

УДК 621.785.5-034.15

## СОВРЕМЕННЫЕ МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ ДИФУЗИОННЫХ СЛОЕВ ПОСЛЕ ХИМИКО-ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ

Л.Г. Петрова, профессор, д.т.н., В.А. Александров, доцент, к.т.н.,  
С.И. Барабанов, нач. лаб., МАДИ (ГТУ), г. Москва, Россия

*Аннотация.* Развитие современной техники предполагает применение новых материалов, в том числе металлических, обладающих специальными свойствами (тугоплавкие, высокопрочные, износостойкие, коррозионностойкие, жаростойкие, жаропрочные и др.), а также совершенствование технологий упрочнения. Создание новых материалов и способов их обработки должно базироваться на знаниях о внутренних процессах и превращениях, происходящих в процессе производства и эксплуатации изделий, что обуславливает необходимость комплексного использования всех современных методов исследования, в том числе и структурных методов анализа.

*Ключевые слова:* микроструктура, диффузия, упрочнение, микротвердость, фазовый состав.

## СУЧАСНІ МЕТОДИ ДОСЛІДЖЕННЯ СТРУКТУРИ І ВЛАСТИВОСТЕЙ ДИФУЗІЙНИХ ШАРІВ ПІСЛЯ ХІМІКО-ТЕРМІЧНОЇ ОБРОБКИ

Л.Г. Петрова, професор, д.т.н., В.О. Александров, доцент, к.т.н.,  
С.І. Барабанов, нач. лаб., МАДІ (ДТУ), м. Москва, Росія

*Анотація.* Розвиток сучасної техніки передбачає застосування нових матеріалів, в тому числі металевих, що володіють спеціальними властивостями (тугоплавкі, високоміцні, зносостійкі, корозійностійкі, жаростійкі, жароміцні тощо), а також вдосконалення технологій зміцнення. Створення нових матеріалів і способів їх обробки повинно базуватися на знаннях про внутрішні процеси і перетворення, що відбуваються у процесі виробництва й експлуатації виробів, що зумовлює необхідність комплексного використання всіх сучасних методів дослідження, у тому числі і структурних методів аналізу.

*Ключові слова:* микроструктура, дифузія, зміцнення, микротвердість, фазовий склад.

## MODERN METHODS OF RESEARCH OF STRUCTURE AND PROPERTIES OF DIFFUSION LAYERS AFTER CHEMICAL-HEAT TREATMENT

L. Petrova, Professor, Doctor of Technical Science, V. Alexandrov, Associate Professor, Candidate of Technical Science, MADI (STU), S. Barabanov, Head of Laboratory, Moscow, Russia

*Abstract.* The development of modern technology involves the use of new materials, including metal ones, with special properties (refractory, high strength, wear resistant, corrosion-resistant, heat resistant ect.) and other as well as hardening technology improvement. Creation of new materials and methods for their treatment should be based on the knowledge of internal processes and transformations that occur during the production and operation of products, which necessitates complex use of all modern methods of investigation, including the methods of structural analysis.

*Key words:* microstructure, diffusion, hardening, microhardness, phase composition.

## Введение

Наука о металлах носит преимущественно экспериментальный характер, поэтому в металловедении особую роль играет обоснованный и рациональный выбор методик и аппаратуры для исследования структуры металлов и сплавов, с целью установления взаимосвязи структурных и технологических параметров и получения требуемых свойств.

В настоящее время количество применяемых методов исследования структуры постоянно увеличивается и сложность этих методов возрастает.

### Цель и постановка задачи

Целью работы является выбор оптимальной методики исследования и соответствующего оборудования для получения необходимой информации о свойствах и структуре металла.

### Обзор методов исследований

К структурным методам исследований традиционно относят методы макро- и микроанализа для исследования соответственно макро- и микроструктуры металлов, а также тонкой структуры материалов. Большинство методов анализа структуры с помощью приборов основаны на взаимодействии с объектом электромагнитного излучения определенной длины волны: световых волн видимого спектра (оптическая микроскопия), рентгеновского излучения (рентгеноструктурный анализ), излучения электронов (электронная просвечивающая или растровая микроскопия) или нейтронов (метод дифракции нейтронов),  $\gamma$ -излучения (мессбауэровская спектроскопия). Чем тоньше объект исследования, тем более коротковолновое излучение должно использоваться для выявления структурных особенностей объекта. Длина волны излучения определяет разрешающую способность прибора – минимальную величину объекта, различимую с его помощью. Так, оптический микроскоп позволяет анализировать детали структуры, размер которых до 200 нм. Использование электронного излучения с очень малой длиной волны (0,004–0,012 нм) позволяет выявлять детали изучаемого объекта размером до 0,2–0,5 нм.

Обширную информацию о тонком строении кристаллов можно получить с помощью ди-

фракционных методов, основанных на взаимодействии атомов в кристаллической решетке с короткими волнами рентгеновских лучей, электронов или нейтронов.

Металлографический анализ проводят с целью исследования микроструктуры и фазового состава сталей и сплавов, оценки количества, размеров, формы и распределения различных фаз и структурных составляющих. Этот вид исследований позволяет установить связь химического состава, условий производства и обработки сплава с его микроструктурой и свойствами.

Микроструктуру металлов исследуют с помощью оптических металлографических микроскопов, позволяющих наблюдать структуру на специально подготовленных образцах (микрошлифах) при увеличениях от 30–50 до 1500–1800 крат (рис. 1). В световом микроскопе воспроизводится увеличенное изображение отдельных участков микрошлифа, которое является результатом отражения света от различных элементов рельефа поверхности.



