

Mgr inż. Szymon GŁOWACKI, mgr inż. Walerian MAJCHRZAK
Instytut Obróbki Plastycznej, Poznań

Obróbka cieplno-chemiczna stali odpornej na korozję w piecu próżniowym RVFOQ-224

Thermochemical treatment of corrosion resistant steel in an RVFOQ-224 vacuum furnace

Streszczenie

Opisano zmodernizowany piec próżniowy RVFOQ-224 przystosowany do procesu nawęglania próżniowego. Po scharakteryzowaniu procesu podano sposób przygotowania próbek ze stali odpornej na korozję (nierdzewnej) o symbolu 1.2316 (wg normy DIN jako X36CrMo17) do obróbki cieplno-chemicznej oraz przebieg tej obróbki. Podano wyniki badania efektu nawęglania próżniowego, hartowania i wymrażania badanej stali. Badano strukturę, grubość warstwy nawęglonej oraz rozkład twardości. Sformułowano wnioski z przeprowadzonych badań.

Abstract

The paper describes a modernized RVFOQ-224 vacuum furnace adapted to the process of vacuum carburizing. The description of the process is followed by the way of preparation of 1.2316 (X36CrMo17 acc. to DIN) corrosion resistant steel samples for thermochemical treatment and a description of the treatment itself. The results of vacuum carburizing, hardening and sub-zero treatment of the steel under investigation have been stated. The parameters examined were: the structure, thickness of the carburized layer and hardness distribution. Conclusions from the investigation have been formulated.

Słowa kluczowe: stal odporna na korozję, obróbka cieplno-chemiczna, piec próżniowy, nawęglanie próżniowe

Key words: corrosion resistant steel, thermochemical treatment, vacuum furnace, vacuum carburizing

1. WSTĘP

Trwałość części maszyn i narzędzi zależy w dużym stopniu od własności ich powierzchni. Na ogół korzystne jest, gdy powierzchnia ta jest twarda i odporna na ścieranie. Wymaganą twardość uzyskuje się przez obróbkę cieplną i cieplno-chemiczną.

W Instytucie Obróbki Plastycznej wykonuje się badania i optymalizację procesów obróbki cieplnej i cieplno-chemicznej stali konstrukcyjnych i narzędziowych oraz narzędzi do obróbki plastycznej na zimno i na gorąco (matryce, stemple), a także stali szybkotnących i specjalnego przeznaczenia.

2. STANOWISKO DO OBRÓBKIE CIEPLNEJ I CIEPLNO-CHEMICZNEJ

W hartowni Instytutu konwencjonalną obróbkę cieplną wykonuje się w zmodernizowanym piecu próżniowym RVFOQ-224 (rys.1). Jest to piec dwukomorowy z poziomym załadunkiem wsadu o masie do 150 kg (brutto), umożliwiającą nagrzewanie do temperatury nominalnej 1300°C w próżni (max. 10⁻³ hPa), z chłodzeniem wsadu w oleju hartowniczym lub w gazie obojętnym (azocie). Aby zwiększyć możliwości eksploatacyjne pieca i przeprowadzać obróbkę cieplno-chemiczną piec przystosowano do procesu nawęglania próżniowego. W tym celu wykonano specjalną instalację zasilania pieca gazem nawęglającym przyjmując, że źródłem węgla będzie acetylen o wysokiej czystości dostarczany w butlach przez firmę Linde. Instalacja składa się z:

- butli acetyleny,
- reduktora ciśnienia RBA-1.5,
- przewodu elastycznego,
- kurka z króćcem,
- złącza zaciskowego,
- rury wylotowej z kołnierzem na obudowie pompy próżniowej.

Tak zaprojektowany system wprowadzania gazowego acetyleny do komory grzewczej pieca próżniowego zapewnia korzystny rozkład rozprzestrzeniania się czynnika nawęglającego w komorze [1].



