распределения диффузионного слоя и получать упрочненные покрытия с требуемыми физико-механическими свойствами.**

На основании изложенного можно сделать следующие **выводы**:

1) построена математическая модель диффузионного насыщения азотом железной матрицы, дискретно легированной ванадием при лазерном нагреве;

2) на основе построенной математической модели показано, что толщина азотированного слоя в дискретно легированной матрице растет неравномерно. Это связано с неравномерной растворимостью и, как следствие, с различными коэффициентами диффузии азота в легированном и нелегированном железе;

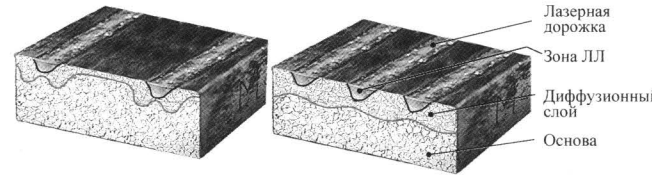


Рис. 8. Формирование азотированного слоя в дискретно легированной железной матрице

3) результаты расчетов концентрации азота в упрочненном слое подтверждены экспериментальными исследованиями распределения азота в зоне лазерного легирования и металлографическим анализом микроструктур стали 20, легированной ванадием при лазерном нагреве;

4) показано, что наиболее равномерное формирование азотированного слоя наблюдается в случае 50%-ного заполнения поверхности легированными зонами после азотирования при 540...570 °С в течение 29 ч.

ЛИТЕРАТУРА

1. **Origin** and development of residual stresses induced by laser surface-hardening treatments / A. Solind, M. Dl. Sanctis, L. Paganini, et al. // J. Heat Treat. 1984. Vol. 3. No. 3. P. 193–204.

2. **Лазерное** термоупрочнение комплексно легированных сталей с низким и средним содержанием углерода / В.Ю. Хаскин, С.Ю. Павловский, В.П. Гаращук, В.Д. Шелягин. Дом Нац. акад. наук Україні, 2000. № 2. С. 102–106.

3. **Bergmann H.W., Henning W., Mordike B.L.** Wear and fatigue properties of laser melted cast iron: proc. of the 7th Int. Conf. "Strength Metals and Alloys (ICSMA7)" (Montreal, 12–16 Aug., 1985. Vd. 2). Oxford e. a., 1986. P. 1595–1600.

4. **Теория** и технология азотирования / Ю.М. Лахтин, Я.Д. Коган, Г.-И. Шпис, З. Бемер. М.: Металлургия. 1991. 320 с.

5. **Архаров В.И., Яр-Мухамедов И.Х.** Прочностные свойства стали с карбидицированными и азотированными хромовыми покрытиями // Металловедение и термическая обработка металлов. 1974. № 5. С. 51–52.

6. **Шарлат Е.С.** Свойства комбинированных покрытий на сталях // Сб. науч. тр. МАДИ. М., 1982. С. 49–53.

7. **Бреббия К., Геллес Ж., Вроубел Л.** Методы граничных элементов. М.: Мир, 1987.

8. **Лахтин Ю.М., Коган Я.Д., Булгач А.А.** Влияние легирующих элементов на термодинамическую активность и растворимость азота в фазах азотированного слоя // Металловедение и термическая обработка металлов. 1982. № 4. С. 15–18.

9. **Elevated** temperature nitrogen ion implantation of incoloy 908 and 909 using the plasms source ion implantation process / K. Sridharan, J.R. Conrad, F.J. Worzala, R.A. Dodd // Mater. Sci. and Eng. A. 1990. Vol. 128. No. 2. C. 259–268.

10. **Pope M., Grieveson P., Jack K.H.** Nitride precipitation in ferritic iron-vanadium alloys // Scand. J. Met. 1973. Vol. 2. No. 1. P. 29–43.

11. **А.с. 538067.**

12. **Лахтин Ю.М., Коган Я.Д.** Азотирование стали. М.: Машиностроение, 1976. 256 с.

О.В. Чудина, *д-р техн. наук, проф.;*
В.А. Александров, *науч. сотр.;* **Н.В. Уханов**, *аспирант (МАДИ (ГТУ));*
В.И. Самойлов, *канд. техн. наук, ген. директор Государственного внешнеэкономического объединения "Автоимпорт" (Москва)*

Повышение износостойкости конструкционных сталей комбинированным методом термодиффузионного упрочнения

Разработан новый метод комбинированного термодиффузионного упрочнения поверхности конструкционных сталей, который заключается в нанесении суспензии (шликера), содержащей легирующие элементы и вещества, необходимые для осуществления транспортных реакций, в формировании зародышей твердого раствора легирующих элементов в железе с использованием лазерного излучения и термодиффузионного отжига, совмещенного с процессом газового азотирования. Приведены результаты исследований микроструктуры, распределения микротвердости по толщине слоя, испытаний на изнашивание в условиях сухого трения, а также при воздействии абразивной и гидроабразивной сред.

The new combined method of constructional steels surface wearlessness increasing by thermal-diffusion hardfacing was designed. This method consisted of suspension coating, containing alloying elements and substances necessary for transport reactions, formation of germs of a firm solution of alloying elements in iron by using laser radiation, thermal-diffusion annealing combined with the gas nitriding. Microstructures, microhardness on layers thickness, deterioration tests in conditions of dry friction, abrasive and hydroabrasive wear process were researched.

Введение

Актуальной задачей современного машиностроения является разработка доступных, высокоэффективных и экологически безопасных технологий поверхностного упрочнения, поскольку прочная и твердая поверхность стали при сохранении вязкой сердцевины обеспечивает повышение таких важных эксплуатационных характеристик, как износостойкость и предел выносливости. В настоящее время развитие технологий поверхностного упрочнения связывается с разработкой комбинированных процессов [1, 2]. В данной статье рассматривается комбинированный технологический процесс поверхностного упрочнения конструкционных сталей, включающий термодиффузионное легирование поверхности из шликерного покрытия и азотирование.

Методика исследований

Упрочнению подвергали конструкционные мало- и среднеуглеродистые нелегированные стали, в качестве модельного материала использовали армко-железо.

Комбинированное поверхностное упрочнение сталей включает следующие этапы:

- нанесение суспензии (шликера), содержащей легирующие элементы и вещества, необходимые для осуществления транспортных реакций этих элементов к поверхности изделия;
- лазерная обработка отдельных участков поверхности, на которых способом лазерного оплавления из нанесенной суспензии формируются зародыши твердого раствора легирующих элементов в железе;
- термодиффузионный отжиг, совмещенный с процессом газового азотирования при температурах 500, 560 и 620 °С в течение 6 ч.

После очистки и обезжиривания поверхности детали путем окрашивания наносили суспензию и просушивали на воздухе. Количество наносимой суспензии составляло 16...36 мг/см^2. Для формирования зародышей твердого раствора легирующих элементов в матрице на некоторые участки упрочняемой поверхности образцов воздействовали излучением технологического лазера импульсного действия "Квант-16" при энергии импульсов 20 Дж. Облучение осуществляли на воздухе.

Термодиффузионный отжиг, совмещенный с процессом газового азотирования, проводили при температуре 900...1000 °С в специальной печи с муфелем, обеспечивающим подачу аммиака. Азотирование осуществляли при температурах 500, 560 и 620 °С в течение 6 ч.

Микротвердость упрочненных слоев измеряли на микротвердомере ПМТ-3. Микроструктуру и фазовый состав упрочненных слоев исследовали с использованием устройства для автоматизированного анализа структуры металлов, разработанного в МАДИ (ГТУ). Работа устройства состоит в анализе и подсчете элементов структуры в зависимости от интенсивности их цвета на цифровом изображении. Элементы структуры, различающиеся интенсивностью цвета, соответствуют разным фазам в структуре материала. В устройстве этого типа изображение передается от

светового микроскопа на цифровую фотокамеру, а цифровое изображение – в память компьютера.

Исследования износостойкости упрочненных покрытий в условиях сухого трения проводили на машине "Шкода-Савин". Износостойкость оценивали по объему вытертой в образце лунки ($мм^3$), образовавшейся в результате внедрения твердосплавного диска при пути трения 100, 300 и 600 м.

Абразивную износостойкость покрытий оценивали на приборе ВИСХОМ ПВ-7 в сыпучей массе абразивных частиц, движущейся между испытуемым образцом и резиновым роликом. В связи с высокой твердостью полученных покрытий в качестве абразива применяли корундовый песок с микротвердостью 21 ГПа и размером частиц до 200 мкм. Оценку износостойкости осуществляли по потере массы испытуемого образца при определенном количестве прошедшего абразива.

На гидроабразивную износостойкость образцы испытывали на машине ВИСХОМ ПВ-12 в потоке воды с абразивными частицами, в котором одновременно с каналами вращались образцы. Струя воды с песком ударяла в поверхность образца под установленным углом, вызывая его изнашивание (угол атаки 90°). Гидроабразивное изнашивание в таких условиях является результатом совместного действия потока воды, абразивных частиц и ударного воздействия частиц.

Результаты исследований и их обсуждение

Термодиффузионное насыщение поверхности сталей из суспензий (шликера) имеет ряд преимуществ по сравнению с другими методами диффузионного насыщения: более высокая технологичность и экономичность метода, возможность сравнительно простого получения многокомпонентных покрытий и нанесения покрытий на рабочую часть детали.

Основным недостатком метода является большая продолжительность технологического процесса. При повышении температуры процесса скорости химических реакций и диффузии возрастают. Однако значительно повысить температуру в печах технически невозможно, а перегрев насыщаемых сплавов вызывает ухудшение прочностных характеристик.

С целью снизить температуру и длительность процесса проводят предварительную *лазерную химико-термическую обработку* (ЛХТО) поверхности насыщаемого металла.

Суспензия (шликер) состоит из жидкой и твердой фаз. Для обеспечения высокой твердости и износостойкости поверхности конструкционных сталей в качестве твердой фазы использовали порошковые смеси нитридообразующих легирующих элементов (таблица). В качестве связующего применяли различные органические соединения, которые обеспечивают удержание активной составляющей во взвешенном состоянии, быстрое высыхание суспензии на насыщаемой поверхности и получение равномерного слоя. Для приготовления суспензии использовали составы твердых фаз.

Были выбраны следующие легирующие элементы: Al, Ti, Cr, V. Для осуществления транспортных реакций легирующих элементов к поверхности образцов использовали активизаторы NH_4Cl, AlF_3. Нейтральный порошок Al_2O_3 вводили в целях предотвращения спекания смеси. В качестве жидкой фазы применяли раствор коллоксилина в амилацетате.

Лазерное легирование с импульсным излучением позволяет получить на упрочняемой поверхности участки небольших размеров (до 2 мм в диаметре), представляющие собой твердые растворы легирующих элементов в матричном материале.

В результате следующего за ЛХТО термодиффузионного отжига в среде аммиака происходят насыщение поверхности металла легирующими элементами и образование их нитридов. Такая последовательность обработки позволяет существенно снизить температуру и продолжительность термодиффузионного насыщения поверхности стали легирующими элементами и азотом в сравнении с традиционными методами диффузионного насыщения стали легирующими элементами [3, 4]. Это объясняется тем, что при термодиффузионном отжиге в процессе нагрева печи до высоких температур вокруг зародышей концентрируются соединения легирующих элементов с железом, затем происходит их диффузия на поверхность и в глубь металла.

Кроме того, температура и продолжительность процесса снижаются за счет того, что диффузия легирующих элементов в глубь металла происходит как из суспензии (шликера), так и из зародышей легирующих элементов. При этом в процессе предварительной ЛХТО необходимо создать такое число зародышей легированных зон, которое обеспечит при дальнейшей диффузионной обработке равномерность

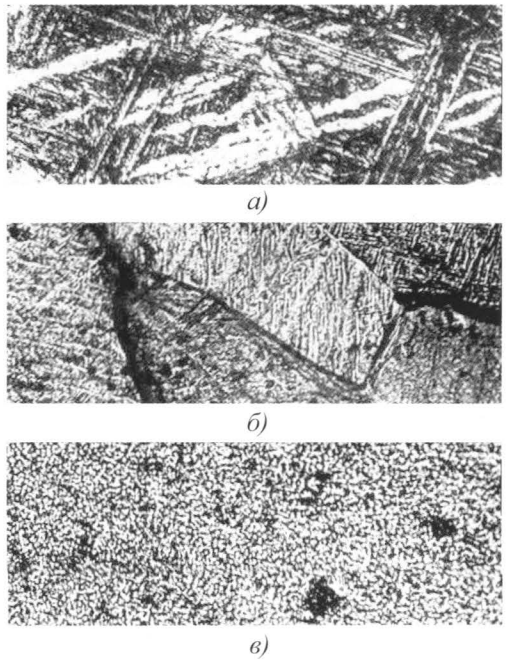
Состав твердой фазы суспензии

Легирующий элемент	Состав твердой фазы
Al	98 % (70 % Al_2O_3+30 % Al)+ + 2 % NH_4Cl
Ti	93 % (30 % Al_2O_3+70 % (70 % TiO_2+30 % Al))+ + 5 % AlF_3+2 % NH_4Cl
Cr	95 % (30 % Al_2O_3+70 % (80 % Cr_2O_3+ + 20 % Al)) + 5 % AlF_3
V	95 % (30 % Al_2O_3+70 % (80 % V_2O_3+20 % Al))+ + 5 % AlF_3

структуры как по поверхности, так и по толщине металла.

Исследования микроструктуры сталей и армко-железа, проведенные после комбинированного термодиффузионного упрочнения, показали, что поверхность образцов имеет в основном равномерное покрытие. Исключение составляют образцы, легированные алюминием в количестве более 7 % (рис. 1).

Толщина диффузионного слоя покрытий, составляющая 120...300 мкм, в значительной степени зависит от типа легирующего элемента, температуры и длительности термодиффузионного насыщения и азотирования. Исследования фазового состава показали, что по толщине упрочненного слоя формируется характерная для традиционного азотирования структура: на поверхности легированная ε-фаза, ниже – легированные γ′- и α-фазы. Вместе с тем при азотировании армко-железа, легированного алюминием в количестве более 3 %, при температуре 500 °С на поверхности упрочненного слоя образуется сплошной слой оксида Al_2O_3 (рис. 2). Азотирование при более высоких температурах приводит к общему увеличению толщины слоя и формированию оксидного слоя Al_2O_3 на поверхности легированного феррита толщиной 0,4...2 мкм, что, по-видимому, связано с инертностью алюминия к азоту. Под слоем Al_2O_3 наблюдается сплошной слой γ′-фазы толщиной 8 мкм, далее γ′-фаза вытравливается в виде выделений в α-фазе (рис. 3).



