

Визначення залишкових напружень у поверхневих шарах сталі 20X13 після іонного азотування за показниками мікротвердості

П. В. Каплун^{а,1}, Б. А. Ляшенко^б

^а Хмельницький національний університет, Хмельницький, Україна

^б Інститут проблем міцності ім. Г. С. Писаренка НАН України, Київ, Україна

¹ kaplunpavel@gmail.com

Наведено результати досліджень величини і розподілу залишкових напружень у поверхневих шарах сталі 20X13 після іонного азотування в безводневих середовищах. Показано вплив технологічних параметрів процесу азотування на товщину і твердість поверхнього шару та на величину залишкових напружень у ньому. Запропоновано метод визначення залишкових напружень у будь-якій точці поверхнього шару за показниками мікротвердості в даній точці.

Ключові слова: залишкові напруження, іонне азотування, азотований шар, мікротвердість.

Вступ. При нанесенні покриттів у поверхневих шарах виникають залишкові напруження, що впливають на напружено-деформований стан, міцність і експлуатаційні характеристики конструктивних елементів [1–11]. Залишкові напруження можуть сягати великих значень і мати різні знаки в залежності від технології та властивостей нанесених покриттів [1, 2, 6, 10, 11]. Вплив таких напружень на експлуатаційні властивості конструктивних елементів може бути як позитивним, так і негативним [1, 6, 7, 12]. Тому необхідність поглиблення уявлень про природу залишкових напружень у покриттях, а також визначення їх величини, характеру розподілу по товщині та можливостей керування їх рівнем із метою покращання експлуатаційних характеристик конструктивних елементів є очевидною.

Роботоздатність машин і механізмів свідчить про те, що азотування є одним з ефективних способів зміцнення поверхні, в результаті чого значно підвищуються експлуатаційні характеристики конструктивних елементів [1, 2, 10]. Найбільш прогресивною технологією азотування є технологія газового азотування в плазмі тліючого розряду в безводневих насичуючих середовищах (суміші азоту з аргоном), яка не тільки на порядок прискорює процеси дифузійного насичення поверхні азотом і його сполуками, а й виключає шкідливий вплив водню на метал і дозволяє змінювати властивості поверхнього шару в широких межах [1].

Дослідження показують, що в дифузійних покриттях виникають залишкові напруження стиску, які позитивно впливають на міцність і довговічність конструктивних елементів при розтязі, багаточиклову втому при згині та контактну витривалість при циклічному навантаженні [1, 6, 9]. Залишкові напруження і мікротвердість нерівномірно розподіляються по товщині покриття, а їх величина та характер розподілу залежать від технологічних параметрів процесу дифузійного насичення [1, 8]. Слід відзначити, що твердість і залишкові напруження в дифузійних покриттях залежать від одних і тих же чинників (хімічного і фазового складу, структури, будови кристалічних ґрат тощо), між якими існує кореляційний зв'язок [13].

Серед існуючих способів визначення залишкових напружень більшість із них присвячена знаходженню їх середньої величини в покриттях, отриманих методом осадження з припущенням їх рівномірного розподілу по товщині [7, 12, 14–16]. Такі залишкові напруження в вакуум-плазмових покриттях визначали експериментально-

розрахунковим методом гнучкого зразка [15, 16]. Значно менше є способів визначення залишкових напружень у дифузійних покриттях, де має місце суттєва нерівномірність їх розподілу по товщині. Прикладом визначення залишкових напружень у дифузійних покриттях є метод Давиденкова [5]. Недоліком цього методу є необхідність експериментального дослідження кожного зразка і потреба в спеціальному обладнанні та спеціальних травниках для покриттів. З урахуванням цього у даній роботі пропонується більш простий метод визначення залишкових напружень у поверхневих шарах після іонного азотування за показниками мікротвердості.

