

УДК 621.785.532

ВЛИЯНИЕ ВОДОРОДА НА ПРОЦЕСС ИОННОГО АЗОТИРОВАНИЯ АУСТЕНИТНОЙ СТАЛИ 12Х18Н10Т

Ю. Г. Хусаинов¹, К. Н. Рамазанов², Р. С. Есипов³, Г. Б. Исяндавлетова⁴

¹uldash990@mail.ru, ²kamram@rambler.ru, ³esromles@mail.ru, ⁴bonk7@mail.ru

ФГБОУ ВО «Уфимский государственный авиационный технический университет» (УГАТУ)

Поступила в редакцию 18.04.2017

Аннотация. Исследовано влияние водорода в смеси рабочего газа на диффузионные процессы при ионном азотировании аустенитной стали 12Х18Н10Т. Получена зависимость глубины упрочненного слоя от содержания водорода в диапазоне от 10 до 30%. Также получены распределения микротвердости по глубине диффузионной зоны при различных режимах обработки. Доказано, что увеличение содержания водорода при ионном азотировании от 10 до 20% позволяет значительно интенсифицировать процесс диффузионного насыщения. Установлено, что с увеличением содержания водорода (свыше 15%) в смеси рабочего газа увеличивается хрупкость азотированного слоя. Авторами даны рекомендации по выбору оптимального содержания водорода при ионном азотировании.

Ключевые слова: ионное азотирование; тлеющий разряд; аустенитная сталь; микротвердость поверхностного слоя; водородное охрупчивание.

ВВЕДЕНИЕ

На сегодняшний день одним из эффективных методов поверхностного упрочнения деталей машин и механизмов, работающих в условиях интенсивного износа является ионное азотирование [1]. Преимуществом ионного азотирования перед другими методами (азотирование в жидких средах, газовое и т.д.) является: высокая скорость насыщения; получение диффузионных слоев заданного фазового состава и строения; высокий класс чистоты поверхности; экологичность процесса [2]. Несмотря на все перечисленные преимущества, процесс ионного азотирования по-прежнему остается длительным (до 30 часов).

Известно [3, 4], что при азотировании в тлеющем разряде состав газовой среды оказывает существенное влияние на структуру, свойства и скорость роста упрочненного слоя. Так, использование рабочих сред, содержащих аргон и небольшого количества водорода (до 5%) позволяет повысить скорость диффузионного насыщения поверхности азотом. Водород, являясь хорошим восстановителем препятствует образованию окислов железа на поверхности обрабатываемой детали, которые затрудняют процесс азотирования [4]. Аргон, обладающий большой массой, при бомбардировке поверхности создает многочисленные дефекты, способ-

ствующие ускорению процесса диффузии азота в металле [3]. Таким образом, повышение эффективности процесса ионного азотирования в результате регулирования состава рабочей газовой среды является актуальной задачей. Однако, в настоящее время отсутствуют данные о влиянии компонентов насыщающей среды на технологические параметры обработки (температура поверхности детали, разность потенциалов между электродами) и не определено их оптимальное содержание в рабочем объеме вакуумной камеры.

В данной статье исследовано влияние содержания водорода в смеси рабочего газа на процесс ионного азотирования аустенитной стали.

МЕТОДИКИ ИССЛЕДОВАНИЙ

Эксперименты проводились на модернизированной вакуумной установке ЭЛУ-5 предназначенной для проведения процессов термической и химико-термической обработки (рис. 1).

Исследования по влиянию водорода на кинетику диффузионного роста при ионном азотировании проводились на предварительно термообработанных (закалка с 1050°C при выдержке в течение 1 ч) образцах из стали 12Х18Н10Т аустенитного класса. Сталь 12Х18Н10Т применяется в сварных конструкциях, работающих в контакте с кислотными

и другими окислительными средами. Изготавливают емкостное, теплообменное и другое оборудование. Химический состав материала приведен в табл. 1.

