

Научноёмкие технологии в машиностроении. 2022. №8 (134). С. 3-11.

Science intensive technologies in mechanical engineering. 2022. №8 (134). P. 3-11.

Научная статья

УДК 621.785.53.062

doi: 10.30987/2223-4608-2022-8-3-11

Совершенствование технологий химико-термической обработки для поверхностного упрочнения высоколегированных сталей авиационного назначения

Лариса Георгиевна Петрова¹, д.т.н.,
Ирина Станиславовна Белашова^{1,2}, д.т.н.,
Петр Сергеевич Бибииков³, ведущий инженер

¹ Московский автомобильно-дорожный государственный технический университет (МАДИ), Москва, Россия

² Московский авиационный институт (национальный исследовательский университет) (МАИ), Москва, Россия

³ ООО «НПП «НИТРИД», Саратов, Россия

¹petrova_madi@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-7248-2454>

²irina455@inbox.ru, <https://orcid.org/0000-0000-0000-0000>

³bpetrserg@gmail.com, <https://orcid.org/0000-0000-0000-0000>

Аннотация. Представлены результаты исследования путей совершенствования метода газового азотирования, позволяющего получать качественные диффузионные слои при обработке хромоникелевых мартенситных и мартенситностареющих сталей авиационного назначения. Метод заключается в комбинации различных температурных режимов при изменении концентрации аммиака и воздуха в рабочей части печи. Приведены результаты исследования микроструктур и фазового состава полученных диффузионных слоев. Обсуждены данные испытаний на микротвердость, износостойкость и ударную вязкость в соответствии со структурой слоев.

Ключевые слова: газовое азотирование, микроциклирование, депассивация, азотированный слой, азотный потенциал, степень диссоциации, мартенситная сталь

Благодарности: материал подготовлен в рамках научных исследований по проекту №FSFM-2020-0011 (2019-1342), экспериментальные исследования проведены с использованием оборудования центра коллективного пользования МАДИ.

Для цитирования: Петрова Л.Г., Белашова И.С., Бибииков П.С. Совершенствование технологий химико-термической обработки для поверхностного упрочнения высоколегированных сталей авиационного назначения // Научноёмкие технологии в машиностроении. – 2022. – №8 (134). – С. 3-11. doi: 10.30987/2223-4608-2022-8-3-11

Original article

Advances in technological productivity of thermochemical treatment for hardfacing of high alloyed aviation steels

Larisa G. Petrova¹, Dr.Sc.Tech.,
Irina S. Belashova^{1,2}, Dr.Sc.Tech.,
Petr S. Bibikov³, Leading industrial engineer

¹ Moscow Automobile and Road Engineering State Technical University (MADI), Moscow, Russia

² Moscow Aviation Institute (National Research University) (MAI), Moscow, Russia

³ NPP NITRID LLC, Saratov, Russia

¹petrova_madi@mail.ru, ²irina455@inbox.ru, ³bpetrserg@gmail.com

Abstract. The analysis of ways to improve gas nitriding method allowing for proper diffusion layers in chromium-nickel martensitic and maraging aviation steels treatment is presented. The method consists in combination of different temperature conditions on change of ammonia and air concentration in the working section of the furnace. The study outcome of the microstructure and phase composition of the obtained diffusion layers are presented. The experimental data for microhardness, wear strength properties and modulus of resilience in function of layers structure are discussed.

Keywords: gas nitriding, microcycling, depassivation, nitrided case, nitrogen potential, degree of dissociation, martensitic steel

Acknowledgements: the material was prepared within the framework of scientific research under the project №F5FM-2020-0011 (2019-1342); experimental studies were carried out using the equipment of the MADI Centre of collective usage.

For citation: Petrova L.G., Belashova I.S., Bibikov P.S. Advances in technological productivity of thermochemical treatment for hardfacing of high alloyed aviation steels. / Science intensive technologies in Mechanical Engineering, 2022, no.8(134), pp. 3-11. doi: 10.30987/ 2223-4608-2022-8-3-11

Введение

Разработка надежных способов поверхностного упрочнения для деталей и агрегатов авиационной техники является критически важной задачей в условиях возрождения отечественного авиапрома. Задача особенно актуальна для таких ответственных и сложных в технологическом плане изделий, как детали газотурбинных двигателей (ГТД). Разработка материалов и технологий производится с учетом возрастания термической напряженности и механических нагрузок, и прежде всего, нагрузок на поверхность: истирающих, контактных, знакопеременных.

Основными требованиями к сталям для нагруженных деталей авиастроения (деталей ГТД; дисков турбомашин; зубчатых колес; шпинделей; силовых сварных и механически обрабатываемых деталей и т.п.) являются прочность и твердость, жаропрочность и жаростойкость, коррозионная стойкость, а также стойкость к отрицательным температурам и к перепадам температур.

Этим требованиям удовлетворяют, в частности, современные высокопрочные хромоникелевые мартенситные и мартенситно-старяющие стали, обладающие необходимой окислительной стойкостью, длительной прочностью при заданных температурах эксплуатации, стойкостью во многих агрессивных средах, а также хладостойкостью [1]. Например, мартенситно-старяющие стали с пониженным содержанием углерода 03X11H10M2T (ВНС-17) и 03X12H10MT (ВНС-25) могут применяться вплоть до криогенных температур, поскольку пониженное содержание углерода способствует стабилизации остаточного аустенита [2]. Сталь мартенситного класса 13X11H2B2MФ (ЭИ-961), которая применяется, в том числе, для высоконагруженных деталей двигателей (дисков, лопаток и других силовых деталей компрессоров), обладает жаростойкостью до 600 °С, термостойкостью, а также используется как хладостойкая с нормируемой ударной вязкостью при -70 °С не менее 35 Дж/см² [3].