Матеріали і методи досліджень. Експериментально досліджували величину залишкових напружень у тонких пластинах розміром $200 \times 15 \times 1$ мм зі сталі 20Х13 (ГОСТ 5582-75) після їх іонного азотування в безводневих середовищах за різними технологічними режимами. Технологічні параметри процесу азотування змінювалися в широкому діапазоні: температура азотування $T = 480 \dots 600^\circ\text{C}$, тиск у вакуумній камері $P = 80 \dots 400$ Па, час дифузійного насичення $\tau = 20 \dots 240$ хв, вміст аргону в суміші з азотом $0 \dots 76$ об.%. Азотування поверхні зразків проводилося з однієї сторони, після чого вимірювалися їх прогин f із точністю до $0,01$ мм із використанням спеціального пристрою, товщина азотованого шару методом металографії та твердість поверхневого шару за допомогою мікротвердоміра ПМТ-3.

З урахуванням величини вимірюваного прогину пластини з використанням рівняння пружної лінії для балки середні значення залишкових напружень σ_c визначалися за залежністю [12]

$$\sigma_c = \frac{32E_o h_o^3 f}{3a^2 h_n (1 - \nu_o)(2h_o + h_n)}, \quad (1)$$

де h_o , h_n – товщина основи і покриття; E_o , ν_o – модуль пружності основи першого роду і коефіцієнт Пуассона матеріалу основи; f – прогин зразка; a – довжина зразка.

Величину залишкових напружень у будь-якій точці по товщині поверхневого шару знаходили за формулою [13]

$$\sigma_i = \sigma_c e^{-[k_1(z - 0,45h_n)] / (h_n - z)^{0,94}}, \quad (2)$$

де z – відстань від поверхні до точки знаходження залишкових напружень у покритті; h_n – товщина покриття; σ_c – середнє значення залишкових напружень у поверхневому шарі; k_1 – коефіцієнт, що враховує вплив температури T (К) нанесення дифузійного покриття. Наприклад, при іонному азотуванні коефіцієнт k_1 , який визначається з експерименту, складає $900/T(\text{K})$.

Для скорочення кількості експериментів при дослідженні впливу вищезазначених технологічних параметрів на фізико-механічні властивості та залишкові напруження в поверхневому шарі застосовували метод планування експериментів – чотирифакторний план другого порядку Хартлі [17], відповідно до якого азотування проводилося за 17 режимами (табл. 1). При цьому математичні залежності товщини і твердості поверхневого шару та залишкових напружень від технологічних параметрів процесу азотування описуються рівняннями регресії:

$$\begin{aligned} \varphi(x) = & \beta_0 + \beta_1 x_1 + \beta_2 x_2 + \beta_3 x_3 + \beta_4 x_4 + \beta_{11} x_1^2 + \beta_{22} x_2^2 + \beta_{33} x_3^2 + \beta_{44} x_4^2 + \\ & + \beta_{12} x_1 x_2 + \beta_{13} x_1 x_3 + \beta_{14} x_1 x_4 + \beta_{23} x_2 x_3 + \beta_{24} x_2 x_4 + \beta_{34} x_3 x_4, \end{aligned} \quad (3)$$

де $\varphi(x)$ – функція відклику (вихідна змінна); β_0 , β_i , β_{ii} , β_{ij} – коефіцієнти рівняння регресії; x_i – незалежні змінні величини (фактори).