Rys. 1. Stanowisko do obróbki cieplnej w piecu próżniowym RVFOQ-224

Fig. 1. RVFOQ-224 vacuum furnace heat treatment stand

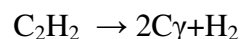
3. BADANIA PROCESU NAWĘGLANIA PRÓŻNIOWEGO W PIECU RVFOQ-224

3.1. Charakterystyka procesu nawęglania próżniowego

Nawęglanie próżniowe ze względu na zalety techniczne i ekonomiczne znajduje coraz szersze zastosowanie w przemyśle samochodowym, lotniczym, maszynowym. Proces nawęglania próżniowego różni się jednak od tradycyjnego nawęglania gazowego. Proces nawęglania próżniowego wykonuje się w specjalnych piecach próżniowych, a dla określenia parametrów procesu nie można stosować metod jak dla nawęglania gazowego w atmosferze endotermicznej. Dlatego aby uzyskać żadaną grubość i skład warstwy nawęglonej przeprowadza się prace badawcze na podsta-

wie których, określa się proces technologiczny nawęglania próżniowego określonej stali w danym piecu próżniowym [2].

Nawęglanie próżniowe wyróżnia się wysokim współczynnikiem przenoszenia węgla z czynnika nawęglającego do powierzchni nawęglanej. Atomy węgla są uwalniane w wyniku katalicznego oddziaływania pomiędzy gazem nawęglającym a powierzchnią nawęglaną. Jako czynnik nawęglający stosuje się gazy: propan (C_3H_8), etylen (C_2H_4), acetylen (C_2H_2) lub mieszaniny tych gazów węglonośnych z wodorem. W przypadku stosowania acetyleny dysocjacja przebiega na powierzchni stali w wyniku katalicznej reakcji:



Wysoki współczynnik przenoszenia węgla na granicy faz powoduje szybkie wnikanie węgla do powierzchni nawęglanej stali. W początkowej fazie procesu nawęglania w temperaturze $950^\circ C$ strumień węgla skierowanego do powierzchni wsadu wynosi nawet $250 g/m^2 h$ [3]. To sprawia, że w bardzo krótkim czasie wytwarza się przypowierzchniowa warstwa nawęglana. Przy wymaganych grubszych warstwach nawęglanych na czas procesu w większym stopniu wpływa współczynnik dyfuzji.

Współczynnik dyfuzji węgla w austenicie zależy od temperatury procesu, stężenia węgla i dodatków stopowych w stali. Tradycyjne nawęglanie przeprowadza się zwykle w zakresie temperatur $900 \div 930^\circ C$ natomiast proces nawęglania próżniowego można prowadzić nawet w temperaturze do $1050^\circ C$, co powoduje znaczny wzrost współczynnika dyfuzji. Typowe stopy do nawęglania wyróżniają się małym stężeniem węgla, które nie przekracza $0,2\%$ i dodatki chromu w ilości $1 \div 2\%$. Natomiast w stalach odpornych na korozję zawartość chromu wynosi $11 \div 18\%$. Duża zawartość składników stopowych utrudnia proces dyfuzji. Utwardzanie warstwy wierzchniej stali nierdzewnych jest również trudne. Najczęściej stosuje się w tym celu azotowanie, które jednak powoduje obniżenie odporności korozyjnej. Powodem tego są tworzące się podczas azotowania węglikoazotki chromu obniżające zawartość chromu w osnowie.

Tradycyjne nawęglanie gazowe w atmosferze endotermicznej lub powstałej z rozkładu

związków organicznych powoduje utlenianie warstwy wierzchniej stali o dużej zawartości chromu (a takie zawierają stale nierdzewne i kwasoodporne) uniemożliwiając dyfuzję węgla do powierzchni i osnowy. Tęgo niekorzystnego zjawiska unika się przy nawęglaniu próżniowym [4, 5].

