ВТОМНІ ВЛАСТИВОСТІ Й ПЕРЕБІГ РУЙНУВАННЯ ІОННО АЗОТОВАНОЇ СТАЛІ 50H21G9N4

А. Патеюк¹, З. Богдановіч², Г.Т. Сулим³

THE FATIGUE PROPERTIES AND FRACTURE PROCESS **OF ION-NITRIDED STEEL 50H21G9N4**

A. Patejuk, Z. Bogdanowicz, H. Sulym

¹Політехніка Білостоцька, Польща ²Військова Академія Технічна, Польша, ³Львівський національний університет імені Івана Франка, Україна

Abstract In the paper the fundamental fatigue properties of the valve steel 50H21G9N4 in delivery state and with modified after ionic nitrided surface layer are investigated. The fatigue strength of test pieces of such materials under cyclic loading are determine and their fracture processes are describe.

1. Вступ. Інтенсивний розвиток промисловості вимагає використання машин і устаткування із щораз то кращими споживчими якостями, зокрема високою стійкістю проти корозії, стирання, протидією втомному руйнуванню, деградації механічних тощо. В останні часи поряд із традиційними методами почалося властивостей використання нового типу тепло-хімічних обробок іонним дифузійним нанесенням покрить. Найбільш популярною з них стало іонне азотування. У високорозвинутих країнах іонне азотування складає біля 70% усіх здійснених теплохімічних обробок. Головні переваги цього методу перед традиційними полягають у скороченні часу азотування, заміні аміаку сумішшю H₂ і N₂, можливості регулювання фазового складу азотованих шарів, а також у обробці деталей машин складної форми.

Слід сподіватися, що подальший розвиток методу іонного азотування полягатиме головно у його модифікуванні, між іншим у ширшому застосуванні вуглецевого і кисневого азотування, а також у здійсненні цих процесів із використанням плазми, генерованої імпульсним живленням високої частоти [1, 2]. Цим процесам піддають також високохромисту аустенітну сталь, якій властивий великий опір корозії. Дослідження у цьому напрямі концентруються головним чином над підвищенням твердості і опору стиранню із збереженням дуже доброї корозійної стійкості. У праці [3] стверджується, що збереження азотованою сталлю корозійної стійкості можливе лише тоді, коли температура обробки не перевищує 450°С. Однак для того, щоб утворити за таких умов достатньо грубий поверхневий шар, який би запевнив підвищення мікротвердості та опору стиранню, треба забезпечити велику тривалість процесу (біля 30 год.), що не є ані технологічне, ані економічно вигідне. Подібний процес азотування сталі AISI 304 здійснили E.Menthe і К.Т.Rie [4], застосовуючи азотування під впливом імпульсної плазми. Температура процесу у цьому випадку змінювалася у межах від 375 до 475°С. Отримані у температурі 450°С упродовж 5 год. наазотовані шари мали товщину 8 мкм. Виявлено разом із цим істотну залежність мікротвердості поверхневого шару та концентрації азоту у ньому від складу газової атмосфери. Найвищу мікротвердість та найвищу концентрацію азоту у шарі було отримано у процесі із відношенням азоту до водню 4 до 1.

2. Приготування зразків та методика досліджень. Модифікування поверхневого шару на зразках із сталі 50H21G9N4 – спеціальної клапанної сталі, яку застосовують для особливо високо навантажених клапанів, було здійснене у Політехніці Варшавській. Докладний опис процесу іонного азотування цієї сталі вже

Section 2 ENVIRONMENTAL (CORROSIVE MEDIUM, TEMPERATURE, 317 LOADING WAVEFORM, ETC.) EFFECTS ON THE FATIGUE CRACK PROPAGATION

доповідався на численних міжнародних конференціях та описаний у багатьох публікаціях, зокрема [5-7].

Процеси тепло-хімічної обробки здійснювалися в універсальній пічці для іонної обробки (рис. 1). Використане для азотування середовище було газовим, що складалося з чистого азоту із доданим до нього в ролі каталізатора процесу азотування водню. Воно вводилося безпосередньо у робочу камеру. Усі процеси здійснювалися за тиску 400 Ра у так званому динамічному вакуумі – під час неперервного перепливу через робочу камеру газової мішанки.



Рис. 1. Спрощена схема установки для здійснення іонних процесів: 1 - живлення постійного струму; 2 – давач температури; 3 - клапан; 4 – вакуумний насос; 5 – віконце для спостереження; 6 – електричний перехідник з термоелементом; 7 – об'єкт для напилювання; 8 – давач тиску; 9 – дозатор газів

Методика процесів азотування всіх використаних під час досліджень зразків була однакова, змінювалися лише технологічні параметри обробки. На першій вступній фазі були здійснені попередні дослідження, метою яких був підбір відповідних параметрів процесу. На цьому етапі температура обробки для сталі варіювалася у межах 450-650°C. Змінювався також склад газової атмосфери в діапазоні $H_2:N_2 = 1:4$ до 4:1. Для етапу основних досліджень було вибрано такі варіанти технологічних параметрів азотування, від яких можна було би сподіватися найкращих результатів.