Т а б л и ц я 1

Вплив технологічних режимів іонного азотування на товщину h_{Π} і мікротвердість H_{100} поверхні, залишкові напруження на поверхні σ_{Π} та їх середні значення σ_c в поверхневому шарі сталі 20X13

№ режиму азотування	Параметри азотування				h_{Π} , мкм	H_{100} , МПа	f , мм	σ_c , МПа	σ_{Π} , МПа	k
	T , °C	P , Па	τ , хв	Аг, об. %						
1	570	320	185	57	341	6362	6,69	258	491	0,78
2	510	320	185	57	246	5964	3,22	244	451	0,73
3	570	160	185	19	294	7106	5,44	291	566	0,87
4	510	160	185	19	195	5918	2,17	245	447	0,73
5	570	320	75	19	237	6753	3,45	279	530	0,83
6	510	320	75	19	123	5981	1,14	253	453	0,73
7	570	160	75	57	151	6759	1,71	286	531	0,83
8	510	160	75	57	97	5717	0,81	247	427	0,70
9	480	240	130	38	129	5530	1,12	233	408	0,68
10	600	240	130	38	305	7230	5,98	296	578	0,89
11	540	80	130	38	186	7380	2,50	305	593	0,91
12	540	400	130	38	272	5860	4,37	243	441	0,72
13	540	240	20	38	66	6625	0,60	291	518	0,81
14	540	240	240	38	316	5995	5,35	245	455	0,74
15	540	240	130	0	230	6050	2,93	250	460	0,74
16	540	240	130	76	190	5890	2,06	243	444	0,72
17	540	240	130	38	241	6800	3,58	281	535	0,83

Із метою порівняння величини та розподілу залишкових напружень по товщині поверхневого шару за формулою (2) проводилися експериментальні дослідження залишкових напружень в аналогічних пластинах зі сталі 20X13, що азотувалися за такими ж режимами, за методом Давиденкова [5] шляхом безперервного видалення травленням напруженого шару з одночасним автоматичним записом кривої деформації плоского зразка на приладі “ПІОН”. Напруження розраховували за формулою

$$\sigma = \frac{Ea^2K}{3b^2} \frac{df}{da}, \quad (4)$$

де E – модуль пружності матеріалу, Па; a – товщина зразка в середньому перерізі без половини травленого шару, мм; b – половина відстані між осями затискних гвинтів, мм; df/da – інтенсивність зміни стріли прогину зразка в залежності від його товщини; K – коефіцієнт, що дорівнює відношенню масштабів запису по осях X і Y .

Твердість по товщині поверхневого шару можна визначати експериментально методом металографії з використанням мікротвердоміра або розрахунково-експериментальним методом із моделюванням розподілу мікротвердості по товщині поверхневого шару для різних режимів іонного азотування за формулою

$$H_i = H_0 + (H_{\max} k - H_0) e^{-h_i/[k(h_{\text{п}} - h_i)]}, \quad (5)$$

де H_0 – твердість основи; H_{\max} – твердість поверхневого шару при оптимальному режимі азотування; H_i – твердість i -го шару на відстані h_i від поверхні; $h_{\text{п}}$ – товщина поверхневого шару; k – інтегральний коефіцієнт, що враховує вплив технологічних параметрів азотування (температура, тиск, азотний потенціал і час дифузійного насичення) на твердість,

$$k = H_{\text{п}}/H_{\max}, \quad (6)$$

де $H_{\text{п}}$ – твердість поверхневого шару, що зміцнювався за заданим режимом азотування.

Залишкові напруження σ_i в будь-якій точці поверхневого шару визначали за формулою

$$\sigma_i = (H_i - H_0) K_p, \quad (7)$$

де $K_p = \text{tg } \alpha$ – коефіцієнт пропорційності між σ_i та H_i , що знаходиться експериментально для кожної марки сталі з графіка $\sigma_{\text{п}} = f(H_{100})$.

Підставимо формули (5) і (6) в (7) і отримаємо

$$\sigma_i = K_p (H_{\text{п}} - H_0) e^{-h_i/[k(h_{\text{п}} - h_i)]}. \quad (8)$$

Результати досліджень та їх обговорення. У табл. 1 наведено результати експериментальних досліджень товщини і твердості поверхневого шару та величини прогину зразків зі сталі 20X13 після іонного азотування в безводневих середовищах за різними технологічними режимами. За формулами (1) і (2) розраховано середні значення залишкових напружень σ_c у поверхневих шарах та їх максимальне значення на поверхні $\sigma_{\text{п}}$ в залежності від режимів азотування. Наведено також значення інтегрального коефіцієнта k (6) для різних режимів іонного азотування.