Для повышения поверхностной твердости и износостойкости стали этих групп подвергаются химико-термической обработке (ХТО) – цементации, нитроцементации, азотированию. Технологии азотирования применяются для

широкой номенклатуры деталей ГТД: ведомых и ведущих валов, корончатых и венцовых колес, шестерен, обоев, шлицевых втулок, поршней, цапф, осей, пальцев и др. Распространению процесса азотирования способствуют следующие его преимущества: относительно невысокие температуры, позволяющие проводить эффективное насыщение стали азотом, а также возможность регулирования строения диффузионного слоя для достижения требуемых свойств в конкретной стали.

Так, в работе [3] показано, что азотирование стали 03X11H10M2T при 540...550 °С в течение 36 ч в аммиаке (со степенью диссоциации 25...40 %) формирует диффузионный слой толщиной до 250 мкм и повышает поверхностную твердость от 30...36 HV до 950 HV, при этом предварительная термообработка (закалка + отпуск) обеспечивает необходимые свойства сердцевины. Авторы работы [4] установили, что при азотировании стали 13X11H2B2MФ в течение 24 ч при 600 °С образуется диффузионный слой толщиной 350 мкм с твердостью до 850 HV.

Считается, что традиционное азотирование в аммиаке хотя и повышает износостойкость и контактную выносливость мартенситной стали, но при этом оказывает негативное влияние на ударную вязкость и сдвигает в область более высоких температур порог хладноломкости [5]. Тем не менее, получены данные, что после азотирования может сохраняться достаточный уровень ударной вязкости: для стали 03X11H10M2T, азотированной в указанных выше условиях – на уровне 120 Дж/см² при комнатной температуре и 80 Дж/см² при температуре -70 °С [3].

В условиях серийного производства серьезной проблемой, возникающей при традиционном газовом азотировании деталей из высоколегированных сталей, является стабильность получения качественного слоя. Так, азотирование мартенситной стали зачастую сопровождается возникновением дефектов азотированного слоя (рис. 1): неравномерности, несплошности («капельный» слой), трещин и т.п., которые приводят к отбраковке изделий.

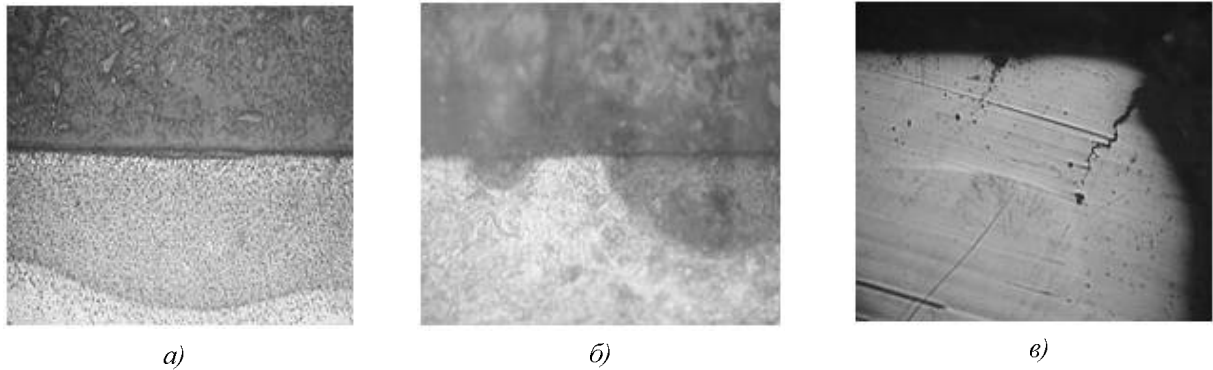


Рис. 1. Дефекты азотированного слоя в стали 13X11H2B2MФ (ЭИ961) [6]:
а – неравномерный слой; *б* – капельный слой; *в* – трещины азотированного слоя

Трещины в подслое возникают вследствие резкого перепада твердости между диффузионным слоем и сердцевиной, что может приводить к его отслаиванию при перепадах температур. Появлению многочисленных микротрещин способствует образование высокоазотистой нитридной зоны большой толщины, обладающей повышенной хрупкостью («краевой эффект») [6].

Существенным недостатком применяющихся для высоколегированных сталей процессов газового азотирования является большая продолжительность насыщения для получения существенной толщины слоя, что требует применения различных мер для интенсификации процесса. Эта проблема особенно остро стоит при азотировании хромоникелевых сталей, в которых снижена диффузионная подвижность азота.

Используются различные технологические приемы для ускорения диффузионного насыщения сталей азотом легированных сталей: проведение высокотемпературных процессов (термическая активация диффузии) [7], процессов азотирования в плазме тлеющего разряда (электрофизическая активация газовой фазы) [8]. Так, для мартенситностареющих сталей разработаны способы низкотемпературного ионно-плазменного азотирования, которые позволяют получать за короткое время азотированный слой с высокой твердостью без поверхностной зоны химических соединений [9].

Однако по причине низких температур процесса (400...450 °С) толщина упрочненного слоя не превышает 20 мкм. Предварительная интенсивная пластическая деформация позволяет увеличить толщину диффузионного слоя при ионном азотировании стали 13X11H2B2MФ–Ш в 1,3 – 2 раза благодаря формированию ультрамелкозернистой структуры [10], но процесс не обеспечивает максимальной твердости и не исключает образования нитридов хрома, что отрицательно сказывается на коррозионной стойкости.