Рис. 1. Внешний вид ЦЗЛ металлографии

К качеству микрошлифов предъявляются следующие основные требования:

- отсутствие на поверхности царапин, рисок, ямок и загрязнений;
- минимальная деформация поверхностного слоя металла;
- минимальное заваливание края исследуемой поверхности металлов и сплавов после ХТО;
- получение достаточно плоской поверхности, чтобы шлиф можно было рассматривать при больших увеличениях;
- соответствие строения выбранного образца структуре всего изучаемого объекта.

Процесс приготовления металлографических микрошлифов включает в себя следующие основные операции:

1. *Вырезка образцов* проводится с учетом особенностей структуры, технологии получения изучаемого объекта (литье, пластическая деформация, термическая и химико-термическая обработки), а также цели металлографического исследования. Площадь поверхности образцов, используемых для приготовления микрошлифов, обычно составляет 1–4 см<sup>2</sup>. Для удобства исследования и полирования образцы, вырезанные из детали, обычно имеют высоту 10–15 мм. В качестве режущего инструмента используются диски с алмазным напылением – кубический нитрид бора *CBN* (рис. 2).



Рис. 2. Отрезной прецизионный (высокоточный) станок

2. *Подготовка плоской поверхности* производится путем токарной обработки, фрезерования, шлифования. Изготовление шлифов происходит путем горячей заливки в сплав Вуд, холодной заливки в различные смолы, в том числе на эпоксидной и акриловой основе, или холодной и горячей запрессовки (рис. 3) в различные компаунды и пластмассы.



Рис. 3. Станок для горячей запрессовки

3. *Шлифование* проводится с помощью шлифовальной бумаги нескольких номеров (например, P100, P240, P600, P1000, P2000, P2500) с последовательно уменьшающейся зернистостью. Необходимо, чтобы при шли-

фовании на каждой шкурке все риски от предыдущей операции были удалены.

4. *Полирование* служит для удаления мелких рисков, оставшихся после шлифования, и получения гладкой зеркальной поверхности шлифа. Полирование проводится с помощью алмазных паст или суспензий с разной дисперсностью частиц – 9 мкм, 6 мкм, 3 и 1 мкм, которые наносятся на специальную ткань с высоким ворсом для финальной полировки.

Автоматизированное полирование в настоящее время проводится на специальных шлифовально-полировальных установках (рис. 4).



Рис. 4. Шлифовально-полировальный станок Vector/Beta

Иногда применяется электролитическое полирование, при котором образец в качестве анода помещают в электролизную ванну. Этот метод обеспечивает быстрое получение зеркально отполированной поверхности на грубо отшлифованном образце. Полирование считают законченным, когда на поверхности шлифа под микроскопом не наблюдается риск или царапин.

5. *Травление микрошлифов* проводится с помощью химических реактивов, различающихся по своему воздействию на поверхность металла. Состав реактива зависит от химического состава стали и ее обработки. Для углеродистых и низколегированных сталей чаще всего применяется 4 %-ный спиртовой раствор азотной кислоты  $\text{HNO}_3$ , или 4 %-ный водный раствор пикриновой кислоты. Для травления средне- и высоколегированных сталей применяются 15 и 30 %-ные спиртовые растворы азотной кислоты  $\text{HNO}_3$ , а для выявления структуры упрочненных

слоев у нержавеющей стали электролитическое травление в 10 %-ной щавелевой кислоте. Принцип травления основан на избирательном растворении различных фаз и пограничных участков вследствие различий в их физико-химических свойствах. Если отполированный микрошлиф подвергнуть действию химически активной среды, то степень травимости отдельных структурных элементов оказывается различной.

При исследовании под микроскопом световой поток, направленный на микрошлиф, отражается от поверхностей зерен, а на границах зерен возникает значительное рассеяние, поэтому границы зерен выявляются темными.

В диффузионных слоях, содержащих две или более фаз, которые отличаются значениями электрохимического потенциала, структурные элементы имеют различную травимость. Выступающие зерна отбрасывают тени на более сильно протравленные углубленные участки, что позволяет различить отдельные фазы на микроскопическом изображении (рис. 5).



Рис. 5. Микроструктура азотированного слоя, имеющая несколько фаз,  $\times 600$

Микроструктуры металлографических образцов исследуются в основном на прямых, инвертированных или стереомикроскопах с увеличением от  $\times 50$  до  $\times 1500$  (рис. 6, 7).



Рис. 6. Прямой и стереомикроскоп



Рис. 7. Инвертированный микроскоп

Современные методы исследования микроструктуры не могут обойтись без конфокальных лазерных сканирующих микроскопов, которые сочетают в себе как оптический, так и лазерный сканирующий микроскоп, которые разработаны для объемных исследований и сверхвысокоточных 3D измерений (рис. 8, 11) в режиме реального времени. Диапазон увеличений у таких микроскопов до  $\times 18000$  с длиной волны лазерного излучения 405 нм.



Рис. 8. Лазерный сканирующий микроскоп

Лазерный сканирующий микроскоп LEXT-OLS4000, представленный на рис. 8, имеет двойной конфокальный детектор (двойную пинюль, рис. 9), который позволяет произвести точное измерение на любой поверхности, например, определить размер выделений вторичных фаз из твердого раствора (рис. 10).