Із даних табл. 1 видно, що технологічні параметри процесу азотування суттєво впливають на фізико-механічні властивості та залишкові напруження в поверхневих шарах, які змінюються в широкому діапазоні. Зокрема, значення σ_c знаходяться в інтервалі 233...305 МПа, $\sigma_{\text{п}}$ – в інтервалі 425...568 МПа за даних режимів азотування.

При цьому σ_c і $\sigma_{\text{п}}$ залежать від твердості та товщини поверхневого шару. З урахуванням експериментальних даних одержано математичну залежність $\sigma_{\text{п}}$ від технологічних параметрів процесу азотування сталі 20X13 у вигляді рівняння регресії другого порядку:

$$\begin{aligned} \sigma_{\text{п}} (\text{МПа}) = & 523 + 65,4x_1 - 58,5x_2 - 24,2x_3 - 6x_4 - 32,3x_1^2 - 61x_2^2 - 37,7x_3^2 - \\ & - 63,8x_4^2 - 40,8x_1x_2 - 8,8x_1x_3 - 20x_1x_4 - 24,5x_2x_3 + 53,8x_2x_4 + 100x_3x_4, \end{aligned} \quad (9)$$

де

$$x_1 = \frac{(T - 540)}{60}; \quad x_2 = \frac{(P - 240)}{160}; \quad x_3 = \frac{(\tau - 130)}{110}; \quad x_4 = \frac{(\text{Ar} - 38)}{38}.$$

На основі рівняння (9) знайдено оптимальний технологічний режим азотування: $T = 590^\circ\text{C}$; $P = 80$ Па; $\tau = 120$ хв; $81\text{N}_2 + 19\text{Ar}$ об.%, що забезпечує максимальне значення залишкових напружень $\sigma_{\text{п}} = 661$ МПа і максимальну мікротвердість $H_{\max} = 8150$ МПа на поверхні сталі 20X13.

На рис. 1 наведено залежність залишкових напружень у поверхневому шарі сталі 20X13 від твердості поверхні за різних режимів іонного азотування в безводневих середовищах. Як видно, існує кореляційна залежність між цими характеристиками, яка описується формулою (7). Коефіцієнт пропорційності K_p між σ_i та H_i визначається із залежності $\sigma_{II} = f(H_{II})$ (рис. 1), і для сталі 20X13 маємо $K_p = \operatorname{tg} \alpha = 0,097$.

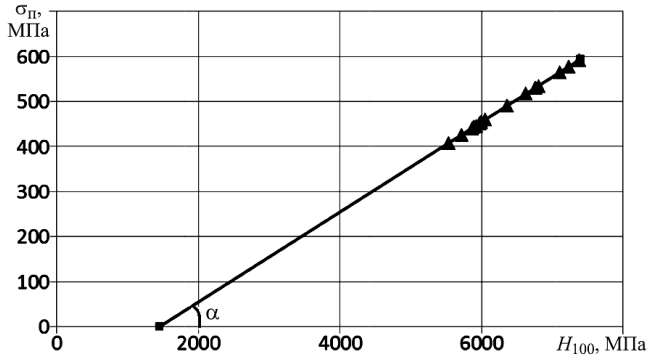


Рис. 1. Залежність залишкових напружень у поверхневому шарі сталі 20X13 від твердості поверхні після іонного азотування в безводневих середовищах за різними режимами.