Таблица 1
Химический состав стали 12X18H10T

Содержание хим. элементов, %
$\leq 0,12$ C; 17–19 Cr; ≤ 2 Mn; 9–11 Ni; $\leq 0,035$ P; $\leq 0,02$ S; $\leq 0,8$ Si; $\leq 0,8$ Ti

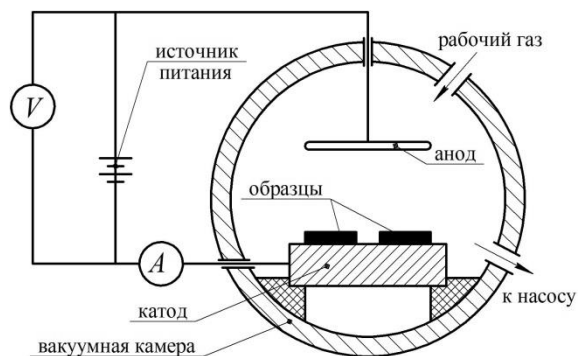


Рис. 1. Принципиальная схема ионного азотирования на установке ЭЛУ-5

Непосредственно перед диффузионным насыщением азотом в вакуумной камере проводили ионную очистку в течение 10 мин при давлении $P=10$ Па в среде аргона Ar, температура поверхности при этом не превышала $T=250^\circ\text{C}$. Процесс диффузионного насыщения проходил в смеси азота N_2 , аргона Ar и водорода H_2 . Соотношения газов представлены в табл. 2. Азотирование проводилось при температуре $T=550\pm 10^\circ\text{C}$ в течение $t=6$ ч и давлении в рабочей камере $P=150\pm 5$ Па.

Таблица 2
Состав рабочей газовой смеси

№	Состав газовой смеси
1	60% Ar+30% N_2 +10% H_2
2	55% Ar+30% N_2 +15% H_2
3	50% Ar+30% N_2 +20% H_2
4	45% Ar+30% N_2 +25% H_2
5	40% Ar+30% N_2 +30% H_2

Исследования поверхностного слоя образцов, прошедших ионное азотирование проводили на поперечных шлифах. Замеры микротвердости поверхности выполнялись на микротвердомере *Struers Duramin -1/-2*. Величина статической нагрузки, приложенной к алмазному

индентору в течение 10 с составляла 980,7 мН (100 г).

Исследование микроструктуры образцов проводилось растрового электронного микроскопа *JEOL-JSM-6490 LV*. Химический состав поверхностного слоя определяли методом энергодисперсионного анализа. Оптические фотографии получали с помощью микроскопа *Olympus GX-51*. Для выявления структуры стали проводили травление шлифа в растворе HNO_3 25% и HCl 75%.

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Известно [5], что температура поверхности детали при азотировании в тлеющем разряде без дополнительного нагрева рабочего пространства вакуумной камеры (азотирование с холодными стенками) определяется энергией и плотностью потока заряженных частиц. Плотность потока ионов любого компонента газовой смеси зависит от его процентного содержания в вакуумной камере и давления среды, а энергия от массы частиц и напряжения между электродами. Таким образом при различном соотношении компонентов рабочего газа изменяется температура поверхности детали и технологические параметры обработки. Для установления влияния водорода на параметры обработки получена зависимость напряжения между электродами от состава газовой среды в вакуумной камере при температуре процесса $T=550^\circ\text{C}$ и давлении $P=150$ Па (рис. 2).

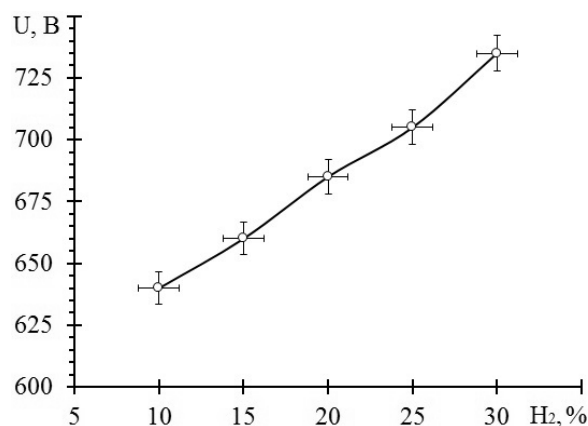


Рис. 2. Зависимость разности потенциалов между электродами, обеспечивающая температуру образцов $T=550^\circ\text{C}$, от содержания водорода в вакуумной камере

Анализ приведенной зависимости (рис. 2) показал, что для поддержания заданной температуры обработки (550°C) необходимо повышать энергию потока частиц за счет увеличения

напряжения разряда от 640 до 730 В при изменении содержания водорода в рабочей смеси от 10 до 30%, т.к. плотность потока ионов аргона уменьшается, вследствие снижения его концентрации в рабочей газовой смеси.