3.2. Przygotowanie stali do obróbki w piecu próżniowym

W Instytucie przeprowadzono próby obróbki cieplno-chemicznej między innymi stali odpornej na korozję (nierdzewnej) o symbolu występującej w normie niemieckiej DIN jako X36CrMo17. Jest to stal nierdzewna, zbliżona składem chemicznym do polskiej stali 3H17M wg PN-71/H-86020 – Stal odporna na korozję (nierdzewna i kwasoodporne). Według aktualnej normy PN-EN10088-1 jest to odporna na korozję stal martenzytyczna o znaku X39CrMo17-1 numer 1.4122 [6]. Skład chemiczny badanej stali i porównanie z normami podano w tablicy 1.

Cechą tej stali, jak również wszystkich stali wysokostopowych o wysokiej zawartości chromu jest duża pasmowość struktury w wyrobach hutniczych. Taką pasmowość zaobserwowano w płaskowniku o wymiarach przekroju 200x20 mm, z którego wykonano próbki.

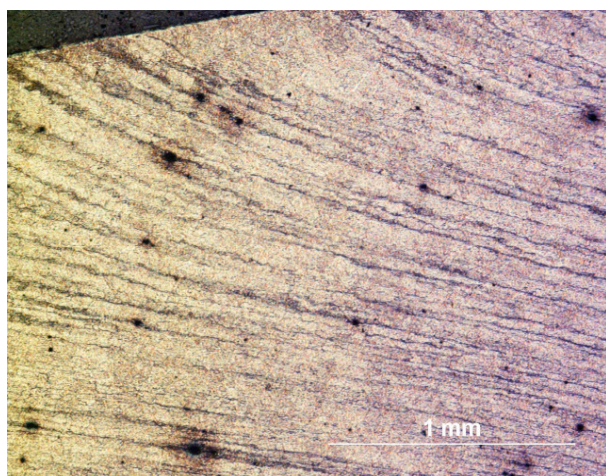
Na rys. 2 i 3, przy różnych powiększeniach, widać wyraźnie tę pasmowość struktury. Aby usunąć niejednorodność struktury płaskownik poddano następującej obróbce:

- wyżarzanie ujednorodniające w temperaturze 1160°C przez 4h,
- wyżarzanie normalizujące w temperaturze 920°C przez 1h,
- kucie z temperatury ~1000°C aby zmniejszyć grubość o 50%,
- wyżarzanie normalizujące w temperaturze 920°C przez 1 h,
- wyżarzanie zmiękczające w temperaturze 750°C przez 3 h.

Tablica 1. Skład chemiczny badanej stali odpornej na korozję 1.2316

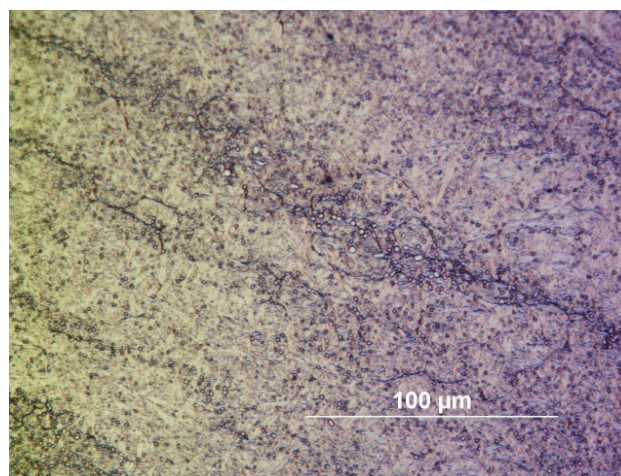
Table 1. Chemical composition of the corrosion resistant 1.2316 steel under investigation

Oznaczenie stali		Skład chemiczny, %								Uwaga
numer	znak	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni	
1.2316	X36CrMo17	0,32	0,28	0,83	0,02	0,004	15,1	1,22	0,44	wg analizy
		0,33÷ 0,43	max 1,0	max 1,0	max 0,03	max 0,03	max 0,03	15÷17	1÷1,3	max 1,0
1.4122	X39CrMo17-1	0,33÷ 0,45	max 1,0	max 1,5	max 0,04	< 0,015	15,5÷ 17,5	0,8÷ 1,3	< 1,0	wg PN-EN 10088-1



