

І.М. ПАСТУХ, Г.М. СОКОЛОВА, О.С. ЗДИБЕЛЬ

Хмельницький національний університет

АНАЛІЗ СТРУКТУРИ ПОВЕРХНЕВОГО ШАРУ, АЗОТОВАНОГО В ТЛІЮЧОМУ РОЗРЯДІ

Досліджені методики аналізу структури металевого поверхневого шару, модифікованого азотуванням в тліючому розряді, запропоновані концептуальні підходи до визначення ширини окремих фазових структур та модифікованого шару в цілому.

Исследованы методики анализа структуры металлического поверхностного слоя, модифицированного азотированием в тлеющем разряде, предложены концептуальные подходы к определению ширины отдельных фазовых структур и модифицированного слоя в целом.

Ключові слова: азотування, тліючий розряд, поверхневий шар, структура.

I.M. PASTUKH, G.M. SOKOLOVA, O.S. ZDYBEL

Khmel'nitsky National University

ANALYSIS OF STRUCTURE OF SURFACE LAYER NITRIDED IN A GLOW DISCHARGE

Abstract - Methods of analyzing the structure of the metal surface layer modified by glow discharge nitriding are investigated. Conceptual approaches to determining the width of individual phase structures and the modified layer as a whole are proposed. The role of factor measurement accuracy in identifying the boundaries of hardness phase structures is outlined.

Keywords: nitriding, glow discharge, surface layer, structure.

Передумови вирішення задачі

Проблематичність аналізу структури модифікованого шару насамперед полягає у виборі критеріїв оцінки наявності тих чи інших фаз, класично характерних для певного виду технологій обробки металевої поверхні. Відомо, що в результаті азотування в тліючому розряді в найбільш узагальненому випадку у послідовності від поверхні модифікований шар може включати шар нітридів та зону твердого розчину азоту в основі (відповідно – ϵ , γ' , α – фази). Схема, яка стала вже класикою процесів азотування, наведена на рис. 1 по [1] і підтверджена багаторазово, в тому числі методами, які забезпечують високу точність та достовірність (наприклад, методом високотемпературної рентгенографії [2]). Ключовим положенням стосовно наявності та умов для утворення певних фазових структур в поверхневому шарі, модифікованому азотуванням, є концентрація азоту. Цей фактор на думку авторів [1] – визначальний для послідовності формування фаз, тобто із зростанням концентрації азоту до певного критичного рівня утворюються умови для формування наступної в цій послідовності фази: α – твердий розчин азоту в залізі, γ' - та ϵ -фази. В реальності залежно від параметрів технологічного режиму (стосовно азотування в тліючому розряді – температури поверхні, складу та тиску газової суміші, напруги та густини струму розряду, тривалості модифікації) структура може відрізнитись від рис. 1 і навіть у значній мірі. В деяких випадках може спостерігатись тільки наявність твердого розчину без нітридної зони, часом навпаки наявна тільки нітридна зона, причому найбільш тверда її різновидність. У значній мірі окрім параметрів технологічного режиму на характер перетворень поверхні може впливати і матеріал об'єкта обробки. Як зазначалось в [3], матеріали, в поверхні яких є компоненти, котрі підвищено активні відносно азоту, надзвичайно швидко утворюють ϵ -фазу, а та в свою чергу виконує роль затвору стосовно інших фазових структур, перешкоджаючи їх появі.

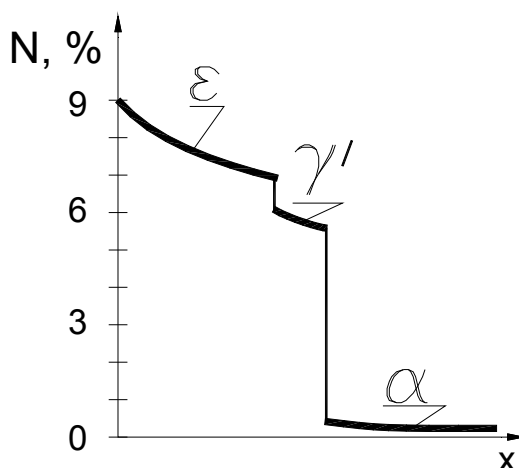


Рис. 1. Залежність фазової структури азотованого поверхневого шару від концентрації азоту [1, с. 24]

