

УДК 539.3

Интенсификация процессов азотирования деталей авиационной техники

И.С. Белашова, А.О. Шашков

Для азотируемых деталей авиационной техники, таких как листовые детали обшивки и внутреннего силового набора, раскатных обечаек, деталей крепежа и др. разработан новый метод низкотемпературного азотирования – в условиях термогазоцикла, заключающийся в периодическом чередовании циклов насыщения и рассасывания азотированного слоя при максимально возможном снижении насыщающей способности атмосферы. Предлагаемый новый метод термогазоциклического азотирования является **эффективной, новой технологией упрочнения современных деталей аэрокосмической техники**, позволяющей до 10 раз сократить расход насыщающего газа и выбросы в атмосферу, в 4-6,5 раз - время процесса, а также увеличить толщину диффузионного слоя в 2-6 раз без снижения его физико-механических характеристик. Предложен новый технологический параметр – длительность полуциклов, позволяющий просто с точки зрения реализации и эффективно регулировать фазовый состав и строение слоя с целью получения требуемых физико-механических характеристик упрочняемых деталей.

Ключевые слова: азотирование; термогазоцикл; длительность полуциклов; насыщение; рассасывание (деазотирование)

Введение

Конструкционные и функциональные материалы во многом определяют уровень летно-технических, весовых, экономических характеристик современной авиационной техники. С учетом особенностей эксплуатации авиационных материалов и предъявляемым требованиям по прочности, жесткости, трещиностойкости, сопротивлению коррозии, ресурсу, работоспособности в качестве основных конструкционных материалов для элементов планера выбирают высокопрочные стали, подвергаемые азотированию. При этом следует сказать, что путь получения *новых* материалов в основном исчерпан, и ожидать получения составов, которые могли бы значительно превосходить физико-химические свойства известных, не приходится. Усложнение легирования сплавов и связанное с этим увеличение содержания в них упрочняющих фаз приводит, с одной стороны, к повышению служебных характеристик сплавов, а с другой - к одновременному снижению их

технологической пластичности на различных стадиях производства, начиная отковки и прокатки и кончая обработкой резанием и шлифовкой.

В связи с этим, в последнее десятилетие появилась тенденция повышать служебные характеристики материалов, обеспечивать их высокую надежность, экологическую защищенность и требуемый комплекс механических свойств за счет *совершенствования существующих упрочняющих технологий*.

. В силу того, что существующие базовые методы азотирования [2] не используют многих потенциальных возможностей для его интенсификации и повышения эффективности, предлагается новый метод низкотемпературного азотирования, позволяющий оптимизировать классический процесс и сократить расход аммиака от 2 до 10 раз, время азотирования в 4-6,5 раз при увеличении толщины диффузионного слоя в 2-6 раз без снижения физико-механических характеристик [1].

Методика исследований

Азотированию подвергалось армко-железо, являющееся модельным материалом для микроструктурного анализа, и малолегируемая азотируемая сталь ХВГ, образцы из которой испытывались на износ. Стандартная обработка для сталей такого типа – это закалка и низкий отпуск, однако они могут также упрочняться и азотированием, поскольку этот вид химико-термической обработки позволяет повысить износостойкость и теплостойкость поверхности инструмента, которая ответственна за его эксплуатационные свойства.

Газоциклическое и термогазоциклическое азотирование проводили на экспериментальной установке [3], включающей систему контроля и поддержания температуры в рабочем объеме, систему газообеспечения, контроля расхода и степени диссоциации аммиака, очистки и сушки газа, а также два электромагнитных газовых клапана, управляемые с пульта контроля и регулирования технологическими параметрами, позволяющие проводить процессы в автоматическом режиме.

Определяющим фактором ускорения насыщения является коэффициент диффузии, который, как известно, зависит, в основном, от температуры и градиента концентраций [4]. Поэтому для ускорения процесса и возможности его регулирования предложен *термоцикл* вместо изотермической выдержки при обычном проточном азотировании.