Rys. 2. Pasmowość struktury stali 1.2316 (skala makro)

Fig. 2. Banding of the 1.2316 steel structure (macro scale)



Rys. 3. Pasmowość struktury stali 1.2316 (skala mikro)

Fig. 3. Banding of the 1.2316 steel structure (micro scale)

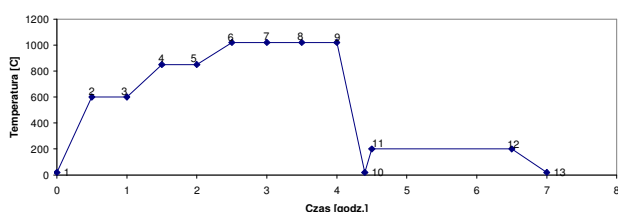
Z tak obrobionego materiału wstępnego wykonano próbki o wymiarach 40x20x4 mm. Do prób nawęglania w piecu próżniowym RV-FOQ-224 użyto też próbek wykonanych bezpośrednio z płaskownika, w stanie dostarczonym z huty (bez usunięcia pasmowości).

3.3. Próby nawęglania i hartowania

Próbki z badanej stali nierdzewnej umieszczono na tacce siatkowej i wprowadzono do przedsionka pieca próżniowego, z którego automatycznie mechanizm załadowniczy wprowadził próbki do komory grzewczej pieca RFVOQ.

Przebieg cyklu nawęglania był realizowany według programu przedstawionego schematycznie na rys. 4. Fazy procesu nawęglania wsadu według tego programu były następujące:

- 1-2 nagrzewanie do temperatury 600°C,
- 2-3 wygrzewanie przez 30 min,
- 3-4 nagrzewanie do temperatury 850°C,
- 4-5 wygrzewanie przez 30 min,
- 5-6 nagrzewanie do temperatury nawęglania 1020°C,
- 6-7 wygrzewanie w temperaturze 1020°C przez 30 min dla wyrównania temperatury całego wsadu,
- 7-8 nasycanie wsadu węglem przez cykliczne dozowanie acetyleny do komory grzewczej,
- 8-9 wygrzewanie w temperaturze 1020°C przez 20 min,
- 9-10 hartowanie wsadu w gazie,
- 10-11 nagrzewanie do temperatury odpuszczenia 200°C,
- 11-12 wygrzewanie przez 120 min,
- 12-13 studzenie do temperatury otoczenia.



Rys. 4. Schemat obróbki cieplno-chemicznej stali 1.2316 w piecu próżniowym RVFOQ-224 bez wymrażania

Fig.4. A diagram of thermochemical treatment of 1.2316 steel in the RVFOQ-224 vacuum furnace with sub-zero treatment

Proces nawęglania podzielony jest na fazy: aktywną i wyżarzania dyfuzyjnego. Podczas fazy aktywnej podaje się cyklicznie do komory grzewczej acetylen. Wysokość próżni wynosi wtedy 10-100 hPa. Stężenie węgla w warstwie przypowierzchniowej szybko rośnie. Nasycanie węglem składało się z czterech dozowań trwających odpowiednio: 5, 4, 3, 2 minuty podczas których dodawano impulsowo acetylen. Między tymi dozowaniami następowały 5 minutowe przerwy w dodawaniu acetyleny. Po fazie aktywnego nawęglania następuje wyżarzanie dyfuzyjne, które polega na wypompowaniu z komory acetyleny i wygrzaniu wsadu w próżni. Wtedy następuje wyrównanie stężenia węgla w warstwie zapobiegając powstawaniu zbyt dużej ilości węglików.