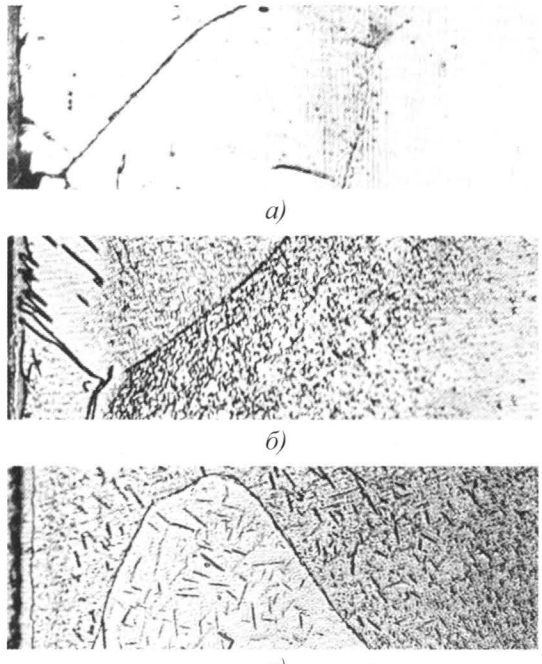
а)

б)

в)

Рис. 1. Структура (×100) поверхности образца из армко-железа, азотированного при 500 °С, с разным содержанием алюминия:
а – 7 %; *б* – 3 %; *в* – 1 %

В результате исследований установлено, что повышение концентрации легирующего элемента в поверхностном слое, температуры, длительности термодиффузионного процесса и азотирования приводит к увеличению микротвердости и толщины упрочненного слоя. При азотировании поверхности образца из армко-железа, легированного алюминием, твердость слоя

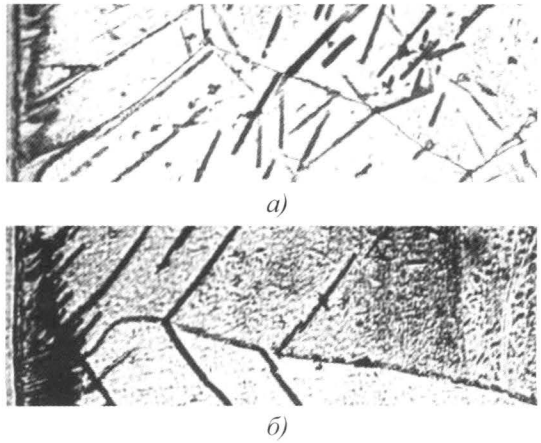


а)

б)

в)

Рис. 2. Микроструктура (×250) диффузионного слоя образца из армко-железа, азотированного при 500 °С, с разным содержанием алюминия:
а – 7 %; *б* – 3 %; *в* – 1 %



а)

б)

Рис. 3. Микроструктура (×500) диффузионного слоя образца из армко-железа, легированного алюминием и азотированного при разных температурах:
а – 550 °С; *б* – 620 °С

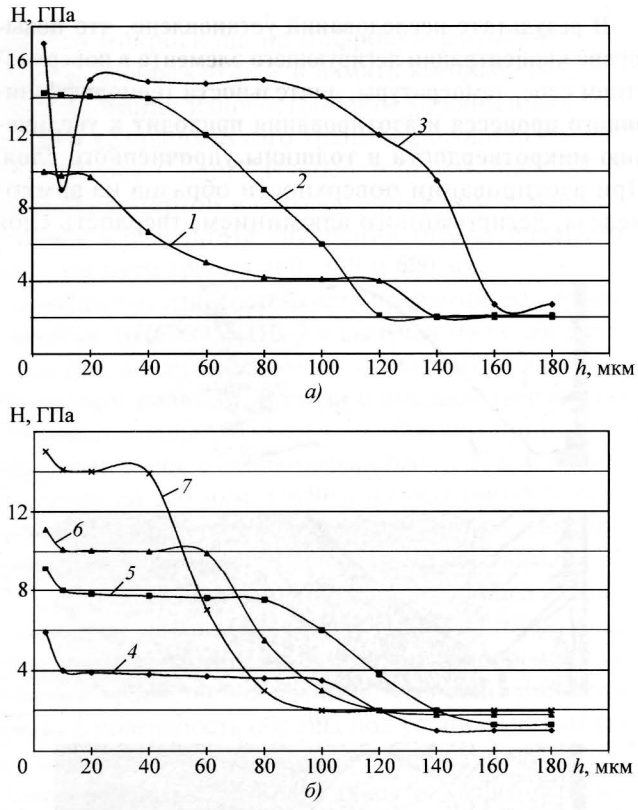


Рис. 4. Изменение микротвердости H по толщине упрочненного слоя *h* армко-железа, легированного алюминием (*а*) и ванадием (*б*): *1* – 1 % (Al+N); *2* – 3 % (Al+N); *3* – 5 % (Al+N); *4* – 0,3 % (V+N); *5* – 0,7 % (V+N); *6* – 1 % (V+N); *7* – 2,5 % (V+N)

максимальна и составляет 18 ГПа. Такая твердость покрытия объясняется присутствием на поверхности оксида Al_2O_3, высокой твердостью γ′-фазы и микронапряжениями, вызванными существенным различием удельных объемов легированной и нелегированной γ′-фаз. Твердость покрытий, легированных ванадием, составляет 16 ГПа, а хромом – 15 ГПа (рис. 4).

Исследования износостойкости в условиях сухого трения проводили на машине "Шкода-Савин" для образцов из стали 20, подвергнутых насыщению Al+N (рис. 5, *а*) и Al+Ti+N (рис. 5, *б*). Видно, что для покрытий характерно некоторое снижение износостойкости с ростом температуры азотирования. Наибольшая износостойкость стали 20 в условиях сухого трения наблюдается при комплексном легировании алюминием и титаном.

При трении на машине "Шкода-Савин" в течение 30 мин потеря массы Δm нормализованной стали 20 составляет 56 мг, после насыщения Al+Ti+N и азотирования при температуре 600 °C – 5,5 мг, в то время как потеря массы при таких же испытаниях азотированной стали 38Х2МЮА – 15 мг.

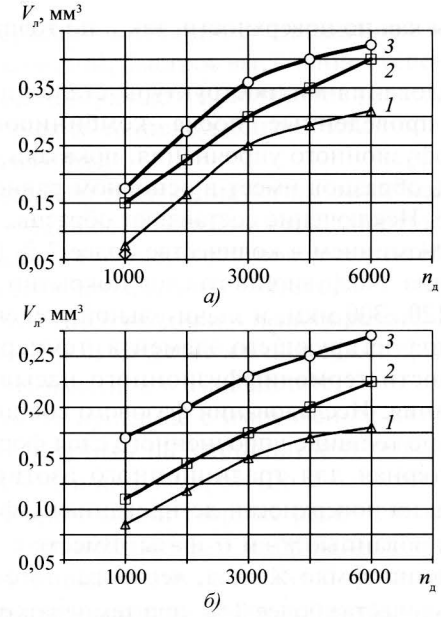


Рис. 5. Кривые изнашивания стали 20 после насыщения Al+N (*а*) и Al+Ti+N (*б*) при разных температурах азотирования: *1* – 600 °C; *2* – 700 °C; *3* – 800 °C; $V_л$ – объем вытертой лунки; $n_д$ – число оборотов диска

Испытания в условиях абразивного изнашивания проводили для образцов из стали 20, подвергнутых насыщению Al+N, Ti+N, Cr+N и Al+Ti+N. На рис. 6 и 7 представлены результаты исследования влияния состава покрытия и температуры азотирования (продолжительность азотирования – 6 ч) на абразивный износ.

Гидроабразивную износостойкость исследовали в потоке воды, содержащем абразивные частицы. В таких условиях поверхность металла разрушается за счет гидравлического импульсного удара, действия частиц абразива, а также взаимодействия жидкости и металла, в результате которого происходит электрохимическая коррозия.

На рис. 8 приведены результаты испытаний на гидроабразивное изнашивание образцов из стали 20 при различных насыщающих составах и температурах азотирования.

Микроструктура диффузионного покрытия Al+Ti+N представлена на рис. 9.

Таким образом, после сравнения результатов испытаний в условиях сухого трения, абразивного и гидроабразивного изнашивания можно сделать следующие **выводы:**

1) разработана новая технология термодиффузионного упрочнения конструкционных сталей, заключающаяся в лазерном легировании и термодиффузионном отжиге, совмещенном с азотированием, и позволяющая получать покрытия с высокой твердостью и износостойкостью;

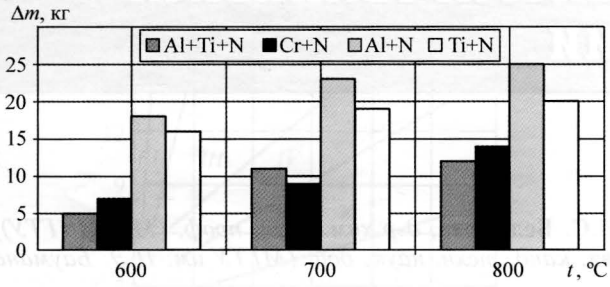


Рис. 6. Влияние состава покрытия и температуры азотирования на абразивную износостойкость стали 20

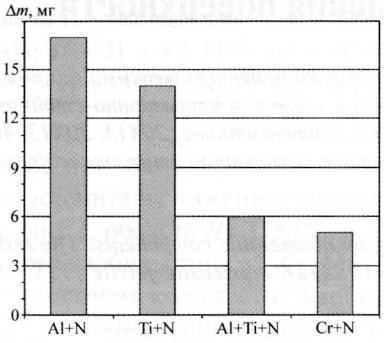


Рис. 7. Сравнительные характеристики диффузионных покрытий при абразивном изнашивании

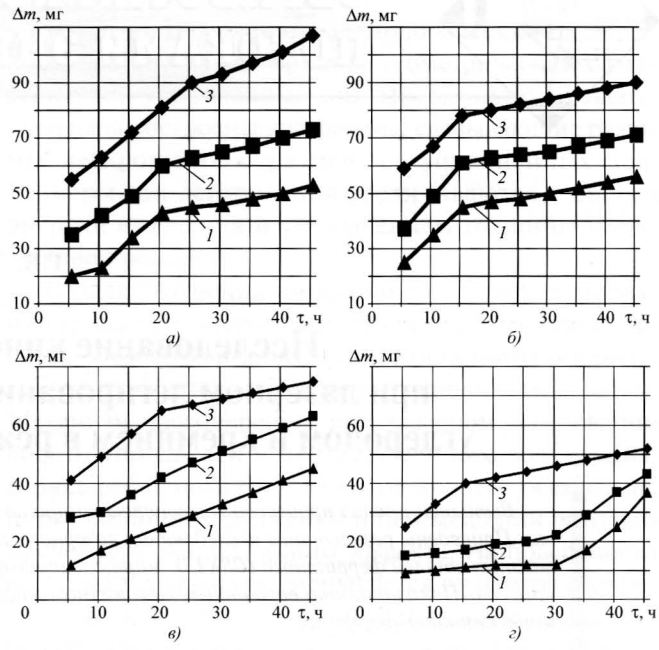


Рис. 8. Изменение массы Δm образцов из стали 20 с течением времени τ при испытаниях на гидроабразивное изнашивание после термодиффузионного насыщения при разных температурах азотирования:

а – Ti+N; *б* – Al+N; *в* – Al+Ti+N; *г* – Cr+N; *1* – 600 °С; *2* – 700 °С; *3* – 800 °С

Рис. 9. Микроструктура (×200) стали 20 после комбинированного термодиффузионного насыщения Al+Ti+N

2) повышение температуры азотирования до 800 °С приводит к снижению износостойкости всех исследованных покрытий. Максимальная износостойкость стали достигается при нанесении покрытий Cr+N и Al+Ti+N для всех видов изнашивания, причем покрытия, состоящие из Al+N, имеют самую высокую твердость, однако не обеспечивают соответствующей износостойкости вследствие повышенной хрупкости слоя;

3) установлено, что износостойкость стали 20 с комплексным покрытием Al+Ti+N в 2,7 раза выше, чем азотированной стали 38Х2МЮА.

ЛИТЕРАТУРА

1. **Приходько В.М., Петрова Л.Г., Чудина О.В.** Металлофизические основы разработки упрочняющих технологий. М.: Машиностроение, 2003. 384 с.

2. **Чудина О.В.** Комбинированные методы поверхностного упрочнения сталей с применением лазерного нагрева: теория и технология. М.: МАДИ (ГТУ), 2003. 248 с.

3. **Шарлат Е.С.** Свойства комбинированных покрытий на сталях // Сб. науч. трудов МАДИ. М., 1982. С. 49–53.

4. **Архаров В.И., Яр-Мухамедов И.Х.** Прочностные свойства стали с карбидицированными и азотированными хромовыми покрытиями // Металловедение и термическая обработка металлов. 1974. № 5. С. 51–52.

И.С. Белашова, *д-р хим. наук, проф. (МАДИ (ГТУ));*
Т.В. Тарасова, *канд. техн. наук, доц. (МГТУ им. Н.Э. Баумана)*

Исследование кинетики массопереноса при лазерном легировании конструкционных сталей углеродом и кремнием в режиме оплавления поверхности

Выполнен анализ процессов массопереноса при лазерном легировании сталей неметаллическими компонентами. Приведены результаты исследования лазерного легирования углеродом и кремнием коррозионно-стойких хромистых сталей ферритного (08Х13), мартенситно-ферритного (12Х13) и мартенситного (20Х13, 30Х13, 40Х13) классов. Показано, что вероятным механизмом массопереноса при лазерном легировании этих сталей является конвективная диффузия.

The analysis of mass transfer processes was made at laser steel alloying by nonmetallic components. The results of laser alloying by carbon and silicon for stainless chromic steels of ferrite (08X13), martensite-ferrite (12X13), and martensite classes (20X13, 30X13, 40X13) are shown.

Введение

Для повышения эксплуатационных характеристик деталей за счет увеличения твердости и износостойкости локальных участков поверхности можно применять модифицирование поверхности с использованием лазерного нагрева, или *лазерное легирование*.

Однако систематизированных данных по лазерному легированию поверхностных слоев конструкционных материалов недостаточно. Этот метод находится до сих пор в стадии научного изучения и далеко не всегда используется в прикладном значении.

Методика исследований

Лазерное легирование углеродом и кремнием коррозионно-стойких хромистых сталей ферритного (08Х13), мартенситно-ферритного (12Х13) и мартенситного (20Х13, 30Х13, 40Х13) классов проводили по режимам, обеспечивающим расплавление поверхности. Образцы обрабатывали на технологическом лазере импульсного действия "Квант-16". Перед лазерной обработкой на поверхность образцов наносили обмазки из промышленных порошков графита и кремния с использованием органического связующего. Обработку образцов проводили после выхода лазера на стабильный режим работы. Плотность мощности излучения варьировали изменением как энергии импульса, так и положения поверхности образца относительно фокальной плоскости выходной линзы оптической системы лазера ΔF. В зависимости от плотности мощности и толщины насыщающей обмазки δ получали различные структуры упрочненных зон, имеющие характерное распределение микротвердости по сечению ванны расплава. Микротвердость измеряли на приборе ПМТ-3 при нагрузке на индентор 0,98 Н.

Структуру и фазовый состав зон оплавления исследовали методами рентгеноструктурного анализа, световой и электронной микроскопии.

Обсуждение результатов исследований

Исследование влияния энергии излучения и толщины насыщающей обмазки (графита и кремния со связующим) при лазерном легировании на строение зон обработки коррозионно-стойких сталей показало, что в зависимости от указанных параметров обработки образуются структуры разных типов. По результатам исследований построены фазовые диаграммы, показывающие области существования этих структур в зависимости от энергии излучения E и толщины насыщающей обмазки δ (рис. 1).

После лазерной цементации указанных сталей при небольших толщинах обмазки формируются зоны легирования, имеющие дендритное строение. Содержание углерода в ванне плавления изменяется в пределах 0,3...0,6 %, структура состоит из мартенсита и остаточного аустенита, микротвердость достигает 9 ГПа (см. рис. 1, область *I*). Повышение концентрации углерода

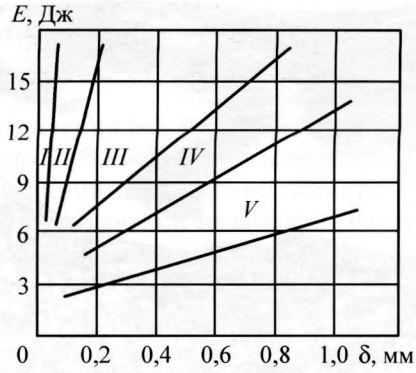


Рис. 1. Влияние режимов лазерной цементации на структуру и микротвердость H зоны плавления стали 12Х13 ($\Delta F = 0$): *I* – H ≤ 9 ГПа; *II* – H ≤ 4,5 ГПа; *III* – H ≤ 2 ГПа; *IV* – H ≤ 11 ГПа; *V* – H ≤ 14 ГПа (критический режим)

от 0,6 до 1,3 % приводит к увеличению количества остаточного аустенита и снижению микротвердости до 4,5 ГПа (см. рис. 1, область *II*). При 2...3 % C в структуре появляются карбиды типа $M_{23}C_6$. Микротвердость растет с увеличением количества карбидной фазы. При увеличении концентрации углерода до 5 % выявлены карбиды типа $(Fe, Cr)_3C$, микротвердость при этом достигает 11 ГПа (см. рис. 1, область *IV*).

