

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ
Запорізький національний технічний університет

МЕТОДИЧНІ ВКАЗІВКИ
до виконання лабораторної роботи № 7
«Вивчення мікроструктури поверхневих шарів після хіміко-термічної
обробки» з дисципліни «Інженерія поверхні»
для студентів освітньої програми «Відновлення та підвищення
зносостійкості деталей і конструкцій» для всіх форм навчання

Методичні вказівки до виконання лабораторної роботи № 7 «Вивчення мікроструктури поверхневих шарів після хіміко-термічної обробки» з дисципліни «Інженерія поверхні» для студентів освітньої програми «Відновлення та підвищення зносостійкості деталей і конструкцій» для всіх форм навчання / Укл.: С.П.Бережний. – Запоріжжя: ЗНТУ, 2018. – 14 с.

Укладач: С.П. Бережний, к.т.н., доцент.

Рецензент: О.Г. Биковський, д.т.н., проф.

Відповідальний за випуск: С.П. Бережний

Затверджено
на засіданні кафедри ОТЗВ
Протокол № 10 від 18.05.2018 р.

Рекомендовано до видання
НМК ІФФ
Протокол № 10 від 19.06.2018

ЗМІСТ

1 МЕТА РОБОТИ	4
2 ЗАГАЛЬНІ ВІДОМОСТІ	4
2.1 Теоретичні відомості.....	4
2.2 Мікроструктура сталі після борування.....	9
2.3 Мікроструктура сталі після хромування	10
2.4 Мікроструктура сталі після багатокомпонентного насичення.....	11
3 КОНТРОЛЬНІ ЗАПИТАННЯ ДЛЯ САМОПЕРЕВІРКИ І КОНТРОЛЮ ПІДГОТОВЛЕНOSTІ СТУДЕНТІВ ДО РОБОТИ.....	12
4 МАТЕРІАЛИ, ІНСТРУМЕНТ, ПРИЛАДИ, ОБЛАДНАННЯ	12
5 ВКАЗІВКИ З ТЕХНІКИ БЕЗПЕКИ.....	12
6 ПОРЯДОК ПРОВЕДЕННЯ ЛАБОРАТОРНОЇ РОБОТИ.....	13
7 ЗМІСТ ЗВІТУ	13
8 РЕКОМЕНДОВАНА ЛІТЕРАТУРА	14

1 МЕТА РОБОТИ

Ознайомитися з основними видами і призначенням хіміко-термічної обробки (ХТО) сталі, установити зв'язок між будовою дифузійних шарів і діаграмами стану сплавів «залізо-дифундуючий елемент» та одержати практичні навички їх використання.

2 ЗАГАЛЬНІ ВІДОМОСТІ

2.1 Теоретичні відомості

ХТО - дифузійне насичення сталі неметалами (вуглецем, азотом, бором, кремнієм та ін.) або металами (хромом, титаном, алюмінієм та ін.).

ХТО - один з найефективніших методів підвищення надійності і довговічності машин і механізмів, що істотно збільшують твердість поверхневого шару металевих деталей, зносостійкість, опір окислюванню, корозії і т. п. Суть процесу *хіміко-термічної обробки* полягає у зміні складу сталі поверхневих шарів деталі внаслідок насичення її іншими елементами.

Найбільш широко розповсюджені процеси ХТО сталей :

- цементация - процес дифузійного насичення поверхневого шару сталі вуглецем для підвищення твердості, міцності, зносостійкості поверхні;

- азотування - процес дифузійного насичення поверхневих шарів сталі азотом для підвищення твердості, зносостійкості поверхні, межі витривалості, а також корозійної стійкості на повітрі, у воді та парах води;

- ціанування – процес одночасного дифузійного насичення поверхневих шарів сталі азотом і вуглецем для підвищення твердості, зносостійкості поверхні. Ціанування у газових середовищах – нітроцементация;

Для цих процесів розроблені високоактивні газові і рідкі середовища, а також технології, що забезпечують високу

продуктивність, необхідну кількість дифузійних шарів і гарну відтворюваність результатів.

Також поширені інші процеси ХТО такі як:

- борування - процес дифузійного насичення поверхневого шару сталі бором для підвищення корозійної стійкості та зносостійкості;
- алітування - процес дифузійного насичення сталі алюмінієм для підвищення її жаростійкості, корозійної й ерозійної стійкості;
- хромування - процес дифузійного насичення сталевих деталей хромом для підвищення зносостійкості і корозійної стійкості, а також опору втоми;
- та багатокомпонентне насичення - коли поверхня деталі насичується двома або більшою кількістю компонентів, що дозволяє змінювати властивості поверхневих шарів (покриттів). Прикладом такого процесу ХТО є боросиліціювання, бороалітування, борохромування, хромоалітування та ін. Боросиліціювання - процес одночасного насичення поверхні сталі бором та кремнієм. Таке покриття має підвищення втомленої і корозійно-втомленої міцності сталі при роботі в умовах знакозмінних навантажень.