Температурный интервал определялся в соответствии с диаграммой железо-азот, где имеются критические точки, разделяющие области с различным фазовым составом. Правильный выбор температурного интервала термоциклирования является важным условием при исследовании влияния газо- и термогазоциклических воздействий на процесс азотирования. Поэтому температурный интервал был выбран так, чтобы процесс насыщения

азотом (первая стадия цикла при азотировании) происходил ниже температуры эвтектоидного превращения по диаграмме состояния «железо-азот», т.е. при температурах ниже 591°C. При азотировании исследуемых образцов эта температура составляла 520°C. Затем было проведено деазотирование образцов (вторая стадия цикла), для чего отключалась подача аммиака, то есть давление аммиака в рабочем пространстве печи на некоторое время оставалось постоянным.

Верхняя граница термоциклирования при азотировании образцов составляла 620°C.

Степень диссоциации аммиака в каждом первом полуцикле контролировали через каждые 15-20 мин с помощью водяного диссоциометра. При температуре насыщения 520°C степень диссоциации аммиака составляла 25-30%, при температуре 620°C – 40-45%. На каждом втором полуцикле степень диссоциации возрастала и составляла 68-70% при 520°C и 94-98% - при 620°C.

Исследование микроструктуры после азотирования проводили на микроскопе «Neophot-21» с цифровой приставкой, а распределение азота по толщине азотированного слоя получали при сканировании на микрорентгеноспектральном анализаторе

Испытания на износ проводили на установке, моделирующей процесс резания. Путь трения равнялся 200 м.

Результаты исследований и их обсуждение

Технология термогазоциклического азотирования заключается в периодическом чередовании циклов насыщения при проточном азотировании и рассасывания азотированного слоя при максимально возможном снижении насыщающей способности атмосферы. При этом дополнительная интенсификация происходит за счет двухстадийности процесса – при газо-термоциклическом азотировании насыщение и рассасывание (деазотирование) происходят при разной температуре.

Такая технология обеспечивает эффективное регулирование фазового состава диффузионного слоя при помощи нового технологического параметра – длительности полуцикла – и приводит к сокращению расхода насыщающего газа за счет максимального использования каждой газовой порции на стадии насыщения. Кроме того, удовлетворяются требования экологии, предъявляемые к процессам химико-термической обработки, за счет сокращения вредных газовых выбросов в атмосферу.

При циклическом изменении температуры в слое идет также циклическое фазовое превращение, то есть переход из низкотемпературной области, т. е. ниже температуры эвтектоидного превращения (591°C), где существует азотистый перлит, в область

устойчивого аустенита, и наоборот. Это превращение сопровождается измельчением зерна в слое и соответственно большими диффузионными подвижками с одновременным существованием двух и более фаз с различными кристаллическими решетками и различными объемами; увеличением протяженности границ, а, следовательно, и увеличением доли граничной диффузии, которая проходит достаточно активно.

Для дополнительного ускорения процесса деазотирования использовался фактор изменения объема в сплавах железа с азотом при эвтектоидном превращении: и образование азотистого перлита, и процесс азотирования сопровождаются увеличением объема, т.е. термодинамически инициируют друг друга. Совокупность этих факторов и способствует ускорению процесса насыщения, приводит к увеличению интенсивности диффузии азота и увеличению толщины азотированного слоя.

Общее время циклического процесса азотирования равнялось 6 ч. Каждый цикл состоял из двух равных по времени полуциклов, при этом продолжительность каждого полуцикла составляла соответственно 0,5; 1; 1,5 и 3ч.

На первом полуцикле идет процесс насыщения поверхности азотом. При этом, как известно, интенсивно образуется нитридная зона, причем наиболее активно процесс идет, в соответствии с законом Фика и по результатам экспериментов, первые полчаса или час. Поэтому время полуциклов соответствовало только активным участкам насыщения.

На втором полуцикле (стадия рассасывания) из-за прекращения подачи аммиака происходит диссоциация азотированного слоя, так как азотный потенциал падает практически до нуля, а молекулярный азот пассивен по отношению к железу. Нитридная зона состоит из метастабильных фаз, в которых азот является активным и способным к диффузии. В результате создается высокий градиент концентраций на границе нитридной зоны и зоны внутреннего азотирования, и начинается выравнивание концентраций, т. е. отток азота идет преимущественно в глубь металла, ускоряя процесс формирования слоя. И такой цикл повторяется несколько раз. В результате азот «закачивается» в глубь металла. Многократное повторение таких циклов приводит к образованию более толстых диффузионных слоев при азотировании по сравнению с обычным азотированием при этих же температурах в непрерывном потоке аммиака.