При легировании исследуемых сталей кремнием образуется упрочненная зона, отличающаяся повышенной травимостью, с микротвердостью до 8,2 ГПа. Структура упрочненных зон представляет собой твердый раствор кремния в α-Fe. Концентрация кремния в этом случае возрастает до 0,1 %.

Увеличение толщины обмазки приводит к повышению концентрации кремния до 12 %. На рентгенограммах образцов, обработанных по указанным режимам, выявляются системы дифракционных максимумов α′-фазы Fe_3Si, α-фазы и следы силицида Fe_5Si_3, количество которого увеличивается с ростом толщины обмазки. При этом значения микротвердости достигают 10,2 ГПа.

Дальнейшее изменение толщины обмазки нежелательно, так как концентрация кремния увеличивается до 23 % и это приводит к образованию трещин и пор в упрочненном слое.

Основной структурной составляющей зоны плавления в этом случае является ε-фаза FeSi. Зафиксированы также силициды типа $(Fe, Cr)_5Si_3$. С увеличением толщины обмазки появляется хрупкая ξ-фаза $FeSi_2$. На всех рентгенограммах отмечены следы силицидов хрома $CrSi_2$, Cr_3Si, CrSi.

Значения микротвердости по объему зоны плавления практически не изменяются, причем с ростом концентрации кремния в упрочненной зоне разброс микротвердости уменьшается.

Исследовано влияние технологических параметров лазерного легирования на геометрические характеристики упрочненных зон. По результатам экспериментов построены диаграммы, связывающие режимы легирования с размерами упрочненных зон. Размеры зон легирования увеличиваются с ростом энергии излучения и уменьшением толщины насыщающей обмазки.

В целях изучения кинетики лазерного легирования и явления массопереноса исследовано распределение элементов в зонах легирования методами рентгеноспектрального и рентгенографического анализа. Механизм массопереноса при лазерном легировании достаточно сложен и не имеет единого толкования. В ряде работ показано, что этот процесс основан на циркуляционном движении и перемещении расплава за счет термокапиллярного эффекта. На поверхности расплава температура уменьшается от центра облучения к краю жидкой ванны. С изменением температуры расплава меняется и сила поверхностного натяжения, возрастая к краям жидкой ванны. В результате возникает движение расплава от центра жидкой ванны к ее краю. Это движение расплава на поверхности передается внутрь за счет сил вязкого трения. Для оценки скоростей движения расплава металла и роли сил поверхностного натяжения в работе [1] предложен приближенный расчет движения расплава и формы его поверхности.

Расчеты, выполненные для железа при ширине и глубине зоны плавления соответственно 2 и 0,2 мм и разности температур в центральной и краевой частях 500 °C, показали, что масса расплава в поверхностном слое может двигаться со скоростью порядка 1...3 м/с, а его внутренние области – порядка нескольких десятков см/с. Модель массопереноса, основанная на учете термокапиллярного эффекта, объясняет наблюдаемые высокие скорости массопереноса и перемешивания расплава. В работе [2] авторы, исследуя возможность легирования стали Х18Н9Т танталом при действии монохроматического излучения, объясняют характерные глубины проникновения тантала (примерно на глубину 1000 Å) диффузией в жидкой фазе. Приводится характер концентрационных профилей тантала и расчет коэффициента диффузии, который оценивается величиной порядка $1 \cdot 10^{-4}$ см^2/с, что характерно для диффузии в жидкой фазе.

В данной работе для изучения механизма массопереноса при лазерном легировании, как отмечалось выше, были выбраны коррозионно-стойкие хромистые стали ферритного, мартенситно-ферритного и мартенситного классов.

Исследование распределения железа, хрома и кремния проводили по известной методике [3] на микрорентгеноспектральном анализаторе MS-46

фирмы Cameca. Изучали изображение шлифов в поглощенных и во вторичных электронах, а также в характеристическом излучении.

При исследовании распределения углерода был применен метод активационной авторадиографии [4]. Исследуемые образцы облучались дейтронами с энергией 1,8 МэВ в течение 15 мин. При этом в тонком поверхностном слое по реакции $^{12}C(d, n)^{13}N$ образуется радионуклид ^{13}N, локальная активность которого строго пропорциональна содержанию углерода в анализируемом объеме исследуемого образца. Распределение этого нуклида на облученной поверхности образца регистрировалось фотопленкой для ядерных исследований. Авторадиограммы проявляли в метолгидрохиноновом проявителе D-19, который обеспечивает линейную зависимость между фазой облучения и плотностью почернения авторадиограммы. Полученные авторадиограммы фотометрировали на усовершенствованном микрофотометре МФ-4, логарифмический усилитель на выходе которого обеспечивает линейную зависимость между величиной выходного сигнала и плотностью почернения авторадиограммы в широком диапазоне почернений и, следовательно, между величиной выходного сигнала и содержанием углерода в образце. Чувствительность определения углерода по данной методике составляет $1 \cdot 10^{-3}$ %.

Для исследования распределения кремния образцы облучали дейтронами из кремния по реакции $^{30}Si(d, p)^{31}Si$. При этом образуется радионуклид ^{31}Si. Чувствительность определения кремния в оптимальных временны́х режимах составляет $1 \cdot 10^{-2}$ %. В связи с большим различием периодов полураспада нуклидов ^{13}N и ^{31}Si взаимное влияние углерода и кремния на избирательность авторадиографического анализа невелико, что позволило получить однозначные картины распределения этих элементов в одном образце.

Исследования показали, что структура и микротвердость при лазерном легировании изменяются только в *зоне плавления* (ЗП) и вблизи границы ЗП и *зоны термического влияния* (ЗТВ). Рассматривая легированный слой в сечении после однократного воздействия лучом лазера, можно наблюдать светлые и темные разводы вихревого характера, обогащенные либо обедненные легирующими элементами, в области локализации которых наблюдается резкое изменение микротвердости. **Форма этих разводов свидетельствует о том, что в период пребывания расплава в жидком состоянии в нем действовали силы, создавшие турбулентные потоки.** От характера этих потоков зависит распределение вещества по всему жидкому слою. Получающаяся вихревая картина является следствием действующих в расплаве сил (рис. 2).

Рис. 2. Микроструктура (×250) зоны плавления стали 12Х13 после лазерной цементации (E = 15 Дж, δ = 0,4 мм, ΔF = 0)

Для оценки распределения элементов после лазерного силицирования регистрировались кривые интенсивностей $K_{\alpha_{1,2}}$ линий хрома, железа и кремния вдоль выбранных направлений сканирования *I–III* (рис. 3). Измерения показали, что при незначительном насыщении кремнием ванны плавления (до ≈1 %) отмечалось резкое увеличение амплитуды колебаний линий интенсивностей Si (что соответствует увеличению его концентрации) по краям ванны плавления (рис. 4, *а*), около поверхности и вблизи дна ванны плавления (рис. 4, *б*). При сканировании зондом по прямой линии, проходящей по центру ванны плавления от поверхности в глубь образца (см. рис. 3, направление *II*), отмечено увеличение содержания кремния в центре ванны плавления (рис. 4, *в*). При этом микротвердость в областях с повышенной концентрацией кремния составляла 7,5 ГПа, с пониженной – 5,5 ГПа. Аналогичное изменение содержания кремния по объему ванны плавления наблюдалось также при легировании по режимам, обеспечивавшим более высокую степень насыщения кремнием упрочненных зон (примерно до 3,5 %), однако различие амплитуд колебаний линий интенсивностей около краев ванны плавления относительно среднего содержания кремния в объеме ванны менее заметно. Регистрация кривых интенсивностей $K_{\alpha_{1,2}}$ линий железа и хрома показала выравнивание микронеоднородностей состава по сравнению с исходным состоянием.

Обработка двойным импульсом приводила к выравниванию концентрации кремния по объему зоны плавления.

При увеличении содержания кремния в упрочненной зоне (до 20 %) различие в изменении амплитуды колебаний линий интенсивности по объему ванны плавления практически незаметно. Распределение микротвердости в данном случае носило равномерный характер. Максимальная микротвердость составляла 10 ГПа. Разброс значений микротвердости находился в пределах ошибки эксперимента.

Легирование с перекрытием упрочненных зон приводит к еще более равномерному распределению элементов в силицированном слое.

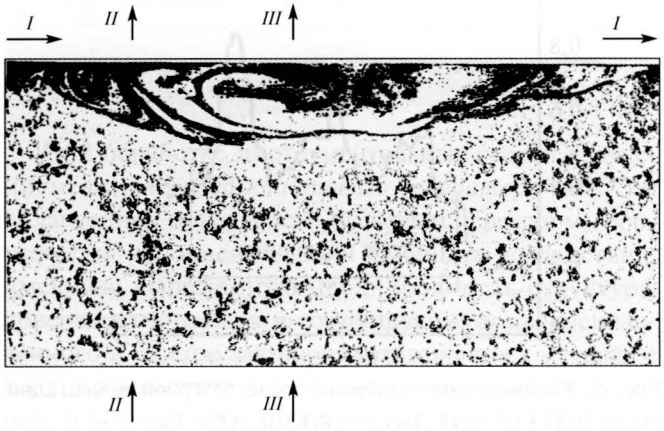


Рис. 3. Схема сканирования зонда микроанализатора по поверхности шлифа стали 12Х13 после лазерного силицирования (E = 15 Дж, δ = 0,1 мм, ΔF = 0):
I–III – направления сканирования

Исследование распределения элементов при лазерном силицировании позволяет предположить, что **массоперенос при легировании с оплавлением происходит в основном за счет термокапиллярного эффекта,** что согласуется с данными работы [1].

Очевидно, что время существования разных фаз в расплавленном состоянии весьма различается. Когда один объем уже находится в стадии кристаллизации, другой (светлые зоны на рис. 2) не только находится в жидком состоянии, но и продолжает свое движение. Перемещающаяся граница раздела между жидкостью и твердой фазой становится еще одним источником хаотических движений, поскольку переход в новое агрегатное состояние неизбежно сопровождается скачкообразным изменением свойств.

Нагрев металла и продвижение границы расплава в глубь материала происходят в течение всего лазерного импульса и некоторое время после его окончания. Граница раздела распространяется в глубь материала с определенной скоростью, а затем возвращается к поверхности приблизительно с той же скоростью. Процесс плавления сопровождается перемешиванием расплава. В результате около самого дна ванны плавления при переходе к ЗТВ концентрация легирующего элемента снижается, что связано с более низкими температурами нагрева в этой области и меньшим временем пребывания расплава в жидком и вязком (полужидком) состояниях. Относительные колебания содержания элементов матрицы в поперечных сечениях проплавленных областей также несколько увеличиваются вблизи границы раздела ЗП и ЗТВ.

В целях уточнения описанного качественного механизма легирования исследовали распределение

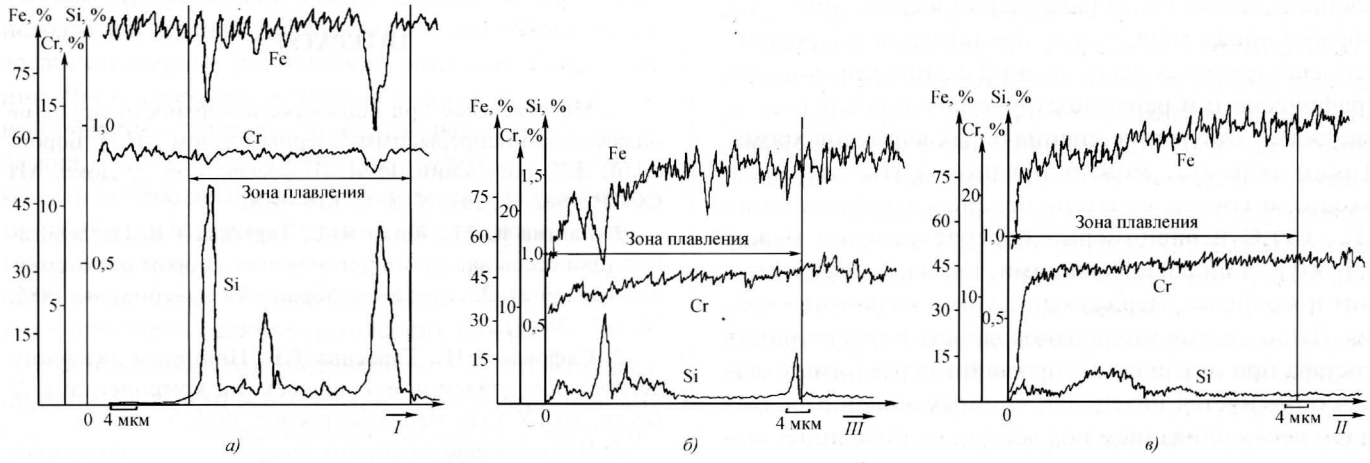


Рис. 4. Распределение Fe, Cr, Si в зоне плавления стали 12Х13 после лазерного силицирования при сканировании в разных направлениях (δ = 0,1 мм, ΔF = 0):
а – E = 50 Дж; *б*, *в* – E = 15 Дж

элементов при лазерной цементации. В результате сопоставления микроструктур упрочненных зон, сформированных при лазерной цементации, и авторадиограмм, дающих информацию о распределении углерода, получено, что при малом содержании углерода в зоне плавления наблюдаются характерные вихри и соответствующее им увеличение плотности почернения авторадиограммы в местах повышенной концентрации углерода (рис. 5). Также получена кривая распределения углерода при фотометрировании рассмотренной авторадиограммы, на которой видны характерные всплески, соответствующие увеличению содержания углерода.

Обработка двойным импульсом приводила к выравниванию концентрации углерода по объему ванны плавления. С увеличением содержания углерода в зоне легирования различие в плотности почернения авторадиограмм уменьшилось.

При лазерной цементации с перекрытием упрочненных зон при обработке по режимам, обеспечивающим микротвердость 9...11 ГПа, наблюдается равномерное распределение углерода в легированном слое.

Из анализа авторадиограмм при их сопоставлении с фотографиями микроструктур упрочненных зон следует, что вблизи границы между зоной плавления и твердым металлом концентрация углерода уменьшается, что объясняется снижением интенсивности процесса перемешивания (из-за более низких температур нагрева) и меньшим временем пребывания расплава в жидком и вязком состояниях в этой области.

Исследование распределения железа и хрома методом микрорентгеноспектрального анализа показало, что после лазерной цементации эти элементы распределяются более равномерно в сравнении с необработанным металлом. Сопоставление микрорентгеноспектральных исследований с данными металлографического и рентгеноструктурного анализа подтверждает отсутствие специальных карбидов хрома. Таким образом, можно предположить, что хром входит в состав мелкодисперсных карбидов типа $(Fe, Cr)_3C$ и равномерно перераспределен между структурными составляющими, т.е. мартенсит, аустенит и карбиды содержат одинаковое количество хрома. Наблюдаемая микрооднородность и гомогенность состава при лазерном легировании исследуемых сталей объясняется интенсивной циркуляцией расплава и его перемешиванием под действием описанных выше механизмов.