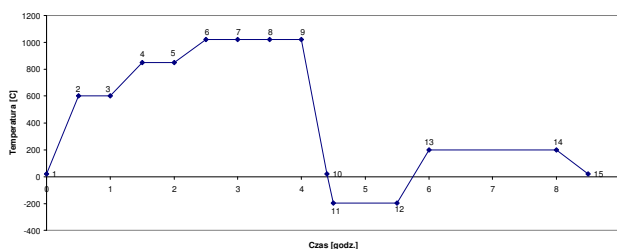
Proces nawęglania połączono z hartowaniem w gazie (azocie) bezpośrednio po zakończeniu wygrzewania w temperaturze 1020°C. Badana stal nierdzewna ze względu na dużą zawartość dodatków stopowych ma wysoką hartowność i można było ją zahartować w gazie, pod stosunkowo niskim ciśnieniem, z szybkością chłodzenia uzyskiwaną w piecu RFVOQ. Należy zaznaczyć, że szybkość chłodzenia zależy też od wielkości komory pieca, masy wsadu i jego rozmieszczenia w koszu. Zaletą niezbyt gwałtownego chłodzenia jest zmniejszenie skłonności obrabianych części do odkształceń hartowniczych. Operacja hartowania odbywała się w komorze przedsionka, bez konieczności chłodzenia komory grzewczej, co jest zaletą pieca dwukomorowego.

3.4. Badania procesu nawęglania z hartowaniem i obróbką podzerową

Przebieg procesu nawęglania połączony z hartowaniem i obróbką podzerową przedstawia schemat na rys. 5. Po wykonaniu hartowania 9-10 (rys. 4) przeprowadzono dalsze następujące fazy operacji obróbki cieplnej:

- 10-11 chłodzenie w ciekłym azocie (ok. 180°C),
- 11-12 wymrażanie przez 60 min,
- 12-13 nagrzewanie do temperatury odpuszczenia 200°C,
- 13-14 wygrzewanie przez 120 min,
- 14-15 chłodzenie do temperatury otoczenia.

Taki proces przeprowadzono, aby określić jak dodatkowa obróbka podzerowa wpływa na zmianę twardości części już obrabianej cieplno-chemicznie.



Rys. 5. Schemat obróbki cieplno-chemicznej stali 1.2316 w piecu próżniowym RVFOQ-224 z wymrażaniem

Fig. 5. A diagram of thermochemical treatment of 1.2316 steel in the RVFOQ-224 vacuum furnace without sub-zero treatment

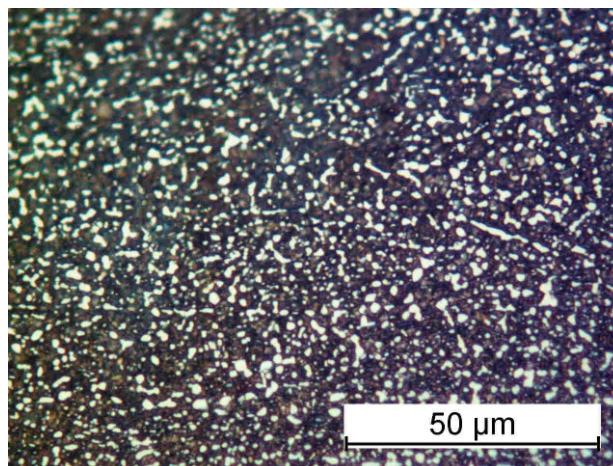
4. WYNIKI BADAŃ

Nawęglając badaną stal, z której ze struktury usunięto różnice w zawartości składników stopowych, uzyskano warstwy z wydzieleniami drobnych węglików, równomiernie rozłożonych w osnowie (rys. 6). Ziarno jest drobne w warstwie i w rdzeniu (rys. 7). Warstwa nawęglona po usunięciu pasmowości pokazana jest na rys. 8. Nawęglanie próbek wykonanych ze stali bez usunięcia pasmowości spowodowało różnice w intensywności nawęglania co widoczne jest na rys.9.

Wyniki badania rozkładu twardości metodą Vickersa przy obciążeniu 2,94 N (HV0,3) [7] mierzonej od obwodu próbki w kierunku jej rdzenia (wartości średnie) podano w tablicy 2 i przedstawiono na wykresie (rys.10).