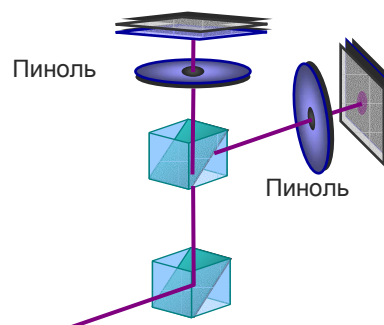


Рис. 9. Двойная пиноль

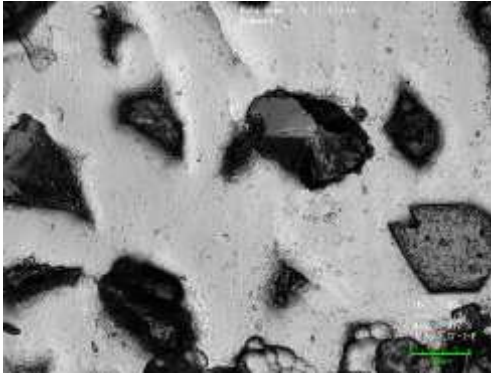
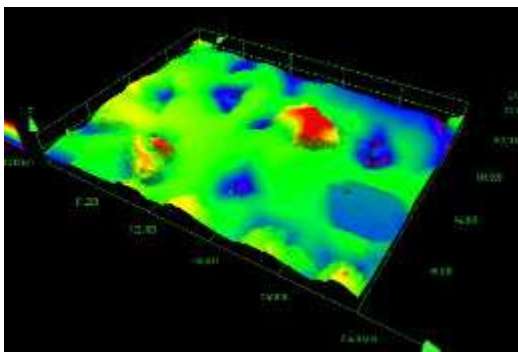
Рис. 10. Микроструктура: микроскоп LEXT-OLS4000, увеличение до  $\times 12000$ 

Рис. 11. Объемное измерение, 3D-модель

Использование современного оборудования и расходных материалов для пробоподготовки позволяет обеспечить высокое качество шлифов, надежность и воспроизводимость полученных результатов, что является необходимым условием проведения металлографических исследований.

*Электрография* – это метод исследования, основанный на анализе плазменного свечения электрических разрядов на поверхности предметов, помещённых в переменное электрическое поле высокой частоты («эффект Кирлиана»), в результате чего между электродом и исследуемым объектом возникает поверхностное напряжение 5–30 кВ.

Современная история электрографии связана с именем русского ученого Семёна Давидовича Кирлиана (1900–1980), который заново открыл вышеописанный эффект, собрав в 1939 году устройство, получившее название «аппарат Кирлиана». На рис. 12 приведена принципиальная схема аппарата Кирлиана. Основная часть устройства представляет собой источник высокого напряжения, систему линз и пластину с металлическим электро-

дом, к которой подается высокое напряжение (обычно 4000–5000 В). Чтобы изолировать объект фотографирования (образец) от напряжения, применяют пластину из стекла. Если на стекло поместить любой токопроводящий объект, то в результате индукции высоковольтного заряда возникает коронный эффект. Свечение регистрируется цифровой фотокамерой, изображение передается на ПК.

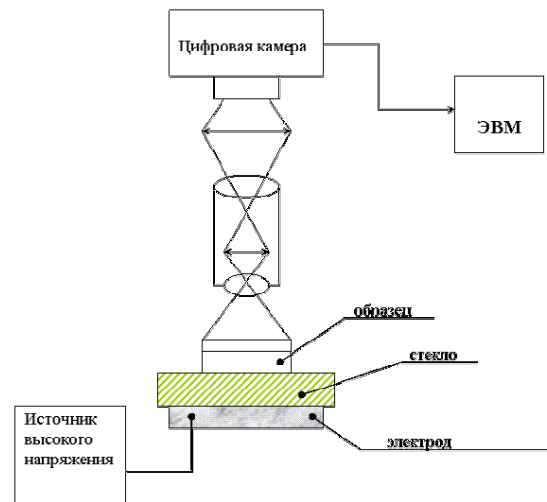


Рис. 12. Схема аппарата Кирлиана

С помощью интерпретации изображения специфического свечения образца, помещённого в электрическое поле высокой частоты, можно проанализировать структурные и фазовые изменения в металлах на основе различий в излучающей способности элементов, входящих в состав конкретных сплавов. Так как каждый из элементов, содержащихся в исследуемых образцах, имеет индивидуальный спектр излучения, на фотографии получается сочетание цветов, которое указывает на наличие тех или иных элементов, фаз или структурных составляющих.

Рассмотренный метод позволяет исследовать структурные и фазовые изменения упроченных зон, например, после азотирования (рис. 13).

На цветной фотографии поверхность исходного образца – синего цвета разной яркости, это связано с неровностями самой поверхности, структурными особенностями металла. В черно-белом варианте – это темно-серое изображение разной тональности. Азотирование с малым азотным потенциалом приводит к образованию на поверхности  $\gamma'$ -фазы.

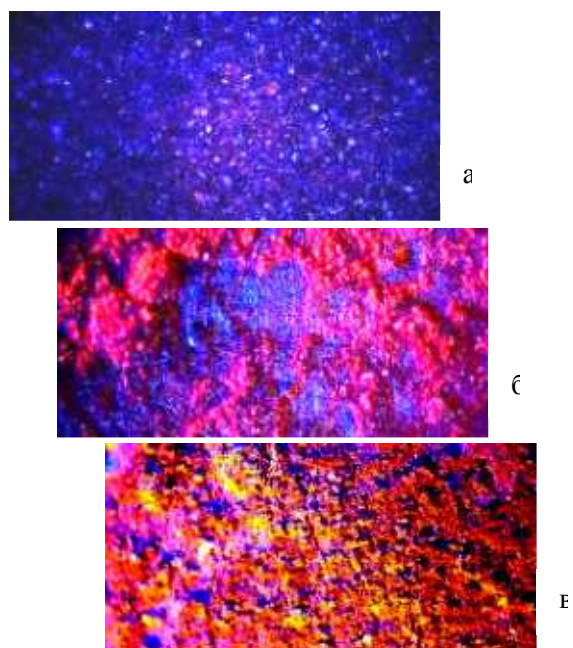


Рис. 13. Электрографические микроструктуры поверхности стального образца в процессе насыщения азотом: а – до азотирования, б –  $\gamma$ -азотирование, в –  $\epsilon$ -азотирование

На полученной фотографии наблюдается неравномерное распределение  $\gamma$ -фазы (малиново-красного цвета) на поверхности металла (синий цвет). В черно-белом изображении трудно уловить неравномерность распределения фазы. При исследовании фотографии Кирлиана наблюдается многоцветное изображение:  $\epsilon$ -фаза оранжево-красного цвета, небольшое количество участков малиново-красного цвета ( $\gamma$ -фаза), желтого цвета ( $\gamma'_{\text{изб}}$ -фаза), а также участки синего цвета, т.е. основного металла.