Рост общей толщины азотированного слоя подчиняется параболической зависимости и, в общем, с уменьшением продолжительности полуциклов общая толщина слоя возрастает, причем, в основном, за счет зоны внутреннего азотирования (ЗВА) (рис.1). При увеличении длительности полуциклов толщина слоя уменьшается, что связано с активно проходящим процессом деазотирования на 2-ой стадии цикла.

При сравнении термогазоциклического и обычного азотирования наблюдается резкое увеличение общей толщины слоя, что хорошо прослеживается на микроструктурах (рис.2) по характерным иголкам γ' -фазы. При этом общая глубина растет, в основном, за счет ЗВА, которая увеличивается примерно в 6 раз, а нитридная – в 2 раза по сравнению с обычным азотированием.

Об увеличении интенсивности процессов говорят и кривые распределения излучения от атомов азота (рис.3) – по мере удаления от поверхности содержание азота в слое увеличивается и достигает максимума, причем, в глубине слоя. Видно, что качественно характер распределения азота по толщине азотированного слоя в исследуемых образцах имеет одинаковый вид и характеризуется тем, что максимум содержания азота очень пологий и находится не на поверхности образцов, находящейся в контакте с насыщающей средой, а внутри нитридной зоны, то есть на некотором расстоянии от поверхности образцов. Кроме того, судя по величине интенсивности отражения линий, можно отметить, что, во-первых, толщина слоя с повышенным содержанием азота увеличивается при переходе от обычного азотирования к термогазоциклическому азотированию, и, во-вторых, интенсивность характеристического излучения, а, следовательно, и содержание азота в нитридной зоне после термогазоциклического азотирования заметно выше, чем после обычного азотирования.

На рис.4 сведены результаты расчета содержания азота по сканирующим кривым. Видно, что на поверхности образцов, находящейся в контакте с насыщающей атмосферой, содержание азота невысокое и составляет примерно 3,5-4,8%(по массе). По мере удаления от поверхности содержание азота в слое увеличивается и достигает максимума, причем после обычного азотирования процентное содержание азота возрастает максимально до 8,5%, а после газо-термоциклического азотирования – до 12%. Это указывает на то, что азотирование в условиях термогазоциклических воздействий идет более интенсивно. Кроме того, максимум содержания азота на кривой его распределения по толщине слоя очень пологий и сдвигается в глубь слоя при переходе от обычного азотирования к термогазоциклическому, что объясняется интенсивными процессами деазотирования (рассасывания) в глубь материала.

Измерения микротвердости показали: при термогазоциклическом азотировании, проходящим за 6,5 ч, можно получить такую же твердость поверхности, как при обычном азотировании, но только за 25-30 часов, т.е. **время азотирования сокращается в 4-5 раз.**

Таким образом, изменяя всего один *технологический параметр – длительность полуциклов*, на поверхности упрочненного изделия можно получать слои различного

фазового состава при определенном сочетании процессов насыщения и рассасывания. Это дает возможность применять данный метод азотирования для регулируемых процессов, получать требуемые фазы на поверхности изделия в зависимости от конкретных условий его эксплуатации. Например, при термогазоциклировании сталей типа ХВГ на поверхности целесообразно получать одновременно твердую и пластичную γ' – фазу, а не хрупкую ϵ – фазу. В этом случае азотирование следует заканчивать стадией рассасывания, а не стадией насыщения. Номограммы износа образцов из сталей ХВГ после обычного азотирования, газоциклического и термогазоциклического азотирования приведены на рис.5.

Следует отметить, что при этом, как и при других испытаниях, минимальный износ наблюдается при термогазоциклическом азотировании, заканчивающемся стадией рассасывания, при котором длительность полуциклов составляет 0,5 ч. Износ образцов почти в 2,5 раза меньше, чем при обычном азотировании. Это можно объяснить образованием на поверхности при рассасывании более твердой, чем ϵ -фаза, γ' -фазы.