Будь-який процес ХТО складається з трьох взаємозалежних стадій: утворення елемента, що дифундує, в атомарному стані в результаті реакцій, що протікають у насичуючому середовищі; адсорбції дифундуючих атомів поверхнею; дифузії атомів елемента, що насичує, у метал, який насичується. Насичення проводиться з порошкових сумішів (порошковий метод), розплавів металів або солей, що містять дифундуючий елемент (рідкий метод), паст і суспензій (шлікерний метод), сублимуючої фази випаром дифундуючого елемента при високих температурах (вакуумний метод).

Таким чином, для отримання дифузійних покриттів необхідно, щоб основа добре розчиняла матеріал покриття, який наноситься, і температура основи була достатньою для інтенсивного проходження дифузійних процесів.

Коефіцієнт дифузії D чисельно дорівнює кількості речовини, що продифундувала крізь площадку в 1 см^2 протягом 1 с при перепаді концентрацій по обидва боки площадки, що дорівнює одиниці і має одиницю вимірювання $\text{см}^2/\text{с}$.

Коефіцієнт дифузії визначається за формулою:

$$D = Ae^{-\frac{Q}{RT}},$$

де А - коефіцієнт, який залежить від виду кристалічної решітки;

Q - енергія активації;

е - основа натуральних логарифмів;

R - газова постійна;

T - абсолютна температура.

З цієї формули виходить, що коефіцієнт дифузії D для даної речовини значно зростає з підвищенням температури (Q і R від температури не залежать).

Глибина шару, насиченого будь-яким елементом, при постійних параметрах процесу (температури, тиску та ін.) підлягає параболічному закону:

$$\delta = k\sqrt{\tau},$$

де δ - глибина шару;

τ - тривалість процесу термічної обробки;

k - коефіцієнт, експериментально визначений.

Основними стадіями формування покриттів є:

1) очищення поверхні від оксидних плівок (їх розчинення, відновлення);

2) отримання елемента покриття в атомарному стані (з пари, газової, рідкої чи твердої фаз);

3) перенесення елемента покриття в будь-якому транспортувальному середовищі (газ, пара, рідкий розчин);

4) адсорбція на поверхню й утворення зародків кристалічної структури зовнішнього шару покриття (твердий розчин або сполука);

5) зміна складу і структури в прилеглому об'ємі основного металу, а також ріст шарів покриття (формування одно- або багатокомпонентних покриттів у перехідній зоні).

Очищення поверхонь можливе шляхом відновлювальних реакцій при взаємодії з активаторами, які вводяться в насичувальне середовище (наприклад, галогеніди, водень), чи безпосередньо із середовищем (розчини солей); розчинення плівки кисню в металі

(дисоціація плівки внаслідок дифузії кисню в основу); сублімації в насичувальне середовище.

При насиченні з твердої фази виріб безпосередньо контактує з дифундуючим елементом (так званим дифузантом), який знаходиться в твердій фазі. У цьому випадку використовують подрібнені чисті метали чи феросплави у вигляді порошку. Надходження дифузанта в поверхневі шари здійснюється лише через площину фактичного контакту металів у твердій фазі. При цьому необхідне встановлення загального металевого зв'язку між металом виробу і металом покриття. Дискретність такого контакту приводить до поверхневої дифузії, яка надалі переходить в об'ємну дифузію, внаслідок поповнення елементів із точок безпосереднього контакту. За цією схемою отримують дифузійні покриття на залізі і хромонікелевих сталях та сплавах при насиченні вольфрамом, молібденом, ніобієм, танталом. Такий метод застосовується у випадках, коли пружність парів елементів значно нижча за пружність пари основи.