На основному етапі досліджень процеси іонного азотування здійснювалися у атмосфері азоту й водню за температури в діапазоні від 450 до 650°С. Для восьми серій із 3-5 зразків кожна змінювалася температура T процесу, склад газової мішанки (пропорція $N_2 : H_2$), а також тривалість t процесу азотування (3 або 6 год.). Конкретні значення параметрів подані у таблиці.

№ процесу	Температура Т °С	$N_2 : H_2 \\$	Час <i>t</i> , год.	Примітка
1	450	1:2	6	-
2	520	1:2	6	-
3	570	1:2	3	-
4	620	1:2	3	-
5	650	1:2	3	-
6	550	1:1	6	КР
7	550	2:1	6	КР
8	550	1:4	6	КР

Таблиця. Параметри процесів азотування зразків зі сталі 50H21G9N4

У трьох останніх процесах (серіях зразків) на початковій стадії було додатково задіяне катодне розпилення (КР). Тобто на короткочасному початкодифузійного BOMV етапі формування металевого шару за збільшеного вакууму та присутності азоту N₂ короткотривалою

імпульсною плазмою у знакозмінному електричному полі активізувалася поверхня напилюваного зразка і відбувалося її очищення від різних забруднень. На основному завершальному етапі, який був єдиним для процесів 1-5 у полі електрично сталої плазми після формування наазотованого шару завтовшки приблизно 50 мкм процес азотування завершувався.

Для порівняння впливу азотування було досліджено також аналогічну серію зразків сталі 50H21G9N4, яка пройшла стандартну промислову термообробку у вигляді насичення за температури 1160°C з наступним старінням упродовж 10 год. при температурі 780°C. Внаслідок цього процесу (дисперсійного тверднення) у аустенітній структурі матеріалу 50H21G9N4 з'явилися дисперсні вуглецеві виділення.

Дослідження втомної міцності клапанної сталі 50H21G9N4 термообробленої за стандартними виробничими технологіями та іонно азотованої здійснювалося на гідравлічному пульсаторі Instron 8502. Досліджувалися циліндричні зразки завдовжки 100 мм і діаметром 8 мм. Застосовано віднульове пульсаційне навантаження зразків з частотою зміни 20 Hz. Максимальне напруження циклу змінювали від 800 до 1000 MPa.

3. Основні результати. В результаті здійснених досліджень виявилося, що сталь 50H21G9N4 після стандартної технологічної термообробки має поріг втомної міцності на рівні 830 МРа (рис. 2). Для зразків з іонно азотованої сталі отримане незначне зменшення порогу втомної міцності для необмеженої у часі бази до рівня біля 800 МРа. Разом із цим отримано і загальне зменшення втомної міцності на обмеженій базі випробувань порівняно із неазотованими зразками. На рисунку подане рівняння лінійного тренду для $\log N$ та доволі високе значення розрахованого на основі методу

найменших квадратів параметра $R^2 = 0,8006$ достовірності лінійної апроксимації (якщо



би експериментальні значення лежали на прямій, то було би $R^2=1$).

Втомне руйнування зразків з клапанної сталі 50H21G9N4 термооброблених за традиційними технологіями у кожному випадку навантаження мало вигляд змішаного руйнування, що складалося у переважаючій частині зламу з в'язкого руйнування

Рис. 2. Втомна міцність зразків зі сталі 50H21G9N4

Section 2 ENVIRONMENTAL (CORROSIVE MEDIUM, TEMPERATURE, 319 LOADING WAVEFORM, ETC.) EFFECTS ON THE FATIGUE CRACK PROPAGATION

з невеликою часткою руйнування крихкого.

Найвиразніше перебіг руйнування відображають отримані за допомогою скануючого електронного мікроскопу Philips XL-30 LaB6 фотографії (рис. 3). Вони стосуються зразків, які зруйнувалися під навантаженням σ_{max} =1000 MPa. На рис. За зображено вигляд втомного перерізу з вогнищем (фокусом) руйнування, яке розташоване на поверхні зразка, а також напрям його подальшого руху. На периферії зламу зразка помітні численні завершальні зрізи матеріалу. Мікробудову поверхні зламу з білявогнищевої зони відображає рис. Зб. У цьому випадку виразно помітні системи колово несиметричних за формою та розміром ямок, властивих в'язкому руйнуванню. На рис. Зв у області цих ямок на їх дні помітні сліди вуглецевих виділень, які є складовими структури цієї сталі (показують стрілки 1-2).

Поданий на рис. 4 точковий аналіз хімічного складу з цих областей за допомогою приставки до електронного мікроскопа з аналізу дифрагованого рентгенівського проміння підтверджує існування там карбіду хрому.