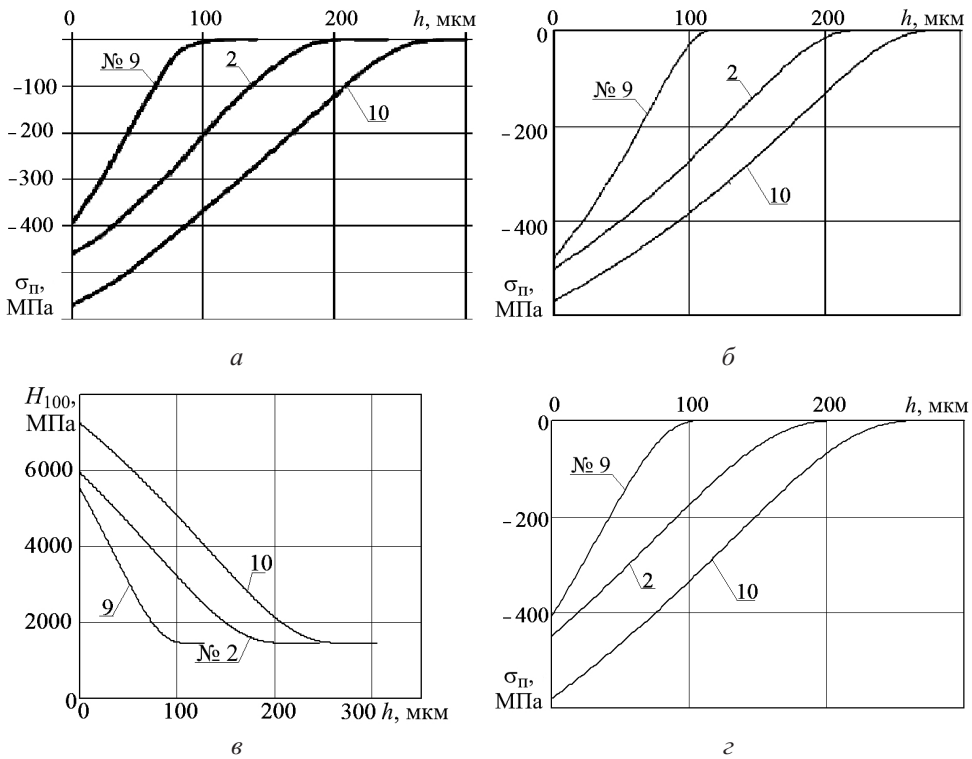


Рис. 2. Розподіл залишкових напружень і твердості по товщині поверхневого шару після іонного азотування сталі 20X13 за режимами № 2, 9, 10 (табл. 1), розрахованих за різними методами і формулами.

Рис. 2 ілюструє залежність розподілу залишкових напружень і твердості по товщині поверхневого шару сталі 20X13 після іонного азотування за режимами № 2, 9, 10 (табл. 1). Величини залишкових напружень визначалися з використанням

вищезазначених методів, а саме: експериментально-розрахункового методу Давиденкова за формулою (4) – рис. 2,а та експериментально-розрахункових методів за формулами (1) і (2) – рис. 2,б і (8) – рис. 2,г. Величини твердості по товщині поверхневого шару визначалися за формулою (5) – рис. 2,в. Видно, що залишкові напруження і твердість нерівномірно розподіляються по товщині поверхневого шару, зменшуються від поверхні до основи за експоненціальним законом і залежать від технологічного режиму азотування. Характер кривих розподілу залишкових напружень, визначених за вищезазначеними методами, ідентичний. Із метою оцінки величини відхилення та адекватності визначення залишкових напружень у поверхневих шарах за даними методами в табл. 2 наведено дані їх розрахунків по товщині поверхневого шару після азотування за режимами № 2, 9 і 10 (табл. 1).

