

Российская академия наук
Министерство обороны Российской Федерации
Федеральное космическое агентство
Министерство образования и науки Российской Федерации
Высшая аттестационная комиссия
Межрегиональный совет по науке и технологиям



НАУКА И ТЕХНОЛОГИИ

Труды XXIX Российской школы,
посвященной 85-летию со дня рождения
академика В.П. Макеева

Москва
2009

Наука и технологии. Труды XXIX Российской школы. – М.: РАН, 2009. – 364 с.

В сборник научных трудов включены работы, представленные на XXIX Российскую школу по проблемам науки и технологий, посвященную 85-летию со дня рождения академика В.П. Макеева (23-25 июня 2009 года, г. Миасс).

Исследования авторов настоящих статей посвящены актуальным проблемам и решениям неоднородных материалов и конструкций, аэрогидродинамики и тепломассобмена, динамики и прочности, динамики и управления, новых технологий.

Главный редактор Ершов Н.П.

Заместитель главного редактора, ответственный секретарь Ершов П.Н.

Члены Редакционного совета

Шестаков А.Л. (председатель), Дегтярь В.Г. (сопредседатель), Анфимов Н.А., Белко В.А., Бердышев В.И., Вяткин Г.П., Ганиев Р.Ф., Горкунов Э.С., Климов Д.М., Крюков В.В., Липанов А.М., Нигматулин Р.И., Панин В.Е., Папин В.М., Рахманов А. Уфимцев С.А., Черешнев В.А., Чернышев С.Л., Шевченко С.Н., Шорин В.П.

Члены Редакционной коллегии

Бойкова Л.И., Бондаренко В.А., Бухтояров О.И., Васильев В.В., Васильев С. Ваулин С.Д., Виттих В.А., Губайдуллин Д.А., Гузайров М.Б., Индейцев Д.А., Копов А.И., Кудрявцева А.В., Кульчин Ю.Н., Купев Г.Ф., Литвинова Л.А., Матвеев В. Мулюков Р.Р., Набойченко С.С., Наумов Л.А., Немировский Ю.В., Пащенко Ф.Ф., Поров В.Ю., Половинкин В.Н., Резчиков А.Ф., Романов Е.П., Сидоров А.И., Соколовский М.И., Стружанов В.В., Тешуков В.М., Третьяков В.Е., Урманчиев С.Ф., Феров В.Б., Фомин В.М., Чуманов И.В., Якимович Б.А., Яновский Ю.Г.

Адрес редакции

456304, г. Миасс Челябинской обл., ул. 8 Июля, 10А, офис 404

Межрегиональный совет по науке и технологиям

Тел./факс (3513) 53-67-16

www.msnt-miass.narod.ru

E-mail: msnt@mail.ru

АЛИТИРОВАНИЕ В ДИНАМИЧЕСКОЙ НАСЫЩАЮЩЕЙ СРЕДЕ

Современное машиностроение, энергетика, химическая промышленность и различные области современной техники предъявляют особые требования к материалам в отношении их химической стойкости, сопротивляемости износу и ряда других специальных свойств. Одним из наиболее эффективных и широко применяемых в промышленности методов повышения долговечности многих ответственных деталей является их химико-термическая обработка, в результате которой изменяются свойства поверхностных слоев металла, то есть тех слоев, в которых концентрируются трещины, развиваются процессы износа и коррозии. Химико-термическая обработка (ХТО) позволяет значительно повысить твердость и износостойкость, статическую, усталостную и коррозионно-усталостную прочность конструкционных и инструментальных материалов, а в ряде случаев применять экономно легированные стали вместо дорогостоящих высоколегированных [1].

Одним из видов ХТО является алитирование, представляющее собой процесс поверхностного насыщения стали и чугуна алюминием, придающего им повышенные окислительную стойкость и сопротивление атмосферной коррозии. Алитированию чаще подвергают низкоуглеродистую сталь, реже среднеуглеродистую и серый чугун. Алитированные сталь и чугун применяются в качестве заменителей высоколегированных окислительных сталей и сплавов, имеющих высокую стойкость при нагреве до 800 °С – 900 °С, а в некоторых случаях даже до 950 °С – 1000 °С. В последнее время алитированию начали подвергать некоторые окислительные и жаропрочные стали и сплавы (40Х9С2, Х18Н9Т, 4Х14В2М и другие) для дополнительного повышения их окислительной стойкости.