Термическую обработку стали осуществляют для стабилизации структуры и получения однородности свойств материала по всему его объему. На рис. 3 представлен оптический снимок микроструктуры стали 12Х18Н10Т после закалки с 1050°C. В результате термообработки сталь имеет однородную структуру аустенита с наличием двойников и небольшого количества карбидов TiC по границам зерен. Твердость стали после закалки составила $200 \pm 10 HV_{100}$.

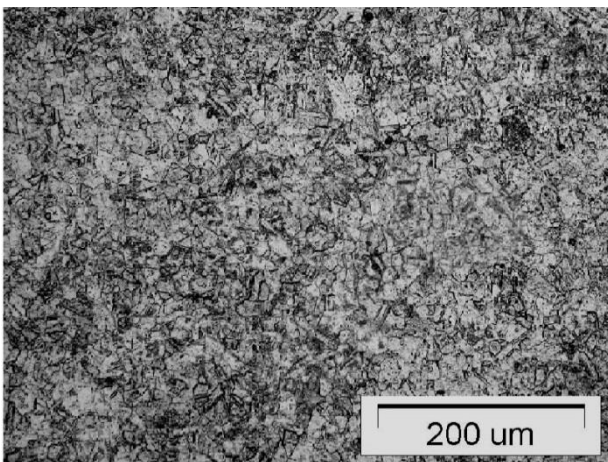


Рис. 3. Микроструктура стали 12Х18Н10Т после термической обработки (закалка 1050°C, 1 ч)

Важным параметром, характеризующим эффективность ионного азотирования, является равномерность азотированного слоя и отсутствие дефектов материала (трещины, поры). При этом обеспечивается хорошая совмести-

мость свойств материала основы (матрицы) и упрочненного слоя.

Для исследования структуры азотированного слоя были получены растровые изображения поперечных шлифов образцов после азотирования при различном содержании водорода в рабочей среде (рис. 4). Анализ фотографий показал наличие трех зон в поверхностном слое: *I* – зона внутреннего азотирования, *II* – переходная зона (указана стрелкой), *III* – основа. В зависимости от содержания водорода в среде рабочего газа морфология стали имеет существенные отличия. Так при содержании в вакуумной камере водорода от 20 до 30% в приповерхностных участках зоны внутреннего азотирования (рис. 4, *I*) наблюдаются трещины и сколы на всей области шлифа, что указывает на хрупкость азотированного слоя. Приведенные выше данные свидетельствуют о диффузионном насыщении поверхности образцов водородом, когда его содержание в вакуумной камере находится в диапазоне от 20 до 30% [6]. Отсутствие трещин и сколов в поверхностном слое образцов, обработанных при содержании водорода 10 и 15%, обусловлено снижением интенсивности процесса диффузионного насыщения водородом поверхности образцов вследствие низкой концентрации. Также установлено, что при увеличении содержания водорода в рабочем газе толщина переходной зоны (рис. 4, *II*) практически не изменяется и является границе между основным металлом и упрочненной областью.

В результате ионного азотирования структура модифицированного поверхностного слоя будет зависеть от концентрации азота в материале. Результаты энергодисперсионного анализа азотированного слоя приведены в табл. 3. Точки на образце, с которого проводили анализ, показаны на рис. 5.