Таким образом, в результате проведенных экспериментов показано, что **вероятным механизмом массопереноса при лазерном легировании коррозионно-стойких сталей углеродом и кремнием является конвективная диффузия.**

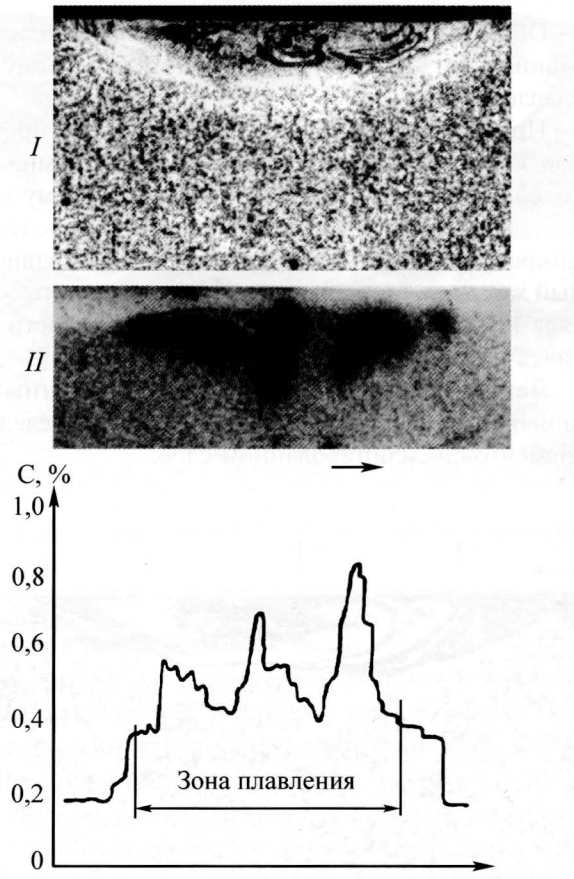


Рис. 5. Распределение углерода после лазерной цементации стали 20Х13 (E = 15 Дж, δ = 0,1 мм, ΔF = 0):
I – микроструктура (×250); *II* – авторадиограмма (стрелкой показано направление фотометрирования)

ЛИТЕРАТУРА

1. **Массоперенос** при обработке поверхности металлов оплавлением непрерывным лазерным лучом / И.П. Боровский, Д.Д. Городский, И.М. Шарасеев и др. // Докл. АН СССР. 1982. Т. 263. № 3. С. 616–618.

2. **Лахтин Ю.М., Коган Я.Д., Тарасова Т.В.** Исследование процессов лазерного легирования коррозионно-стойких сталей // Электронная обработка материалов. 1985. № 3. С. 28–31.

3. **Сафонов А.Н., Тарасова Т.В.** Процессы лазерного легирования сталей неметаллическими компонентами // Вестн. МГТУ. Сер. Машиностроение. 1997. № 2. С. 68–77.

4. **Исследование** лазерного легирования коррозионно-стойких хромистых сталей / Т.В. Тарасова, М.Л. Ларин, В.М. Минаев и др. // Лазерная термическая и химико-термическая обработка в машиностроении: сб. науч. тр. М.: МАДИ, 1985. С. 46–53.

И.С. Белашова, *д-р хим. наук, проф.;*
Д.П. Шашков, *д-р хим. наук, проф. (МАДИ (ГТУ))*

Изменение механических и тепловых характеристик инструментальных сталей при лазерном легировании

Исследовано влияние легирования инструментальных сталей У10 и ХВГ ниобием и титаном при лазерном нагреве на интегральную микротвердость, теплостойкость, ударную вязкость и изменение профиля поверхности. Показано влияние нагрева на микротвердость и ударную вязкость лазерно-легированной стали ХВГ. Определены оптимальные составы и плотность нанесения насыщающих обмазок, а также технологические режимы лазерного облучения, обеспечивающие оптимальные характеристики режущего инструмента.

Influence of alloying of tool steels У10 and ХВГ by niobium and titan at laser heating on integrated microhardness, temperature constancy, impact strength and change of a structure surface was investigated. Influence of heating on microhardness and impact strength of laser heated steel ХВГ was shown. Optimum composition and density of saturant smearing and technological modes of laser radiation that can provide optimum characteristics for cutting tool were determined.

Введение

При обработке инструментальных сталей излучением *оптического квантового генератора* (ОКГ) с оплавлением поверхности (фазовым переходом) формируется упрочненная зона лазерного воздействия, имеющая выраженную неоднородность структуры поверхностного слоя и состоящую из зоны расплавленного и быстро закристаллизовавшегося металла с дендритным строением и зоны термического влияния, в которой все структурные изменения происходят в твердом состоянии. Далее наблюдаются переходный слой и материал основы.

При легировании легирующие элементы в результате турбулентных процессов, возникающих под действием гидродинамических сил и температурных градиентов, механически перемешиваются с материалом основы. Кроме механического перемешивания происходит и взаимная диффузия в жидкой фазе с образованием твердых растворов и химических соединений. Высокие скорости нагрева и охлаждения локальной области определяют и необычные структурные и фазовые изменения в ней, например очень высокую концентрацию легирующих элементов в твердом растворе или повышенную степень дисперсности, развитую дислокационную структуру, что является следствием волн тепловых напряжений, которые развиваются при таких резких термических циклах.

Установлено, что с увеличением энергии импульса глубина и диаметр зоны легирования возрастают, а с увеличением количества наносимой обмазки зависимость имеет обратно пропорциональный характер [1]. Это происходит вследствие того, что бóльшая часть энергии поглощается обмазкой и, соответственно, меньшая доля приходится на плавление поверхности.

Следует также отметить влияние на размеры зоны легирования состава насыщающей обмазки. При добавлении в оптимальную смесь титана и ниобия 10 % (по массе) углерода, который повышает поглощательную способность обмазки, глубина и диаметр этой зоны несколько увеличиваются. В итоге это влияет на физико-механические и эксплуатационные характеристики материалов. *Цель* настоящей работы – исследование влияния технологических параметров лазерной обработки на качество поверхности, микротвердость, теплостойкость и ударную вязкость инструментальных сталей.

Обсуждение результатов исследований

Интегральная микротвердость. Одной из важных механических характеристик является микротвердость поверхности, которая в значительной степени определяет ее износостойкость.

Как показали предварительные исследования, распределение микротвердости носит крайне неравномерный характер, поэтому в качестве характеристики распределения микротвердости по всей зоне плавления выбрали *интегральную микротвердость* [2].

На рис. 1 приведена зависимость интегральной микротвердости $H_{инт}$ при легировании обмазками оптимального состава от энергии импульса E. В случае использования обмазки состава 50 % Ti + 50 % Nb (состав 1) обработку образцов рекомендуется проводить при E = 22...27 Дж, состава 60 % Ti + 30 % Nb + + 10 % C (состав 2) – при E = 17...20 Дж, так как при этом достигается наилучший эффект упрочнения (заштрихованные области на рис. 1). Высокая энергия импульса ведет к увеличению ванны плавления и при одной и той же плотности нанесения легирующего состава – к уменьшению концентрации титана, ниобия

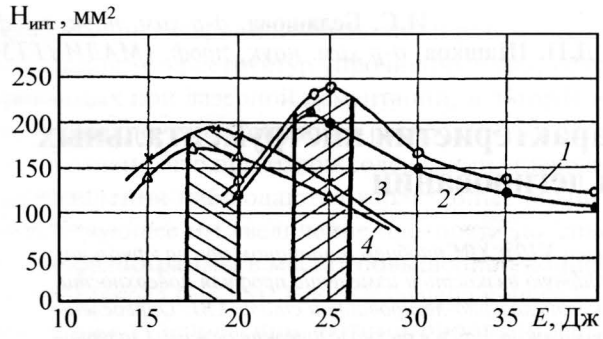


Рис. 1. Зависимость интегральной микротвердости $H_{инт}$ упрочненного слоя стали ХВГ от энергии импульса E при плотности нанесения δ = 18 (*1*), 12 (*2*, *3*), 8 (*4*) мг/см² насыщающих обмазок разного состава:
1, *2* – 50 % Ti + 50 % Nb (состав 1); *3*, *4* – 60 % Ti + + 30 % Nb + 10 % C (состав 2)

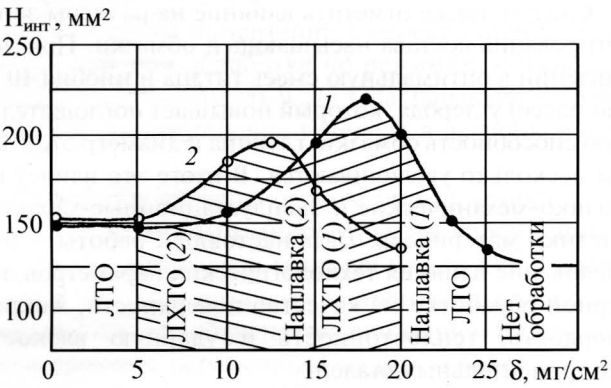


Рис. 2. Зависимость интегральной микротвердости $H_{инт}$ упрочненного слоя стали ХВГ от плотности нанесения обмазки δ:
1 – состав 1, E = 25 Дж; *2* – состав 2, E = 18 Дж

и углерода в зоне легирования. Нижний предел E определяется минимальной энергией, необходимой для достижения эффекта легирования, т.е. расплавления.

Так как основными упрочняющими фазами при лазерном легировании являются карбиды титана, ниобия и цементит, то представляет интерес зависимость интегральной микротвердости $H_{инт}$ слоя от плотности нанесения обмазки δ, представленная на рис. 2.

В результате проведенных экспериментов установлено оптимальное количество наносимой обмазки для достижения высоких значений интегральной микротвердости слоя. При этом плотность нанесения ее должна изменяться в диапазоне δ = 15...18 мг/см² при обмазке состава 1 и δ = 10...14 мг/см² при обмазке состава 2. При меньшем ее количестве не полностью достигается эффект упрочнения, а большее количество при одной и той же энергии импульса дает режим наплавки, что снижает твердость.

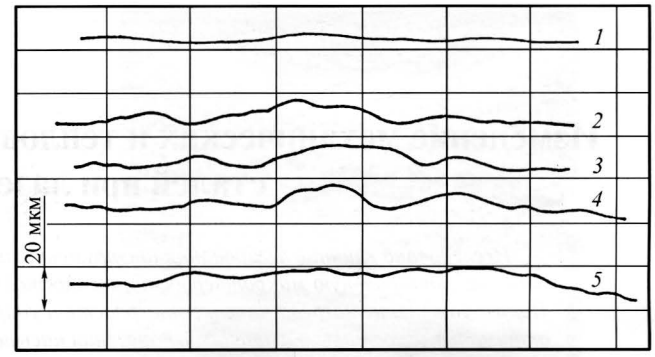


Рис. 3. Изменение профиля поверхности образца из стали У10 после лазерной обработки по разным режимам:
1, *2* – лазерная обработка без оплавления и с оплавлением; *3*, *4* – лазерное легирование при n = 1, $k_п$ = 0 и 0,5; *5* – лазерное легирование при n = 2 и $k_п$ = 0,5

Профиль поверхности. Исследования показали, что основными параметрами, влияющими на изменение профиля поверхности, являются: энергия импульса излучения E, плотность нанесения обмазки δ, условия фокусирования и коэффициент перекрытия зон лазерного упрочнения $k_п$, а также число импульсов n. На рис. 3 показано изменение профиля поверхности образца из стали У10 после лазерной обработки в режиме без оплавления и с оплавлением, а также легированной при E = 25 Дж из обмазки состава 1 с коэффициентами перекрытия $k_п$ = 0 и 0,5, находящейся в фокальной плоскости линзы ОКГ, т.е. при ΔF = 0.

При малых значениях E до оплавления поверхности изменения ее профиля практически не выявляются. При оплавлении установлена прямая зависимость высоты микронеровностей зоны легирования от энергии импульса. При лазерной обработке с E > 40 Дж высота микронеровностей составляет 80...100 мкм, поэтому такой режим нецелесообразен, поскольку толщина слоя, снимаемого при окончательном шлифовании, будет практически равна толщине легированного слоя (рис. 4).

Состав насыщающей среды также влияет на шероховатость поверхности. Так, добавление графита немного уменьшает колебания профиля, по-видимому, из-за лучшего поглощения энергии излучения и более равномерного проплавления.

Анализ представленных зависимостей и профилограмм легированной поверхности образцов из исследуемых сталей позволил установить, что для получения обработанной лазером поверхности с минимальным изменением профиля обработку при δ = 12...16 мг/см² следует проводить в фокальной плоскости линзы с энергией излучения $E \le 30$ Дж. Припуск на последующую механическую обработку составляет 20...30 мкм (см. рис. 4).

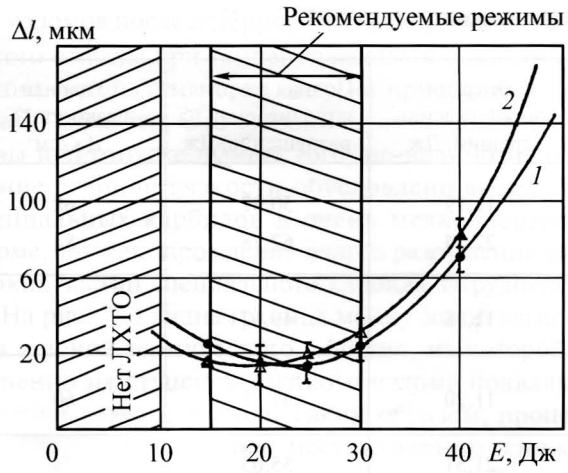


Рис. 4. Зависимость припуска Δl на окончательную механическую обработку после лазерного легирования от энергии импульса E при нанесении обмазки составов 1 (*1*) и 2 (*2*)

Теплостойкость легированных слоев. При создании режущего инструмента необходимо учитывать, чтобы стали после лазерного легирования сохраняли физико-механические свойства в условиях резания с высокими скоростями, близкими к скоростям резания инструмента из быстрорежущей стали, когда в зоне резания развиваются высокие температуры. Поэтому определение температурного интервала устойчивости слоев сталей У10 и ХВГ после лазерного легирования титаном, ниобием и углеродом представляет значительный интерес.

Исследовали изменение микротвердости образцов Н (при P = 0,1 Н) после лазерного легирования и последующего отжига при температурах t = 200, 400, 600 и 800 °С в течение 1 ч. Образцы из сталей У10 и ХВГ обрабатывали по следующим режимам: δ = 12...16 мг/см^2, E = 20...25 Дж, что соответствует оптимальным условиям обработки (рис. 5).

Отмечена невысокая теплостойкость зон после обычной лазерной термической обработки – до 200...300 °С, что, по-видимому, связано с отсутствием тугоплавких карбидов, повышающих красностойкость инструментальных сталей.

Результаты измерения поверхностной микротвердости (при P = 0,1 Н) сталей У10 и ХВГ после легирования и последующего отжига в течение 1 ч приведены на рис. 6. Там же для сравнения показана теплостойкость быстрорежущей стали Р6М5.

Анализ вышеприведенных данных показывает, что лазерное легирование титаном, ниобием и углеродом существенно повышает теплостойкость исследуемых низколегированных сталей. При повышении температуры нагрева от 200 до 400...600 °С после обычного разупрочнения, вызванного снятием остаточных напряжений после лазерной обработки, распадом мартенсита и коагуляцией частиц цементита и карбидов, твердость этих сталей значительно возрастает.

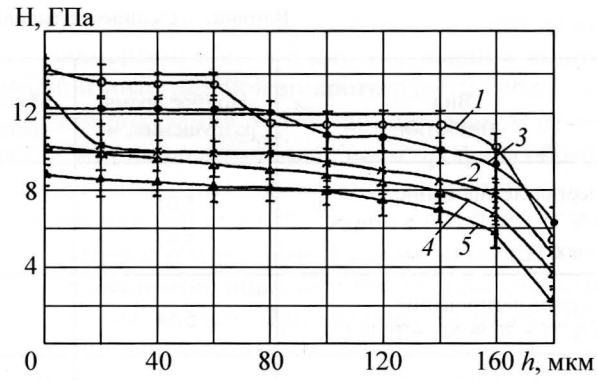


Рис. 5. Изменение микротвердости Н по толщине упрочненного слоя h стали У10 после лазерного легирования из обмазки состава 1 и отжига при t, °С:
1 – 0; *2* – 200; *3* – 400; *4* – 600; *5* – 800

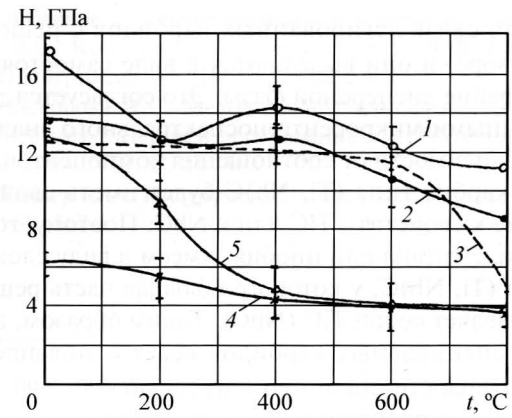


Рис. 6. Зависимость микротвердости Н упрочненного слоя от температуры отжига t:
1, *2*, *3* – стали ХВГ, У10 и Р6М5 после лазерного легирования из обмазки состава 1; *4*, *5* – сталь ХВГ после ТО и ЛТО соответственно

В процессе легирования также частично растворяются сравнительно грубые частицы цементита и образуются дисперсные специальные карбиды типа (Ti, Nb)C. После лазерной закалки, как отмечалось выше, рентгеноструктурный анализ выявил отдельно фазы TiC и NbC. В равновесном состоянии эти карбиды образуют между собой твердые растворы, поэтому при отжиге происходит "исправление" неравновесной структуры, полученной при лазерном легировании.