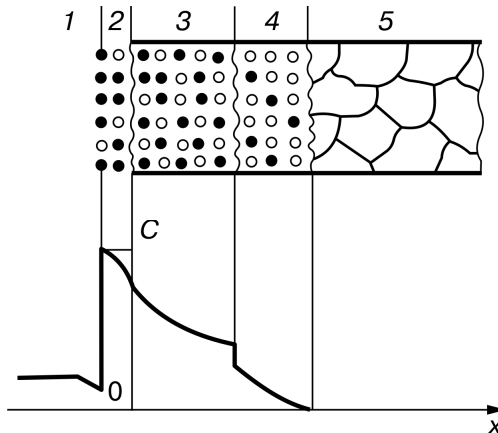
При насиченні з рідкої фази дифузانت може потрапляти з розплавів легкоплавких металів (Al, Cu, Zn, Cd, Pb, Sn та ін.) або з розчинів солей. Прикладом першого варіанта є гаряче цинкування й алітування в розплавах цих металів. При гарячому цинкуванні в розплавленому металевому цинку при температурі 430 – 460°C протягом кількох хвилин забезпечується товщина дифузійного шару 0,02 - 0,03 мм.

Насиченням із розчинів солей отримують покриття хрому, бору, алюмінію. Необхідний елемент вводиться в склад сольової ванни у вигляді металу або солі металу, який насичується. Процес відбувається при ізотермічному витримуванні у ванні з електролізом або без нього.

Товщина дифузійних шарів залежить від тривалості температури насичення і концентрації елемента, що дифундує, на поверхні металу (рис. 2.1), а також від коефіцієнта дифузії елемента, що насичує, в оброблюваному металі.

Концентрація дифундуючого елемента на поверхні залежить від активності середовища в реакційному просторі, що забезпечує приплив атомів цього елемента до насичуваної поверхні, швидкості дифузійних процесів, що призводять до переходу цих атомів вглиб металу, що насичується, його фазового і хімічного складу, структури і складу фаз, що утворюються у процесі дифузії.

Формування дифузійного шару при ХТО залежить від багатьох факторів. При дифузійному насиченні одним елементом послідовно виникають однофазні шари, що принципово відповідають ізотермічному розрядові бінарної діаграми при температурі дифузії. У ряді випадків спостерігається повна відповідність структури дифузійного шару рівноважній діаграмі стану. Схема формування покриття з фазовим переходом наведена на рис. 2.1.



1 – насичене середовище; 2 – адсорбований шар; 3 – з'єднання; 4 – твердий розчин; 5 – основний метал.

Рисунок 2.1 – Схема формування двокомпонентного покриття з фазовим переходом [1]

Можливість створення дифузійних покриттів визначається насамперед різницею діаметрів атомів металу основи. Наприклад, при дифузії в залізо елементів з великим діаметром атомів така різниця не повинна перевищувати 15 – 16 %, інакше напруження, які виникають у кристалічній ґратці заліза, будуть перевищувати границю її пружної стійкості. Ґратка стає нестійкою і виключає можливість дифузійного проникнення таких великих атомів у ґратку заліза. Крім цього, елемент, який наноситься, має розчинятися в металі основи при кімнатній і підвищеній температурах.

Для підвищення зносостійкості використовують різні способи насичення, які поділяють на дві групи: насичення хімічними елементами (однокомпонентні, двокомпонентні і багатокомпонентні покриття); насичення хімічними сполуками (карбідами, нітридами, оксидами).

Дифузійна металізація - це насичення поверхневих шарів метану хромом, алюмінієм, цинком та іншими елементами. Її здійснюють нагрівом сталей у твердих або газоподібних середовищах, які містять компоненти, призначені для насичення ними поверхневих шарів.

Дифузійну металізацію можна здійснювати також насиченням поверхневих шарів сталей кремнієм, бором, берилієм, або одночасно двома металами. Поверхні, насичені різними металами, стають окислостійкими, корозійностійкими і зносостійкими.

Рідку дифузійну металізацію здійснюють у розплавлених металах і солях.

2.2 Мікроструктура сталі після борування

Боруванням називається дифузійне насичення поверхневого шару сталі бором при 900...1050 °С в порошкових середовищах (карбіду бору B_4C , аморфного бору або феробору з активаторами), у розплавах бури $Na_2B_4O_7$, солей з добавками карбіду бору, або аморфного бору, у газових середовищах (диборані B_2H_6 або трихлористому борі BCl_3 у суміші з воднем), із суспензій і паст. У випадку борування вуглецевих конструкційних сталей, наприклад Сталі 45, у суміші складу, %: $95B_4C + 5Na$ при 950 °С протягом 6 годин утворюються покриття товщиною близько 180 мкм. Боридні покриття складаються з голкоподібних боридів заліза FeB (у зовнішній зоні) і Fe_2B (у внутрішній зоні). У випадку борування високовуглецевої сталі покриття складаються з боридів заліза Fe_2B , голкоподібна будова яких менш виражена, ніж у боридів на низьковуглецевій сталі (або технічному залізі).

