Fryderyk Staub, Tadeusz Świerz

Pomiar głębokości nawęglania stali

Przeprowadzono badania porównawcze celem dobrania najodpowiedniejszej metody pomiaru grubości warstwy nawęglonej stali. Metoda analizy chemicznej jest żmudna i pracochłonna, metoda przełomu technologicznego mało dokładna, najodpowiedniejszymi zaś okazują się metody mikrotwardości i mikrostruktury, dające wyniki na ogół równorzędne. Metodę mikrotwardości stosuje się do badania elementów gotowych, natomiast mikrostruktury tam, gdzie wymagane jest normalizowanie jako wstępna obróbka cieplna. Równorzędność obu ostatnio wymienionych metod zapewnia alternatywne stosowanie jednej z nich w zależności od posiadanego urządzenia.

1. Cel badania

Powojenny szybki wzrost produkcji przemysłu hutniczego i metalowego pociągnął za sobą konieczność stosowania w szerszej mierze norm technicznych. Wyłoniła się potrzeba opracowania normy technicznej dla określenia grubości warstwy nawęglanej w elementach stalowych. W związku z tym Katedra Metaloznawstwa Politechniki Śląskiej oraz Huta „Batory" przeprowadziły odpowiednie badania. Wyniki tych badań posłużyły za podstawę do opracowania normy resortowej — hutniczej RN H-603 „Pomiar głębokości warstwy nawęglonej stali" (projekt 1952 r.).

2. Współczesne poglądy na nawęglanie stali

Nawęglanie polega na wzbogacaniu w węgiel za pomocą dyfuzji warstw powierzchniowych przedmiotów ze stali niskowęglowej. Celem nawęglania jest uzyskanie twardej i odpornej na ścieranie warstwy powierzchniowej przy zachowaniu ciągliwego rdzenia. Własności te uzyskuje się przez dodatkowe hartowanie i odpuszczenie.

Rozróżnia się nawęglanie w proszkach, gazach i stopionych solach.

Proces nawęglania przeprowadza się powyżej temperatury A_{c3}. Składa się on z dwu stadiów: adsorpcji i dyfuzji.

Węgiel *in statu nascendi* powstający przez rozszczepienie drobin CO i CH_4, w myśl reakcji nawęglania:

$$2\,CO \rightleftarrows CO_2 + C \qquad (1)$$

$$CH_4 \rightleftarrows 2\,H_2 + C \qquad (2)$$

wydziela się na powierzchni stali.

Powierzchnia adsorbuje ten węgiel, po czym dyfunduje on w głąb. Ilość wydzielonego z reakcji węgla powinna uzupełniać jego ubytek na skutek dyfuzji.

Dyfuzję określa ilościowo prawo Ficka [6]:

$$\frac{dm}{dt} = -D \cdot F \cdot \frac{dc}{dx}, \tag{3}$$

gdzie

dm — ilość ciała dyfundującego przez przekrój F w ciągu czasu dt,
D — współczynnik dyfuzji zależny od temperatury,
$\frac{dc}{dx}$ — spadek koncentracji ciała dyfundującego dc na długości dx.

Znak minus oznacza, że dyfuzja odbywa się w kierunku spadku koncentracji.

Głębokość dyfuzji określa równanie [6]:

$$x^2 = C \cdot t, \tag{4}$$

gdzie

C — stała zależna od współczynnika dyfuzji,
t — czas.

Głębokość warstwy wzrasta z czasem według paraboli, a więc tym powolniej, im dłuższy jest czas.

Dla szybszego przebiegu dyfuzji węgla stal musi mieć strukturę austenityczną, gdyż austenit może rozpuszczać duże ilości węgla. Stąd wynika konieczność nawęglania powyżej A_{c3} [6].

Dla umożliwienia procesu dyfuzji konieczna jest różnica w koncentracji węgla i po zakończeniu procesu warstwa nawęglona posiada zawartość węgla obniżającą się stopniowo od powierzchni ku rdzeniowi.

Jeśli przyjmujemy stan wyżarzony jako porównawczy, wówczas w warstwie nawęglonej stali mogą występować trzy następujące strefy:

nadeutektoidalna (perlit i cementyt wtórny jako siatka wokół ziarn perlitu),
eutektoidalna (perlit),
podeutektoidalna (perlit i ferryt).

W niektórych gatunkach stali stopowej w strefie nadeutektoidalnej występują węgliki złożone pod postacią kulek.