По-видимому, здесь имеет место явление вторичного твердения [3], при котором прерывается коге-

Влияние лазерного легирования на ударную вязкость стали ХВГ

Вид обработки	Полное время разрушения, мс	Максимальная нагрузка, кН	Энергия до зарождения трещин, Дж	Полная энергия, затрачиваемая на разрушение, Дж	Ударная вязкость *KC*, Дж/см^2
Лазерное легирование (50 % Ti + 50 % Nb) + отпуск (t = 600 °C)	5,01 5,91	10,32 13,48	11,79 22,14	50,97 62,78	68 84
Лазерное легирование (20 % Ti + 70 % Nb + 10 % C)	5,54	8,46	11,38	49,67	70
Лазерное легирование (80 % Ti + 20 % C)	4,53	8,05	11,20	41,87	60
Лазерная термообработка	5,80	12,34	21,51	55,05	74
Закалка + отпуск	–	–	–	–	87...90

рентная связь легированных карбидов с решеткой α-раствора, и они выделяются в виде самостоятельной, крайне дисперсной фазы. Это согласуется также и с данными микрорентгеноспектрального анализа.

В зависимости от соотношения компонентов в обмазке карбид типа (Ti, Nb)C будет иметь свойства, близкие к свойствам TiC или к NbC. Поэтому, говоря о карбиде титана или ниобия, имеем в виду сложный карбид (Ti, Nb)C, у которого бóльшая часть решетки представляет собой TiC (NbC). Таким образом, выделение специальных карбидов ведет к повышению микротвердости стали при нагреве до 400...600 °C.

Распад упрочняющих фаз при легировании титаном и ниобием начинается после отжига при температуре 400 °C, а для слоев, насыщенных титаном и ниобием с добавлением графита, – при 500...550 °C.

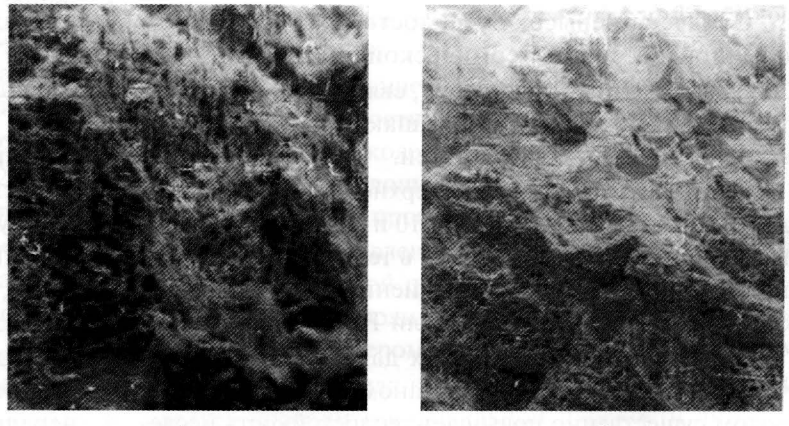
Характер распределения микротвердости даже после отжига при t = 200 °C в течение 1 ч становится более равномерным (без скачкообразных изменений), чем непосредственно после лазерного легирования. Это связано с формированием более однородной по химическому составу структуры.

На микроструктурах сталей, отожженных при температуре 600 °C в течение 1 ч, также заметно выравнивание структуры, отмечается мелкодисперсное строение зоны лазерного легирования, повышается травимость.

Ударная вязкость образцов после лазерного легирования. Вязкость как характеристика сопротивления образованию трещин и разрушению под действием ударных нагрузок является важным свойством материалов, характеризующим, в частности, работу инструмента при ударных нагрузках. Ударную вязкость по Шарпи определяли на установке РКП-300 фирмы "Рель-Кортхауз". Испытания проводили при нормальных условиях, скорость падения молота составляла 5,2 м/с. При испытаниях фиксировали время разрушения (мс), максимальную нагрузку до разрушения (кН), полную энергию, затрачиваемую на разрушение образца (Дж).

По данным испытаний каждого образца (таблица) строили кривые изменения энергии зарождения трещины и нагрузки на образец за время разрушения. Установлено, что лазерное легирование в целом снижает ударную вязкость, но очень незначительно по сравнению с другими процессами химико-термической обработки, при которых сопротивление ударным нагрузкам может уменьшиться на порядок. Самую низкую ударную вязкость имеют образцы с более высоким содержанием углерода.

Отпуск сталей приводит к некоторому увеличению ударной вязкости. На рис. 7 приведены фрактограм-



а *б*

Рис. 7. Фрактограммы изломов образцов из стали ХВГ после лазерного легирования (*а*) и отжига при t = 600 °C в течение 1 ч (*б*)

мы изломов после лазерного легирования и после высокого отпуска при температуре 600 °С в течение 1 ч. Видно, что излом после отпуска приобретает более вязкий характер. Это связано с улучшением сердцевины при отпуске. Кроме того, по-видимому, повышение ударной вязкости обусловлено выделением специальных карбидов в очень мелкодисперсной форме, так как зарождение очагов разрушения около мелких частиц специального карбида затруднено.

На рис. 7, *а* видна граница между зоной легирования и зоной термического влияния, на которой постепенно на ступенях хрупкого излома появляются чашечки вязкого излома. Таким образом, процессы лазерного легирования несущественно снижают ударную вязкость инструментальных сталей.

Выводы

1. В результате проведенных исследований влияния технологических параметров лазерного легирования на формирование упрочненного слоя установлено, что с увеличением энергии импульса глубина и диаметр зоны легирования возрастают, а с увеличением количества наносимой обмазки зависимость имеет обратно пропорциональный характер.

2. Показано, что существует оптимальное количество наносимой обмазки для достижения высоких значений интегральной микротвердости слоя.

3. Для получения обработанной лазером поверхности с минимальным изменением профиля обработку следует проводить в фокальной плоскости линзы с энергией излучения до 30 Дж.

4. Лазерное легирование титаном, ниобием и углеродом существенно повышает теплостойкость низколегированных сталей. При увеличении рабочей температуры до 600 °С микротвердость возрастает до 12 ГПа.

5. При лазерном легировании инструментальных сталей наблюдается незначительное (на 7...10 %) снижение ударной вязкости.

ЛИТЕРАТУРА

1. **Лазерное** и электроэрозионное упрочнение материалов / В.С. Коваленко, А.Д. Верхотуров, Л.Ф. Головко, И.А. Подчерняева. М.: Наука, 1986. 276 с.

2. **Белашова И.С.** Метод расчета износа инструмента, упрочненного лазерным легированием // Технология металлов. 2003. № 2. С. 44–46.

3. **Геллер Ю.А.** Инструментальные стали. М.: Металлургия, 1968. 567 с.

АНОНС

Читайте в следующем номере журнала:

Кудряков О.В., Погорелова И.Г. Влияние комбинированной термической обработки на специальные эксплуатационные свойства трубной стали.

В.А. Александров, *науч. сотр.;*
Л.Г. Петрова, *зав. кафедрой, д-р техн. наук, проф.;*
Т.П. Лохова, *инж.;* **Л.П. Шестопалова**, *зав. лаб. (МАДИ (ГТУ))*

Разработка комплекса методов исследования структуры и свойств упрочненных материалов и поверхностных слоев

Обсуждается опыт создания исследовательского комплекса по анализу материалов и поверхностных слоев, включающего оборудование для экспериментальных исследований структуры и свойств материалов, методы исследований и способы обработки результатов. Проанализированы возможности новых и усовершенствованных методов исследований: количественной металлографии с использованием компьютерной обработки изображений, лазерного микроспектрального анализа, электрографии, дюрометрических исследований.

The experience of the development of research complex for materials and surface layers analyzes is discussed, including equipment for experimental study of materials structure and properties, methods of analyzes and processing of the results. The description and analyze of possibilities of new and perfected methods are shown: quantitative metallography with usage of computer image treatment, laser microspectral analyzes, electrographic analyzes, durometric analyzes.

Введение

Развитие современной техники предполагает применение новых материалов, в том числе металлических, обладающих специальными свойствами, а также совершенствование технологий упрочнения. Создание новых материалов и способов их обработки должно базироваться на знаниях о внутренних процессах и превращениях, происходящих в процессе производства и эксплуатации изделий, что обусловливает необходимость комплексного использования всех современных методов исследования, в том числе структурных методов анализа.

Наука о металлах носит преимущественно экспериментальный характер, поэтому в металловедении особую роль играет обоснованный и рациональный выбор методик и аппаратуры для исследования структуры металлов и сплавов в целях установления взаимосвязи структурных и технологических параметров и получения требуемых свойств.

В последние годы особое внимание уделяется совершенствованию методов анализа химического и фазового состава поверхности материалов. Сопротивление изнашиванию, химическая и коррозионная стойкость, свариваемость, твердость и многие другие свойства материалов определяются в первую очередь составом, структурой и свойствами поверхности. В связи с этим сведения о строении поверхностного слоя необходимы при изготовлении и контроле качества материалов для режущего инструмента, химических реакторов и трубопроводов, подводного оборудования, композитов, материалов электронной техники, защитных и декоративных покрытий.

Задачи структурных методов исследования

К основным задачам структурных методов исследования относятся:

- визуальное наблюдение и описание элементов микроструктуры (фаз и структурных составляющих): характерных особенностей выделения, формы, распределения, взаимного расположения и т.д.;
- количественный анализ элементов микроструктуры: определение количественного соотношения фаз или структурных составляющих, геометрических размеров зерен, включений, объемных долей фаз;
- наблюдение и описание элементов макроструктуры, изучение изломов (фрактография);
- установление фазового и химического состава, в том числе отдельных участков или структурных элементов, а также микрораспределения фаз или элементов;
- определение параметров и типа кристаллической решетки, ее несовершенств, исследование дислокационной структуры.

Многие физические и механические свойства материалов зависят от внутренних особенностей их

Рис. 1. Взаимосвязь структуры и свойств материала с технологическими способами его изготовления

структуры, поэтому структуру и свойства следует изучать взаимосвязанно, чтобы наиболее точно прогнозировать поведение материала в тех или иных условиях работы и контролировать его физико-механические характеристики. В свою очередь состав и структура металлического материала зависят от технологических параметров процессов его производства: металлургических процессов, технологии литья, обработки давлением, термической или химико-термической обработки и др. На рис. 1 приведена схема, иллюстрирующая зависимость физических и механических свойств материала от его структуры и состава, а также от условий изготовления материала. Таким образом, структурные параметры и макросвойства материалов необходимо рассматривать совместно, объединяя методы исследования в единый *аналитический комплекс*.

К структурным методам исследований традиционно относят методы анализа макро- и микроструктуры металлов, а также тонкой структуры материалов (таблица). Большинство методов анализа структуры основаны на взаимодействии с объектом электромагнитного излучения определенной длины волны: световых волн видимого спектра (оптическая микроскопия), рентгеновского излучения (рентгеноструктурный анализ), излучения электронов (электронная просвечивающая или растровая микроскопия) или нейтронов (метод дифракции нейтронов), γ-излучения (мессбауэровская спектроскопия) [1, 2].

Чем тоньше объект исследования, тем более коротковолновое излучение следует использовать для выявления структурных особенностей объекта. Длина волны излучения определяет разрешающую способность прибора – минимальную величину объекта, различимую с его помощью. Так, оптический микроскоп позволяет анализировать детали структуры, размер которых не превышает $2 \cdot 10^{-7}$ м (200 нм). Использование электронного излучения с очень малой длиной волны позволяет выявлять детали изучаемого объекта размером до 0,5 нм. Обширную информацию о тонком строении кристаллов можно получить с помощью дифракционных методов, основанных на взаимодействии атомов в кристаллической решетке с короткими волнами (порядка $1 \cdot 10^{-12} ... 1 \cdot 10^{-10}$ м) рентгеновских лучей, электронов или нейтронов.

Как видно на рис. 1, на макросвойства материалов влияют не только структурные факторы, но и состав металлического материала. Поэтому задачи установления особенностей фазового и химического состава тесно связаны с задачами исследования особенностей структуры. На основании этого к структурным методам целесообразно добавить и некоторые методы анализа состава, связанные с идентификацией фаз и микрораспределением химических элементов.

Для правильного выбора способов решения определенной аналитической проблемы необходимо знать, какие методы исследования и приборы принципиально пригодны для данного случая, а также сопоставить требования к точности измерений или разрешающей способности и чувствительности приборов с возможностями конкретных методов. В таблице сопоставлены некоторые объекты и задачи структурных исследований и методы анализа, применяемые для решения данной задачи.

Разработка исследовательского комплекса пробоподготовки и анализа материалов

Основной задачей исследовательского комплекса по анализу упрочненных материалов является получение информации о состоянии поверхностного слоя металла, размере и расположении зерен, количестве и размерах неметаллических включений и различных фаз, направлении волокон после обработки давлением, наличии макро- и микродефектов, снижающих эксплуатационные качества изделий.

Макроскопический анализ, проводимый непосредственно на поверхности специально подготовленных образцов (макрошлифов) или на изломах, является, как правило, предварительным видом исследования. Он позволяет выбрать участки объекта, которые требуют дальнейшего микроскопического исследования.

Металлографический микроанализ позволяет исследовать структуру и фазовый состав сталей и сплавов, оценить количество, размеры, форму и распределение различных фаз и структурных составляющих. Этот вид исследований дает информацию о связи химического состава, условий производства и обработки сплава с его микроструктурой и свойствами.

Применение структурных методов исследования для решения аналитических задач

Объект	Аналитическая задача	Методы исследования
Макродефекты	Исследование трещин, включений, газовых пузырей, усадочных дефектов, пор и т.д.	Макроанализ, магнитный и ультразвуковой контроль, рентгенодефектоскопия
Изломы	Изображение, количественный анализ	Макроанализ, растровая электронная микроскопия, количественная микрофрактография
Фазы, включения, выделения	Фазовый состав, идентификация	Метод дифракции рентгеновских лучей, Оже-электронная спектроскопия, электронно-лучевой микроанализ, масс-спектрометрия вторичных ионов, мессбауэровская спектроскопия
	Параметры решеток, особенности кристаллического строения	Методы дифракции рентгеновских лучей, дифракции нейтронов, просвечивающая электронная микроскопия
	Изображение, особенности расположения и распределения, форма	Металлографический микроанализ, просвечивающая и растровая электронная микроскопия
	Количественные характеристики (объемная доля, геометрические размеры)	Количественная металлография, количественный электронно-лучевой микрозондовый анализ
Химические элементы	Распределение, ликвация, обогащение	Микрорентгеноспектральный анализ, Оже-спектроскопия
Границы зерен и фаз	Изображение	Металлографический микроанализ, электронная микроскопия
	Количественный анализ	Количественная металлография
Границы зубзерен	Изображение	Просвечивающая электронная микроскопия
Дислокации	Изображение	Просвечивающая электронная микроскопия
	Плотность дислокаций	Метод дифракции рентгеновских лучей, просвечивающая электронная микроскопия
Вакансии, примесные атомы	Концентрация, распределение	Методы дифракции ионов и нейтронов, позитронной аннигиляции

Разработка современных технологий упрочнения на должном экспериментальном уровне требует нового качества исследовательской базы и, в частности, применения новейших методик анализа структуры и свойств материалов и поверхностных слоев.