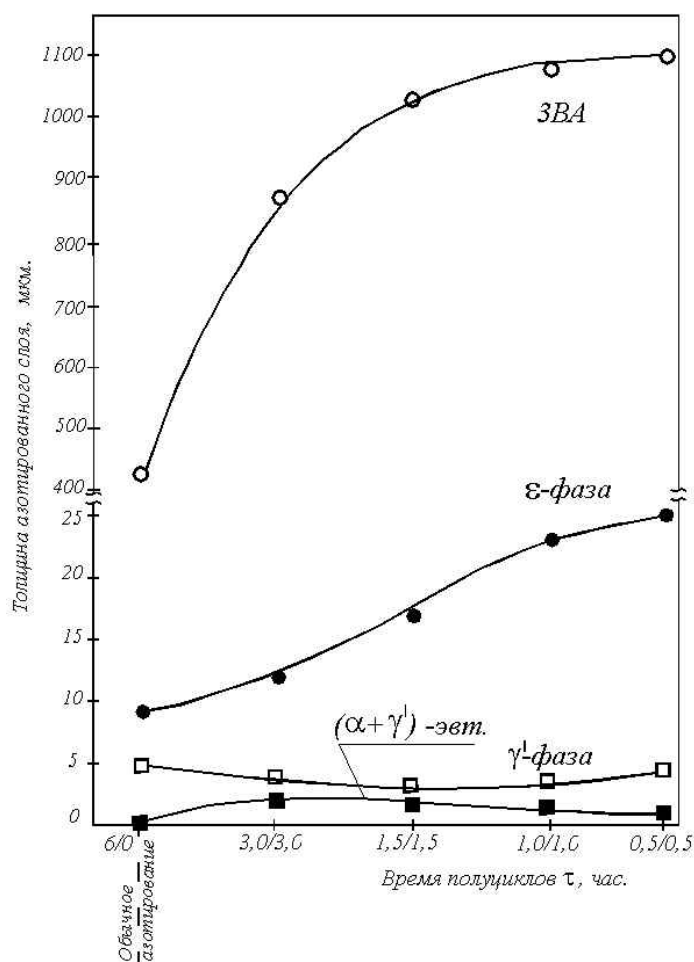


Рис.1. Зависимость общей толщины азотированного слоя (нитридной зоны - ϵ - и γ' -фаз, зоны внутреннего азотирования (ЗВА) и азотистого перлита-эвтектоида ($\alpha + \gamma'$)) от продолжительности полуциклов на стадии азотирования и деазотирования армко-

железа. Общая продолжительность процесса - 6,5 ч. Температура азотирования - 520°C, деазотирования - 620°C.

