

## **BADANIA MIKROSTRUKTURALNE WARSTW WIERZCHNICH PO OBRÓBCE CIEPLNO-CHEMICZNEJ**

### *Streszczenie*

*Celem zastosowania i badania warstw azotowanych jest optymalizacji technologii wykonania wyrobów o zwiększonej wytrzymałości na zużycie cierne. W artykule przedstawiono przykłady obserwowanych, przy użyciu mikroskopu świetlnego, mikrostruktur warstw otrzymanych po procesach azotowania różnych gatunków stali.*

*Opisano sposób oceny poprawności prowadzonych procesów obróbek cieplno-chemicznych. Przeprowadzono analizę wpływu zastosowanych parametrów obróbek cieplno-chemicznych w oparciu o obserwacje i pomiary wykonane przy użyciu analizatora obrazu. Przedstawiono podstawowe zalety i możliwości stosowania analizy obrazu w zagadnieniach materiałoznawczych. Możliwości pomiarowe zaprezentowano na przykładzie oceny grubości warstw uzyskiwanych w procesach obróbek cieplno-chemicznych powierzchniowych takich jak na przykład azotowanie. Wykazano przy tym skuteczność badań wykonywanych w zakresie mikroskopii świetlnej do wykrywania wad w warstwach azotowanych.*

### **WSTĘP**

Obróbka cieplno-chemiczna stopów żelaza polegająca na dyfuzyjnym nasyceniu powierzchni metalu azotem powoduje utworzenie się warstwy wierzchniej, której struktura i skład fazowy zależy od temperatury, czasu, składu chemicznego przedmiotu i atmosfery. Azotowanie stosuje się w celu podwyższenia właściwości tribologicznych lub odporności na korozję. Utworzona warstwa wierzchnia może poprawić następujące właściwości: odporność na zużycie ścierne, twardość, odporność zmęczeniową, odporność na korozję.

Azotowanie zalicza się do obróbek cieplno-chemicznych mających na celu wytworzenie warstw odpornych na zużycie, o podwyższonych w porównaniu do rdzenia właściwościach mechanicznych i fizycznych. Rozwój technologii materiałowych dotyka obecnie wszystkich dziedzin przemysłu, począwszy od przemysłu ciężkiego a skończywszy na przemyśle medycznym i nanotechnologiach.

Potrzeba tworzenia coraz bardziej trwałych, bezpiecznych i niezawodnych elementów jest stymulatorem działań dla technologów, materiałoznawców i właścicieli przedsiębiorstw (jako inwestorów) do działań ukierunkowanych na badania materiałowe [1-3]. W związku z tym, stosuje się różne, coraz bardziej zaawansowane techniki badawcze pozwalające nie tylko na wnikanie w mikrostrukturę materiału, ale i wymuszające rozwój nowoczesnych narzędzi przeznaczonych do oceny tej mikrostruktury [4-6]. Nie należy jednak zapominać o dotychczasowych podstawowych narzędziach i technikach badawczych, stosowanych niejednokrotnie w przykładowych laboratoriach, których zadaniem jest przeprowadzenie szybkiej i skutecznej oceny jakości wytwarzanych materiałów/wyrobów gotowych. Do takich technik badawczych zalicza się między innymi mikroskopię świetlną, która potrafi być źródłem wielu cennych dla badaczy i technologów informacji. Przedstawiony problem koncentruje się na wykorzystaniu obserwacji mikrostruktury materiału, jako narzędzia oceny, kontroli, czy weryfikacji zastosowanych technologii obróbek cieplnych, z naciskiem na obróbki powierzchniowe. Zastosowane parametry azotowania takie jak temperatura, czas i skład chemiczny atmosfery wpływają istotnie na grubość i morfologię warstw azotowanych i tym samym decydują o ich ostatecznych właściwościach użytkowych wymaganych w danych zastosowaniach praktycznych. Stąd też do przeprowadzenia

właściwej oceny prawidłowości powierzchniowych zabiegów cieplno-chemicznych konieczne są odpowiednie kompetencje w zakresie materiałoznawstwa ze szczególnym uwzględnieniem zagadnień związanych z inżynierią powierzchni.