Приведенные примеры свидетельствуют о необходимости изыскания новых вариантов и режимов ХТО для обеспечения высокой скорости роста качественных диффузионных слоев с требуемыми свойствами. Основными путями совершенствования процессов азотирования высоколегированных сталей являются интенсификация процесса насыщения азотом и управляемое формирование азотированных слоев заданного строения и фазового состава.

Регулированием строения азотированного слоя можно свести к минимуму возникновение возможных его дефектов. Риск растрескивания и охрупчивания азотированного слоя снижается путем контроля выделения поверхностных нитридных фаз, а также обеспечения плавного снижения твердости от слоя к сердцевине, что может быть достигнуто управляемым поступлением азота вглубь стальной подложки.

Как известно, основным принципом регулирования фазового состава диффузионного слоя при азотировании является управление азотным потенциалом газовой атмосферы. Широкие возможности для получения слоев заданного фазового состава предоставляют стадийные процессы с изменением азотного потенциала, в том числе с чередованием азотирования с процессами деазотирования [11]. Например, в работе [4] для снижения хрупкости азотированного слоя в стали 13X11H2B2MФ предлагается проведение после азотирования стадии деазотирования без подачи аммиака. Показан ускоряющий эффект термо- и газоциклических процессов на рост азотированного слоя при управлении составом насыщающей среды, в том числе при использовании кислородосодержащих газовых атмосфер [12, 13].

Таким образом, целью настоящей работы является исследование процессов газового азотирования высоколегированных сталей авиационного назначения с использованием технологических приемов регулирования их

фазового состава при изменяющихся температуре и азотном потенциале.

Методы исследования

На основе проведенного анализа для исследований выбраны стали авиационного

назначения ВНС-17 и ЭИ961, химические составы которых приведены в табл. 1. Образцы сталей использовали после рекомендуемой термообработки: для стали ВНС-17 – закалка от 860 °С на воздухе и отпуск при 580 °С; для стали ЭИ961 – закалка от 1000 °С в масле и отпуск при 620 °С.

1. Химические составы исследуемых сталей, % элементов по массе

Сталь	C	Cr	Ni	Mo	Ti	W	V	№ ТУ
03X11H10M2T-ВД (ВНС-17)	≤ 0,03	0...11,3	9,0...10,0	1,8...2,3	1,0...1,4	-	≤ 0,01	14-1-4608-89
13X11H2B2MФ-Ш (ЭИ961-Ш)	0,10...0,16	10,5...12,0	1,5...1,8	0,35...0,50	-	1,6...2,0	0,18...0,3	14-1-2902-80

Лабораторные процессы азотирования проводили в электропечи США 4.6/7 (изготовитель – «НПП «Нитрид», г. Саратов), оснащенной водоохлаждаемым муфелем с герметично закрывающейся крышкой и спиральными электронагревателями. Система контроля газовой атмосферы (установка управления газонапуском Н1А) позволяет дозированно подводить в муфель технологические газы (аммиак; сжатый воздух) и регулировать подачу газовой смеси заданного состава. Нагрев образцов до необходимой температуры насыщения осуществлялся в потоке газа. Контроль и регулирование температуры производилось на верхней и нижней тепловых зонах печи. Выравнивание температуры в рабочем пространстве обеспечивается вентилятором в крышке муфеля.

После изотермической выдержки в течение заданного времени производится охлаждение герметично закрытого муфеля. Мониторинг параметров процесса производили при помощи ПО «Need for data», которое регистрирует диаграммы «температура-время».

Для исследования строения диффузионного слоя применены методы металлографического, рентгеноструктурного анализа и растровой электронной микроскопии. Металлографические исследования проводили на поперечных микрошлифах после травления в 3-х %-ном растворе хлорного железа в соляной кислоте, либо электролитического травления в водном растворе щавелевой кислоты. Микроструктуру азотированных образцов исследовали в оптическом микроскопе Neophot при увеличениях ×100...1000. Рентгеноструктурный анализ фазового состава поверхностного слоя выполняли на дифрактометре ДРОН-3 в излучении $Cr_{K\alpha}$ ($\lambda = 2,29082 \text{ \AA}$), $Cr_{K\beta}$ ($\lambda = 2,08480 \text{ \AA}$) и $Co_{K\alpha}$ ($\lambda = 1,79021 \text{ \AA}$) в интервале углов дифракции $2\theta = 40...164^\circ$.

Микротвердость образцов исследовали на микротвердомере ПМТ-3 с нагрузкой 0,98 Н

(100 г). Замеры твердости проводили на поперечных шлифах в направлении, перпендикулярном азотированной поверхности по трем дорожкам. По профилям микротвердости по глубине оценивали эффективную толщину азотированного слоя.

Испытания азотированных образцов на износ проводили в условиях сухого трения на установке TE-200/2 JEAN WIRTZ при комнатной температуре. При перемещении контртела (диска из стали 45 с твердостью 28 HRC) с постоянной линейной скоростью относительно образца ($d = 12 \text{ мм}$; $h = 5 \text{ мм}$) определяли его толщину (с точностью ±2,5 мкм) через равные промежутки на пути трения. В качестве глубинного показателя износа принимали изменение толщины образцов Y , мм.

Ударную вязкость образцов определяли стандартным методом испытаний в соответствии с ГОСТ 9454-78 на маятниковом копре ТСКМ 300 на образцах с U-образным надрезом (5×8×10 мм). Измеряли работу удара W , усредненную по результатам трех испытаний.