В 2003 г. в соответствии с проектом "Материально-техническое оснащение центров коллективного пользования материаловедческого профиля" на базе кафедры металловедения и термообработки МАДИ (ГТУ) создан *Центр коллективного пользования* (ЦКП) пробоподготовки и анализа материалов, оснащенный современным специализированным оборудованием для материаловедческих исследований.

Оборудование ЦКП представляет собой исследовательский комплекс, позволяющий с высокими производительностью и эффективностью выполнять полный цикл базовых исследований материалов – от автоматизированного процесса подготовки образцов до получения детальной информации о структурных особенностях материала и его свойствах (рис. 2).

Рис. 2. Схема проведения комплексных исследований упрочненных материалов

Современные методы пробоподготовки для металлографических исследований. Качество приготовления металлографических микрошлифов имеет огромное значение для наиболее информативного анализа микроструктуры. В настоящее время существует большой выбор оборудования и расходных материалов для металлографической пробоподготовки. Большинство из них используется в составе исследовательского комплекса кафедры металловедения и термообработки МАДИ (ГТУ).

Для холодного разрезания образцов применяют универсальный бездеформационный станок, который обеспечивает качественный и надежный результат, позволяет значительно сократить время шлифования образца и получить реальную структуру материала. Этот станок, предназначенный для прямого и секционного разрезания образцов (рис. 3, *а*), также очень удобен при подготовке образцов к исследованию методом косого шлифа. В целях улучшения качества шлифов используют автоматический пресс для горячей запрессовки образцов (рис. 3, *б*), который позволяет подготавливать к исследованию мелкие образцы неправильной формы. Для образцов с высокой пористостью, чувствительных к высокой температуре, используют аппарат для вакуумной заливки с применением смол. Использование образцов, подготовленных таким образом, позволяет сделать процесс шлифования (полирования) более легким и избежать завала края и волнистого рельефа поверхности.

Процесс шлифования (полирования) производится на шлифовально-полировальном станке SAPHIR 550 (рис. 3, *в*) с микропроцессором, программируемом для обработки разных материалов: металлов и сплавов, керамики, стекол, материалов с покрытиями. Станок предназначен для механической подготовки поверхности в целях последующего исследования ее микроструктуры и измерения твердости. Он оснащен сенсорным монитором, автоматической

а) *б)* *в)*

Рис. 3. Оборудование для пробоподготовки:
а – полуавтоматический отрезной станок; *б* – автоматический пресс для горячей запрессовки образцов; *в* – шлифовально-полировальный станок

движущейся головкой и может работать как в автоматическом, так и в ручном режиме. Устройство для подачи суспензий оборудовано системой программирования, что позволяет достичь высокого качества шлифов и избежать царапин, выбоин, внедрения абразива, деформации и прочих дефектов.

Травление микрошлифов является финальным в процессе подготовки проб. Принцип травления основан на избирательном растворении различных фаз и пограничных участков вследствие различий их физико-химических свойств.

Использование современного оборудования и расходных материалов для подготовки проб позволяет обеспечить высокое качество шлифов, надежность и воспроизводимость полученных результатов, что является необходимым условием проведения металлографических исследований.

Совершенствование методов анализа структуры материалов

Применение современного оборудования для анализа материалов и создание металловедческого исследовательского комплекса дали импульс к разработке новых и усовершенствованию традиционных методик исследования структуры и свойств металлов и сплавов.

Основным методом исследования микроструктуры упрочненных материалов служит металлографический анализ с использованием оптических микроскопов, позволяющих наблюдать структуру на специально подготовленных образцах (микрошлифах) при увеличениях от 30...50 до 1500...1800 крат. В световом микроскопе воспроизводится увеличенное изображение определенных участков микрошлифа, которое является результатом отражения света от различных элементов рельефа поверхности [1].

Эффективное изучение микроструктуры металлов методами оптической микроскопии дает возможность исследовать структуры материалов в отраженном свете в режиме светло- или темнопольного изображения, в проходящем свете в режиме светлопольного изображения, в поляризованном свете, а также проводить измерения и количественный анализ элементов структуры. Современные микроскопы позволяют получать изображение структуры материалов в широком спектре режимов – от отраженного света до эффектов интерференционного контраста и флюоресценции, что существенно расширяет возможности решения практических задач.

Количественные методы исследования структуры металлов с использованием компьютерного анализа изображений. Количественная металлография предполагает изучение количественных характеристик пространственного строения материалов путем измерения численных параметров микроскопического изображения. Основные операции количественной металлографии – подсчет, измерение и классификация элементов, находящихся в поле зрения [2, 3]. Главным направлением совершенствования методов количественного анализа является применение способов *компьютерного анализа изображений*.

В целях проведения компьютерного анализа элементов структуры исследуемого металла необходимо визуальное изображение микроструктуры представить в цифровом виде. Для этой цели используют присоединенную к оптическому микроскопу цифровую фото- или видеокамеру с видеоадаптером, которая выдает цифровое изображение микроструктуры на экран монитора, в том числе в режиме реального времени. Цифровое изображение может быть сохранено в памяти компьютера для последующей обработки.

Для количественной обработки структуры предусмотрено программное обеспечение для автома-

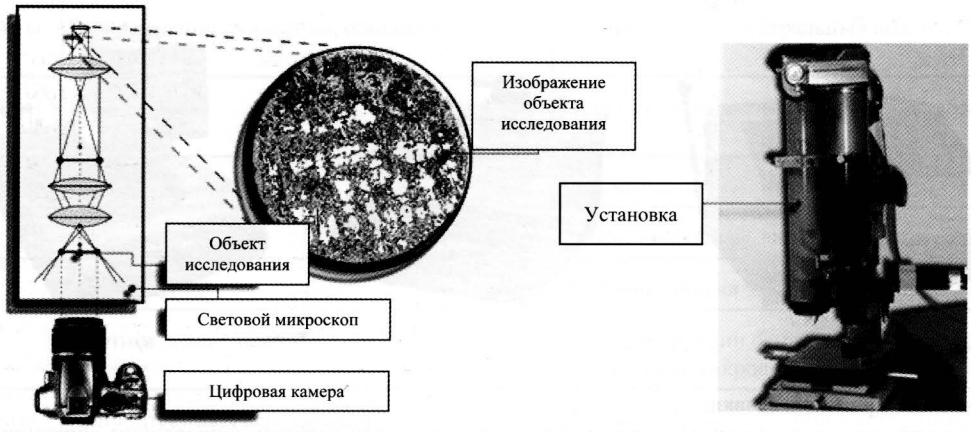


Рис. 4. Схема проведения автоматизированного количественного анализа микроструктуры

тического анализа изображений, позволяющее определять геометрические параметры структурных составляющих, характеристики поверхностного слоя, особенности расположения фаз, а также выполнять статистический анализ. Проведение всех необходимых измерений и сохранение результатов осуществляются с помощью специализированной программы.

В МАДИ (ГТУ) разработано компактное устройство для автоматизированного количественного анализа структуры металлов, осуществляющее анализ и подсчет элементов структуры в зависимости от интенсивности их цвета на цифровом изображении (рис. 4). Элементы структуры, различающиеся интенсивностью цвета, соответствуют разным фазам, располагающимся в структуре материала. В устройстве этого типа изображение передается от светового микроскопа на цифровую фотокамеру, а изображение в цифровном виде – на компьютер.

В соответствии с разработанной компьютерной программой отбираются для подсчета те или иные элементы изображения в зависимости от интенсивности почернения или интенсивности цветовой гаммы. Программа позволяет измерять яркость изображения и цветовую насыщенность, оценивать оптическую плотность в каждой точке изображения и рассчитывать интегральную яркость. Результаты поступают на системы выдачи и хранения данных, а также на блок супервизора, на экране которого выделяются исследуемые элементы изображения.

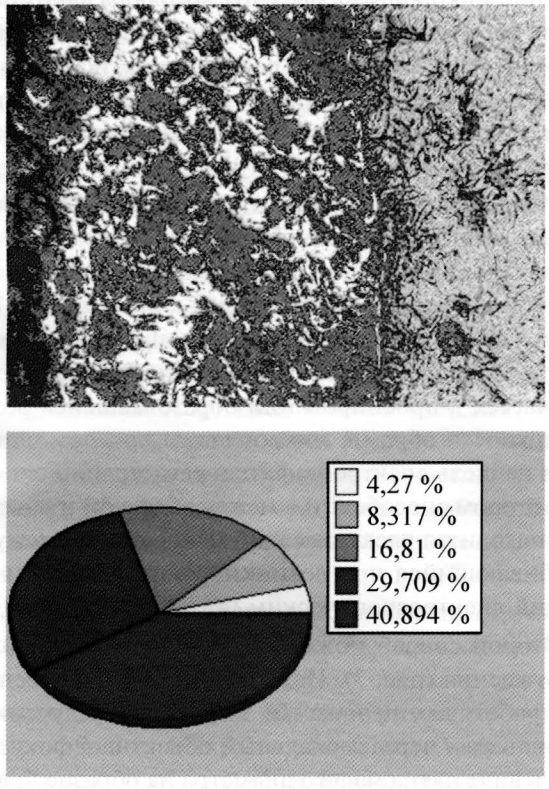


Рис. 5. Пример применения количественной обработки изображений

Все операции выполняются автоматически с помощью простого программного управления, возможна также подача команд на выполнение операций вручную с помощью клавиатуры. В итоге получается наглядное изображение структуры, в которой четко визуализируются участки с преимущественным выделением тех или иных фаз (рис. 5). Это изображение может быть достаточно легко обработано компьютерной программой с получением количественных характеристик выделенных фаз. В основе такой компьютерной программы лежат стандартные статистические методы количественного анализа (метод анализа по площадям, линейный анализ, метод хорд и др.).

Основные возможности количественной металлографии с использованием компьютерного анализа изображений заключаются в следующем:

- определение геометрических характеристик включений (включений графита, неметаллических включений, дисперсных включений карбидных и нитридных фаз, частиц порошков и т.п.): размеров и расстояния между ними, плотности их распределения, объемной доли, распределения по размерам, факторов формы;
- установление характеристик зеренной структуры: балла зерна, размерной группы, распределения зерен по размерам;
- фазовый анализ: определение количественного соотношения фаз в структуре;
- определение характеристик упрочненного слоя и покрытия: толщины, средней толщины слоя со средним квадратическим отклонением; оценка количественных показателей несплошности и пористости слоев.

Новые методы исследования химического и фазового состава материалов и поверхностных слоев. В настоящее время для исследований состава поверхности активно используют методы спектроскопии. Для возбуждения аналитических сигналов, несущих информацию о химическом составе поверхности, применяют электромагнитное излучение, включающее инфракрасный, видимый и ультрафиолетовый диапазоны. Используют также воздействие электронов, ионов, электрического поля и частиц высоких энергий. Наибольшее применение нашли методы лазерной атомно-эмиссионной спектроскопии, рентгеноспектрального анализа, масс-спектрометрии вторичных ионов, Оже-электронной спектроскопии, автоионной микро-

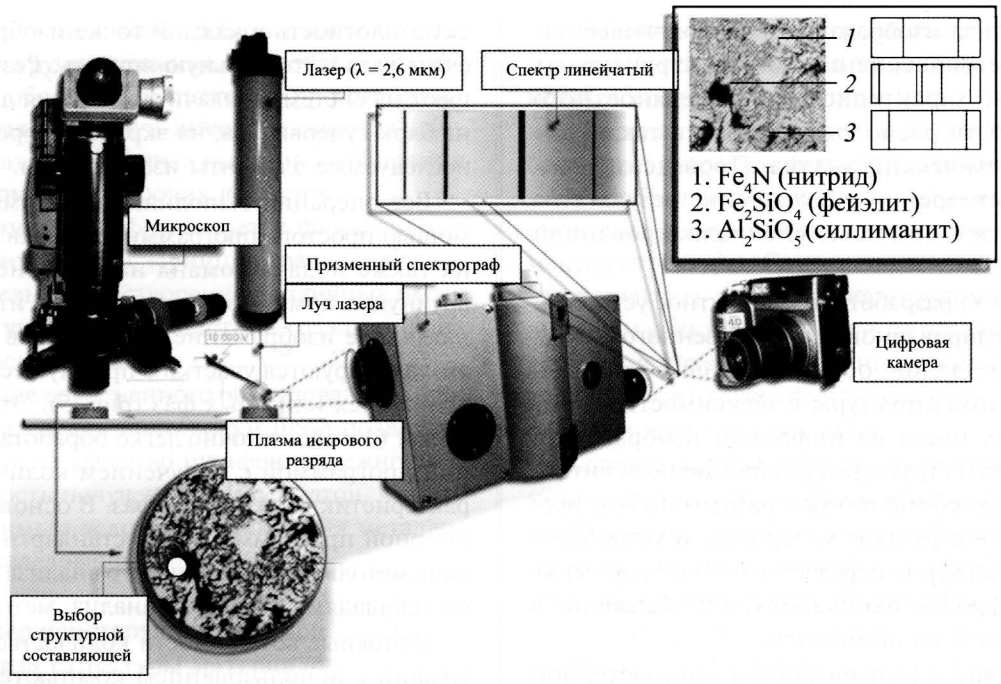


Рис. 6. Функциональная схема лазерного спектрального анализатора

скопии и др. Все вышеперечисленные методы достаточно дорогостоящие и трудоемкие.

Часто требуется быстро получить качественную или полуколичественную информацию о слое или покрытии для управления технологическими процессами и качеством металлов. В связи с этим постоянно повышаются требования к достоверности результатов аналитического контроля, скорости проведения анализа и его себестоимости.

В МАДИ (ГТУ) разработан новый метод исследования химического и фазового состава, применяющийся для анализа строения слоев, упрочненных химико-термической обработкой, – *лазерный эмиссионный микроспектральный анализ* (ЛМА).

Устройство для реализации этого метода состоит из твердотельного лазера, микроскопа отраженного света, проецирующей оптики и спектрографа с цифровой фотокамерой (рис. 6). Сочетание мощного источника когерентного светового излучения (лазера) со световым микроскопом представляет собой принципиально новое устройство – *лазерный микроскоп*. Лазерная головка снабжена специальными электрододержателями, которые служат для крепления и юстировки электродов между фронтальной линзой и поверхностью образца.

Лазерный микроскоп в сочетании со спектрографом позволяет проводить микроспектральный анализ в интервале длин волн от 200 до 2000 мкм. Световой луч лазера фокусирует на образце фокальное пятно с чрезвычайно высокой плотностью энергии размером, соизмеримым с длиной волны излучения лазера. Благодаря такой концентрации энергии происходит испарение микрообъема исследуемого образца. Возбуждение эмиссионного спектра полученных паров при помощи электрического разряда и регистрация его соответствующими устройствами позволяют оперативно определять химический состав анализируемого участка с локальностью до 10 мкм.

Разработаны два варианта метода ЛМА. Общим для обоих вариантов принципом является использование лазера в качестве источника энергии при испарении материала и объектива для концентрации этой энергии на участке образца, выбранного с помощью светового микроскопа. Первый способ анализа заключается в проецировании образовавшейся вблизи поверхности образца микроплазмы при помощи оптики на щель спектрографа для регистрации спектра. При втором способе ЛМА между объектом и объективом находится электрический искровой промежуток, пробивающийся при возникновении плазмы и служащий спектроскопическим источником света.