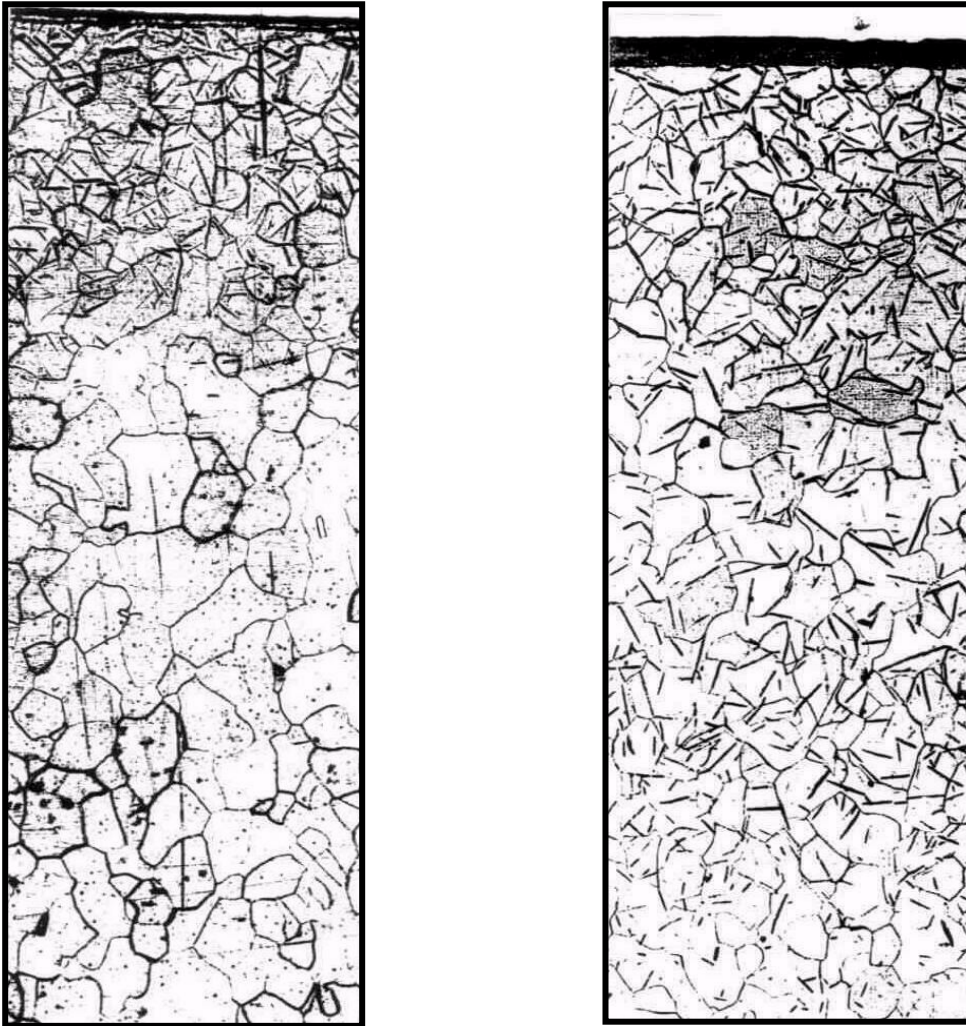
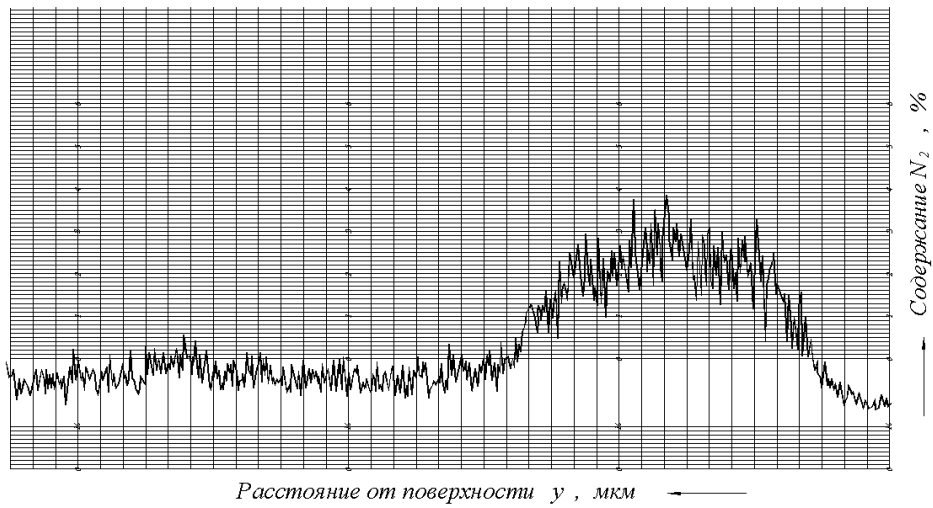
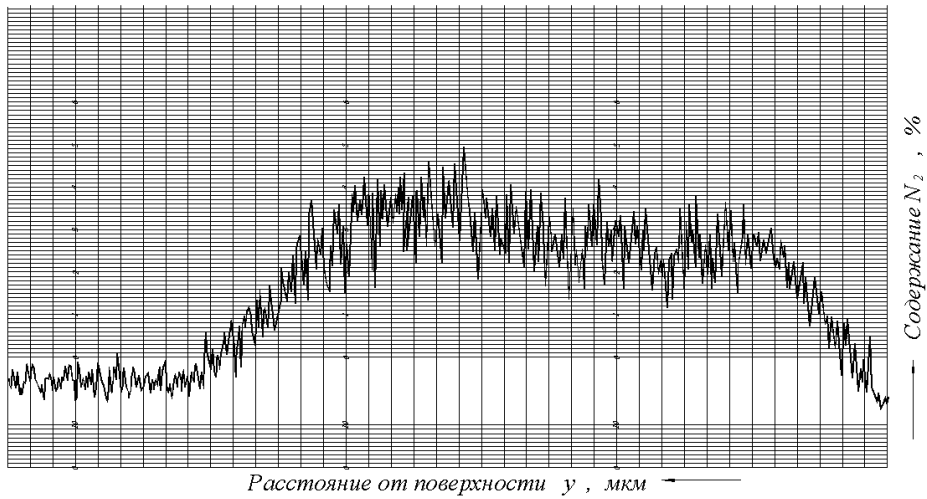