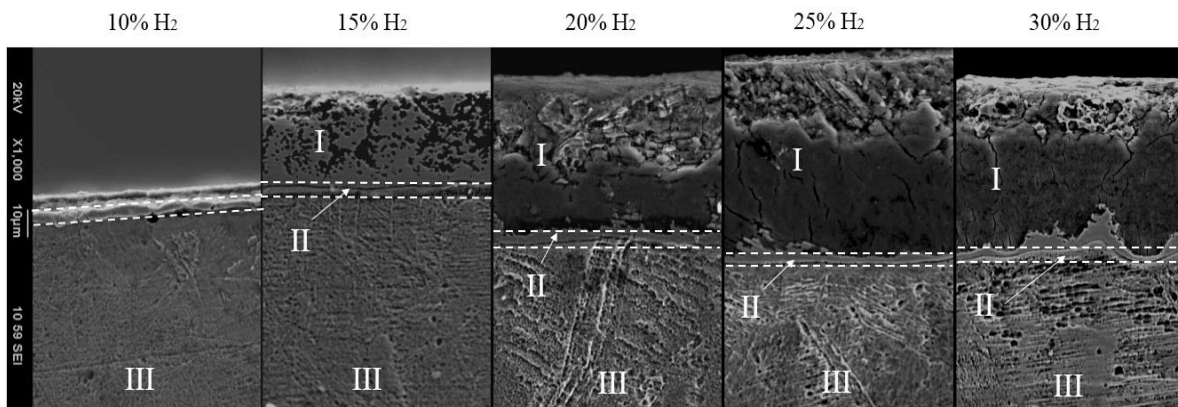


Рис. 4. Растровые изображения поверхностного слоя стали 12Х18Н10Т после ионного азотирования при различном содержании водорода в рабочей среде

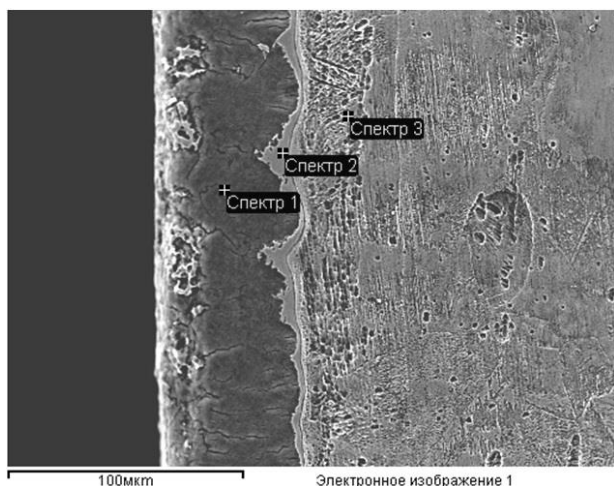


Рис. 5. Области химического анализа поверхностного слоя образца азотированного при содержании в вакуумной камере 25% водорода

Таблица 3

Химический состав областей, указанных на рис. 5, %

Участок	N	Cr	Fe	Ni	Mn	Ti
Спектр 1	11	77	9	–	2,5	0,5
Спектр 2	2	19	68,5	9,5	1	–
Спектр 3	–	18,5	72	8,5	1	–

В результате анализа приведенных данных (рис. 5 и табл. 3) установлено, что концентрация азота в зоне внутреннего азотирования – *I* (см. рис. 4), (Спектр 1) составляет 11%. При этом содержания хрома достигает 77%, что свидетельствует о диффузии хрома к приповерхностной области образцов. При дальнейшем увеличении расстояния от поверхности концентрация азота снижается. Переходная зона – (см. рис. 4, *II*), (Спектр 2) содержит 2% азота. Анализ приведенных выше данных позволил установить, что при ионном азотировании происходит диффузия атомов легирующих элементов к поверхности материала. Большой диффузионной подвижностью обладает хром *Cr* и железо *Fe*.

В процессе ионного азотирования аустенитных сталей происходит диффузионное насыщение поверхностных слоев материала азотом под действием градиента концентрации. Растворение азота в твердом растворе вызывает упругие искажения его решетки, что обуславливает повышенную твердость азотированного слоя. При этом твердость увеличивается, если содержание азота в твердом растворе растет [7]. Для оценки степени упрочнения поверхности стали и установления влияния содержания водорода на

диффузионные процессы получены распределения микротвердости по глубине образцов (рис. 6).