Spadek zawartości węgla w warstwie nawęglonej winien być stopniowy, bez nagłych zmian, w przeciwnym razie może wystąpić łuszczenie się warstwy nawęglonej.

Celem uzyskania najkorzystniejszych własności stali po nawęgleniu przeprowadza się dalszą obróbkę cieplną dwojakiego rodzaju:

a) ulepszanie cieplne rdzenia,
b) hartowanie z niskim odpuszczaniem dla warstwy skrajnej.

W obu przypadkach struktura rdzenia zawiera ferryt oraz małe ilości sorbitu, w warstwie skrajnej zaś znajduje się martenzyt ewentualnie z kuleczkami cementytu wtórnego.

W warstwie skrajnej stali stopowej zaobserwować można także austenit szczątkowy.

Niektóre gatunki stali wykazują po nawęglaniu w strefie nadeutektoidalnej strukturę anormalną [1], w której obok perlitu występuje również w postaci skupień swobodny ferryt oraz cementyt. Anormalność spotyka się często w gatunkach stali drobnoziarnistej, w gatunkach uspokojonych aluminium. Stal anormalna wymaga przed hartowaniem dłuższego wygrzania, celem ujednorodnienia austenitu, a następnie szybszego oziębiania.

3. Przeprowadzenie badań i ich wyniki

Pomiar głębokości nawęglania stali przeprowadzono na próbkach ze stali węglowej i niskostopowej. Nawęglania dokonywano w ośrodku stałym przy temperaturze 900°C; czas nawęglania zmienny.

Jako próbki stali do nawęglania zastosowano:

a) stal konstrukcyjną do nawęglania, węglową, znak 0016, cecha hutnicza C 16, wg PN/H-84020, w postaci prętów kutych, ⌀ 25 mm, w stanie surowym, o następującym składzie chemicznym:

0,18%C, 0,46%Mn, 0,34%Si, 0,020%P, 0,026%S, 0,17%Cu, 0,03%Cr, 0,08%Ni.

b) stal chromowo-niklową do nawęglania, znak 12.3,15, cecha hutnicza CP 3, wg PN/H-84029, w postaci prętów kutych, ⌀ 25 mm, w stanie zmiękczonym przy temperaturze 640°C w czasie około 3 godzin, o następującym składzie chemicznym.:

0,11%C, 0,47%Mn, 0,10%Si, 0,016%P, 0,014%S, 0,89%Cr, 3,88%Ni.

Środek nawęglający pochodził z Wytwórni Chemicznej „Steinhof" (znak fabryczny C-3).

Do nawęglania użyto próbek ⌀ 20 mm, długości 80 mm, wytoczonych z prętów. Próbki ze stali węglowej oznaczono C 16, ze stali chromowo-niklowej zaś CP 3.

Nawęglanie przeprowadzano w piecu gazowym jako nawęglanie próbne oraz w piecu elektrycznym oporowym.

Po nawęglaniu stosowano wyżarzanie zmiękczające przy temperaturze ok. 700°C w ciągu 3 godzin, z następnym powolnym chłodzeniem, celem rozbicia ewentualnie powstałej siatki cementytu, co nie zawsze się udawało.

Badanie mikroskopowe próbek po nawęglaniu próbnym wykazało strukturę nadeutektoidalną stali przy brzegu próbek (zawartość węgla wynosiła C – 1,13%).

Celem zmniejszenia intensywności nawęglania stosowano do następnych prób mieszaninę proszku świeżego z już używanym w ilościach po 50%.

Zestawienie próbek oraz warunków obróbki cieplnej podają tablice 1 i 2.

Tablica 1

Zestawienie próbek i warunków obróbki cieplnej w piecu gazowym

Oznaczenie próbki	Nawęglanie		Hartowanie I			Hartowanie II		
	temp. °C	ilość godz.	temp. °C	czas wygrzewania min.	ośrodek chłodzący	temp. °C	czas wygrzewania min.	ośrodek chłodzący
C 16 – 1	900	4	—	—	—	—	—	—
C 16 – 2	900	4	780	15	woda	—	—	—
C 16 – 3	900	4	860	15	woda	780	15	woda
CP 3 – 1	900	4	—	—	—	—	—	—
CP 3 – 2	900	4	780	15	olej	—	—	—
CP 3 – 3	900	4	860	15	olej	780	15	olej