Т а б л и ц я 2

Розподіл залишкових напружень по товщині поверхневого шару після іонного азотування за режимами № 2, 9, 10 (табл. 1), визначених за різними експериментально-розрахунковими методами

Відстань від поверхні, мкм	За формулами (1), (2)			За показниками твердості (8)			За методом Давиденкова (4)		
	2	9	10	2	9	10	2	9	10
0	-450	-409	-580	-462	-405	-569	-460	-395	-570
20	-398	-312	-536	-420	-320	-537	-426	-312	-540
40	-344	-211	-489	-374	-223	-502	-570	-213	-505
60	-289	-114	-440	-325	-118	-465	-320	-115	-455
80	-232	-37	-399	-273	-28	-426	-270	-26	-410
100	-176	-2,5	-355	-217	-2	-383	-205	-1	-365
120	-136	-0,01	-300	-160	-0,02	-338	-143	0,01	-320
140	-88	0	-253	-103	0	-280	-90	0	-270
160	-45	-	-197	-51	-	-229	-46	-	-220
180	-11	-	-145	-14	-	-165	-12	-	-170
200	-1,2	-	-88	-0,6	-	-112	-0,5	-	-121
220	-0,02	-	-51	-0,02	-	-61	-0,01	-	-70
240	0	-	-29	0	-	-37	0	-	-32
260	-	-	-1	-	-	-9	-	-	-7
280	-	-	-0,01	-	-	-0,3	-	-	-0,5
300	-	-	0	-	-	0	-	-	0

Із даних табл. 2 видно, що відхилення величини залишкових напружень, визначених експериментально-розрахунковим методом за показниками твердості (8), незначне в порівнянні з відомим методом Давиденкова і не перевищує 5%. При визначенні залишкових напружень за формулами (1) і (2) відхилення сягають 10%. Це зумовлено тим, що в даному методі враховується тільки вплив температури на їх величину і не враховується вплив інших технологічних чинників, які мають місце при іонному азотуванні. Разом із цим такі відхилення є допустимими при визначенні залишкових напружень у поверхневих шарах, а експериментально-розрахунковий метод їх визначення за показниками твердості (8) є прийнятним для практики. Слід

відзначити, що згідно із запропонованим методом можна визначати залишкові напруження в поверхневих шарах за будь-яких режимів азотування зі значно меншими труднощами в порівнянні з відомими методами.

Для впровадження розробленого методу рекомендується наступне:

1) тонкі сталі пластини товщиною до 2 мм азотуються в тліючому розряді за різними режимами з використанням чотирифакторного планування експериментів зі змінними технологічними параметрами азотування (температура, тиск у вакуумній камері, склад насичуючого середовища і час насичення) з метою одержання таких характеристик поверхневого шару, як твердість і товщина за різних режимів азотування та максимальна твердість за оптимального режиму;

2) визначення інтегрального коефіцієнта k за формулою (6);

3) визначення залишкових напружень у поверхневому шарі за одним із відомих методів (за методом Давиденкова, експериментально-розрахунковим методом за формулами (1) і (2) при прогині азотованої з одного боку пластини тощо);

4) визначення коефіцієнта $K_p = \operatorname{tg} \alpha$ із залежності $\sigma_{\text{п}} = f(H_{\text{п}})$ або за формулою (7) $K_p = \sigma_{\text{п}}/H_{\text{п}}$;

5) розрахунок залишкових напружень у будь-якій точці по товщині поверхневого шару за формулою (8).

Висновки

1. У поверхневих шарах після іонного азотування виникають залишкові напруження стиску, які зменшуються від поверхні до основи за експоненціальним законом.

2. У поверхневих шарах існує кореляційна залежність між твердістю і залишковими напруженнями, що визначається коефіцієнтом K_p для кожної марки сталі експериментальним методом.

3. Запропонований метод визначення залишкових напружень у поверхневих шарах за показниками мікротвердості є більш простим. Це дозволяє знаходити їх величину в будь-якій точці по товщині поверхневого шару для різних режимів азотування без проведення великої кількості експериментів.