Электрохимические испытания образцов на коррозию проводили потенциодинамическим методом в рабочем электролите (3-х %-ный раствор NaCl) при помощи потенциостата РС-2000. В качестве электрода сравнения использовали хлорсеребряный электрод ЭВЛ-1М1 с потенциалом +0,201 В относительно нормального водородного электрода. На полученных поляризационных кривых определяли ток коррозии образцов при заданном значении потенциала.

Результаты и обсуждение

В данной работе за основу взят процесс азотирования с добавками воздуха [11], а именно, циклический процесс, включающий макроциклы (МЦ) из двух этапов: газоциклический этап (ГЦ) с чередующейся

подачей воздуха и аммиака длительностью 1 ч и этап насыщения в аммиаке длительностью 2 ч. Каждый газоциклический этап представляет собой совокупность микроциклов дли-

тельностью по 60 с, во время которых осуществляется попеременная подача воздуха (42 с) и аммиака (18 с) (рис. 2).

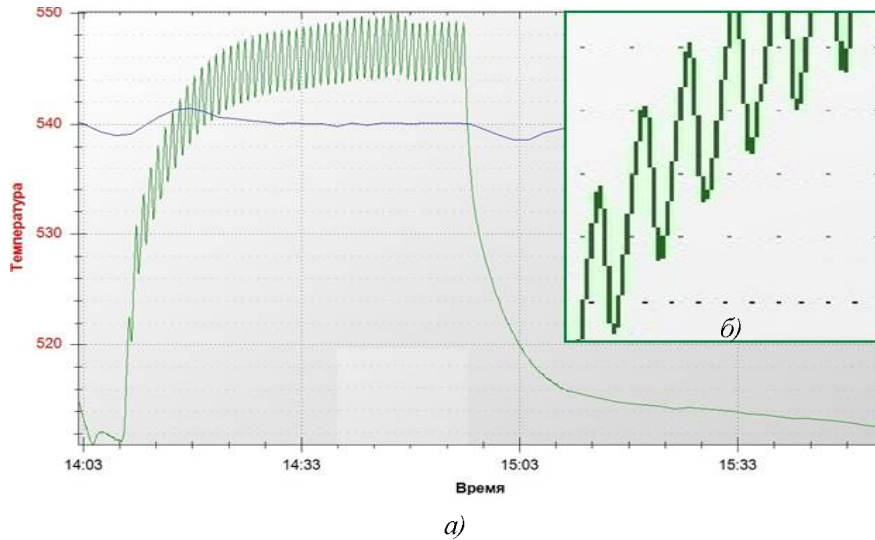


Рис. 2. Схема макроцикла ХТО (а), состоящего из этапа ГЦ «воздух/ NH₃» (1 ч) и этапа NH₃ (2 ч), и микроциклов (б) подачи воздуха (42 с) и аммиака (18 с) на этапе ГЦ

Базовый процесс длится 12 ч и состоит из 4-х макроциклов. Основными входными параметрами базового процесса являются температура и объемное соотношение воздуха и аммиака в газовой смеси на стадии микроциклирования: $\beta = \% \text{воздух} / \% \text{NH}_3$.

Предварительные лабораторные эксперименты были проведены для выбора температуры базового процесса азотирования и оптимального значения параметра β для исследуемых сталей по критерию толщины

слоя, его качества и рекомендуемой микротвердости (8000...10 000 МПа). Исследования показали, что азотирование при температуре 500 °С в указанных условиях не приводит к формированию диффузионного слоя ни при каких соотношениях воздуха и аммиака. При постоянных температурах процесса 530 °С и 580 °С образуются азотированные слои, толщина которых тем больше, чем выше содержание воздуха в насыщающей смеси (табл. 2).

2. Параметры диффузионных слоев в сталях после газоциклического азотирования при различных температурах и соотношениях аммиака и воздуха в газовой смеси

$t, ^\circ\text{C}$	β	Сталь ВНС-17 (03X11H10M2T-ВД)		Сталь ЭИ961 (13X11H2B2MФ-Ш)	
		Толщина слоя, мкм	$HV_{0,98}^{\text{max}}$, МПа	Толщина слоя, мкм	$HV_{0,98}^{\text{max}}$, МПа
530	50/50	55	12260	88	12150
530	60/40	60	12200	90	12150
530	70/30	70	12500	100	12260
580	50/50	90	9850	130	10350
580	60/40	100	9950	140	10350
580	70/30	110	10000	150	10640

Результаты показали, что азотирование в атмосфере аммиака с добавками воздуха при 580 °С хотя и позволяет получить диффузионные слои существенной толщины с требуемой твердостью (9850...10640 МПа), но не гарантирует качество и сплошность азоти-

рованного слоя, а также не исключает образования трещин. Наилучшие результаты по формированию сплошного азотированного слоя были получены при температуре 530 °С, причем соотношение воздуха и аммиака при микроциклировании $\beta = 70/30$ обеспечивает

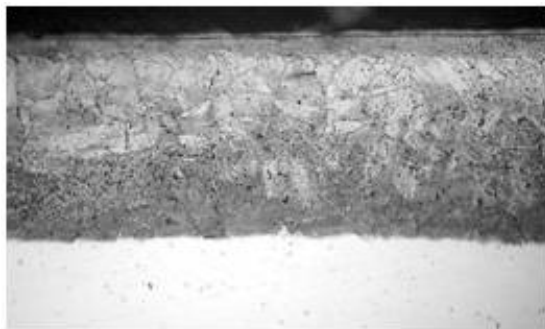
наибольшую толщину слоя в обеих исследуемых сталях.