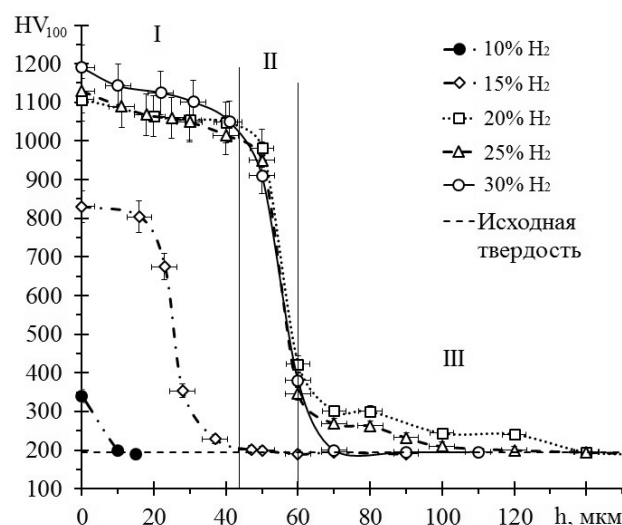


Рис. 6. Распределение микротвердости по глубине образцов в зависимости от содержания водорода в вакуумной камере

Анализ кривых (рис. 6) показал корреляцию с результатами полученных от растровых изображений (см. рис. 4). После азотирования при содержании в рабочем газе от 15 до 30% водорода с увеличением расстояния от поверхности микротвердость в зоне внутреннего азотирования (см. рис. 4, *I*) плавно уменьшается, затем наблюдается более резкое ее снижение (рис. 4, переходная зона *II*) с последующим плавным выравниванием до твердости основного материала (см. рис. 4, область *III*) ($200 HV_{100}$). Плавное снижение твердости свидетельствуют о наличии диффузионной зоны в области *III*, которая не наблюдается на растровых изображениях (см. рис. 4). Из графиков (см. рис. 6) видно, что изменение содержания водорода от 10 до 20% приводит к возрастанию микротвердости поверхности от 350 до $1100 HV_{100}$. Дальнейшее изменение содержания водорода от 20 до 30% незначительно увеличивает твердость поверхности от 1100 до $1200 HV_{100}$. Повышение механических свойств поверхностного слоя стали после ионного азотирования, предположительно, вызвано внутренними сжимающими напряжениями [7].

Интенсивность диффузии азота в стали при ионном азотировании оценивалась скоростью роста упрочненного слоя. По результатам измерения микротвердости по глубине образцов получена зависимость толщины упрочненного слоя от содержания водорода в вакуумной камере (рис. 7).

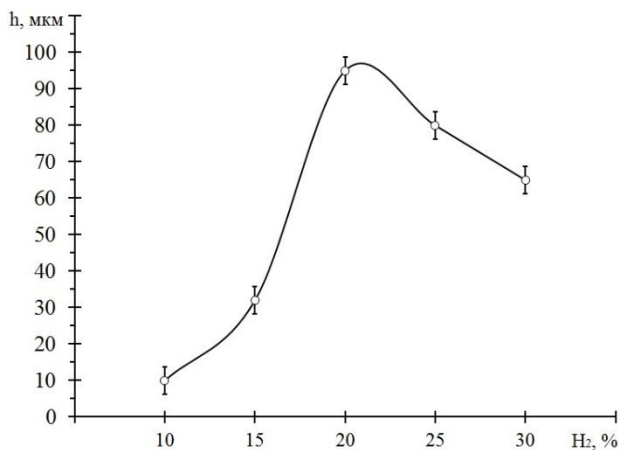


Рис. 7. Зависимость толщины упрочненного слоя от содержания водорода в рабочей среде

Анализ графиков показал, что с повышением содержания водорода от 10 до 20% в рабочей газовой среде происходит увеличение толщины упрочненного слоя с ~7 до 95 мкм, что указывает на интенсификацию процесса диффузионного поступления азота вглубь материала образцов. Дальнейшее повышение содержания водорода в вакуумной камере от 25 до 30% сопровождается постепенным снижением скорости роста азотированного слоя, что приводит к уменьшению его толщины до ~80 и 65 мкм соответственно. Монотонное увеличение скорости роста азотированного слоя обусловлено интенсификацией процесса поступления азота вглубь материала вследствие удаления оксидной пленки. Снижение толщины упрочненного слоя связано с уменьшением содержания аргона в рабочей газовой смеси. При этом уменьшается интенсивность процесса катодного и обратного катодного распыления и, как следствие, снижается скорость диффузионного роста азотированного слоя [5].