Недостатком процесса диффузионного алитирования традиционным способом, то есть в порошковой засыпке в контейнерах, являются большие времена выдержки и неоднородные по толщине покрытия. По нашему мнению применение динамической насыщающей среды позволит значительно сократить время обработки изделий и получить слои одинаковой толщины по всей поверхности изделия. Динамическая насыщающая среда представляет собой гетерогенную систему, в которой путём соответствующей организации движения создаётся интенсивное перемешивание частиц мелкозернистого материала, что позволяет сократить время нагрева до температур насыщения, следовательно,

увеличить производительность труда, устранить окалинообразование и обезуглероживание при нагреве и т. д. [2, 3, 4].

Процесс алитирования проводился в специально созданной лабораторной установке для химико-термической обработки в динамических насыщающих средах (рис. 1). Данная установка позволять проводить процессы ХТО в диапазоне температур от 100 °С до 1100 °С и при скоростях вращения от 5 об/мин до 1000 об/мин. Алитирование проводилось на образцах из стали 20, ВСт5, стали 45 и меди М1. Площадь образцов 20x10 мм² и толщина 1,5 – 4 мм.

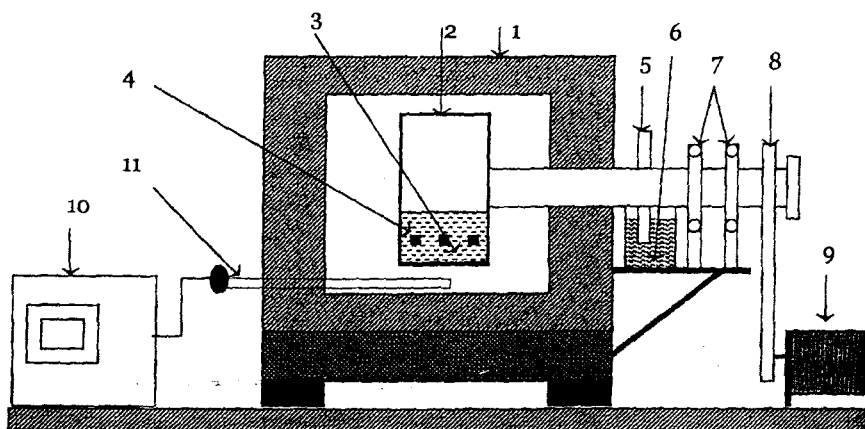


Рис. 1. Схема лабораторной печи для химико-термической обработки в динамических насыщающих средах

1-печь; 2-цилиндрический барабан; 3-насыщающая смесь; 4-образцы; 5-диск охлаждения; 6-вода; 7-подшипники; 8-ремень; 9-двигатель; 10-регулятор температуры; 11-термопара.

Реакционная смесь состояла из следующих компонентов: насыщающий элемент, инертная добавка, активная добавка (активизатор). Инертные добавки (прокаленный оксид алюминия, белый корунд) добавляли с целью предотвращения спекания смеси и налипания порошков на обрабатываемые изделия. Активные добавки (NH_4Cl , AlF_3) добавляли для активизации процесса. Источником алюминия служили порошок алюминия, алюминиевая стружка или алюминиевая пудра. Общая масса смеси для данного барабана объемом 1,4 л была подобрана опытным путем и составляла 150 г. Частицы насыщающей среды перемешивали и вместе с образцами и загружали в барабан. Барабан помещался в печь и нагревался до температур насыщения в течение 40-60 мин. Процесс ХТО проводился при температуре $T=850\text{ }^{\circ}\text{C} - 1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ в течение 1 ч - 4 ч. Регулирование температуры осуществлялась с помощью регулятора температуры типа ТРМ1. Скорость вращения барабана ω варьировалась от 0 об/мин до 300

об/мин. Охлаждение барабана после диффузионного насыщения осуществлялось вместе с печью. Извлеченные из барабана, промытые и просушенные образцы исследовали методами металлографии и дюрOMETрии. Измерение толщины покрытий и исследование структуры диффузионных слоев проводили на металлографическом микроскопе «Neophot-32». Погрешность измерения толщины не превышала 5 %. Подготовку шлифов для микроструктурного анализа проводили согласно стандартной методике. В качестве травителей для выявления структуры алитированных слоев на стали использовали 4 % водный раствор азотной кислоты, а на меди 10 % водный раствор аммиака и раствор азотной кислоты HNO_3 в воде (1:1).