Показано [13], что основными механизмами интенсификации процесса азотирования при увеличении содержания воздуха в рабочей смеси являются активация газовой фазы, увеличение интенсивности адсорбционных процессов, тепловые и депассивирующие эффекты. Снижение парциального давления аммиака способствует его разложению и увеличению количества атомарного азота в газовой фазе; связывание водорода, выделившегося при диссоциации аммиака, с кислородом приводит к повышению азотного потенциала атмосферы $\pi N = pNH_3/pH_2$. Ускорению адсорбции способствует образование на поверхности стали пористой пленки оксидов железа (Fe_3O_4 и $FeCr_2O_4$) и увеличение числа активных центров, через которые азот поступает в металл.

Как видно на рис. 2, при газоциклическом процессе наблюдается эффект микроциклических колебаний температуры: за один часовой этап ГЦ первого макроцикла регис-

трируемая температура садки в рабочей зоне муфеля доходит до 550 °С. Резкое повышение температуры во время подачи воздуха происходит вследствие реакции окисления аммиака, которая является экзотермической. Дополнительный прогрев поверхностного слоя стали при термоциклировании обеспечивает увеличение концентрации в нем азота и приводит к существенному ускорению диффузионных процессов.

Изотермический процесс циклического азотирования при 530 °С (процесс 530/12) формирует слой с чрезмерно высокой поверхностной твердостью (более 12 000 МПа, см. табл. 1). На поверхности образуется сплошная нитридная зона (рис. 3, а), состоящая (по данным рентгеноструктурного анализа) на 76...80 % из высокоазотистой ϵ -фазы состава $Fe_3N_{1,3}$ (рис. 4). Повышение твердости до значений, превышающих рекомендуемые, а также резкий перепад микротвердости на границе слоя и сердцевины (рис. 5, кривая 1) вызывает риск охрупчивания.



а)



б)

Рис. 3. Микроструктуры азотированного слоя в стали ВНС-17 после процессов:

а – изотермического 530/12; б – двухстадийного 530/3+580/9, $\times 500$

Для устранения этих недостатков изотермического процесса был предложен процесс ХТО с повышением температуры до 580 °С на 3-х финальных макроциклах. Двухстадийный процесс «530/3+580/9» проводится по схеме: 1МЦ 530 (3 ч, ГЦ) + 3МЦ 580 (9 ч, ГЦ). Начальная стадия из одного макроцикла при 530 °С формирует качественный равномерный азотированный слой-затравку небольшой толщины. Последующая стадия при повышенной температуре обеспечивает ускоренный прирост слоя. Так, в стали ВНС-17 толщина слоя увеличивается до значений, формируемых при изотермическом процессе 580/12 (рис. 6). В поверхностном слое формируется значительное количество высокоазотистой ϵ -фазы (см. рис. 3, б, рис. 4), что сохраняет опасность появления трещин азотированного слоя в процессе эксплуатации.

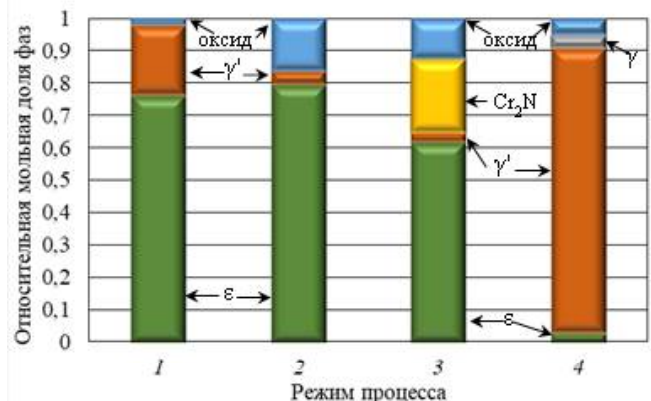


Рис. 4. Относительные мольные доли фаз на поверхности азотированной стали ВНС-17 после процессов:

1 – изотермического 530/12; 2 – изотермического 580/12; 3 – двухстадийного 530/3+580/9; 4 – трехстадийного 530/3+580/6+580/3/ NH_3

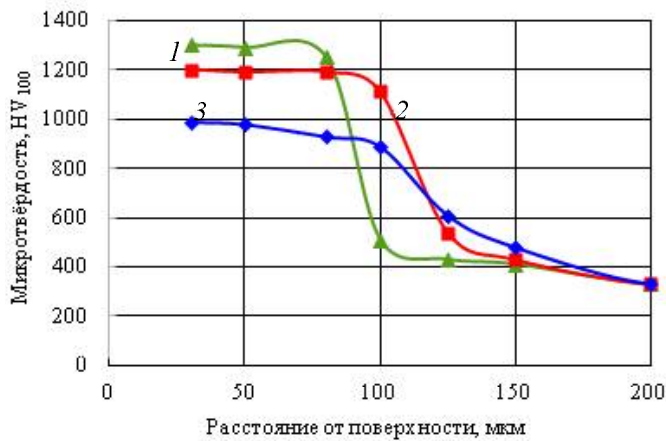


Рис. 5. Профили микротвердости по толщине слоя после азотирования стали ВНС-17 (03X11H10M2T-ВД) по режимам:

1 – изотермический процесс 530/12; 2 – двухстадийный процесс 530/3+580/9; 3 – трехстадийный процесс 530/3+580/6+580/3/ NH_3