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В результате исследования влияния водорода на параметры обработки и диффузионные процессы при ионном азотировании аустенитной стали 12Х18Н10Т установлено, что:

1) для поддержания заданной температуры обработки (550°C) при ионном азотировании необходимо повышать энергию потока ионов в результате увеличения разности потенциалов между электродами при изменении содержания водорода в рабочей смеси от 10 до 30%;

2) поверхностный слой стали после ионного азотирования характеризуется наличием трех зон: I – зона внутреннего азотирования, II – пе-

реходная зона, III – основа; при увеличении содержания водорода от 20 до 30% в приповерхностном участке области внутреннего азотирования присутствуют трещины и сколы; наличие трещин связано с высокой концентрацией водорода;

3) изменение содержания водорода от 10 до 20% приводит к возрастанию микротвердости поверхности от 350 до 1100 HV_{100} ; дальнейшее изменение содержания водорода от 20 до 30% незначительно увеличивает твердость поверхности от 1100 до 1200 HV_{100} ;

4) при увеличении содержания водорода в газовой среде от 10 до 20% толщина упрочненного слоя увеличивается; однако содержание водорода от 25 до 30% приводит к уменьшению глубины азотированного слоя, которое связано с снижением процесса катодного и обратного катодного распыления;

5) оптимальной газовой средой при температуре $T=550^\circ\text{C}$, давлении $P=150\pm 5$ Па является смесь с следующим процентным соотношением компонентов: Ar 55%, N_2 30% и H_2 15%; при данном составе газа достигается высокая скорость роста упрочненного слоя, причем в приповерхностных слоях отсутствуют трещины и сколы обусловленные водородной хрупкостью стали.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. **Картинский Ц. Т.** Технологические параметры ионного азотирования // Вестник машиностроения. 1979. Т. 1, № 12. С. 56–58. [С. Т. Kartinsky, "Technological parameters of ion nitriding", (in Russian), in *Vestnik mashinostroeniya*, vol. 1, no. 12, pp. 388-403, 2007.]
2. **Лактин Ю. М., Коган Я. Д.** Азотирование стали. М.: Машиностроение, 1976. 256 с. [Yu. M. Lakhtin, Ya. D. Kogan, *Nitriding of steel*, (in Russian). М.: Mashinostroenie, 1976.]
3. **Пастух И. М.** Нейтральные компоненты при азотировании в тлеющем разряде // Журнал технической физики. 2013. Т. 83, № 8. С. 144–147. [I. M. Pastukh, "Neutral components at nitriding in a glow discharge", (in Russian), in *Journal tekhnicheskoi fiziki*, vol. 83, no. 8, pp. 144-147, 2013.]
4. **Каплун В. Г.** Особенности формирования диффузионного слоя при ионном азотировании в безводородных средах // Физическая инженерия поверхности. 2003. Т. 1, № 2. С. 141–145. [V. G. Kaplun, "Features of the formation of the diffusion layer during ion nitriding in hydrogen-free environments", (in Russian), in *Fisicheskaya engenergiya poverkhnosti*, vol. 14, no. 2, pp. 141-145, 2003.]
5. **Пастух И. М.** Теория и практика безводородного азотирования в тлеющем разряде. Харьков: Харьковский физико-технический институт, 2006. 364 с. [I. M. Pastukh, "Theory and practice of without-hydrogen nitriding in a glow discharge", (in Russian). Kharkov: Kharkovski fisiko-tehnicheski institut, 2006.]
6. **Шаповалов В. И.** Влияние водорода на структуру и свойства железоуглеродистых сплавов. М: Metallurgiya,

1982. 232 с. [V. I. Shapovalov, *Effect of hydrogen on the structure and properties of iron-carbon alloys*, (in Russian). М.: Metallurgiya, 1982.]