Резюме

Приведены результаты исследований величины и распределения остаточных напряжений в поверхностных слоях стали 20Х13 после ионного азотирования в безводородных средах. Показано влияние технологических параметров процесса азотирования на толщину и твердость поверхностного слоя, а также на величину остаточных напряжений в нем. Разработан метод определения остаточных напряжений в любой точке поверхностного слоя по показателям микротвердости в данной точке.

1. Каплун В. Г., Каплун П. В. Ионное азотирование в безводородных средах. – Хмельницкий: ХНУ, 2015. – 344 с.
2. Береговенко А. Ю., Каплун В. Г., Яковлев А. П., Пастух И. Н. Влияние азотирования на демпфирующие свойства некоторых металлических материалов // Пробл. прочности. – 1993. – № 8. – С. 72–77.
3. Самойлов Л. И., Игнатов И. А., Воробьев А. М., Козлова В. С. Определение термических напряжений в бездиффузионных жаростойких покрытиях системы (Со) СА // Завод. лаб. – 1984. – № 21. – С. 18–22.
4. Барвинок В. А., Богданович В. И., Катаев Ф. И. и др. Определение остаточных напряжений в покрытиях плазменного напыления // Свар. пр-во. – 1981. – № 5. – С. 11–15.

5. Давиденков Н. Н. Об измерении остаточных напряжений // Завод. лаб. – 1937. – № 8. – С. 987–990.
6. Карпенко Г. В., Похмурский В. И., Далисов В. Б., Замиховский В. С. Влияние диффузионных покрытий на прочность стальных изделий. – Киев: Наук. думка, 1971. – 168 с.
7. Биргер И. А. Остаточные напряжения. – М.: Машгиз, 1963. – 232 с.
8. Лахтин Ю. М., Коган Я. Д. Азотирование стали. – М.: Машиностроение, 1976. – 256 с.
9. Похмурский В. И., Карпенко Г. В. Характер распределения остаточных напряжений первого рода в поверхностных слоях сталей и сплавов с защитными покрытиями // Физ.-хим. механика материалов. – 1968. – № 4. – С. 381–383.
10. Каплун В. Г., Рудык А. Е., Гладкий Я. Н., Стечишин М. С. Коррозионная стойкость стали 45Х, азотированной в тлеющем разряде // Защитные покрытия на металлах. – 1987. – Вып. 21. – С. 75–77.
11. Трапезон А. Г., Ляшенко Б. А., Рутковский А. В. О влиянии вакуумных покрытий на сопротивление усталости технического титана // Пробл. прочности. – 1995. – № 11-12. – С. 32–40.
12. Антонюк В. С., Сорока О. Б., Рутковский А. В., Мірненко В. І. Залишкові напруження в вакуум-плазмових покриттях TiN, (TiAl)N, (TiC)N // Вісн. Східноукр. нац. ун-ту ім. Володимира Даля. – 2004. – № 7 (77). – С. 206–210.
13. Каплун П. В., Гончар В. А., Донченко Т. В. та ін. Визначення залишкових напружень в азотованих шарах після іонного азотування // Вісн. Хмельницьк. нац. ун-ту. Сер. Технічні науки. – 2015. – № 6. – С. 7–12.
14. Pat. 101477030 CN, G01N19/04. Measuring Method for Residual Stress in Coating / Binshi Xu, Xiancheng Zhang, Haidou Wang, Yixiong Wu. – Publ. 08.07.2009.
15. Пат. 28383 Україна, G01L/06. Спосіб визначення структурних і температурних складових залишкових напружень в покриттях / В. С. Антонюк, О. Б. Сорока, С. А. Клименко, М. Ю. Копейкіна. – Чинний від 10.12.2007.
16. А.с. 1805307 Украина, G01L/00. Способ определения остаточных напряжений в полосовых заготовках / Г. Л. Колмогоров. – Опубл. 30.03.1993.
17. Красовский Г. И., Филаретов Г. Ф. Планирование эксперимента. – Минск: Изд. БГУ, 1982. – 302 с.

Поступила 30. 10. 2016