Вуглець сталей практично цілком витісняється з боридної зони всередину й залежно від виду легуючих елементів у сталі, утворює вузьку або широку перехідну зону. У сталей, легованих карбідоутворюючими елементами, які, крім утворення карбідів, знижують коефіцієнт дифузії в аустеніті, утворюється вузька перехідна зона.

Зміцнення при боридуванні металів і сплавів відбувається внаслідок утворення на оброблюваній поверхні металоподібних

сполук - боридів. Ці сполуки називають металоподібними, тому що, крім нехарактерних для металів властивостей (дуже висока твердість і незначна здатність до пластичних деформацій), бориди мають властивості, характерні для металевого стану речовини - високі електро- і теплопровідність, термемісію, металевий блиск. Насичення бором значно підвищує поверхневу твердість, жаростійкість і корозійну стійкість виробу у водних розчинах соляної, сірчаної і фосфорної кислот. Найбільшу мікротвердість (18000 МПа) має борид заліза FeB , а Fe_2B – 14500 МПа.

В даний час борування широко застосовують для підвищення зносостійкості деталей машин і інструментів.

2.3 Мікроструктура сталі після хромування

Хромуванням називається дифузійне насичення сталевих деталей хромом для підвищення зносостійкості і корозійної стійкості, а також опору втоми. Найбільше поширення отримали порошковий і вакуумний методи хромування. При хромуванні низьковуглецевої сталі на її поверхні утворюється шар твердого розчину хрому в α -залізі. Вуглець перешкоджає дифузії хрому в сталь.

При хромуванні вуглецевої і легованої сталей із середньою і високою масовою часткою вуглецю (0,3...1,0 %) на її поверхні утворюється суцільний шар карбідної фази (Cr_{23}C_6 і Cr_7C_3); далі йде перехідна зона. Так, на сталі 45 після хромування в суміші складу, %: 65Cr + 32Al₂O₃ + 3NH₄Cl при 1050 °C протягом 6 годин утворюється покриття товщиною близько 19 мкм, що складається з карбіду хрому Cr_{23}C_6 у зовнішній зоні і Cr_7C_3 у нижній зоні. На мікрошліфі шари карбідів хрому являють собою суцільну нерозчинну в реактиві (3-% -ий розчин HNO_3 у спирті) світлу смугу.

Розділити карбідний шар на дві зони дозволяє травлення шліфа в реактиві Гросбена. Безпосередньо під карбідним шаром спостерігається зона з підвищеним вмістом вуглецю, а ще нижче - зневуглецьована зона основного металу, що пов'язано з дифузією вуглецю сталі назустріч хромові, оскільки хром має більшу спорідненість до вуглецю, ніж залізо.

Мікротвердість карбідно-хромового шару на Сталі 45 становить близько 17800 МПа; мікротвердість збагаченої вуглецем зони складає близько 4000 МПа, а знеуглецьованої зони - 2000 МПа.

Легуючі елементи, що стабілізують α -фазу (Nb, Ti, Mo, W і Cr), сприяють хромуванню, а стабілізуючі γ -фазу (Mn, Ni) діють навпаки.

2.4 Мікроструктура сталі після багатокomпонентного насичення

Багатокomпонентним насиченням називається ХТО, коли поверхня деталі насичується двома або великою кількістю компонентів, що дозволяє більшою мірою змінювати властивості поверхневих шарів (покриттів).

Боросиліцинованням називається процес одночасного (спільного) насичення поверхні сталі бором і кремнієм у суміші складу, %: $80(84B_4C + 16Na_2B_4O_7) + 20(95FeSi + 5NH_4Cl)$ при $1050^\circ C$ протягом 4 годин. Товщина покриття 320 мкм. Воно складається із суміші двох фаз: $(Fe, Si)_2B$ і Fe_3Si . Фаза силіцид заліза Fe_3Si розташована між боридами заліза $(Fe, Si)_2B$, що складають основну частину покриття. Кількість силіцидних фаз Fe_3Si залежить від співвідношення складових, що містять бор і кремній, у насичуючій суміші, а також від температури і тривалості насичення. Мікротвердість боридів заліза 17200 МПа, силіцидних фаз - близько 5000 МПа.

Боросиліцидні покриття призводять до підвищення втомленої і корозійно-втомленої міцності сталі при роботі в умовах знакозмінних навантажень, що пов'язано з появою в покриттях значних залишкових напружень стиску, які перешкоджають зародженню і розвиткові тріщин втоми.