ДюрOMETрический анализ проводился на приборе ПМТ-3 на поперечных микрошлифах образцов при нагрузке 1 Н и 0,5 Н для стали и меди соответственно. Экспериментальные значения микротвердости были получены путем усреднения значений пяти экспериментальных точек. Погрешность измерения микротвердости не превышала 10 %.

Рентгеноструктурный анализ фазового состава покрытия, полученного на образцах из меди М1, проводили на приборе ДРОН 6 в медном излучении K_α . Фазовый состав покрытия на стальных образцах исследовали на приборе ДРОН 1-УМ в кобальтовом излучении K_α .

Влияние состава среды на процесс формирования диффузионных покрытий исследовали при алитировании в среде содержащей алюминиевую пудру, оксид алюминия и активизатор NH_4Cl . Установлено, что толщина диффузионных слоев зависит от количества алюминиевой пудры в насыщающей среде. Для процессов насыщения в контейнерах с плавким затвором известно, что толщина диффузионных покрытий зависит от количества насыщающего элемента в смеси. Для алитирования, как правило, применяют насыщающие смеси, содержащие до 50 % (здесь и далее % по массе) алюминия [5, 6]. При исследовании влияния количества алюминия на толщину диффузионных слоев при алитировании в динамических насыщающих средах содержание насыщающего элемента варьировалось от 50 % до 2 %. В результате экспериментов установлено, что добавление алюминиевой пудры в насыщающую смесь в количестве более 3 % приводит к образованию на поверхности образца помимо алюминидов железа внешнего слоя алюминия, толщина которого возрастает с увеличением содержания алюминиевой пудры в смеси.

Масса активизатора выбиралась из расчета полного заполнения барабана продуктами его распада при ХТО, что обеспечивает вытеснение воздуха из барабана. Оптимальный состав насыщающей смеси содержал 3 % насыщающего элемента, 2 % активизатора (NH_4Cl) и остальное инертная добавка. При повторном использовании смеси для получения слоев той же толщины в смесь добавляли 2 % активизатора и удвоенное количество насыщающего элемента по сравнению со свежей смесью.

Использование активизатора AlF_3 не дало существенного различия толщине слоя и качестве поверхности. Схожие результаты получались при других источниках алюминия (алюминиевая стружка, порошок алюминия). Для сравнения были проведены исследования покрытий полученных стандартным методом (в контейнере с плавким затвором). В этом случае слои максимальной толщины получаются при использовании в качестве насыщающего элемента алюминиевой стружки в количестве 50 %, а в качестве активизатора - AlF_3 в количестве 0,5 %.

Исследование влияния скорости вращения барабана на толщину получаемых покрытий проводились при температуре 900 °С и времени выдержки 2 ч. Установлено, что зависимость толщины слоя от скорости вращения барабана имеет сложный характер. При малых скоростях вращения барабана (менее 10 об/мин) образуются слои малой толщины из-за малой концентрации адсорбированных атомов алюминия. Увеличение скорости вращения барабана до $\omega=60$ об/мин для стали и $\omega=90$ об/мин для меди приводит к формированию слоев максимальной толщины. При дальнейшем увеличении скорости вращения барабана формируются слои меньшей толщины (рис. 2). Полученные результаты можно объяснить тем фактом, что при малых скоростях вращения барабана насыщающая смесь около образца благодаря перемешиванию обеспечивает постоянным доступ активных атомов алюминия к поверхности.