Таким образом, анализ цветного изображения позволяет судить о составе, строении и распределении фазовых составляющих в диффузионных и упрочненных слоях. В черно-белом изображении эти фазы не различимы.

Рентгеноструктурный анализ (РСА) основан на явлении дифракции рентгеновских лучей на объектах, обладающих кристаллическим или частично кристаллическим строением. Одной из важнейших прикладных задач РСА является идентификация вещества по его кристаллоструктурным характеристикам – качественный фазовый анализ, что особенно важно для многофазных и сложнокомпонентных металлических сплавов и покрытий.

Фазовый рентгеноструктурный анализ выполняется на соответствующих установках, например ДРОН-3.

Идентификация фаз диффузионных слоев и покрытий проводится методом послойного фазового рентгенографического анализа. Удаление слоев производится механическим способом с измерением сошлифованной глубины на оптиметре.

Преимуществом рентгеноструктурного фазового анализа, по сравнению с химическими методами определения фаз, является возможность различать фазы с аналогичным химическим составом, но разной кристаллической структурой.

Поскольку рентгеновские лучи не воспринимаются непосредственно органами чувств человека, рентгеновские кванты необходимо преобразовать в соответствующие сигналы. В дифрактометрическом методе излучение регистрируется с помощью счетчиков: амплитуда сигнала на выходе этих счетчиков пропорциональна энергии рентгеновских квантов (рис. 14). Регистрация дифракционной картины происходит последовательно при изменении угла между отражающими плоскостями и первичным пучком.



Рис. 14. Настольный дифрактометр

Идентификация вещества, т.е. качественный фазовый анализ, заключается в установлении природы фаз по угловому распределению интенсивности дифракционных максимумов. Каждая кристаллическая фаза обладает характерным набором значений межплоскостных расстояний  $d_{HKL}$ . Линии рентгенограммы образуются в результате отражения от определенных плоскостей, ориентированных

к первичному пучку под углом  $\theta$ . Таким образом, задача заключается в определении углов  $\theta$  для всех линий рентгенограммы и пересчете их в межплоскостные расстояния  $d_{HKL}$ .

Если вещество состоит из нескольких фаз, то каждая из них дает свою дифрактограмму и все они накладываются друг на друга. Это затрудняет анализ распределения интенсивностей, поскольку один и тот же пик интенсивности может являться, например, максимальным отражением от второй фазы или вторым по интенсивности отражением первой фазы. Кроме того, происходит перекрытие отражений отдельных фаз. Обработка рентгенограмм от двухфазных образцов дает надежные результаты; при увеличении количества фаз точность идентификации резко уменьшается.

Основной принцип электронно-зондовых методов анализа состоит в сканировании поверхности исследуемого образца тонко сфокусированным электронным лучом. Основными прикладными методами исследований, основанными на принципах электронно-зондового анализа, являются растровая электронная микроскопия (РЭМ) и рентгеноспектральный микроанализ (РСМА). В этих методах поверхность исследуемого пассивного образца облучается стабильным во времени тонко сфокусированным электронным зондом, совершающим возвратно-поступательное движение по линии или развертывающимся в *растр*. Сигналы, возникающие в результате взаимодействия электронов с образцом, регистрируются детекторами, усиливаются и передаются на экран, причем каждая точка на образце соответствует определенной точке на экране, а ее яркость определяется интенсивностью сигнала из соответствующей точки образца.

При взаимодействии электронного зонда с веществом образца в каждой точке поверхности возникает ряд эффектов: характеристическое рентгеновское излучение, тормозное рентгеновское излучение, катодолюминесцентное излучение, эмиссия вторичных электронов; кроме того, могут регистрироваться отраженные электроны, Оже-электроны, поглощенные электроны. Каждый из этих видов излучений несет определенную информацию о рельефе, химическом составе, кристаллографической ориентиров-

ке зерен, прилегающих к поверхности, и других особенностях структуры.

Большая глубина фокуса, высокая разрешающая способность и обилие полутонов на изображении, полученном в РЭМ, создают впечатление объемности и позволяют правильно представить себе пространственную конфигурацию структурных деталей исследуемой поверхности. Разрешающая способность изображения в РЭМ возрастает при уменьшении диаметра зонда (его размер составляет 5–20 нм) и увеличении силы тока первичного пучка. Разрешающая способность изображений в отраженных электронах существенно выше (1000 Å), чем в характеристическом рентгеновском излучении (10000 Å).

Благодаря высокой разрешающей способности, РЭМ с увеличением до  $\times 45000$  целесообразно использовать его для металлографического исследования упрочненной поверхности методами ХТО, обладающей мелкодисперсными структурами различных пленок. При этом четко выявляется строение смесей, тонких пленок и покрытий, характер распределения и форма вторичных фаз (рис. 15–18). С помощью количественной металлографии можно определить размерные характеристики дисперсных частиц второй фазы.