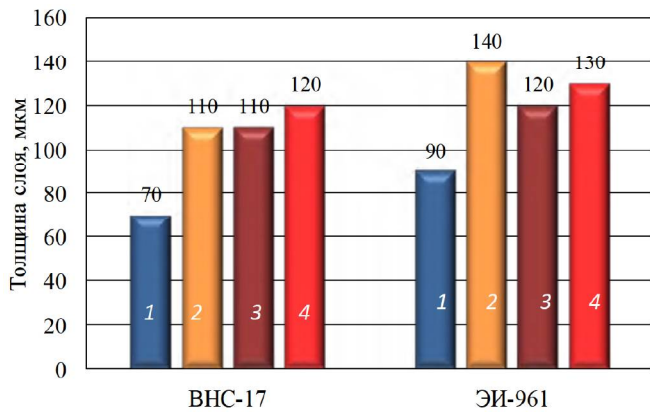


Рис. 6. Толщина азотированного слоя в сталях ВНС-17 и ЭИ961 после процессов:

1 – изотермического 530/12;
2 – изотермического 580/12;
3 – двухстадийного 530/3+580/9;
4 – трехстадийного 530/3+580/6+580/3/ NH_3

Особенностью фазового состава азотированного слоя после двухстадийного процесса с повышением температуры на второй стадии (530/3+580/9) является образование на поверхности нитридов хрома Cr_2N (см. рис. 4); характерные дисперсные выделения видны также в зоне внутреннего азотирования (см. рис. 3, б).

После двухстадийного газациклического процесса несколько сглаживается профиль микротвердости (см. рис. 5, кривая 2), твердость самого слоя незначительно ниже по сравнению с изотермическим процессом, поскольку высокоазотистая ϵ -фаза остается преобладающей в нитридной зоне. Задача доведения твердости азотированного слоя до рекомендуемых значений с целью снижения его хрупкости решается путем выравнивания концентрации азота в диффузионном слое [13].

Этого можно добиться при выдержке азотированной стали в атмосфере сильно диссоциированного аммиака.

В нашем исследовании предложено понижать активность насыщающей атмосферы на финальном четвертом макроцикле путем подачи чистого аммиака со степенью диссоциации на уровне 85...90 % вместо газовой смеси аммиака с воздухом.

Трехстадийный процесс «530/3+580/6+580/3/ NH_3 » проводится по схеме: 1МЦ 530 (3 ч ГЦ) + 2МЦ 580 (6 ч, ГЦ) + 1МЦ 580 (6 ч, NH_3). На финальной стадии процесса поверхность не насыщается азотом из газовой фазы, но и не происходит деазотирования (удаления азота из металла в газовую фазу). Высокоазотистые нитридные фазы в поверхностном слое разлагаются и становятся источником азота; возникающий градиент концентраций обеспечивает отток азота вглубь металла и протекание выравнивающей диффузии.

Кардинальные изменения фазового состава поверхностного слоя в результате выравнивающей диффузии подтверждаются результатами рентгеноструктурного анализа (см. рис. 4). После трехстадийного процесса практически исчезает ϵ -фаза, отсутствует нитрид хрома, сводится к минимуму образование оксидной фазы. Поверхностная зона содержит, главным образом γ' -фазу, и не является сплошной, поскольку идентифицирован также γ -твердый раствор.

Вследствие диффузионного продвижения азота, высвобождающегося при разложении высокоазотистых фаз, вглубь металла, толщина азотированного слоя после трехстадийного процесса увеличивается не только по сравнению с изотермическим процессом, но и по сравнению с двухстадийным процессом без финальной стадии выравнивания (см. рис. 6). Благодаря снижению количества азота как на поверхности, так и в азотированном слое, понижается его твердость до допустимых значений (менее 10 000 МПа), а выравнивание концентрации азота обеспечивает плавный перепад твердости от слоя к сердцевине (см. рис. 5).

Увеличение толщины упрочненного слоя при стадийных процессах способствует повышению износостойкости азотированных сталей по сравнению с изотермическим процессом. Базовый процесс при 530 °С формирует относительно тонкие слои, что приводит к более быстрому их износу. Так, в стали ВНС-17 после изотермического процесса резкое увеличение скорости изнашивания происходит на пути трения 90 км, тогда как после стадийного азотирования аналогичное явление происходит на пути трения в 150 км (рис. 7).

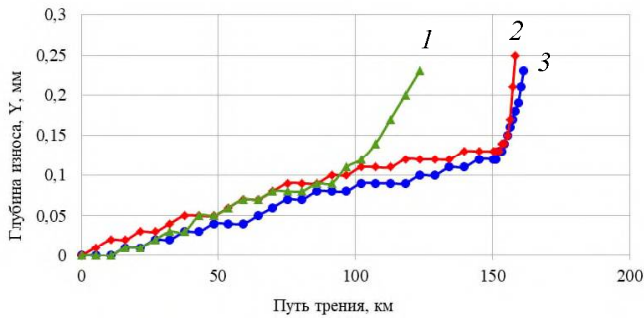


Рис. 7. Кривые износа стали ВНС-17 (03X11Н10М2Т-ВД) после азотирования по режимам:

- 1 – изотермический процесс 530/12;
2 – двухстадийный процесс 530/3+580/9;
3 – трехстадийный процесс 530/3+580/6+580/3/ NH_3

На протяжении всего условно линейного участка установившегося износа для образцов после трехстадийного азотирования фиксируются наименьшие абсолютные значения показателей глубины износа.