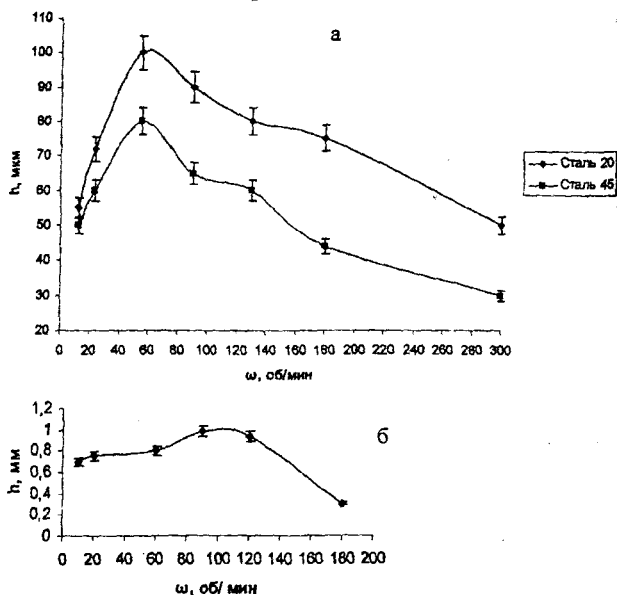


Рис.2. Зависимость толщины слоя от скорости вращения барабана (а-сталь, б-медь, $T=900$ °С, время выдержки $t=2$ ч)

Другим возможным фактором увеличения толщины слоя при этих скоростях вращения может быть то, что с поверхности образца удаляются продукты реакции взаимодействия хлоридов алюминия с насыщаемой поверхностью, которые препятствуют адсорбции насыщающего элемента.

При увеличении скорости вращения выше оптимальной время контакта между диффундирующими элементами и поверхностью образца уменьшается и его становится недостаточно для их адсорбции на поверхности. Еще одним фактором может быть возрастающее с повышением скорости вращения абразивное взаимодействие насыщающей смеси с поверхностью образца. Более размытый максимум у меди (рис. 2б) и отличие в скоростях вращения барабана, при которых получают максимальные по толщине слои для стали и меди, можно объяснить тем, что у этих металлов различные коэффициенты диффузии алюминия, поэтому для меди необходимо меньшее время контакта поверхности с насыщающими частицами.

Было замечено, что при скорости вращения барабана менее 10 об/мин слои на стали получаются очень хрупкими и при незначительных нагрузках начинают отслаиваться от образца. На меди при этих скоростях вращения наблюдалось сильное налипание насыщающей смеси к упрочняемой поверхности и большой разброс по толщине в пределах одного образца.

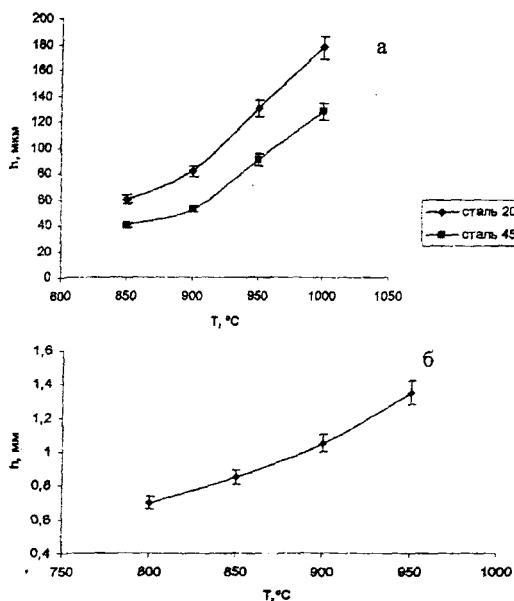


Рис. 3. Зависимость толщины слоя от температуры обработки для стали (а) и меди (б): время выдержки $t=2$ ч, $\omega=20$ об/мин для стали и $\omega=60$ об/мин для меди)

Исследования влияния температуры ХТО на толщину слоя проведенные в интервале температур 850 °С – 1000 °С, времени выдержки 2 ч и скорости вращения $\omega=20$ об/мин, показали что, при увеличении температуры обработки формируются слои большей толщины. Зависимость толщины покрытия от температуры обработки имеет вид, близкий к экспоненциальному как на стали, так и на меди (рис.3). Увеличение времени обработки приводит к увеличению толщины покрытий по закону, близкому к параболическому (рис. 4). Здесь хотелось бы подчеркнуть то, что для получения слоев одинаковой толщины в случае неподвижной среды необходимы времена выдержки в два раза большие, чем при насыщении в динамических средах.

Следует отметить, что зависимости толщины покрытия от температур ХТО для различных скоростей вращения барабана качественно не изменяются, а изменяются лишь толщины слоев. Тоже самое можно сказать о зависимостях толщины слоев от скорости вращения барабана при различных температурах ХТО.