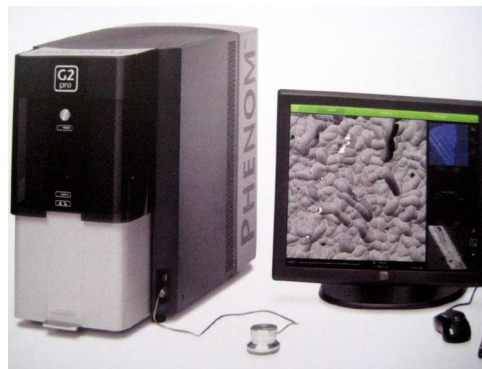


Рис. 15. Сканирующий электронный микроскоп Phenom G2 Pro

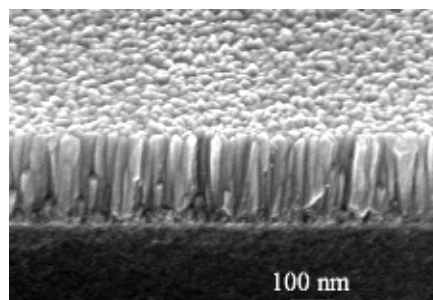


Рис. 16. Плёнка окиси на стальном изделии

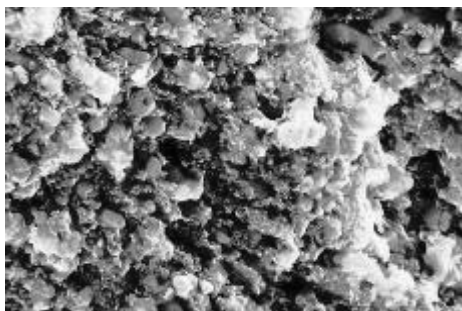


Рис. 17. Покрытие на стальном изделии (поверхность)

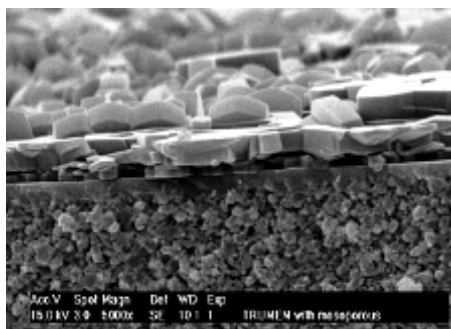


Рис. 18. Карбонильное титанирование с азотированием из суспензии

Преимуществом РЭМ также является возможность проведения многочисленных параллельных исследований с помощью специальных приставок (рентгеноспектрального анализа, Оже-электронной спектроскопии и т.д.).

Метод рентгеноспектрального микроанализа (РСМА) основан на регистрации рентгеновскими спектрометрами эмиссионного рентгеновского излучения, возбужденного пучком электронов, сфокусированных на образце в пятно диаметром  $\sim 1$  мкм. Характеристическое рентгеновское излучение дает дискретный спектр определенных серий (K; L; или M – серии) и длины волны. Изменяя длину волны и интенсивность характеристического рентгеновского излучения и сравнивая с интенсивностью эталона, определяют, какие элементы и в каком количестве присутствуют в выбранном микрообъеме.

Рентгеноспектральный микроанализ (РСМА) решает следующие основные задачи:

- качественный и количественный анализ химического состава с целью идентификации включений и фаз;
- анализ распределения элементов с целью исследования диффузионных зон;

– определение толщины слоев и исследование однородности объекта (исследование микросегрегаций, ликвации и т.д.).

Разрешающая способность метода РСМА составляет несколько микрон.

Как известно, стальные детали или образцы после химико-термической обработки не испытывают на разрыв и удар с целью определения прочностных свойств, пластичности и ударной вязкости. Упрочненные детали методами химико-термической обработки обладают высокой твердостью. В связи с этим основными показателями исследования механических свойств упрочненных слоев стальных изделий являются *твердость и износостойкость*.

Таким образом, основными показателями определения упрочнения поверхности стальных изделий являются методы испытаний на твердость и износостойкость.

Основными методами испытания на твердость упрочненных слоев являются: определение твердости по Роквеллу (HRC), по Виккерсу (HV), определение микротвердости на микротвердомерах и нанотвердости тонких пленок и отдельных фаз, керамик и т.д.

Испытание и определение твердости по Роквеллу и Виккерсу являются базовыми характеристиками, показывающими общую картину упрочнения поверхности стальных изделий. Перед испытаниями исследуемую поверхность шлифуют на несколько микрон (обычно до 50 мкм) и зачищают мелкой шкуркой.

Чтобы точно сказать о твердости упрочненного слоя и его структурных составляющих, применяют более точный метод исследования – определение микротвердости (рис. 19).



Рис. 19. Микротвердомер

Распределение микротвердости по толщине упрочненного слоя проводится на микротвердомерах с различными нагрузками. Замеры твердости проводятся на шлифах в направлении, перпендикулярном упрочненному слою от поверхности вглубь.

В некоторых случаях, когда необходимо оценить механические свойства тонких упрочненных покрытий, пленок или конкретной фазовой составляющей, а микротвердомеры не могут обеспечить точность измерений и попадание индентора в конкретную фазу или сверхтонкую пленку, то прибегают к способам измерения нанотвердости (рис. 20–23).

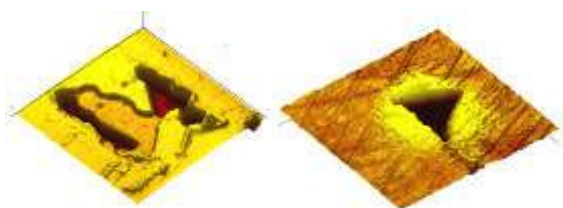


Рис. 20. Измерение нанотвердости покрытия нитрида титана после карбонильного титанирования с азотированием

Для пленок толщиной 150 нм максимальная глубина погружения индентора составляет 15–25 нм, т.е. отношение максимальной глубины индентора к толщине пленки должна составлять  $\leq 10\%$  (рис. 21).