Трехстадийные процессы со стадией выравнивающей диффузии, обеспечивающей плавный перепад свойств по глубине слоя, имеют преимущества с точки зрения стойкости азотированной стали к хрупкому разрушению. Испытания на ударную вязкость показали, что работа удара образцов стали ВНС-17, азотированной по режиму 530/3+580/6+580/3/ NH_3 , сохраняется на уровне 90 % от данного показателя для стали после стандартной термообработки (рис. 8).

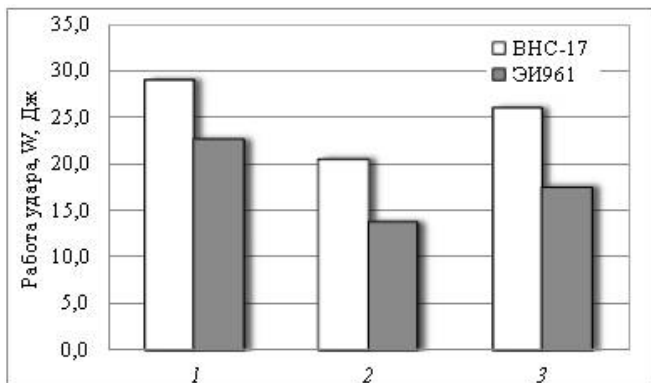


Рис. 8. Ударная вязкость сталей ВНС-17 и ЭИ961 в исходном состоянии (1) и после азотирования: двухстадийный процесс 530/3+580/9 (2), трехстадийный процесс 530/3+580/6+580/3/ NH_3 (3)

Тогда как после двухстадийного процесса происходит ошутимое снижение ударной вязкости: работа удара понижается на 40 % по сравнению с исходным показателем для стали ЭИ961 и на 30 % для стали ВНС-17. Азотированная по трехстадийному процессу сталь ВНС-17 обладает более высокой ударной вязкостью, чем неазотированная сталь ЭИ961.

Проведение финальной стадии выравнивающей диффузии позволяет несколько снизить негативное влияние азотирования на коррозионную стойкость хромосодержащих сталей, основной причиной которого является связывание хрома в нитриды. Электрохимические испытания на коррозию в слабосолевом растворе показали, что наиболее сильное падение коррозионной стойкости у обеих исследуемых сталей наблюдается после азотирования по двухстадийному режиму 530/3+580/9, когда происходит образование Cr_2N (см. рис. 4). Плотность тока коррозии, соответствующего потенциалу $E = 200$ мВ, вырастает до $i_{200} = 8,5 \dots 8,7$ mA/cm^2 по сравнению со значением для неазотированных сталей $i_{200} = 1,0$ mA/cm^2 . Трехстадийный процесс 530/3+580/6+580/3/ NH_3 формирует азотированный слой без нитридов хрома и ϵ -фазы, что обеспечивает значение показателя коррозионной стойкости для стали 13X11Н2В2МФ (ЭИ961) на уровне $i_{200} = 2,5$ mA/cm^2 .

Выводы

1. Для высоколегированных сталей предложены альтернативные технологические процессы газоциклического азотирования в аммиачно-воздушной атмосфере, позволяющие интенсифицировать процесс роста слоя и управлять его фазовым составом. Двухстадийный процесс с повышением температуры на второй стадии от 530 °С до 580 °С обеспечивает на 25...35 % большую толщину слоя, чем изотермический процесс той же длительности.

2. Трехстадийный газоциклический процесс с финальной стадией при пониженной активности насыщающей атмосферы ведет к дальнейшему росту слоя и диффузионному выравниванию концентрации азота по его толщине. Изменения в фазовом составе нитридной зоны (отсутствие нитридов хрома) благоприятствуют максимальному сохранению стойкости сталей к коррозии. Плавное изменение микротвердости по толщине уменьшает охрупчивающее воздействие модифицированного слоя в условиях ударных нагрузок.

3. Стадийные процессы позволяют создать регулируемый уровень упрочнения азотированного слоя и получить более высокую износостойкость сталей по сравнению с изотермическим процессом.

СПИСОК ИСТОЧНИКОВ

1. Громов, В.И., Вознесенская, Н.М., Покровская, Н.Г., Тоньшева, О.А. Высокопрочные конструкционные и коррозионностойкие стали ФГУП «ВИАМ» для изделий авиационной техники // Авиационные материалы и технологии. – 2017. – №5. – С. 159-174.