Рис. 3. Мікробудова зламу зразка зі сталі 50H21G9N4 (стандартна термообробка без іонного азотування) після втомного руйнування при σ_{max} =1000 MPa (а – загальний вигляд; б – макробудова поверхні зламу з білявогнищевої зони; в – система ямок; г – нерегулярна будова країв ямок; д – вигляд центральної зони зламу; е – вигляд області доломлювання

Системам ямок, відображених на рис. Зг за великого збільшення (порядку 5000х), властива нерегулярна будова їх країв. У більшості випадків було виявлено специфічну мікробудову ямок, якій властиве видовження бічних поверхонь. При цьому ці ямки набувають вигляду видовжених еліптичних западин з помітною складчастою терасовою будовою, часто з включеннями на їх дні (ймовірно карбідними). Діаметр цих ямок переважно не перевищує 5 мкм. Мікробудову поверхні зламу з центральної та периферійної областей руйнування зображено на рис. Зд, е. У останньому випадку став помітним дуже швидкий перебіг процесу доломлювання, доповнений декогезією матеріалу на межах зерен.



Рис. 4. Спектрограма вмісту хімічних елементів у мікрозоні ямки матеріалу зразка (див. рис. 3в – область 1)



Рис. 5. Мікробудова втомного зламу іонно азотованого зразка зі сталі 50H21G9N4 після циклічного навантажування з σ_{max} =900 MPa: а – загальний вигляд; б – в області переходу від поверхневого шару до серцевини зразка

Втомне руйнування іонно азотованих зразків із клапанної сталі 50H21G9N4 у питомому матеріалі перебігало аналогічно до описаного вище, в той час, як в області

Section 2 ENVIRONMENTAL (CORROSIVE MEDIUM, TEMPERATURE, 321 LOADING WAVEFORM, ETC.) EFFECTS ON THE FATIGUE CRACK PROPAGATION

азотованого шару безперечно домінувало крихке руйнування. Мікробудову втомного зламу зразка, зруйнованого за максимального напруження циклу σ_{max} =900 MPa, ілюструє рис. 5a. На ньому добре помітний поверхневий азотований шар завгрубшки біля 50 мкм. У перехідній зоні азотованого шару змінюється мікробудова поверхні втомного зламу, що, безсумнівно, свідчить про зміну характеру руйнування. У цьому місці виступають численні радіальні заломи (рис. 5б).

4. Висновки. Здійснені дослідження дають можливість сформулювати такі остаточні висновки:

- іонне азотування, сприяючи збільшенню поверхневої твердості, спричиняє загальне зменшення втомної міцності та порогу втомного руйнування;
- в області азотованого поверхневого шару руйнуванню властивий крихкий характер;
- мікробудова втомних зламів поза областю азотованого шару вказує на в'язкий перебіг руйнування з характерною ямковою структурою.

Література

- 1. Burakowski T., Wierzchoń T. Surface Engineering of Metals, Principles, Equipment, Technologies, CRC Press: Boca Raton, London, New York, 1999. 608 p.
- 2. Rudnicki J., Wierzchoń T. Wytwarzanie warstw azotowanych w plazmie pulsującej o częstotliwości od 10 do 60 kHz / Materiały III Ogólnopolskiej Konferencji Naukowej "Obróbka powierzchniowa" (Częstochowa-Kule, 9-12 Października 1996). Częstochowa, 1996. S. 79-83.
- Trojanowski J., Wierzchoń T., Kamiński M. Własności warstw powierzchniowych wytwarzanych na stalach chromowo-niklowych w warunkach wyładowania jarzeniowego / Materiały konferencyjne II Szkoły Letniej Inżynierii Powierzchni (Kielce Ameliówka, 11-13 Września. 2001). Kielce, 2001. S. 101.
- 4. Menthe E., Rie K.T. Further investigation of the structure and properties of austenitic stainless steel after plasma nitriding // Surface and Coatings Technology, 1999, **19**. P. 116-119.
- 5. Sobiecki J.R., Patejuk A., Bogdanowicz Z., Kowalczyk S. Selected mechanical properties of glow discharge nitrided austenitic steel // Materials Science & Engineering. A, 2004. **382**. P. 198-202.
- 6. Sobiecki J.R., Mańkowski P., Patejuk A. Improving the performance properties of valve martensitic steel by glow discharge-assisted nitriding // Vacuum, 2004. **76**. P. 57-61.
- 7. Sobiecki J. Patejuk A. Mańkowski P. Wytwarzanie warstwy powierzchniowej na stali austenitycznej metodami dyfuzyjnymi / II Sympozjum Naukowe "Podwyższenie trwałości elementów silnika spalinowego" (Warszawa, 28 Maja 2004). Warszawa, 2004. S. 92-98.