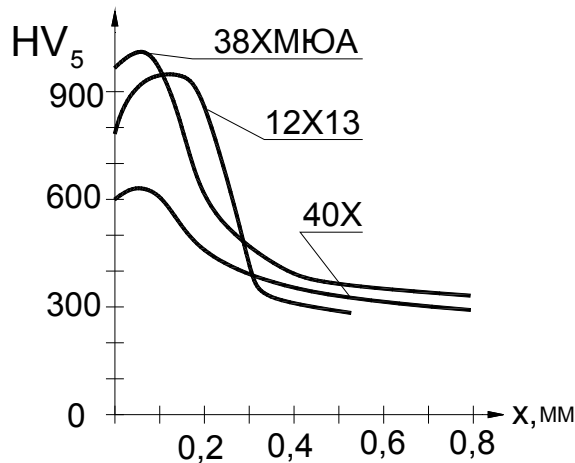


Рис. 2. Розподіл твердості по глибині поверхневого азотованого шару [1, с. 43]

В свою чергу фазова структура визначає розподіл твердості по глибині модифікованого шару азотованої поверхні. На рис. 2 показані типові графіки зміни твердості для різних марок сталей [1]. Практично аналогічні за формою графіки отримані в [4], в якій вони аналітично описані формулою виду:

$$H(x) = H_0 + \frac{(H_M - H_0)}{(1 + (0,001 x)^a)^b}, \tag{1}$$

де $H(x)$ – функція розподілу твердості по глибині x (в мкм) модифікованого шару;

H_M – твердість на поверхні після азотування;

H_0 – твердість основи;

a і b – коефіцієнти, за допомогою котрих аналітичний вигляд розподілу твердості погоджується з експериментальним.

Відмінність графічної інтерпретації цих залежностей від рис. 2 полягає в тому, що на ній відсутні зони підвищення твердості в безпосередній близькості від поверхні. Цей факт пояснюється тим, що графіки рис. 2 отримані для газового пічного азотування, а графіки, описані формулою (1) – для азотування в тліючому розряді. Причиною меншої твердості безпосередньо на поверхні є знеуглецювання її внаслідок відносно тривалої термічної дії на об’єкт модифікації при пічному азотуванні.

Твердість в значній мірі, хоча і неоднозначно є фактором, який обумовлює зносостійкість, що у більшості випадків становить головну мету поверхневої обробки. Ця неоднозначність полягає в тому, що максимальна зносостійкість не співпадає з тими зонами поверхневого шару, де спостерігається найбільша твердість (порівняння рисунків 2 і 3 [1]). Найбільш ймовірно причиною можливо слід вважати ту обставину, що зі збільшенням твердості зростає крихкість, особливо в процесах, коли застосовуються водневомісткі газові середовища. Крихка поверхня під навантаженням інтенсивно руйнується, утворюючи фактично абразивне середовище, яке сприяє зростанню факторів зниження зносостійкості (підвищення швидкості зношування поверхні). Як зазначалось в [3], спроба забезпечити в першу чергу найбільш можливу твердість поверхні плунжерних насосів паливної апаратури призвела навпаки до зниження їх зносостійкості, аж поки не були використані технологічні режими, встановлені шляхом оптимізації.