Второй способ можно назвать методом двойного возбуждения (рис. 7). Источник питания *2* обеспечивает работу лампы накачки *3*. Лазерное излучение из резонатора *4* через зеркальный объектив *5* фокусируется в виде пятна малого диаметра на образце *7*, возле которого расположен электрод *6*, связанный с генератором возбуждения искры *1*. Напряжение между

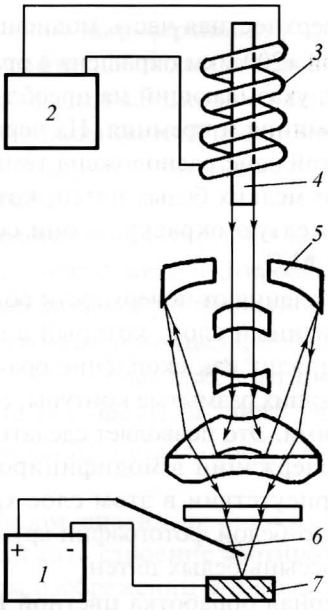


Рис. 7. Принципиальная схема устройства для ЛМА

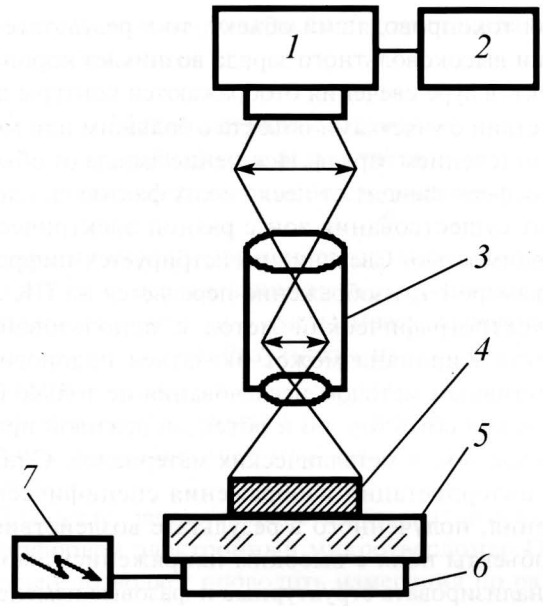


Рис. 8. Принципиальная схема аппарата Кирлиана

электродом и образцом устанавливается с помощью преобразователя несколько ниже напряжения пробоя с учетом того, чтобы при возникновении микроплазмы происходил разряд. При дополнительном возбуждении в искровом промежутке для проектирования используют линзовые конденсоры.

Применение цифровой камеры в сочетании с персональным компьютером позволяет полностью автоматизировать процесс анализа от съемки спектрограмм до их расшифровки с выдачей локального химического состава и концентрации компонентов. Метод успешно применяют для анализа строения слоев, упрочненных способами химико-термической обработки.

По сравнению с известными методами микроанализа химического состава сталей (электронного зонда, химического и изотопного анализа с использованием явлений вторичной ионной эмиссии, электронной спектроскопии) метод ЛМА имеет ряд преимуществ: существенная простота и доступность применяемого оборудования, отсутствие необходимости в высоком вакууме и радиационной защите от рентгеновского излучения.

Электрографический метод исследования структуры и фазового состава материалов. *Электрография* – это метод регистрации электрических сигналов, которые возникают при обработке объектов различной природы высоковольтными разрядами в виде мерцающего свечения вокруг объектов. Эффект испускания электрических разрядов живыми и неживыми объектами получил название "эффекта Кирлиана", а применительно к живым объектам описывается термином "биоэлектрография".

Впервые подобный эффект зафиксировал в 1777 г. немецкий ученый Г.К. Лихтенберг при исследовании изображений, возникающих в резиновой пыли под воздействием высоковольтных разрядов. Изобретение фотографии положило начало систематическому изучению природы этого эффекта. Современная история электрографии связана с именем русского ученого С.Д. Кирлиана (1900–1980), который заново открыл вышеописанный эффект, собрав в 1939 г. устройство, получившее название "фотоаппарат Кирлиана".

Фотография Кирлиана основана на известном физическом явлении – так называемом коронном эффекте. Когда электрод находится под высоким напряжением (обычно около 5000 В), заряд стремится перетечь с электрода, ионизируя окружающий воздух. Ионизированный воздух начинает проводить ток, порождая холодное излучение света в видимом, а также в ультрафиолетовом и инфракрасном спектрах. Если тело заряжено от высоковольтного источника, заряд перетекает в окружающее пространство, вызывая свечение.

На рис. 8 приведена принципиальная схема аппарата Кирлиана. Основная часть устройства представляет собой источник высокого напряжения *7*, систему линз *3* и пластину с металлическим электродом *6*, к которой подается высокое напряжение (обычно 4000...50 000 В). Чтобы изолировать объект фотографирования (образец) *4* от напряжения, применяют пластину *5* из стекла. Если на стекло поместить

любой токопроводящий объект, то в результате индукции высоковольтного заряда возникает коронный эффект: в ауре свечения отображаются контуры в соответствии с участками объекта с бóльшим или меньшим истечением заряда. Истечение заряда от объекта в атмосферу зависит от нескольких факторов, например от существования зон с разной электрической проводимостью. Свечение регистрируется цифровой фотокамерой *1*, изображение передается на ПК *2*.

Электрографический метод с использованием эффекта Кирлиана может оказаться недорогим и эффективным методом исследования не только биологических объектов, но и объектов неживой природы, в частности металлических материалов. С помощью интерпретации изображения специфического свечения, полученного в результате воздействия на эти объекты поля с высоким напряжением, можно проанализировать структурные и фазовые изменения в металлах на основе различий в излучающей способности элементов, входящих в состав конкретных материалов. Так как каждый из элементов, содержащихся в исследуемых образцах, имеет индивидуальный спектр излучения, на фотографии получается сочетание цветов, которое указывает на наличие тех или иных элементов, фаз или структурных составляющих.

Аппарат для электрографических исследований металлов с использованием эффекта Кирлиана включает микроскоп и цифровую камеру для передачи изображения либо на печать, либо на компьютер *2* (см. рис. 8) для дальнейшей обработки. Получаемые изображения можно обрабатывать при помощи соответствующих пакетов прикладных программ. Путем цифровой обработки цветного изображения с помощью компьютерной программы можно осуществить количественный структурный и фазовый экспресс-анализ.

Рассматриваемый метод позволяет исследовать структурные и фазовые изменения упрочненных зон сталей, чугунов, цветных сплавов после различной химико-термической обработки, а также проводить фрактографический анализ изломов.

Экспериментальные исследования по методу Кирлиана проводили при постоянных входных параметрах: пониженном давлении – 27,3 кПа (для получения более интенсивного излучения), напряжении 7800 В, частоте переменного тока 1000 МГц.

В процессе эксперимента исследовали образцы из чугуна, подвергнутые алюмосилицированию. На фотографии модифицированного слоя (рис. 9, *а*, см. с. 3 обложки), полученной с помощью аппарата Кирлиана, наблюдается сочетание цветов, каждый из которых соответствует определенной структурной составляющей. Поверхностная часть модифицированного слоя толщиной ≈200 мкм окрашена в оранжево-красноватый цвет, указывающий на преобладание в данной зоне алюминия и кремния. На черно-белой фотографии в этой зоне расположена темная область с вкраплениями мелких белых пятен, которые в цвете имеют ярко-желтую окраску, – они соответствуют хрупкой фазе Al_2O_3.

По мере удаления от поверхности обнаруживается модифицированный слой, который в цветном изображении выглядит как скопление оранжевых образований, имеющих размытые контуры, с ярко-желтыми включениями. Это позволяет сделать вывод о значительном содержании в модифицированном слое кремния и присутствии в этом слое хрупкой фазы Al_2O_3. На черно-белой фотографии хрупкая фаза выглядит как россыпь белых пятен.

Компьютерная обработка цветной версии фотографии Кирлиана подтвердила характер распределения структурных составляющих по толщине упрочненного слоя. Дополнительно с использованием компьютерной программы было определено содержание структурных составляющих в слое (рис. 9, *б*, см. с. 3 обложки).

При послойном исследовании стандартных азотированных стальных образцов аппаратом Кирлиана была получена цветная фотография, по которой определены структурные составляющие азотированного слоя (рис. 10, *а*, см. с. 3 обложки): ε-фаза имеет ярко-красный цвет, γ′-фаза – желтый, α-фаза – розовый, основной металл – синий цвет. На черно-белой фотографии вышеперечисленные фазы отличаются по степени тональности; так, γ′-фаза выглядит самой светлой, а ε-фаза, находящаяся в поверхностной части слоя, – наиболее темная. Черно-белая фотография недостаточно наглядно визуализирует переходные зоны азотированного слоя, как это видно на цветной фотографии. Для подтверждения полученных результатов была проведена контрольная компьютерная обработка фотографии и построены кривые распределения структурных составляющих по толщине азотированного слоя (рис. 10, *б*, см. с. 3 обложки).

Были проведены исследования азотированного слоя при разных режимах азотирования в сравнении с исходным металлом (рис. 11, см. с. 3 обложки). На цветной фотографии поверхность исходного образца имеет синий цвет разной яркости; это связано с неровностями самой поверхности, структурными особенностями металла. В черно-белом варианте – это темно-серое изображение разной тональности. Азотирование с малым азотным потенциалом приво-

дит к образованию на поверхности γ′-фазы. На полученной фотографии наблюдается неравномерное распределение γ′-фазы (малиново-красного цвета) на поверхности металла (синий цвет). На черно-белом изображении трудно уловить неравномерность распределения фазы.

При исследовании фотографии Кирлиана, полученной с поверхности после азотирования при 570 °С в аммиаке, наблюдается многоцветное изображение: ε-фаза оранжево-красного цвета, небольшое количество участков малиново-красного цвета (γ′-фаза), желтого цвета (γ'_{II} -фаза), а также участки синего цвета, т.е. основного металла (рис. 11, *в*, см. с. 3 обложки).

Таким образом, анализ цветного изображения позволяет определить строение азотированного слоя. В черно-белом изображении эти фазы неразличимы; об их присутствии можно судить лишь по концентрационным кривым, которые являются результатом компьютерной обработки цветных фотографий.

Метод электрографии был использован при изучении изломов (рис. 12, см. с. 3 обложки). Фрактография является одним из основных источников информации о причинах и характере разрушения деталей. Наряду с фрактографией и металлографическим анализом при диагностике разрушений большой вклад может внести применение новых современных методов исследования.

На электрофотографии Кирлиана наблюдается такой же характер излома, как и на фрактограмме, но по интенсивности цветовой гаммы без дополнительных исследований можно более точно проследить характер изменения напряжения в зоне разрушения. Сконцентрированный ярко-красный цвет участка образца указывает на четко выраженную усталостную зону разрушения. В черно-белом варианте в этой зоне наблюдается темное пятно. Лучевидные пути распространения трещины указывают на место начала разрушения.

На характер излома повлияло распределение внутренних макро- и микронапряжений в детали. Зоны интенсивного красного цвета на цветной фотографии соответствуют зонам максимальных напряжений, в черно-белом варианте напряженные зоны – более темные. Уменьшение растягивающих напряжений сопровождается переходом красного цвета в розовый. Видно, что постепенное уменьшение напряжений, под действием которых происходило разрушение, приводит к монотонному увеличению размеров волокнистой зоны. Зона долома в цветном изображении имеет синий цвет. Таким образом, изучение изломов с помощью электрографии предоставляет дополнительные возможности повышения наглядности изображения.

Математические методики обработки результатов дюрометрических исследований

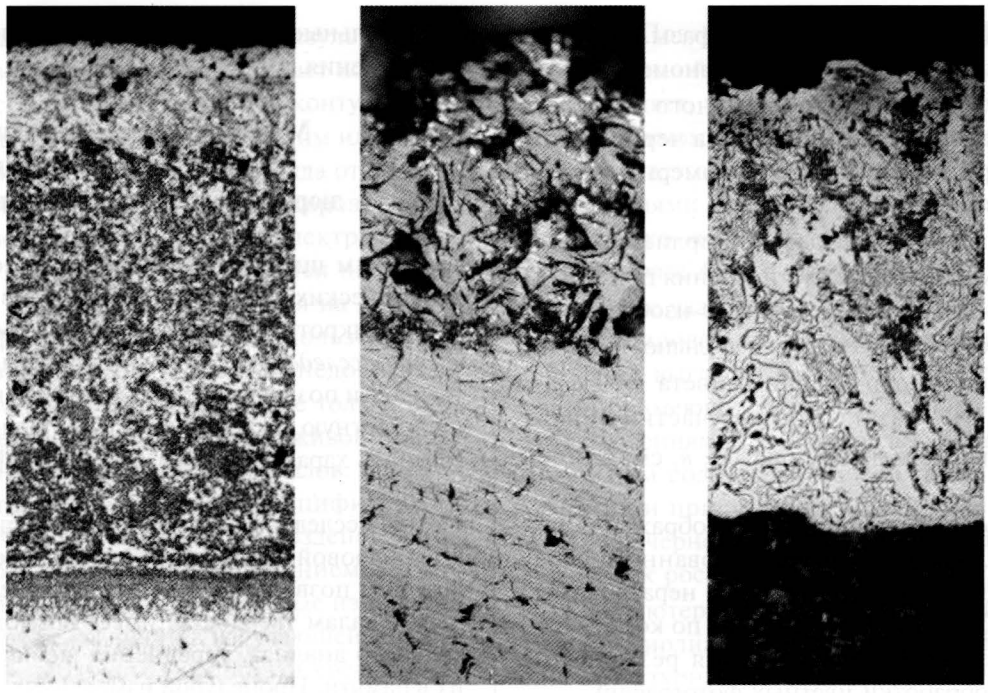
Самым широко применяемым методом микромеханических исследований металлов является измерение микротвердости – так называемые *дюрометрические исследования*. Результаты измерения микротвердости позволяют качественно оценить локальную прочностную неоднородность металлов, а также определить характеристики отдельных фазовых составляющих.

Для исследования твердости материалов используют цифровой электронный микротвердомер DM-8, который позволяет проводить измерения по различным шкалам твердости, имеет возможность сравнительного анализа, усреднения значений и хранения их в памяти. Процедурой измерения управляет оператор с помощью сенсорного монитора, а результаты измерений выводятся на принтер. При выводе результатов измерений на компьютер можно провести количественную обработку профиля изменения микротвердости по толщине упрочненного слоя.

Цифровой микротвердомер позволяет изменять нагрузку в интервале от 0,1 до 20 Н, обеспечивает автоматическую замену объективов и инденторов, имеет цифровой выход в формате RC-232C. Благодаря программному обеспечению, разработанному на кафедре металловедения и термообработки МАДИ (ГТУ), можно осуществлять обработку информации, полученную по каналу RC-232C, составлять и хранить отчеты об исследовании в стандартном файле WORD. Преимуществом цифровых методов дюрометрических исследований является существенное уменьшение ошибки измерения.

Для расширения возможностей дюрометрических исследований применяют разработанные на кафедре методы компьютерного анализа и математической обработки с использованием дифференциальных и интегральных параметров твердости, характеризующих, соответственно, статические и динамические свойства упрочненного слоя.

В целях определения динамики упругих свойств поверхности упрочненных металлов выполняют дифференциальный анализ твердости, для чего вводят параметр $J = \partial F(H)/\partial\delta$. Параметр J является первой производной от функции распределения твердости по толщине упрочненного слоя δ и определяется как тангенс угла наклона касательной к профилю кривой распределения твердости в данной точке. Дифференциальный анализ твердости позволяет по величине



а) *б)* *в)*

Рис. 13. Микроструктура (×200) упрочненных покрытий на чугунах, полученных по технологиям *А* (*а*), *Б* (*б*) и *В* (*в*)

экстремумов производной оценить работоспособность изделия при касательных напряжениях (хрупкость слоя), например, при работе поверхности на скалывание при лезвийной обработке.

Чтобы определить статику упругих свойств упрочненного слоя деталей, вводят интегральный параметр $H_{инт} = \frac{1}{\delta_1}\int_0^{\delta} H(\delta)d\delta$. Этот параметр, представляющий собой интеграл функции профиля твердости по толщине упрочненного слоя δ, является площадью фигуры, ограниченной профилем твердости и осями координат. Параметр $H_{инт}$ интерпретируется как количество энергии, которое может быть преобразовано в теплоту без нарушения кристаллической структуры, и характеризует износостойкость модифицированного покрытия. Таким образом, с его помощью можно выполнять экспресс-диагностику работоспособности упрочненного слоя в условиях изнашивания.