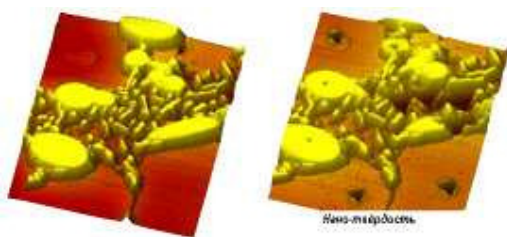


Рис. 21. Измерение нанотвердости фазовых составляющих упрочненного слоя

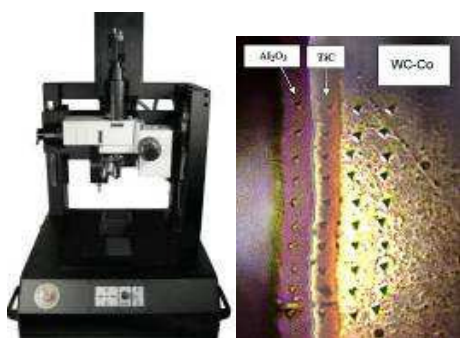


Рис. 22. Нанотвердомер и нанотвердость покрытий

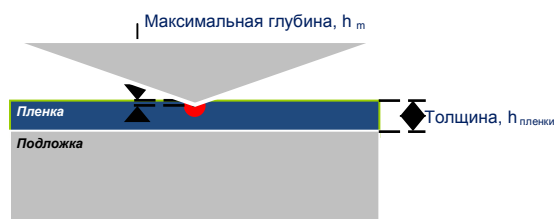


Рис. 23. Исследование тонких пленок и покрытий

Износостойкость является важной эксплуатационной характеристикой для многих изделий, работающих на износ при циклических и контактных нагрузках в различных агрессивных средах.

Экспериментальная установка для проведения испытаний пар трения на износ была разработана на кафедре металловедения и термообработки МАДИ (принципиальная схема данной установки представлена на рис. 24).

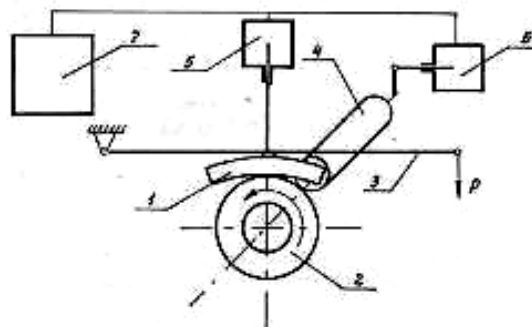


Рис. 24. Схема установки для испытания износостойкости упрочнённых сталей: 1 – испытываемый образец; 2 – ролик; 3 – рычаг нагружения; 4 – двигатель; 5 – датчик линейного износа; 6 – датчик момента трения; 7 – ЭВМ для записи и обработки снимаемых данных

Испытания проводятся на специальных образцах.

Износостойкость изучается в диапазоне усилий взаимного прижатия подвижного и неподвижного образцов с усилием 10–120 Н при частоте вращения подвижного образца  $50 \text{ с}^{-1}$ . Эксперименты проводятся в условиях сухого трения скольжения.

В процессе испытаний проводится: – непрерывная регистрация линейного износа неподвижного и вращающегося образцов контактным методом при износе до 0,5 мм;

- непрерывная регистрация коэффициента трения, вычисляемого с помощью ЭВМ на основании измеряемого момента трения при усилии прижатия образцов до 120 Н;
- непрерывный контроль температуры в зоне контакта колодки и ролика.

Износостойкость оценивается по потере веса испытываемого образца при трении скольжения без смазки на машине МИ-1М по схеме «вал-частичный вкладыш» (рис. 25). Частичным вкладышем является испытываемый образец. Вал изготавливали из стали У8, термообработанной на твердость HRC 62. Потеря веса определяется взвешиванием на аналитических весах с точностью 0,0001 г, через каждые 15 минут испытаний времени, необходимого для накопления измеримого износа.

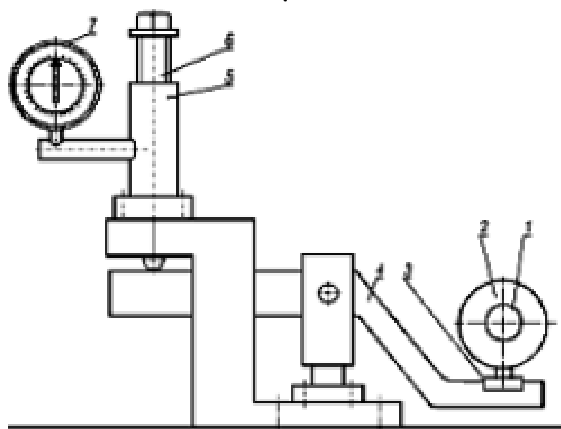


Рис. 25. Нагружающее устройство испытательной машины трения МИ-1М: 1 – вал машины; 2 – вращающийся ролик; 3 – неподвижный образец; 4 – рычаг; 5 – корпус с гидрокамерой; 6 – винт; 7 – манометр

Перед испытанием образцов закаленный ролик, устанавливаемый на валу испытательной машины, подвергается шлифовке до нужного класса шероховатости по месту, с целью ликвидации биения ролика. Шлифовка ролика производится перед испытанием каждого нового образца.

Подвижный (ролик) и неподвижный (частичный вкладыш) образец устанавливаются в держателях испытательной установки МИ-1М. В отверстие неподвижного образца плотно устанавливается термopара таким образом, чтобы спай касался металла на дне отверстия. Далее устанавливается датчик (балочка) для измерения момента трения.