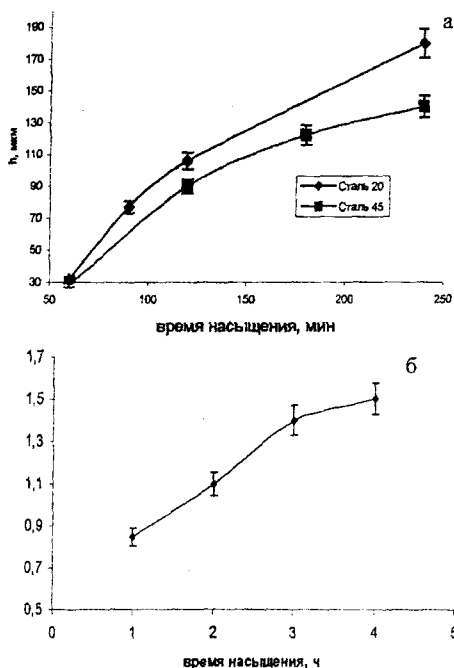


Рис. 4. Зависимость толщины слоя от времени обработки
(а-сталь, б-медь, $T=900$ °С, $\omega=20$ об/мин для стали, $\omega=60$ об/мин для меди)

Рентгеноструктурный анализ показал, что основной составляющей диффузионного слоя на сталях является фаза FeAl , под ней располагается твердый раствор алюминия в железе, за ним идет зона, обогащенная растворенным алюминием углеродом и плавно переходящая в матрицу исходного состава. Согласно литературным данным под алюминидом FeAl должна располагаться фаза Fe_3Al , которая в нашем случае не была обнаружена. По данным рентгеноструктурного анализа меди после алитирования на поверхности образца образуется хрупкая γ_2 фаза (Al_4Cu_9), далее идет зона продуктов эвтектоидного распада высокотемпературной β -фазы (AlCu_3) при $T=565^\circ\text{C}$ на эвтектоидную смесь $\alpha+\gamma_2$ фаз и примыкающая к матрице зона твердого раствора алюминия в меди. Микроструктуры диффузионных слоев приведены на рис. 5. На рентгенограммах отмечено присутствие оксида алюминия, который возможно, образовался в процессе охлаждения или из-за налипания смеси на образец во время насыщения.

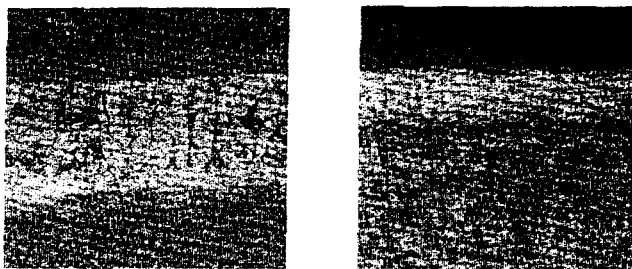


Рис. 5. Микроструктура алитированных слоев на меди (слева) и на стали 20 (справа): ($\times 100$ и $\times 200$ соответственно)

Интерес представляет определение микротвердости полученных слоев как показателя износостойкости полученных покрытий. Были исследованы зависимости микротвердости диффузионного покрытия на меди от температуры насыщения, скорости вращения барабана и времени обработки. С ростом температуры микротвердость покрытия на меди падает, что, скорее всего, вызвано большей скоростью диффузии при высоких температурах и тем самым меньшим содержанием алюминия в поверхностном слое. С увеличением скорости вращения барабана микротвердость покрытия на меди увеличивается и достигает максимума при $\omega=90$ об/мин, $T=900^\circ\text{C}$, $t=2$ ч. При скорости вращения более 90 об/мин формируются слои с меньшей микротвердостью (рис. 6). Это можно объяснить тем, что при $\omega=90$ об/мин количество активных атомов алюминия у поверхности максимально, следовательно, увеличивается содержание алюминия в слое, что и приводит к увеличению микротвердости.

Обнаружен интересный факт изменения микротвердости после многочасовой выдержки алитированных образцов меди при комнатной температуре. Микротвердость покрытия после алитирования при температуре насыщения 900 °С, измеренная на расстоянии 0,15 мм поверхности, сразу после обработки оказалась ниже, чем после 200-часовой выдержки (рис. 6). Причиной могут быть процессы естественного старения, прошедшие в диффузионном слое.