2. Вознесенская, Н.М., Тоньшева, О.А., Елисеев, Э.А. Современные конструкционные стали криогенного назначения и влияние некоторых легирующих элементов на их свойства (обзор) // Труды ВИАМ. – 2020. – №1 (85). – С. 3-14.
3. Стали для зубчатых передач и деталей топливной аппаратуры, упрочняемых химико-термической обработкой / Г.П. Алексеева, И.П. Банас, В.И. Белякова и др. // Авиационная промышленность. – 1982. – № 8. – С. 31-32.
4. [Электронный ресурс]: <https://inzhenier-info.ru/razdely/materialy/zharoprochnye-stali-i-splavy/stali-martensitnogo-klassa/zharoprochnye/stalei961-13kh11n2v2mf-martensitnaya-zharoprochnaya.html>.
5. Теория и технология азотирования / Ю.М. Лахтин, Я.Д. Коган, Г.И. Шпис и др. – М.: Металлургия, 1991. – 320 с.
6. Бибииков, П.С., Белашова, И.С., Прокофьев, М.В. Особенности технологии азотирования высоколегированных коррозионноустойчивых сталей авиационного назначения // Вестник Московского авиационного института. – 2021. – Т. 28. – № 2. – С. 206-215.
7. Петрова, Л.Г., Сергеева, А.С. Контроль фазового состава аустенитных сталей при поверхностном упрочнении методом высокотемпературного азотирования // Научно-технические технологии в машиностроении. – 2020. – №6 (108). – С. 3-11.
8. Петрова, Л.Г., Александров, В.А., Сергеева, А.С. Электрический разряд как технологический фактор интенсификации процессов химико-термической обработки изделий машиностроения // Научно-технические технологии в машиностроении. – 2019. – №12 (102). – С. 36-43.
9. Борисюк, Ю.В., Орешникова, Н.М., Писарев, А.А. Низкотемпературное плазменное азотирование высокохромистых и низкохромистых сталей // Известия РАН. Серия Физическая. – 2020. – Т. 84. – № 6. – С. 892-898.
10. Хусайнов, Ю.Г., Рамазанов, К.Н., Есипов, Р.С. Низкотемпературное ионное азотирование конструкционных сталей 13X11N2V2MF-Ш и 12X18N10T с ультрамелкозернистой структурой // Упрочняющие технологии и покрытия. – 2017. – № 10. – С. 459-463.
11. Петрова, Л.Г., Белашова, И.С., Бибииков, П.С., Прокофьев, М.В. Влияние стадийного азотирования на строение и свойства мартенситной стали 13X11N2V2MF // Научно-технические технологии в машиностроении. – 2021. – №12 (126). – С. 12-19.
12. Белашова, И.С., Шашков, А.О. Кинетика роста диффузионного слоя при термогазоциклическом способе азотирования // Металловедение и термическая обработка металлов. – 2012. – № 6. – С. 46-50.
13. Александров, В.А., Грачев, А.В., Барабанов, С.И. Сокращение длительности процесса азотирования коррозионноустойчивых сталей // Металловедение и термическая обработка металлов. – 2011. – № 7. – С. 37-39.

1. Gromov V.I., Voznesenskaya N.M., Pokrovskaya N.G., Tonysheva O.A. High-strength constructional and corrosion-resistant steels developed by FSUE VIAM for aviation engineering / Aviation materials and technologies, 2017, no.5, pp.159-174.
2. Voznesenskaya N.M., Konysheva O.A., Eliseev E.A. Modern cryogenic structural steels and the influence of some alloying elements on their properties (review) [Proc. of VIAM], 2020, no. 1 (85), pp. 3-14.
3. G.P. Alekseeva, I.P. Banas, V.I. Belyakova, et al. Steels for gears and fuel equipment parts, hardened by thermochemical treatment/ Aviation Industry, no. 8, 1982, pp. 31-32.
4. Available at: <https://inzhenier-info.ru/razdely/materialy/zharoprochnye-stali-i-splavy/stali-martensitnogo-klassa/zharoprochnye/stal-ei961-13kh11n2v2mf-martensitnaya-zharoprochnaya.html>. (accessed...)
5. Theory and technology of nitriding / Yu.M. Lakhtin, Ya.D. Kogan, G.I. Shpis, et. al. – Moscow: Metallurgiya, 1991, 320 p.
6. Bibikov P.S., Belashova I.S., Prokofiev M.V. Specificity of nitriding technologies of high alloyed corrosion-resistant aviation steels / Bulletin of the Moscow Aviation Institute, 2021, vol. 28, no. 2, pp. 206-215.
7. Petrova L.G., Sergeeva A.S. Phase structure control in austenite steels during surface strengthening by high-temperature nitride hardening/ Science-intensive technologies in mechanical engineering, 2020, no. 6(108), pp. 3-11.
8. Petrova L.G., Alexandrov V.A., Sergeeva A.S. Electric discharge as technological factor of intensification of chemical-thermal treatment of engineering products/Science intensive technologies in mechanical engineering, 2019. No.12(102). pp. 36-43.
9. Borisyuk Yu. V., Oreshnikova N. M., Pisarev A. A. Low-temperature plasma nitriding of high-chromium and low-chromium steels. Izvestiya RAN. Series Physical, 2020, volume 84, no. 6, pp. 892–898.
10. Khusainov Yu.G., Ramazanov K.N., Esipov R.S. Low-temperature ion nitriding of structural steels 13Kh11N2V2MF-Sh and 12Kh18N10T with ultrafine-grained structure // Strengthening technologies and coatings.-2017. - No. 10. – pp. 459-463.
11. Petrova L.G., Belashova I.S., Bibikov P.S., Prokofiev M.V. Influence of staged nitriding on the structure and properties of martensitic steel 13Kh11N2V2MF // Naukoemkie tekhnologii v mashinostroenii. 2021. No. 12 (126). pp. 12-19.
12. Belashova, I.S., Shashkov, A.O. Kinetics of growth of the diffusion layer in the thermogas-cyclic method of nitriding // Metal Science and Thermal Processing of Metals.-2012. - No. 6. - pp. 46-50.
13. V. A. Aleksandrov, A. V. Grachev, and S.I. Barabanov, "Reducing the duration of the nitriding process of corrosion-resistant steels," Metall. - 2011. - No. 7. – pp. 37-39.

Вклад авторов: все авторы сделали эквивалентный вклад в подготовку публикации.
Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.

Contribution of the authors: the authors contributed equally to this article.
The authors declare no conflicts of interests.

Статья поступила в редакцию 14.04.2022; одобрена после рецензирования 22.04.2022; принята к публикации 04.05.2022.

The article was submitted 14.04.2022; approved after reviewing 22.04.2022; assepted for publication 04.05.2022.