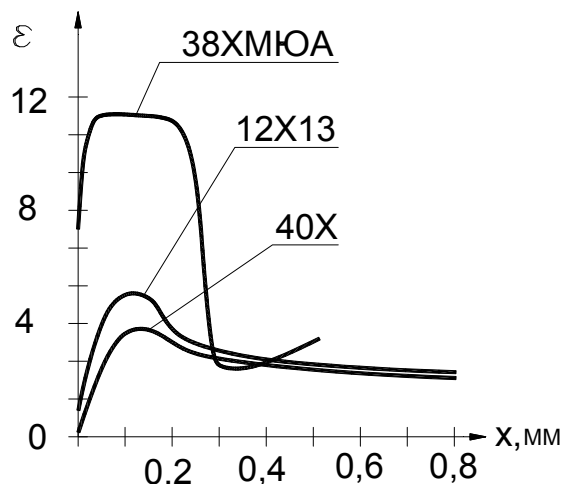


Рис. 3 Відносна зносостійкість шарів модифікованої поверхні [1, с. 43]

Таким чином, вибір критеріїв оцінки структури поверхневого модифікованого шару становить актуальну науково-технічну задачу, оскільки чітко та об'єктивно визначені межі та наявність тих чи інших фаз відкриває можливість для прогнозування цілого ряду важливих експлуатаційних властивостей, наприклад не тільки зносостійкості, але і корозійної стійкості, задиростійкості тощо.

Критерії аналізу структури модифікованого шару

Насамперед слід звернути увагу на деякі термінологічні поняття, котрі стосуються дифузійного шару [5]. Під поверхнею насичення розуміється поверхня деталі (або її частина – для випадку, коли застосовуються спеціальні захисні заходи), на якій при хіміко-термічній обробці матеріал взаємодіє з навколишнім активним середовищем. Дифузійним шаром вважається шар матеріалу безпосередньо біля поверхні насичення, котрий відрізняється від вихідного за хімічним складом в результаті хіміко-термічної обробки (ХТО). Звідси цілком логічним є висновок, що аналіз фазової структури модифікованого азотуванням в тліючому розряді поверхневого шару в основі своїй повинен опиратись в першу чергу на визначенні різниці в хімічному складі між досліджуванним елементом поверхневого шару та серцевини, під якою розуміється матеріал деталі під дифузійним шаром, на котрий не вплинуло навколишнє активне середовище. Очевидно, що окремі частини – зони дифузійного шару становлять його складові, що мають відносно однакові прикмети, якими, власне, вони відрізняються від суміжних частин. Кожна з цих суміжних частин відокремлюється від інших уявними поверхнями, кожна з яких, як правило, еквідистантна відносно поверхні насичення (за винятком зон, котрі знаходяться в околі локальних винятків поверхні). Ще однією кваліфікаційною ознакою кожної структурної зони є положення про однотипність структурних ознак.

Загальну товщину дифузійного шару становить найкоротша відстань від поверхні насичення до серцевини, причому ця відстань визначається певним встановленим методом за значенням базового параметра – характеристики матеріалу, який в конкретному виді випробувань слугує критерієм для формування висновку стосовно зміни якості залежно від відстані до поверхні насичення. Цілком коректно, оскільки базовий параметр, як правило, перманентно змінюється, для кожної вимірювальної ділянки (частини дифузійного шару, призначеної для визначення її характеристик і обмеженої умовно довільно вибраними поверхнями, як правило – еквідистантними стосовно поверхні насичення) повинна застосовуватись процедура опосередкування в межах цієї вимірювальної ділянки.

Основним інструментарієм аналізу структури дифузійного шару є метод пошарового визначення якості, який полягає в послідовному (від поверхні насичення до серцевини) виявленні на поперечному шліфові характеристик ділянок відносно малої товщини (з метою зниження впливу неточності, пов'язаної з опосередкуванням результатів вимірювання характеристик), або ж у знятті та аналізі відповідних об'ємів матеріалу і вивченні знову утворених поверхонь. Підвищення роздільної здатності вимірювань параметрів поверхневого шару можна досягти при застосуванні косоного шліфа. В цьому випадку поверхня шліфа формується під певним, як правило – незначним, кутом стосовно поверхні насичення з таким розрахунком, щоб косий шліф перетинав весь дифузійний шар (можливо для точності аналізу і деяку незначну частку серцевини). Тоді переміщуючи активний елемент системи вимірювань, характерний для прийнятого методу дослідження, в напрямку, який паралельний поверхні насичення, можна забезпечити з високою точністю зміщення в напрямку заглиблення в дифузійний шар. Оскільки зв'язок між зазначеними розмірами описується формулою (2)

$$\Delta_x = \Delta_y \cdot \sin \alpha, \quad (2)$$

де Δ_x , Δ_y – переміщення активного елемента вимірювань в напрямках відповідно перпендикулярно та паралельно поверхні насичення;