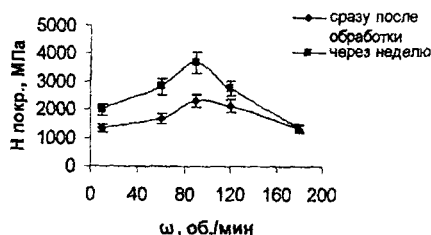


Рис. 6. Зависимость микротвердости покрытия на меди от скорости вращения барабана ($T=900\text{ }^{\circ}\text{C}$, $t=2\text{ ч}$)

Микротвердость на поверхности большинства образцов оказалась ниже, чем на некотором удалении вглубь образца (рис. 7). Возможно, это связано с тем, что в приповерхностной зоне в основном сконцентрирована пористая γ_2 -фаза. Исключением являются слои, полученные при $\omega=11$ об/мин. Высокое значение микротвердости на поверхности объясняется отсутствием γ_2 -фазы в слое, что подтверждается данным металлографического анализа.

Повышение температуры обработки меди приводит к уменьшению микротвердости покрытий. Это может быть связано с тем, что при повышении температуры ХТО ускоряются процессы диффузии, что приводит к снижению концентрации алюминия в слое за счет его оттока вглубь образца.

На рис. 7 представлены результаты измерения микротвердости в толщине слоя для различных скоростей вращения барабана. Максимальная микротвердость соответствует скорости вращения барабана, равной 9 об/мин, т.е. при той же, при которой были получены максимальные значения толщины слоя.

Характер зависимости микротвердости на стали 20 от температур ХТО и скорости вращения барабана качественно совпадает с результатами полученными на медных образцах. Отличие состоит лишь в величине микротвердости и наличием небольшого пика в зоне, обогащенной углеродом, оттесненным из покрытия алюминием.

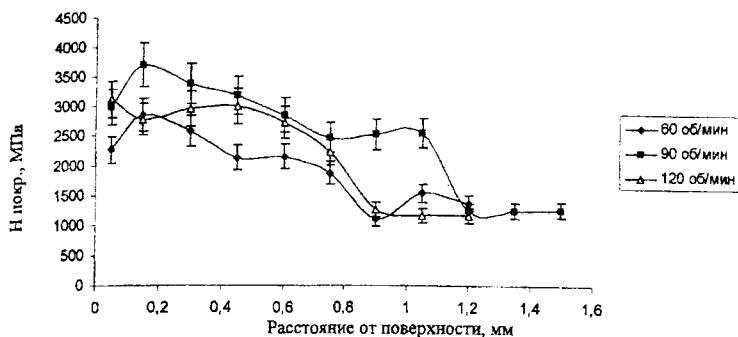


Рис.7. Микротвердость покрытия на меди при различных скоростях вращения барабана ($T=900\text{ }^{\circ}\text{C}$, $t=2\text{ ч}$)

Из изложенного выше следует, что применение динамических насыщающих сред является перспективным для развития современных методов ХТО. Применительно к алитированию динамические насыщающие среды позволяют получать качественные слои, при этом время обработки сокращается в 1,5-2 раза и уменьшается расход насыщающих элементов. Установлено, что толщина диффузионных слоев зависит не только от температурно-временных параметров, но и от скорости вращения барабана. Максимум наблюдается в диапазоне 60 об/мин – 90 об/мин.

ЛИТЕРАТУРА

1. Земсков Г. В., Коган Р.Л. Многокомпонентное диффузионное насыщение металлов и сплавов. – М.: Металлургия, 1978, 208 с.
2. Spiridonova I.M., Alkema V.G. Chemical heat treatment in dynamic mixture: multicomponent diffusion coating formation mechanism // Proc. 7-th Intern. Cong. on Heat Treatment of Materials. – 11-14 Dec., 1990, Moscow. – V. 1. – P. 229-233.
3. Ермакова Р.И., Алькема В.Г., Уварова Р.Т. Повышение надежности и долговечности деталей оборудования трубопрокатных станов упрочнением поверхности в установках с подвижным слоем: Тез. докл. IV Всесоюз. науч.-техн. конф. – Запорожье, 1989. – 185 с.
4. Заваров А.С., Баскаков А.П., Грачев С.В. Термическая обработка в кипящем слое. – М.: Металлургия, 1981, с. 4.
5. Химико-термическая обработка металлов и сплавов / Справочник под ред. Л.С. Ляховича. – М.: Металлургия, 1981.
6. Минкевич А.Н. Химико-термическая обработка стали. – М.: Машигиз, 1963.