Tablica 2

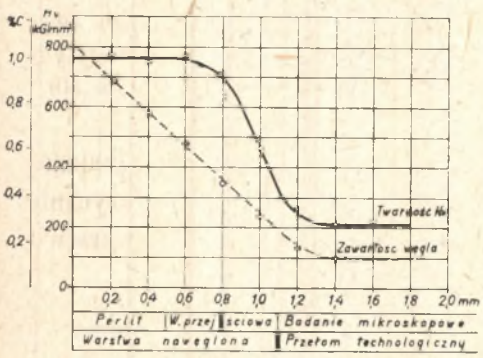
Zestawienie próbek i warunków obróbki cieplnej w piecu elektrycznym oporowym

Oznaczenie próbki	Nawęglanie		Hartowanie		
	temp. °C	ilość godz.	temp. °C	czas wygrzewania min.	ośrodek chłodzący
C 16 – 5	900	1	—	—	—
C 16 – 6	900	1	780	15	woda
C 16 – 7	900	3	—	—	—
C 16 – 8	900	3	780	15	woda
C 16 – 9	900	6	—	—	—
C 16 – 10	900	6	780	15	woda
C 16 – 11	900	8	—	—	—
C 16 – 12	900	8	780	15	woda
CP 3 – 5	900	1	—	—	—
CP 3 – 6	900	1	820	15	olej
CP 3 – 7	900	3	—	—	—
CP 3 – 8	900	3	820	15	olej
CP 3 – 9	900	6	—	—	—
CP 3 – 10	900	6	820	15	olej
CP 3 – 11	900	8	—	—	—
CP 3 – 12	900	8	820	15	olej

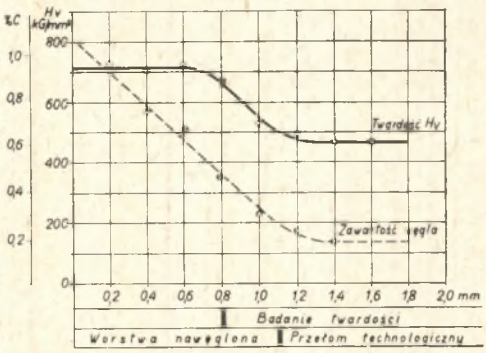
Pomiar grubości warstwy nawęglonej przeprowadzono przy zastosowaniu: a) badania twardości, b) badania mikroskopowego, c) analizy chemicznej, d) przełomu technologicznego.

Badanie twardości na przekrojach poprzecznych próbek nawęglonych przeprowadzono za pomocą aparatu „Mikro-durometr" firmy Hauser, metodą Vickersa, przy zastosowaniu obciążenia 1kG (dla próbek nie hartowanych) i 5kG (dla próbek hartowanych).

Próbki nawęglone, nie hartowane wykazują w strefie nawęglonej twardość $H_V \sim 250$ kG/mm² ($H_B = 250$), odpowiadającą w przybliżeniu twardości perlitu. Twardość ta zmniejsza się prawie równomiernie w kie-



Rys. 1. Próbka C 16—10. Wykres twardości stali węglowej, nawęglonej i zahartowanej oraz wykres zawartości węgla w warstwie nawęglonej



Rys. 2. Próbka CP 3—10. Wykres twardości stali chromowo-niklowej, nawęglonej i zahartowanej oraz wykres zawartości węgla w warstwie nawęglonej

runku rdzenia próbki do $H_V \sim 90$ kG/mm² ($H_B = 90$) dla stali węglowej (próbki C 16) i do $H_V \sim 140$ kG/mm² ($H_B = 140$) dla stali chromowo-niklowej (próbki CP 3).

Próbki nawęglone i zahartowane wykazują w strefie nawęglonej twardość $H_V \sim 760$ kG/mm² ($H_{RC} = 60$) dla stali węglowej (próbki C 16) i $H_V \sim 650 \div 720$ kG/mm² ($H_{RC} = 56 \div 58$) dla stali chromowo-niklowej (próbki CP 3), po czym twardość ta na ogół zmniejsza się dosyć nagle do twardości rdzenia stali $H_V \sim 220$ kG/mm² ($H_{RC} = 20$) dla stali węglowej i $H_V \sim 340$ kG/mm² ($H_{RC} = 35$) dla stali chromowo-niklowej.

Wykresy twardości próbek nawęglonych przedstawiono na rysunkach 1 i 2.