Рис.2. Микроструктуры диффузионных слоев на армко-железе: а- обычное азотирование, 520°C, в среде аммиака, 6ч; б- термогазоциклическое азотирование (температура насыщения - 520°C, деазотирования – 620°C). Продолжительность полуциклов - по 0,5 ч. Общая продолжительность процесса–6 ч, x100.



а)



б)

Рис.3. Распределение азота по толщине азотированного слоя армко-железа: а – обычное азотирование, 6ч; б – термогазоциклическое азотирование, 6,5 ч (температура насыщения – 520°С, деазотирования – 620°С, продолжительность полуциклов - по 0,5 ч).

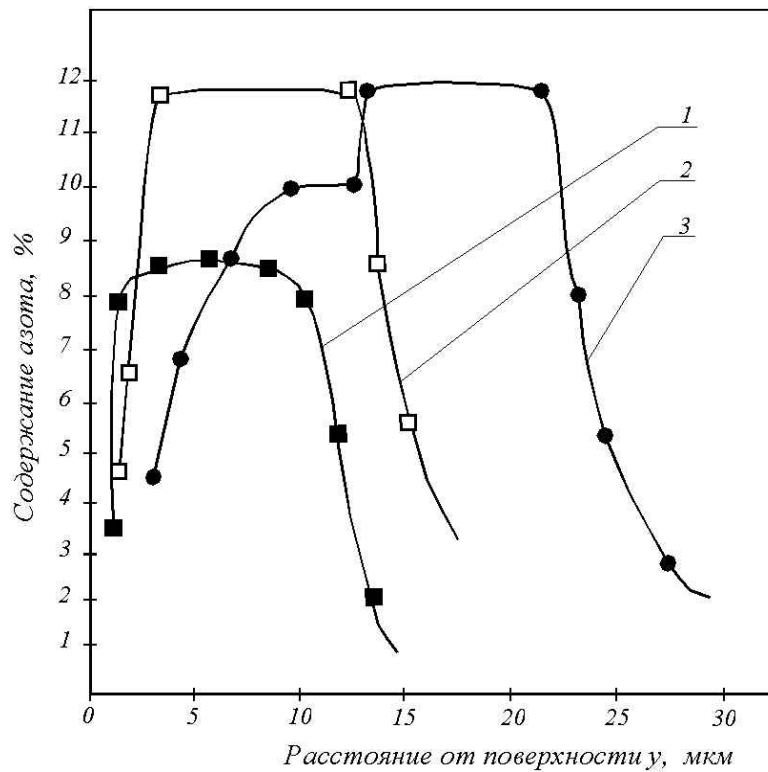


Рис.4. Распределение азота по толщине азотированного слоя на армко-железе:

- 1 – обычное азотирование в проточном аммиаке, 6 ч;
- 2 – газоциклическое азотирование, 6,5 ч (температура насыщения и деазотирования 520°С, продолжительность полуциклов – по 1 ч);
- 3 – газо-термоциклическое азотирование, 6,5 ч (температура насыщения – 520°С, деазотирования – 620°С, продолжительность полуциклов – по 0,5 ч).