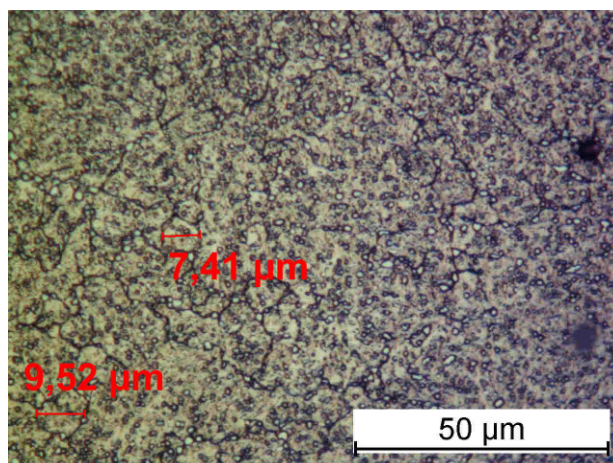
Jak wynika z pomiarów mikrotwardości grubość powstałej warstwy nawęglonej wynosi około 0,5 mm a jej twardość 707 do 660 HV0,3 co odpowiada 61 do 58 HRC. Twardość rdzenia ma wartość około 600 HV0,3 (55HRC). Wszystkie te wyniki uzyskano z procesu nawęglania, hartowania i wyżarzania odpuszczającego (odpuszczanie niskie) po obróbce podzerowej.

Po nawęglaniu i hartowaniu (bez odpuszczania) twardość wynosiła ok. 61HRC (punkt 10 na rys.4), a po dodatkowym wymrażaniu ok.63HRC (punkt 12 na rys. 5).



Rys. 6. Rozkład i wielkość węglików w warstwie nawęglonej stali 1.2316

Fig. 6. Carbide distribution and size in the carburized layer of the 1.2316 steel



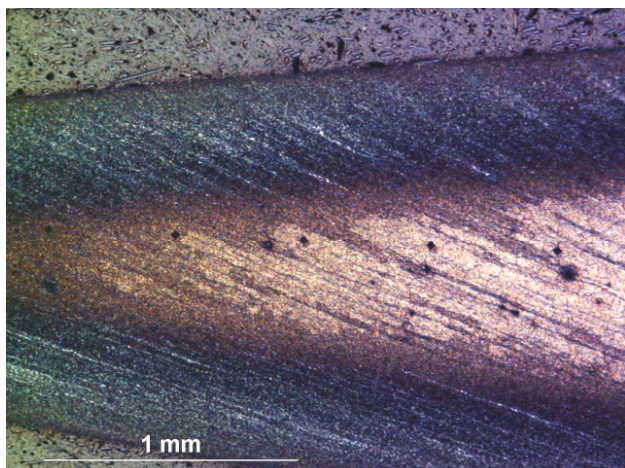
Rys. 7. Wielkość ziarna w rdzeniu nawęglonej stali 1.2316

Fig. 7. Grain size in the core of carburized 1.2316 steel



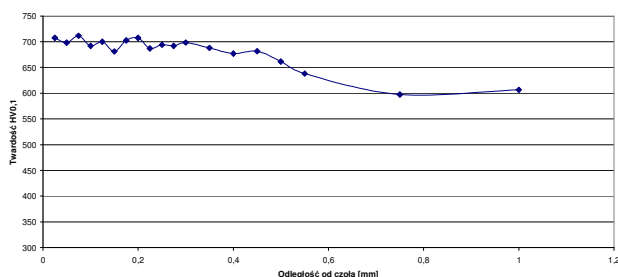
Rys. 8. Warstwa nawęglona po usunięciu pasmowości struktury

Fig. 8. Carburized layer with the structure banding removed



Rys. 9. Różnice w warstwie nawęglonej powstałe ze względu na pasmowość struktury

Fig. 9. Differences in the carburized layer arisen due to the structure banding



Rys. 10. Rozkład twardości nawęglonej stali 1.2316 po hartowaniu i wymrażaniu wg tablicy 2

Fig. 10. Hardness distribution of the carburized 1.2316 steel after hardening and sub-zero treatment acc. to table 2