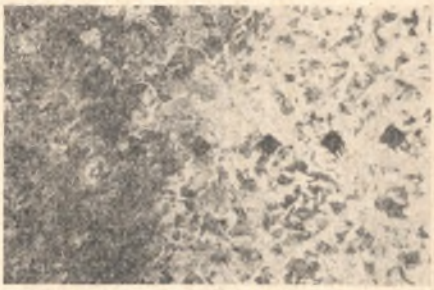
Badanie mikroskopowe zgładów poprzecznych próbek nawęglonych przeprowadzono w stanie zahartowanym i znormalizowanym.

Próbki ze stali węglowej C 16 nawęglone w świeżym proszku do nawęglania wykazują strukturę nadeutektoidalną z widoczną siatką cementytu (rys. 3).

Próbki C 16 nawęglone w proszku zmieszanym w 50% z proszkiem zużytym nie wykazują struktury nadeutektoidalnej (rys. 4).

Stal chromowo-niklowa CP 3 po nawęglaniu w świeżym proszku i studzona ze skrzynką posiada w warstwie nawęglonej strukturę przejściową

Rys. 3. Próbka C 16—3. Struktura stali węglowej, nawęglonej w świeżym proszku do nawęglania: perlit z siatką cementytu w warstwie skrajnej (× 50)



Rys. 4. Próbka C 16—9. Struktura stali węglowej, nawęglonej w proszku zmieszanym w 50% z proszkiem zużytym: perlit bez siatki cementytu (× 50)

(bainityczną) z węglikami ($H_V \sim 540$ kG/mm², $H_{RC} = 50$), przechodzącą w perlityczną w strefie przejściowej i strukturę bardzo drobną perlityczno-ferrytyczną w rdzeniu. Po zahartowaniu próbki wykazują w warstwie

Rys. 5. Próbka CP 3—10. Struktura stali chromowo-niklowej po nawęgleniu i zahartowaniu: w strefie nawęglonej martenzyt z austenitem szczątkowym, w strefie przejściowej martenzyt oraz w rdzeniu martenzyt i ferryt (× 50)

nawęglonej strukturę martenzytyczną ze znaczną ilością austenitu szczątkowego, strefę przejściową martenzytyczną i strukturę rdzenia martenzytyczno-ferrytyczną (rys. 5).

Próbki ze stali CP 3 nawęglane w proszku o mniejszej intensywności nawęglania i wyżarzane przy 700°C wykazują w warstwie nawęglonej nieznaczną ilość węglików. W tejże warstwie próbki po zahartowaniu wykazują strukturę martenzytyczną bez austenitu szczątkowego oraz strukturę rdzenia martenzytyczno-ferrytyczną.

Analizę chemiczną na zawartość węgla w warstwie nawęglonej wykonano w następujący sposób: z próbek nawęglonych staczano war-

stewki o grubości 0,1 mm i następnie wióry poszczególnych warstewek analizowano na zawartość węgla.

Próbki ze stali węglowej C 16 obtaczano po wyjęciu ze skrzynki bez następnej obróbki cieplnej.

Próbki ze stali stopowej CP 3 wyżarzono przed obróbką wiórową przy 700°C w czasie 30 minut i studzono z piecem, ze względu na wysoką twardość ($H_V \sim 540$ kG/mm², $H_{RC} \sim 50$) próbek stopowych, studzonych na powietrzu ze skrzynką do nawęglania.

Krzywe zawartości węgla w warstwie nawęglonej przedstawiono na rysunkach 1 i 2.

Przełom technologiczny próbek, nawęglonych po następnym zahartowaniu, obserwowano gołym okiem i przez lupę. Warstwa nawęglona odróżnia się wyraźnie od rdzenia. Wielkość ziarn warstwy nawęglonej i zahartowanej jest mniejsza od wielkości ziarn rdzenia.

Stal węglowa C 16 wykazuje po pojedynczym hartowaniu gruboziarnistą strukturę rdzenia. Po hartowaniu podwójnym struktura rdzenia ulega rozdrobnieniu, przy czym przejście od warstwy nawęglonej do rdzenia staje się łagodniejsze, granica zaś mniej wyraźna.

Stal stopowa CP 3 wykazuje strukturę drobnoziarnistą, przy czym różnica między przełomem próbek poddanych pojedynczemu i podwójnemu hartowaniu jest bardzo nieznaczna.

Należy zauważyć, że przy statycznym łamaniu próbek nawęglonych, grubość warstwy nawęglonej wypada różna po stronie ściskania próbki i po stronie rozciągania. Dla otrzymania porównywalnych wyników zaleca się przeprowadzenie pomiaru grubości warstwy nawęglonej po stronie rozciąganej próbki.