Возможности нового оборудования и разработанных методик позволили провести ряд экспериментов, имеющих практическое значение, в частности, при разработке технологии упрочнения погружных насосов, используемых для откачивания пульпы при бурении на нефть в нефтедобывающем производстве.

Основным конструкционным материалом для изготовления рабочих органов погружных насосов служат серые и легированные чугуны. Одним из способов повышения износостойкости чугунов является модифицирование поверхностей трения. В качестве примера исследования рассмотрим три **технологии упрочнения** рабочих органов насосов:

- *технология А* – одновременное насыщение хромом, алюминием и азотом (шликерная технология, совмещенная с процессом азотирования);
- *технология Б* – насыщение бором и кремнием (шликерная технология);
- *технология В* – алюмосилицирование в диффузионно-активном расплаве (ДАР).

На рис. 13 представлена микроструктура поверхности чугунов после разных видов обработки, на рис. 14, *а* – профили микротвердости H упрочненной поверхности по толщине слоя δ, полученные по результатам измерения на микротвердомере AFFRI-test и последующей компьютерной обработки.

На рис. 14, *б* и *в* приведены результаты экспресс-анализа упрочненных поверхностей по параметрам *J* и $H_{инт}$. На основании этих результатов делается заключение по оптимизации упрочняющего покрытия: по параметрам *J* самым работоспособным при касательных напряжениях является покрытие, полученное по технологии *А*, а наименее работоспособным – покрытие, полученное по технологии *В*. По параметрам $H_{инт}$ самым работоспособным покрытием при гидроабразивном изнашивании является покрытие, полученное по технологии *Б*. Оптимальной для наибольшего ресурса данных изделий является технология *А*.

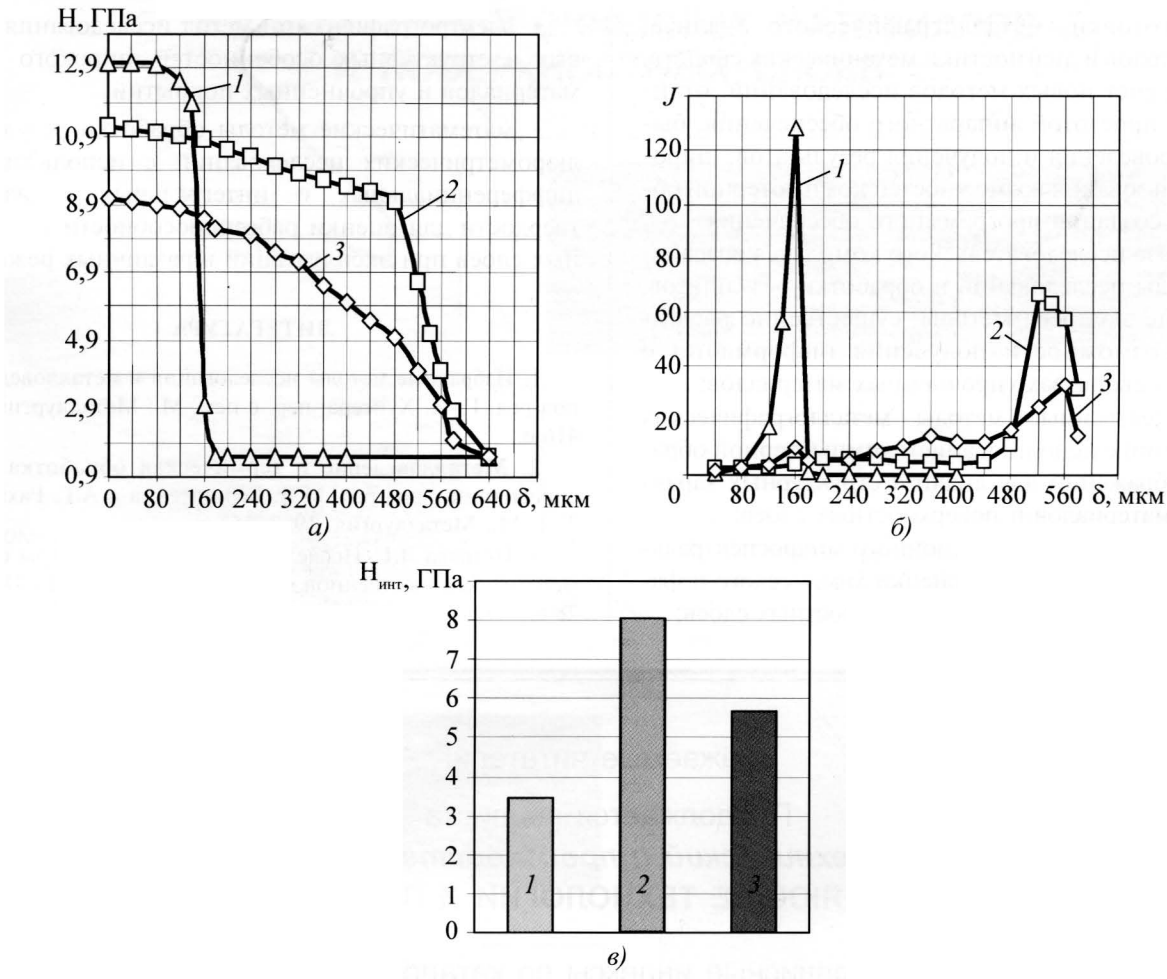


Рис. 14. Распределения микротвердости H по толщине упрочненного слоя δ (*а*), дифференциальные *J* (*б*) и интегральные $H_{инт}$ параметры твердости (*в*) чугунов, упрочненных по технологиям *А* (*1*), *Б* (*2*) и *В* (*3*)

Одновременно с дюрометрическими и структурными исследованиями с применением компьютерного анализа были проведены натурные испытания рабочих ступеней и радиальных подшипников, упрочненных по разработанным технологиям, на универсальной машине трения ИМ-5080. По результатам испытаний отмечено, что поверхности деталей из чугуна, обработанных по технологии *В*, имеют наплывы, капли, поры. Это ставит под сомнение возможность использования детали без последующей механической обработки. Особенно это относится к поверхностям трения. При лезвийной механической обработке наблюдаются сколы. При циклических нормальных и касательных нагрузках возможно отслоение покрытия.

Эксплуатация рабочих ступеней, обработанных по технологии *Б*, невозможна вследствие задира.

По результатам эксплуатации рабочих ступеней после обработки по технологии *А* можно констатировать, что эта технология позволяет повысить износостойкость. Эти выводы вполне согласуются с результатами экспресс-анализа соответствующих свойств покрытий по дифференциальным и интегральным параметрам микротвердости.

Анализ исследований, проведенных с использованием компьютерных технологий и натурных испытаний, показал хорошее совпадение результатов, что позволяет рекомендовать разработанные на кафедре металловедения и термообработки металлов МАДИ (ГТУ) новые методы исследования для прогнозирования эксплуатационных характеристик деталей машин и инструмента.

Выводы

1. Эффективность экспериментальных металловедческих исследований упрочненных металлических материалов, поверхностных слоев и покрытий можно повысить за счет создания исследовательского комплекса, включающего современное оборудование для

пробоподготовки, металлографического анализа, тонких методов и диагностики механических свойств, а также за счет новых методов исследований, отличающихся простотой аппаратного обеспечения, быстротой проведения и получения результатов, широкого использования возможностей компьютерной обработки и создания программного обеспечения.

2. На базе исследовательского комплекса разработаны методы исследований и обработки результатов, в том числе экспресс-методы, существенно расширяющие возможности получения информации о строении и свойствах упрочненных материалов:

• количественные методы металлографических исследований с использованием компьютерной обработки изображений для анализа структурных характеристик материалов и поверхностных слоев;

• метод лазерного эмиссионного микроспектрального анализа для экспресс-оценки химического и фазового состава материалов и поверхностных слоев;

• электрографический метод исследования фазовых и структурных особенностей широкого класса материалов и упрочненных покрытий;

• математические методы обработки результатов дюрометрических исследований с использованием дифференциальных и интегральных показателей твердости для оценки работоспособности упрочненных слоев при эксплуатации в различных режимах.

ЛИТЕРАТУРА

1. **Избранные** методы исследования в металловедении / под ред. Г.-Й. Хунгера: пер. с нем. М.: Металлургия, 1985. 416 с.

2. **Металловедение** и термическая обработка стали: справочник / под ред. М.Л. Бернштейна и А.Г. Рахштадта. Т. 1. М.: Металлургия, 1983. 352 с.

3. **Петрова Л.Г.** Исследование микроструктуры сплавов методом количественной металлографии. М.: МАДИ, 1993. 28 с.

Уважаемые читатели!

Продолжается подписка

на научно-технический и производственный журнал

"УПРОЧНЯЮЩИЕ ТЕХНОЛОГИИ И ПОКРЫТИЯ"

Подписные индексы по каталогам:

"Роспечать" – **85159**, "Пресса России" – **39269**, "Почта России" – **60252**.

Подписку на журнал можно оформить с любого номера в любом отделении связи или непосредственно в издательстве по адресу:

Россия, 107076, Москва, Стромынский пер., д. 4,

ОАО "Издательство "Машиностроение"

Тел.: (495) 269-66-00 (отдел реализации), (495) 268-40-77 (редакция);

e-mail: realiz@mashin.ru, utp@mashin.ru

Ордена Трудового Красного Знамени ОАО "Издательство **"Машиностроение"**,
107076, Москва, Стромынский пер., 4.
Учредитель ООО "Издательство Машиностроение-1".
E-mail: utp@mashin.ru.
Web-site: www.mashin.ru.
Телефоны редакции журнала: (495) 268-40-77, 269-54-96; факс: (495) 268-85-26, 269-48-97.
Дизайнер *Погорелова Т.Н.*
Технический редактор *Тупталов С.Ю.*
Корректоры *Сажина Л.И., Сонюшкина Л.Е.*
Сдано в набор 26.01.07 г. Подписано в печать 06.03.07 г. Формат 60×88 1/8. Бумага офсетная. Печать офсетная.
Усл. печ. л. 6,86. Уч.-изд. л. 7,93. Заказ 412. Свободная цена.
Оригинал-макет и электронная версия подготовлены в ОАО "Издательство "Машиностроение".
Отпечатано в Подольской типографии – филиале ОАО "ЧПК", 142110, Подольск, ул. Кирова, д. 15

Рисунки к статье В.А. Александрова, Л.Г. Петровой, Т.П. Лоховой, Л.П. Шестопаловой

"РАЗРАБОТКА КОМПЛЕКСА МЕТОДОВ ИССЛЕДОВАНИЯ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ УПРОЧНЕННЫХ МАТЕРИАЛОВ И ПОВЕРХНОСТНЫХ СЛОЕВ"

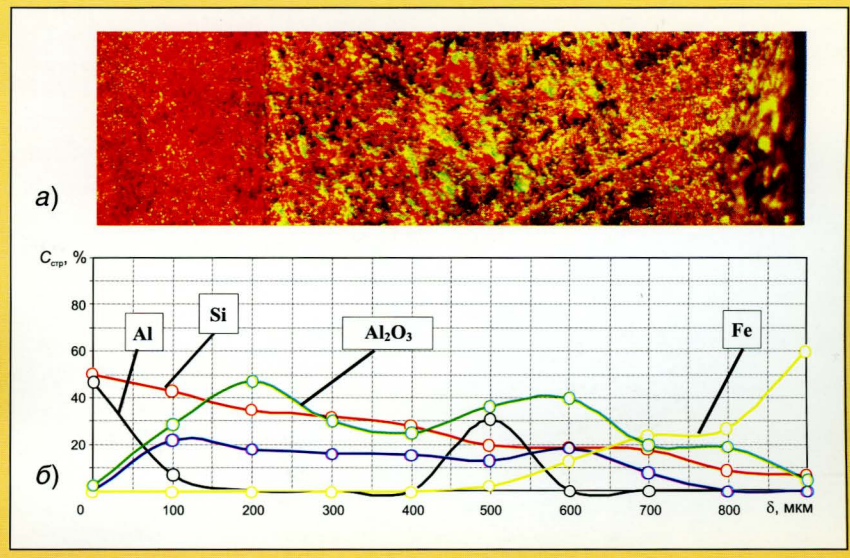


Рис. 9. Микроструктура (х150) алюмосилицированного слоя чугуна (*а*) и изменение концентрации структурных составляющих $C_{стр}$ по толщине упрочненного слоя δ (*б*)

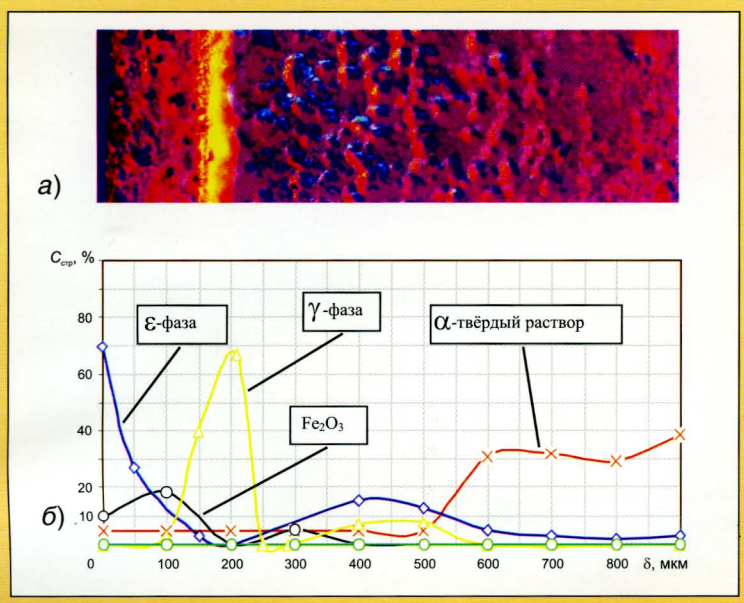


Рис. 10. Микроструктура (х150) азотированного слоя (*а*) и изменение концентрации структурных составляющих $C_{стр}$ по толщине упрочненного слоя δ (*б*)

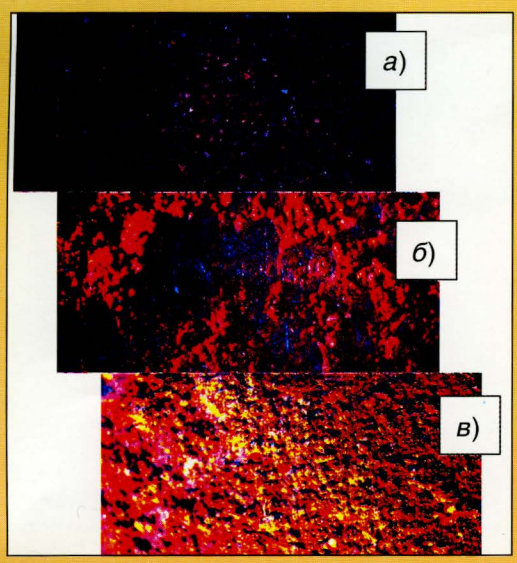


Рис. 11. Микроструктура (х70) поверхности стального образца в процессе насыщения азотом:
а – до азотирования;
б – γ'-азотирование;
в – ε-азотирование

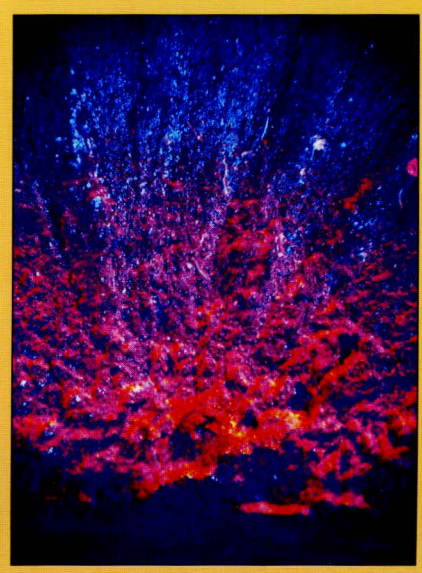


Рис. 12. Электрографическое изображение усталостного излома