Пуск установки МИ-1М производится в следующем порядке: сближаются образцы до касания, подвижный образец приводится во вращение и затем прикладывают нагрузку. Отсчет продолжительности испытаний и количество оборотов при приработке и испытаниях производится от момента приложения нагрузки.

Вращающийся образец (ролик) приводится в движение с минимальной скоростью  $V_{\min} = 0,01$  м/с. Далее прикладывали приработочную нагрузку  $P_a = 100$  кгс/см<sup>2</sup>. Приработку проводили до достижения постоянства температуры в зоне трения и момента трения (допускается разброс значений в пределах 5 % от средней измеряемой величины), т.е. до окончания приработки.

После приработки, перед испытанием, образцы промываются и взвешиваются. Испытания проводили с удельной нагрузкой  $P_a = 10$  кг/см<sup>2</sup> при скорости  $V = 0,62$  м/с ( $n = 240$  об/мин). При длительном испытании проводили ускоренное изнашивание при  $P_a = 10$  кг/см<sup>2</sup>,  $V = 1,25$  м/с. В процессе испытания строится график зависимости износа  $DG$  образца, определенного весовым методом от длительности испытания.

Для изучения скорости износа модифицированных поверхностей образцов, упрочненных по различным технологиям, в коррозионно-активной среде растворимых в воде солей на кафедре металловедения и термообработки МАДИ специально изготовлено устройство, внешний вид и принцип работы которого представлены на рис. 26.

Устройство содержит: герметичную «пульпокамеру», электрический привод для придания вращательного движения «пульпокамере» и программного блока, в который вводятся параметры испытания.

«Пульпокамера» – это герметичный вращающийся наклонный барабан, в который образцы загружаются в месте с пульпой, состоящей из пластовой жидкости (смесь нефти, попутной воды и растворённых в воде различных солей). Водородный показатель попутной воды – рН 6,0 – 8,5. Максимальная массовая концентрация твердых частиц – 0,01 % (0,1 г/л). Максимальная концентрация сероводорода – 0,0001 % (0,01 г/л).

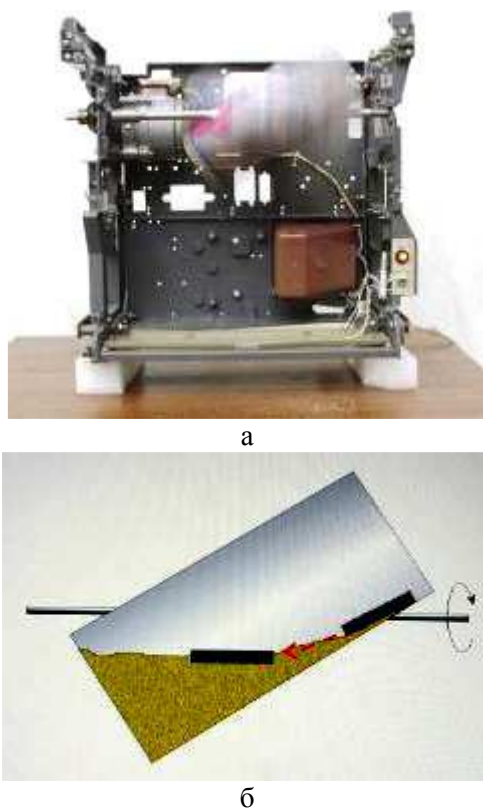


Рис. 26. Устройство для проведения испытаний покрытий на солеотложение: а – внешний вид; б – принцип работы устройства

Так как барабан при вращении наклоняется то в одну, то в другую сторону, помещенные в него образцы всё время передвигаются в среде веществ, входящих в состав пульпы.

На внутренних и внешних поверхностях образцов в результате электрохимических реакций с ионами растворённых веществ в составе пульпы образуются нерастворимые отложения. Частично эти отложения трутся о твёрдые составляющие пульпы и полируются. Барабан изготовлен из ударопрочной электропроводной пластмассы для исключения накапливания статических зарядов на образцах, которые могут привести к искажению химических превращений. Барабан снабжён люком в одном из днищ для загрузки и выгрузки образцов. Вращение барабана составляет сорок оборотов в минуту.

Приводимая методика основана на взвешивании исследуемого образца до и после каждого цикла погружения его в коррозионную среду. Увеличение в весе образца в определенных условиях пребывания (времени, температуре и т. п.) в коррозионной среде и дает

меру устойчивости против коррозии на поверхности образца в данной среде.

Образцы изготавливаются в виде цилиндров диаметром 6 мм и высотой 40 мм, с внутренним центральным отверстием диаметром 3 мм.

Сравнительные испытания покрытий на коррозионную стойкость проводили двумя методами: весовым и потенциостатическим (методом снятия поляризационных кривых). В связи с тем, что широкая номенклатура деталей из высоколегированных сталей, упрочненных способами ХТО, используется в нефтяных и газовых скважинах, испытания на коррозионную стойкость проводили в условиях, моделирующих пластовую жидкость. Коррозионную стойкость весовым методом проверяли на установке, представленной на рис. 26, в которой вращательный барабан заменен на «пульпокамеру». В неё загружаются образцы вместе с пульпой, состоящей из пластовой жидкости (смесь нефти, попутной воды и нефтяного газа). Водородный показатель попутной воды – рН 6,0–8,5. Максимальная концентрация сероводорода – 0,0001 % (0,01 г/л). Максимальная массовая концентрация твердых частиц – 0,01 % (0,1 г/л), микротвердость частиц – не более 5 баллов по Моосу.