Grubość warstwy nawęglonej mierzy się za pomocą lupy z podziałką. Wyniki pomiarów grubości warstwy nawęglonej zestawiono na wykresach (rys. 1 i 2).

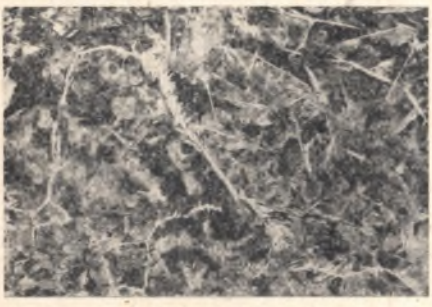
4. Dyskusja wyników

Przy pomiarze głębokości nawęglania nie można pominąć jakości warstwy nawęglonej. Nie jest pożądana nadmiernie rozwinięta siatka cementytu powodująca powstawanie pęknięć, wielką podatność do korozji międzykrystalicznej i skłonność do łuszczenia się, przy czym twardość warstwy nadeutektoidalnej zasadniczo nie zmienia się wiele. W przypadku za wysokiej temperatury nawęglania i zbyt długiego wygrzewania elementów stalowych wystąpi większa ilość strukturalnie swobodnego cementytu. Przy hartowaniu zaś większa jego część przejdzie w roztwór stały. Pociąga to za sobą większe zmiany objętościowe, a tym samym większe naprężenia wewnętrzne i wypaczenia przedmiotu. Jako przykład niewłaściwej struktury warstwy nawęglonej w wyniku braku kontroli w czasie nawęglania

podano strukturę koła zębatego nawęglonego (rys .6). W warstwie nawęglonej widoczna kontrastowa siatka oraz igły cementytu w osnowie perlitycznej.

Przy porównaniu wyników osiągniętych za pomocą stosowanych metod ustalania grubości warstwy nawęglonej w elementach stalowych oraz praktycznych spostrzeżeń stwierdzono następujące szczegóły:

a) Analiza chemiczna poszczególnych warstewek na grubości warstwy nawęglonej, wykreślenie na podstawie tych wyników krzywej nawęglania, a następnie oznaczanie grubości warstwy nawęglonej są czynnościami kłopotliwymi i kosztownymi, nie nadają się więc do celów przemysłowych.

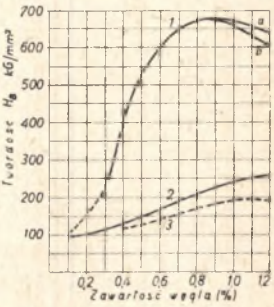


Rys. 6. Struktura stali nawęglonej nieprawidłowo: kontrastowa siatka oraz igły cementytu w osnowie perlitycznej (× 500)

b) Przełom technologiczny elementu stalowego, nawęglonego i metoda makroskopowego określania grubości warstwy nawęglonej na przełomie daje wyniki niepewne; grubość warstwy nawęglonej wypada za duża, dane otrzymane z pomiaru zależą od temperatury hartowania, szybkości chłodzenia oraz od sposobu łamania próbki (statycznego lub dynamicznego). Poza tym uwidocznia się wpływ strony rozciąganej i ściskanej.

c) Metody pomiaru twardości próbki hartowanej oraz badania mikroskopowego w zastosowaniu do pomiaru grubości warstwy nawęglonej są na ogół równorzędne i dają prawie zgodne wyniki wystarczające dla celów przemysłowych.

W szczególności wykres twardości obrazuje najlepiej grubość warstwy nawęglonej (po zahartowaniu), przedstawionej na wykresie twardości punktem, od którego zaznacza się wyraźny spadek. Twardość ta odpowiada też mniej więcej grubości warstwy nawęglonej, mierzonej od powierzchni przedmiotu do połowy strefy przejściowej, co jest zgodne ze stosowaną zasadą pomiaru metodą mikrostruktury.



Rys. 7. Wykres twardości w zależności od zawartości węgla w stali

Przy porównaniu grubości warstwy nawęglonej próbek normalizowanych i hartowanych obserwuje się w tych ostatnich jakby pewne przesunięcie się grubości warstwy nawęglonej ku rdzeniowi, co się tłumaczy tym, że w czasie ogrzewania następuje dyfuzja węgla w głąb.