α – кут скосу шліфа відносно поверхні насичення,

то при глибині дифузійного шару для прикладу порядку 1 мм та ширині вірця біля 10 мм кут скосу, котрий перекривав би всю глибину дифузійного шару, становить приблизно 6° , а для переміщення в глибину модифікованого шару на 10 мкм необхідно зміщувати активний елемент паралельно поверхні насичення на величину 100 мкм, що гарантовано цілком реально забезпечується практично всіма вимірювальними приладами з потрібною точністю.

В принципі при високій точності вимірювань загальна товщина дифузійного шару може бути значною аж для випадку деталей невеликих розмірів – на всю їх товщину. Практичну цінність становить ефективна товщина дифузійного шару, якою є частина загальної товщини дифузійного шару, встановлена як найкоротша відстань від поверхні насичення до вимірювальної ділянки, котра характеризується встановленим граничним номінальним значенням базового параметра. Процедура визначення базового параметра не може не враховувати основні властивості дифузійного шару. До них в першу чергу відноситься поверхнева твердість, яка вимірюється встановленими методами на поверхні насичення. Важливим також є твердість зовнішньої зони дифузійного шару, котра визначається методом, при якому результат вимірювань залежить виключно від властивостей зовнішньої зони дифузійного шару та не залежить від властивостей іншої частини та серцевини. Як зазначалось вище, важливою є також роль поверхневої крихкості дифузійного шару, котра відповідає здатності дифузійного шару до руйнування в умовах локального навантаження, вимірюваної певним усталеним методом. Проте, оскільки зазначені характеристики носять локальний характер, слід також враховувати фактори об'ємного стану модифікованого шару: однорідність поверхні насичення (стан поверхні насичення, що визначається

стабільністю в будь-якій точці вибраних граничних значень параметрів, які вимірюються), однорідність дифузійного шару (аналогічно – стабільністю розподілу параметрів під будь-якою точкою поверхні насичення), а також суцільність зовнішньої зони дифузійного шару, як однорідність дифузійного шару за параметрами, котрі характеризують зовнішню зону. В деяких випадках суттєву роль можуть також відігравати здатність до гартування, вплив ефекту конфігураційних виступів чи впадин, що призводять до локального зменшення або, навпаки, збільшення товщини дифузійного шару. Кожний з вказаних параметрів визначається певними методами, які в більшій чи меншій мірі забезпечують об'єктивність характеристик модифікованого поверхневого шару.

Стосовно азотування в гліючому розряді очевидно, що найбільш достовірною та об'єктивною характеристикою дифузійного шару може становити інформація про розподіл азоту в глибину цього утворення. Як зазначалось вище, концентрація азоту у значній мірі визначає фазову структуру дифузійного шару. Вибір методу та апаратурного забезпечення повинен враховувати вимоги стосовно оперативності отримання результатів. В цьому аспекті практично всі методики та устаткування достатньо громіздкі. Важливо також зазначити, що, як про це свідчить рис. 1 та [6] розподіл вмісту азоту ні теоретично, ні в реальності не може бути монотонною функцією. Сама специфіка утворення фазових структур, як зазначалось вище, призводить до схеми формування окремих видів фаз за принципом переходу кількості в якість. Таким чином, дискретність процесу визначення реального розподілу твердості в глибину дифузійного шару може призвести до суттєвих помилок при встановленні меж окремих фаз. Дійсно, якщо крок переміщення активного елемента системи вимірювань достатньо великий, то стрибок значення вмісту азоту свідчить тільки про наявність межі фаз, але сама ця межа визначається нечітко з достатньо значною похибкою. Оперативність вимірювання вмісту азоту повинна враховувати цю обставину і в ідеалі слід віддати перевагу тим методам та відповідній апаратурі, при наявності яких інформація про досліджуваний показник була б аналоговою. Очевидно, що використання подібних методів у більшості випадків проблематичне хоча б з позицій економічних можливостей.