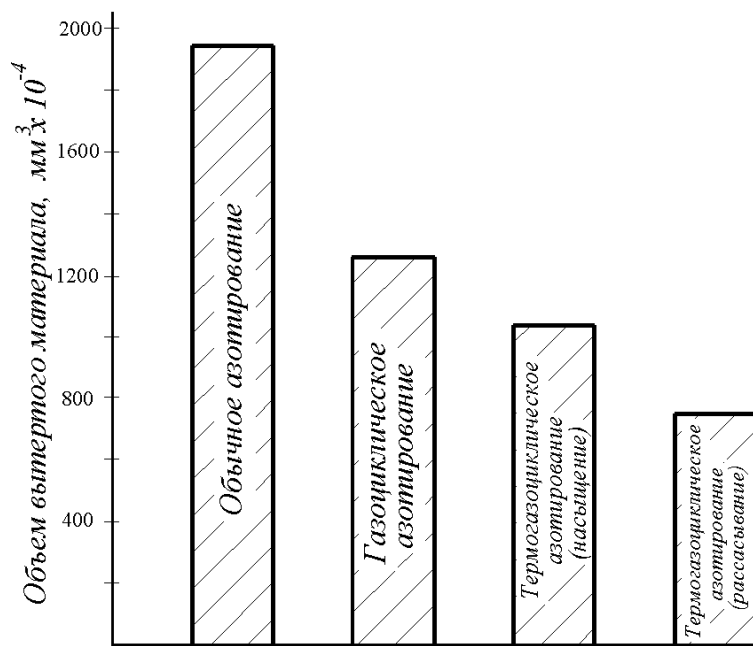


Рис.5. Номограммы износа образцов из стали ХВГ после обычного азотирования, газоциклического и термогазоциклического азотирования с длительностью полуциклов 0,5 ч (температура азотирования – 520°C, деазотирования (рассасывания) – 620°C) и завершающей стадией насыщения или рассасывания.

Выводы

- 1) Разработан новый метод азотирования, заключающийся в периодическом чередовании циклов насыщения при проточном азотировании и рассасывания азотированного слоя при максимально возможном снижении насыщающей способности атмосферы.
- 2) Метод термогазоциклического азотирования является эффективным новым методом упрочнения деталей авиационной техники, таких как листовые детали обшивки планера и внутреннего силового набора, раскатных обечаек, деталей крепежа и др. позволяющим сократить расход аммиака от 2 до 10 раз, время азотирования в 4-6,5 раз при увеличении толщины диффузионного слоя в 2-6 раз без снижения физико-механических характеристик [1], а также улучшить экологические аспекты процесса азотирования в проточном аммиаке.
- 3) Исследован новый технологический параметр – длительность полуциклов, позволяющий просто с точки зрения реализации и эффективно регулировать фазовый состав и строение слоя с целью получения требуемых физико-механических характеристик.

4) Установлено, что износостойкость стали ХВГ, упроченной методом термогазоциклического азотирования, в 2,5 раза выше, чем у этой стали при классическом, проточном процессе.

Работа выполнена в рамках Государственных контрактов №14.740.11.0415. и №02.740.11.0790.

ЛИТЕРАТУРА

1. Белашова И.С., Шашков Д.П. Влияние термогазоциклических воздействий на процесс азотирования // Технология металлов. 2003. № 11. С.48 – 56.
2. Лахтин Ю.М., Коган Я.Д. Азотирование в тлеющем разряде. М.: Машиностроение, 1975. 215 с.: ил.
3. Лахтин Ю.М., Коган Я.Д., Александров В.А. Новые системы контроля процесса азотирования // Металловедение и термическая обработка металлов. 1978. №4. С.47 – 52.
4. Белоус В.А., Носов Г.И. Ионное азотирование сталей в дуговом разряде низкого давления // Технология машиностроения. 2004. № 3. С.35 – 39.

Сведения об авторах.

Белашова Ирина Станиславовна, профессор Московского авиационного института (национального исследовательского университета),

E-mail: irina455@inbox.ru.

Тел. 8-903-555-27-91, (495) 456-84-94

Шашков Андрей Олегович, аспирант Московского авиационного института (национального исследовательского университета),

E-mail: Lurva@yandex.ru.