5. PODSUMOWANIE [8]

1. Doświadczalnie stwierdzono, że w zmodernizowanym piecu próżniowym RVFOQ-224, po przystosowaniu, można przeprowadzić proces nawęglania.
2. W przystosowanym piecu próżniowym nawęglano stal odporną na korozję o numerze 1.2316 stosując jako gaz nawęglający acetylen.
3. W temperaturze nawęglania 1020°C po dozowaniu cyklicznym acetyleny przez 14 min (łącznie czas nasycania ok. 30 min) i wygrzewania dyfuzyjnego przez 30 min powstała warstwa nawęglona o grubości około 0,5 mm.
4. Po zahartowaniu w gazie (azot) twardość warstwy nawęglonej sięgała 61HRC, a po dodatkowym wymrażaniu w ciekłym azocie 63HRC. Twardość osnowy: 55HRC.

5. Pasmowość struktury w wyrobach hutniczych z badanej stali powoduje różnice również w strukturze warstwy nawęglonej.

Tablica 2. Rozkład twardości warstwy nawęglonej stali odpornej na korozję 1.2316

Table 2. Hardness distribution of the carburized layer of the 1.2316 corrosion resistant steel

Rozkład twardości nawęglanej stali 1.2316 po hartowaniu, wymrażaniu i odpuszczaniu wg schematu z rys. 4			
Odległość od czoła próbki [mm]	Twardość HV0,3		
	Pomiar nr 1	Pomiar nr 2	Wartość średnia
0,075	738	685	711,5
0,100	715	669	692
0,125	706	694	700
0,150	677	685	681
0,175	694	711	702,5
0,200	738	677	707,5
0,225	689	685	687
0,250	715	673	694
0,275	711	673	692
0,300	724	673	698,5
0,350	692	684	688
0,400	681	673	677
0,450	698	665	681,5
0,500	681	642	661,5
0,550	642	634	638
0,750	572	623	597,5
1,00	614	599	606,5

Pracę zrealizowano w ramach działalności statutowej finansowanej przez Ministerstwo Nauki i Szkolnictwa Wyższego: **BC 901 22 000** – Badanie technologii nawęglania próżniowego stali nierdzewnej.

6. LITERATURA

- [1] J. Olejnik: Primenenie vakuumnyh pečej v termičeskoj obrabotke. Zastosowanie pieców próżniowych w obróbce cieplnej. Metallov. i Term. Obrab. Metallov 2004, nr 12, s. 36-40.
- [2] R. Gorockiewicz, A. Adamek, M. Korecki: Nawęglanie próżniowe stali specjalnych i wysokostopowych. Przegląd Mechaniczny 2007, nr 6 s.13.
- [3] J. Olejnik: Ekonomiczne aspekty nawęglania próżniowego. Materiały seminarium. Nowoczesne trendy w obróbce cieplnej. Łągow 2005.
- [4] N.M. Ryžov (i in.). Osobennosti vakuumnoj cementacii tepllostojkoj stali v acetilene. Osobliwosci nawęglania próżniowego stali żaroodpornej w acetylenie. Metallov. i Term. Obrab. Metallov 2004 nr 6 s. 10-15.

-
- [5] N.M. Ryžov, A.E. Smirnov, R.S. Fahurtdinow: Upravlenie nasyžennost'ŭ uglerodom diffuzionno-go sloâ pri vakuumnoj cementacii teplostojkih stalej. Sterowanie nasycania węglem warstwy dyfuzyjnej przy nawęglaniu próżniowym stali żaroodpornych. *Metallov. i Term. Obrab. Metallov* 2004 nr 8 s. 22-27.
- [6] Polska Norma PN-EN 10088-1. Stale odporne na korozję. Gatunki
- [7] Polska Norma PN-EN ISO 2639 Stale – Określenie i sprawdzenie grubości warstw nawęglonych i zahartowanych.
- [8] Praca nr BC 901 22 000 - Badanie technologii nawęglania próżniowego stali nierdzewnej. INOP 2007.