Більш продуктивним та реальним слід вважати методику, в основу якої покладено контроль твердості. По-перше, цей показник практично завжди регламентується технічною документацією на деталі, які модифікуються. По-друге, в комплексі з показниками крихкості твердість більш-менш об'єктивно формує прогноз такого важливого експлуатаційного параметра, яким є зносостійкість. Проте вибір в якості головного параметра розподілу твердості в глибину азотованого шару потребує вирішення декількох задач. Першою серед них є заміна реального розподілу, який відображається кусочно-лінійчатою апроксимацією, монотонною функцією, наприклад виду (1). Практика застосування функції (1) вказує на реальну можливість відображення експериментальних даних з високою точністю, при цьому комбінація коефіцієнтів a і b дозволяє практично точно імітувати стрибкоподібний перехід між фазами. Другою проблемою є критерій встановлення граничного значення базового показника, в даному випадку – твердості поверхні. Наприклад, в стандарті ФРН [7] мінімальним пороговим значенням твердості, по якому фіксується глибина дифузійного шару, прийнято твердість серцевини плюс 50 одиниць твердості по Віккерсу. В значній мірі подібна регламентація достатньо умовна, оскільки при цьому не враховано співвідношення п'ятдесяти одиниць твердості до твердості серцевини. З позиції регламентації експлуатаційних характеристик саме це співвідношення повинно бути покладено в основу критерію обмеження величини реальної глибини дифузійного шару.

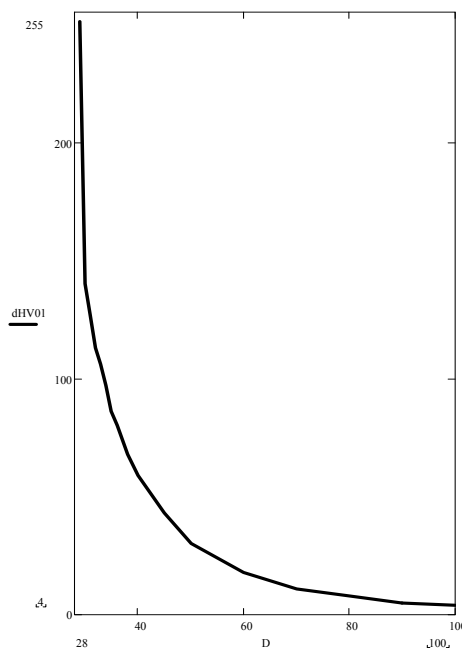


Рис. 4. Залежність градієнта твердості від показника шкали вимірювання твердості

Очевидно, що при розробці та призначенні критерію обмеження товщини дифузійного шару як ефективної слід керуватись в першу чергу реальними вимогами експлуатації оброблюваних азотуванням в тліючому розряді деталей, до яких пріоритетно відноситься зносостійкість. Для встановлення в подібному випадку граничного значення базового показника твердості потрібно дослідити залежність між зносостійкістю та твердістю в певних конкретних умовах експлуатації. Регламентация мінімально допустимого значення зносостійкості автоматично призводить до обґрунтування граничного значення твердості. Аналогічним буде і алгоритм обмеження ефективної товщини дифузійного шару за іншими критеріями працездатності, які наведені вище.

Нарешті чисто процедурне питання методики вимірювання розподілу твердості полягає у врахуванні роздільної здатності вимірювальної схеми. Суть цього питання полягає в тому, що із зростанням показників твердості зростає ціна одиниці переміщення активного елемента цієї схеми. Очевидно, що це не може не вплинути на точність визначення як показників твердості, так і меж окремих фазових структур дифузійного шару і в цілому товщини цього шару. Рисунок 4 демонструє саме нелінійний характер залежності переміщення активного елемента на одну поділку вимірювальної шкали від абсолютного значення твердості. На цьому рисунку показано вплив абсолютного значення шкали вимірювання діагоналі відбитка мікротвердоміра ПМТ-3 (на графіку позначено D) на градієнт зміни твердості (позначено dHVO1). З графіка слідує, що при співвідношенні зміни значень діагоналі відбитка в показниках лімба, рівному трьом, градієнт зміни твердості зростає більш, ніж в 80 раз, що не може бути не враховано при вимірюванні твердості.