Z wykresu twardości w zależności od zawartości węgla (rys. 7) wynika, że twardość stali zahartowanej osiąga swą najwyższą prawie

wartość już przy zawartości 0,6% C i ze wzrostem węgla wzrasta następnie tylko nieznacznie. Jest to zjawisko korzystne, jeśli chodzi o pracę elementu nawęglonego narażonego na ścieranie, gdyż grubość warstwy utwardzonej wypada większa.

Badanie mikroskopowe jest trudniejsze i wymaga większego wkładu pracy oraz lepiej wyszkolonego personelu, jest jednak możliwe do przeprowadzenia w każdym zakładzie produkcyjnym posiadającym laboratorium metalograficzne. Pomiar metodą mikrostruktury może być stosowany tylko dla gatunków stali węglowych i niskostopowych.

Pomiar grubości warstwy nawęglonej metodą badania twardości jest mniej skomplikowany, wymaga jednak precyzyjnego aparatu do badania twardości.

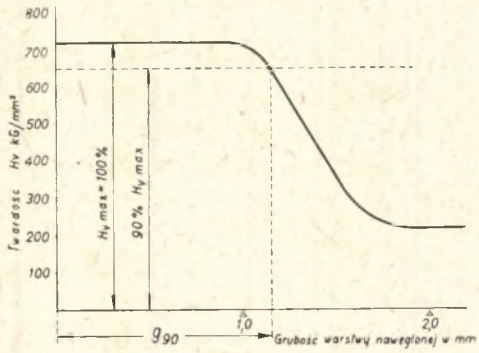
5. Wnioski

Praktyczne zastosowanie przy ustalaniu grubości warstwy nawęglonej w elementach stalowych mogą znaleźć dwie metody: a) pomiar twardości próbek hartowanych, b) badanie mikroskopowe.

Pomiar twardości próbki hartowanej należy przeprowadzić metodą Vickersa przy zastosowaniu obciążenia 1kG. Wyniki pomiaru obrazuje krzywa twardości w zależności od odległości od brzegu próbki. Odległość od siebie punktów pomiarów wynosi około 0,2 mm, na prostopadłej do obrysu próbki.

Proponuje się następujący sposób określenia grubości warstwy nawęglonej:

Przyjmując najwyższą twardość na krzywej $H_{V\max} = 100\%$, należy wykreślić prostą poziomą na wysokości $90\% \, H_{V\max}$. Punkt przecięcia się tej prostej poziomej z krzywą twardości, odrzutowany na oś grubości, określa grubość warstwy nawęglonej g_{90} w mm (oznaczenie proponowane przez autorów na rysunku 8). W podobny sposób można by określić np. g_{80} i grubość innych warstw.



Rys. 8. Ogólny wykres twardości próbki nawęglonej i zahartowanej oraz sposób określania grubości warstwy nawęglonej

Badanie mikroskopowe w zastosowaniu do pomiaru grubości warstwy nawęglonej w elementach stalowych wymaga normalizowania próbek. Jako grubość warstwy nawęglonej należy przyjąć odległość od powierzchni przedmiotu do połowy strefy przejściowej. Za strefę tę uważa

się zakres ograniczony od zewnątrz strefą eutektoidalną, a od wewnątrz strukturą rdzenia.

Obie metody pomiaru grubości warstwy nawęglonej dają wyniki w przybliżeniu zgodne.

Przy badaniu gotowych elementów stalowych można stosować metodę twardości, przy próbkach zaś, które mogą być normalizowane — metodę mikroskopową.

W ten sposób zagadnienie określenia grubości warstwy nawęglonej w elementach stalowych można uważać za rozwiązane dla celów przemysłowych.

Ewentualne dalsze poprawki można będzie wprowadzić po dłuższym praktycznym wypróbowaniu tych metod w zakładach produkcyjnych.

BIBLIOGRAFIA

[1] J. Feszczenko-Czopiwski, *Metaloznawstwo*, część 3, Warszawa 1936.
[2] P. Kosieradzki, *Obróbka cieplna stali*, Warszawa 1954.
[3] F. Staub, *Metaloznawstwo* (z atlasem), Gliwice 1954.
[4] T. Malkiewicz, *Obróbka cieplna stali*, Kraków 1954 (skrypt).
[5] *Pomiar grubości warstwy nawęglonej* (praca przejściowa wykonana w Katedrze Metaloznawstwa Politechniki Śląskiej), Gliwice 1951.
[6] E. Houdremont, *Handbuch der Sonderstahlkunde*, Berlin 1943.