Анализ промышленных условий показал, что очень часто параметры, характеризующие пластовые флюиды, в несколько раз превышают указанные технологические условия. Например, из скважин часто выносятся кварцевый песок с твердостью 7 баллов ( $HV = 1000\text{--}1100$  кгс/мм), имеющий угловатую и оскольчатую форму.

Помещённые в «пульпокамеру» образцы всё время передвигаются в среде веществ, входящих в состав пульпы. Приводимая методика основана на взвешивании исследуемого образца до и после каждого цикла погружения его в коррозионную среду. Потеря в весе образца в определенных условиях пребывания в коррозионной среде (времени, температуре и т. п.) и дает меру устойчивости поверхности образца против коррозии в данной среде.

Наряду с весовым методом, для сравнительной характеристики коррозионных свойств исследуемых покрытий использовался потенциостатический метод, который является

разновидностью электрохимического метода определения коррозионной стойкости. Исследования проводили на потенциостате П-5827М в двухэлектродной ячейке. Электродом сравнения служил хлорсеребряный электрод, рабочим электродом – испытуемый образец. В качестве агрессивной среды использовался стандартный электролит для коррозионно-электрохимических исследований – 3 % раствор NaCl. Критерием коррозионной стойкости служили соответствующие значения стандартного потенциала, полученные из зависимости «потенциал – время». Стойкость к питтинговой коррозии определяли по зависимости «ток – потенциал». Потенциал, при котором начинался резкий подъем значений тока, принимался за потенциал питтинго-образования.

### Выводы

1. Для исследований в направлении разработки эффективных упрочняющих технологий возникает задача создания новых технологических методик и приборов для изучения строения диффузионных покрытий после ХТО, что позволяет изучить последовательность выделения фаз в диффузионном слое и выработать способы регулирования фазового состава.
2. Разработка комплекса методов исследования базируется на принципе взаимосвязи структурных и фазовых превращений с изменением физических и механических свойств. Например, изменение прочностных или эксплуатационных характеристик сплавов, в зависимости от их фазового состояния, является предпосылкой использования подобных методов для разработки способов регулирования строения упрочненных слоев при ХТО.
3. В комплекс предлагаемых методов исследования структуры металлов и поверхностных слоев входят как стандартные методы анализа (металлографический анализ микроструктуры, электронная микроскопия, рентгеноструктурный и фазовый анализ, микро-рентгеноспектральный анализ), так и новые или усовершенствованные методы. При разработке новых методов руководствовались следующими принципами: максимальная автоматизация процесса исследований, использование современных компьютерных технологий и средств мультимедиа, возможность получения расширенной информации о структуре, повышение наглядности, экспресс-анализ.
4. Для усовершенствования количественного металлографического исследования структуры разработано устройство компьютерного анализа изображений с соответствующим программным обеспечением ImageExpert Pro 3, основанное на определении и подсчете элементов структуры по цвету и интенсивности их изображения на цифровой фотографии. Метод позволяет в автоматизированном режиме определять геометрические параметры структурных и фазовых составляющих (размерные характеристики, объемную долю), параметры поверхностных слоев, особенности расположения и количественное соотношение фаз, проводить соответствующую статистическую обработку.
5. Принцип электрографии использован при разработке экспресс-метода исследования особенностей упрочненных слоев металлических материалов. В электрографическом методе интерпретируется компьютерное изображение специфического свечения металлической поверхности, которое возникает в результате воздействия на эти объекты электромагнитного поля высокого напряжения. Каждый из элементов структуры обладает индивидуальным спектром излучения, поэтому путем компьютерной обработки цветной фотографии свечения можно проводить структурный и фазовый анализ.
6. Разработанный комплекс методов включает методы испытаний основных характеристик упрочнения, и, прежде всего, параметров твердости нанотвердости покрытий.

Исследовательский комплекс дополнен новыми методами испытаний поверхности на износ. Сконструированный экспериментальный стенд для сравнительных трибологических испытаний с компьютерной системой позволяет вести непрерывную регистрацию линейного износа неподвижного и вращающегося образцов, коэффициентов трения, а также контроль температуры в зоне контакта. Разработанное устройство для проведения испытаний на износ в коррозионно-активной среде позволяет дополнительно определять устойчивость поверхности образца против коррозии.

## Литература

1. Разработка комплекса методов исследования структуры и свойств упрочненных материалов и поверхностных слоев / В.А. Александров, Л.Г. Петрова, Т.П. Лохова, Л.П. Шестопалова // Упрочняющие технологии и покрытия. – 2007. – №4. – С. 44–56.
2. Александров В.А. Современные методы пробоподготовки для изучения структуры металлов / В.А. Александров, Т.П. Лохова // Теория и практика разработки современных упрочняющих технологий. – М.: МАДИ (ГТУ), 2006. – С. 148–158.
3. Перспективные регулируемые технологии поверхностного упрочнения / Л.Г. Петрова, В.А. Александров, Д.М. Зюзин, Ю.Г. Фомина и др. // Достижения МАДИ (ГТУ)–75, Каталог выставки. – М.: МАДИ (ГТУ). – С. 46–47.
4. Петрова Л.Г. Новые методы исследования материалов / Л.Г. Петрова, В.А. Александров, Ю.Г. Фомина // Достижения МАДИ (ГТУ)–75, Каталог выставки. – М.: МАДИ. – С. 44–45.
5. Александров В.А. Сокращение длительности процесса азотирования коррозионно-стойких сталей / В.А. Александров, А.В. Грачев, С.И. Барабанов // МиТОМ. – №7. – 2011. – С. 37–39.

Рецензент: И.П. Гладкий, профессор, к.т.н., ХНАДУ,

Статья поступила в редакцию 16 мая 2011 г.

---