Висновок

Проведений аналіз та сформовані висновки є підґрунтям для розробки практичних методик аналізу структури дифузійного шару на модифікованій поверхні азотуванням в тліючому розряді. Запропоновані варіанти дозволяють рекомендувати методику на основі контролю розподілу твердості в дифузійному шарі як найбільш об'єктивну та реальну для практичного застосування.

Література

1. Лахтин Ю. М. Азотирование стали / Ю. М. Лахтин, Я. Д. Коган. – М. : Машиностроение, 1976. – 256 с.
2. Белоцкий А. В. Высокотемпературная рентгенография азотирования армо-железа / А. В. Белоцкий, А. В. Мохорт, В. Г. Пермьяков // Известия вузов. Черная металлургия. – 1966. – № 5. – С. 147–151.
3. Пастух И. М. Теория и практика безводородного азотирования в тлеющем разряде / И. М. Пастух. – Х. : Национальный научный центр «Харьковский физико-технический институт», 2006. – 364 с.
4. Пастух І. М. Моделювання розподілу мікротвердості в глибину модифікованого поверхневого шару / І. М. Пастух, Г. М. Соколова, О. С. Здибель // Вісник ХНУ, Технічні науки. – 2014. – № 1. – С. 21–25.
5. ГОСТ 20495-75 Упрочнение металлических деталей поверхностной химико-термической обработкой. Характеристики и свойства диффузионного слоя. – М. : Издательство стандартов, 1975. – 12 с.
6. Крукович М. Г. Анализ распределения азота на фазовых границах азотированного слоя / М. Г. Крукович, Е. А. Бадерко, Н. П. Клочков [Электронный ресурс]. – Режим доступа: http://science-bsea.bgita.ru/2011/mashin_2011_14/krukovich_analiz.htm
7. Deutsche Normen DIN 50 190 – Berlin, 1979.

References

1. Lakhtin J. M. Azotirovaniye stali / J. M. Lakhtin, J. D. Kogan. – M. : Mashinostroenie, 1976. - 256 s.
2. Belotskiy A. V. Vysokotemperaturnaya renthenografiya azotirovaniya armco-zheleza / A. V. Belotskiy, A. V. Mokhort, V. G. Permyakov // Izvestiya vuzov. Chernaya metallurgiya. – 1966. – № 5. – S. 147–151.
3. Pastukh I. M. Theoriya i praktika bezvodородного азотирования v tleushchem razrjade. – Kharkov, Natsionalnyi nauchnyi tsentr "Kharkovskiy fiziko-tekhnicheskyy institut". 2006 – 364 s.
4. Pastukh I. M. Modeluvannja rozpodilu mikrotverdosti v glybynu poverhneвого шарu / I. M. Pastukh, G. M. Sokolova, O. S. Zlybel // Visnyk Khnu. – 2014. – № 1. – S. 21–25.
5. GOST 20495-75 Uprochnenye metallicheskykh detaley poverhnostnoy khimiko-termicheskoj obrabotkoj. Kharakteristiki i svoystva diffusionnogo sloya. – M. : Izdatelstvo standartov, 1975. – 12 s.
6. Krukovych M. G. Analiz raspredeleniya azota na fazovykh granitsakh азotirovanogo sloya / M. G. Krukovych, E. A. Baderko, N. P. Klochkov [Elektronnyi resurs]. – Rezhim dostupa: http://science-bsea.bgita.ru/2011/mashin_2011_14/krukovich_analiz.htm
7. Deutsche Normen DIN 50 190 – Berlin, 1979.

Рецензія/Peer review : 12.5.2014 р.

Надрукована/Printed :16.5.2014 р.