3 КОНТРОЛЬНІ ЗАПИТАННЯ ДЛЯ САМОПЕРЕВІРКИ І КОНТРОЛЮ ПІДГОТОВЛЕНOSTІ СТУДЕНТІВ ДО РОБОТИ

1. Коли застосовують методи ХТО?
2. Переваги ХТО у порівнянні із об'ємною термічною обробкою.
3. Які основні процеси, проходять при ХТО?
4. Як впливають температура, тривалість процесу на глибину дифузійного шару.
5. Яким чином відбувається очищення поверхні від оксидних плівок?
6. Структура і властивості сталей після борування.
7. Суть алітування. Структура і властивості сталей після алітування.

4 МАТЕРІАЛИ, ІНСТРУМЕНТ, ПРИЛАДИ, ОБЛАДНАННЯ

1. Набір зразків з покриттям.
2. Комплект шліфів для вивчення мікроструктури сталі після ХТО.
3. Об'єкт мікрометр, окуляр мікрометр.
4. Металографічний мікроскоп МИМ-8.

5 ВКАЗІВКИ З ТЕХНІКИ БЕЗПЕКИ

1. До лабораторних робіт допускаються студенти після інструктажу з охорони праці та пожежної безпеки.
2. Забороняється включати електричні прилади без дозволу завідувача лабораторією чи викладача.

3. У випадку виникнення пожежі чи поразки електричним струмом студенти повинні діяти у відповідності із затвердженими інструкціями з охорони праці і пожежної безпеки.

6 ПОРЯДОК ПРОВЕДЕННЯ ЛАБОРАТОРНОЇ РОБОТИ

Ознайомитися з класифікацією основних видів ХТО сталі.

Вивчити мікроструктури, фазовий і хімічний склади і властивості дифузійних покриттів на сталі.

Налаштувати мікроскоп на збільшення 100. Дослідити зразок, визначивши основні ділянки.

Налаштувати мікроскоп на збільшення 400. Дослідити обрані ділянки. Мікроструктуру сталі після ХТО слід вивчати, порівнюючи її з типовими мікроструктурами, наведеними в альбомі. Зарисувати й описати мікроструктури дифузійних покриттів і перехідних зон на сталі. При зарисовці мікроструктур, що спостерігаються, необхідно передавати тільки їхні характерні риси. Виміряти товщину покриття та перехідних зон.

При вивченні мікроструктури дифузійних шарів варто також звертати увагу на будову і ширину перехідної зони між дифузійним шаром (покриттям) і основним металом; чи спостерігається перерозподіл елементів, що входять до складу сталі, яка насичується.

Установити зв'язок між будовою дифузійних шарів з діаграмами стану "залізо-дифундуючий елемент".

Оформити результати досліджень і скласти протокол.

7 ЗМІСТ ЗВІТУ

1. Тема та мета роботи.
2. Короткі теоретичні данні
3. Стислий опис проведених дослідів з фіксацією параметрів процесів.

4. Результати досліджень мікроструктури сталей після ХТО
5. Схеми мікроструктур (дифузійних покриттів і перехідних зон) і їх розміри
6. Висновки по роботі.

8 РЕКОМЕНДОВАНА ЛІТЕРАТУРА

1. Ющенко, К.А. Інженерія поверхні [Текст] / К.А. Ющенко, Ю.С. Борисов та ін. – К.: Наук. думка, 2007. – 558 с.
2. Бялік, О.М. Металознавство [Текст] / О.М. Бялік, В.С. Черненко, В.М. Писаренко, Ю.Н. Москаленко. -К.: Політехніка, 2008.- 384 с.
3. Большаков В.І., Береза О.Ю., Харченко В.І.. Прикладне матеріалознавство: Підручник для студентів вищих технічних навчальних закладів - 2-е видання, доповнене і перероблене / Під редакцією д-ра техн. наук, проф. В.І. Большакова. - РВА " Дніпро-VAL": 2000 р. - 290 с.
4. Лахтин, Ю.М. Материаловедение [Текст] / Ю.М. Лахтин, В.П. Леонтьева. - М.: Машиностроение, 1990. - 528 с.
5. Геллер, Ю.А. Материаловедение. Методы анализа, лабораторные работы и задачи [Текст] / Ю.А. Геллер, А.Г. Рахштадт - М.: Металлургия, 1989.-456 с.
6. Лахтин, Ю.М. Химико-термическая обработка металлов [Текст] / Ю.М. Лахтин, Б.Н. Арзамасов - М.: Металлургия, 1985. - 256 с.