7. Герасимов С. А., Куксенова Л. И., Лаптева В. Г. Структура и износостойкость азотированных конструкционных сталей и сплавов. М: МГТУ им. Н. Э. Баумана, 2012. 518 с. [V. I. Shapovalov, *Effect of hydrogen on the structure and properties of iron-carbon alloys*, (in Russian). М.: Metallurgiya, 1982.]

ОБ АВТОРАХ

ХУСАИНОВ Юлдаш Гамирович, ст. препод. каф. технол. машиностроения. Дипл. инженер-технолог (УГАТУ, 2012). к.т.н по спец. «Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов» (2015). Иссл. структурно-фазовые превращения и свойства поверхностных слоев сталей при ионном азотировании в тлеющем разряде

РАМАЗАНОВ Камиль Нуруллаевич, проф. каф. технол. машиностроения. Дипл. инженер-технолог производств. (УГАТУ, 2004). Д-р техн. наук по специальности «Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов» (2016). Иссл. структурно-фазовые превращения и свойства поверхностных слоев сталей при ионном азотировании в тлеющем разряде низкого давления.

ЕСИПОВ Роман Сергеевич, магистр. каф. технол. машиностроения. Дипл. бакалавр по направлению маш-ие (УГАТУ, 2016). Иссл. в обл. низкотемпературного ионного азотирования сталей с ультрамелкозернистой структурой в водородосодержащей плазме тлеющего разряда.

ИСЯНДАВЛЕТОВА Гузель Басировна, магистр. каф. технол. машиностроения. Дипл. бакалавр по направлению материаловедение (УГАТУ, 2015). Иссл. в обл. азотирования сталей аустенитного класса с ультрамелкозернистой структурой.

METADATA

Title: Effect of hydrogen on the process of ion nitriding of austenitic steel 12Kh18N10T.

Authors: Yu. G. Khusainov¹, K. N. Ramazanov², R. S. Esipov³, G. B. Isyandavletova.

Affiliation:

Ufa State Aviation Technical University (UGATU), Russia.

Email: ¹uldash990@mail.ru, ²kamram@rambler.ru, ³esromles@mail.ru, ⁴bonk7@mail.ru

Language: Russian.

Source: Vestnik UGATU (scientific journal of Ufa State Aviation Technical University), vol. 21, no. 2 (76), pp. 24-29, 2017. ISSN 2225-2789 (Online), ISSN 1992-6502 (Print).

Abstract: The effect of hydrogen in a mixture of working gas on the diffusion processes during ion nitriding of austenitic steel 12X18H10T was investigated. Dependence of the depth of the hardened layer on the hydrogen content in the range of 10 to 30% is obtained. Similarly, the microhardness distribution is obtained from the depth of the diffusion zone under various treatment regimes. It is proved that an increase in the hydrogen content from 10 to 20% makes it possible to significantly intensify the process of diffusion saturation. It has been established that the brittleness of the nitrided layer increases with the rise in the hydrogen content (over 15%) in the working gas mixture. The authors give recommendations on the choice of the optimal hydrogen content for ion nitriding.

Key words: ion nitriding; glow discharge; structural steel; diffusion; microhardness; structure; hydrogen; fragility.

About authors:

KHUSAINOV, Yuldash Gamirovich, Senior Prof., Dept. of Mechanical engineering. Dipl. Process engineer (Ufa State Aviation Technical Univ., 2012). Cand. of Tech. Sci. (MGTU, 2015).

RAMAZANOV, Kamil Nurulayevich, Prof., Dept. of Mechanical engineering. Dipl. Process engineer (Ufa State Aviation Technical Univ., 2004). Cand. of Tech. Sci. (ISPMS, 2009), Dr. of Tech. Sci. (ISPMS, 2016).

ESIPOV, Roman Sergeevich, Mast. Student, Dept. of Mechanical engineering. Bachelor of Mechanical engineering (UGATU, 2016).

ISYANDAVLETOVA, Guzel Basirovna, Mast. Student, Dept. of Mechanical engineering. Bachelor of Material Science and Technology of New Materials (UGATU, 2015).