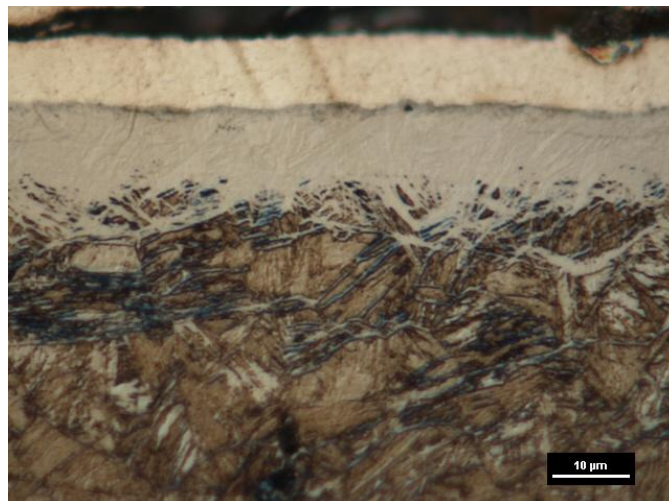
Z uwagi na to, że rozwój technologii i metod testowania jakości od zawsze współlistnieją i wzajemnie się uzupełniają środowiska techniczne dbają zarówno o dynamiczny rozwój technologii jak i metod badawczych, za pomocą których można otrzymywać precyzyjne dane dotyczące uzyskiwanych efektów. W dziedzinie badań metalograficznych do takich metod należy zaliczyć analizę obrazu. Jej możliwości pozwalają unikać błędów wynikających z jakościowych badań mikrostrukturalnych, których zasada polega przede wszystkim na porównywaniu obserwowanych obrazów mikrostruktury z serią wzorców przedstawionych w odpowiednich, dla danego zagadnienia, normach, o ile takie istnieją. Na ogół stosuje się wówczas tzw. "negatywne kryterium maksimum", polegające na tym, że obserwator poszukuje najgorszego miejsca na zglądzie i na jego podstawie ocenia daną mikrostrukturę jako wadliwą bądź poprawną. Istnieją jeszcze również normy zawierające serie fotografii mikrostruktur klasyfikujących je w sposób ilościowy. Metoda ta jest jednak o tyle niepewna, że ludzkie oko nie jest w stanie zarejestrować występujących jednocześnie zmian kilku cech mikrostrukturalnych, a właśnie z takim zjawiskiem na ogół ma się do czynienia w praktyce. Stąd też przez lata rozwijano, dla potrzeb badań metalograficznych, ilościowe metody oceny traktując je jako jedynie obiektywne. Wspomniana analiza obrazu polega na wyznaczeniu, w oparciu o specjalistyczne oprogramowanie, w jakie są wyposażone współczesne analizatory obrazu, selektywnie wybranego lub kompleksowo ujętego zespołu parametrów geometrycznych elementów mikrostruktury zidentyfikowanych podczas mikroskopowych obserwacji (fazy, składniki mikrostrukturalne, wszelkiego rodzaju wady materiałowe). Ich udział objętościowy, rozmieszczenie, cechy morfologiczne warunkują otrzymywane w wyniku zastosowanych procesów technologicznych końcowe właściwości użytkowe materiału/półwyrobu/wyrobu gotowego. Trzeba w tym miejscu podkreślić, iż w praktyce ilościowych badań materiałowych fundamentalne znaczenie należy przypisać jakości otrzymywanych zglądów metalograficznych i prawidłowo przeprowadzonej binaryzacji obrazu. Oba wymienione czynniki stanowią warunek konieczny uzyskiwania wiarygodnych, odtwarzalnych i powtarzalnych wyników badań. Bez spełnienia tego wymogu otrzymywane wyniki będą obciążone trudnymi do przewidzenia błędami. Stosowanie, ilościowej analizy obra-

zu w praktyce badań metalograficznych umożliwia w krótkim czasie uzyskanie szeregu istotnych danych, niezbędnych do przeprowadzenia optymalizacji procesów technologicznych. Jest to szczególnie ważne przy opracowywaniu nowych materiałów otrzymywanych drogą nowoczesnych technologii, dla których nie są jeszcze w pełni poznane ich zalety i wady. Oczywiście w różnych przypadkach nie musi być konieczne korzystanie w pełni z ilościowych badań metalograficznych, które można realizować w oparciu o analizę obrazu tworząc kompleksowy zbiór parametrów geometrycznych mikrostruktury i budując na jego podstawie, w wyniku szeregu analiz korelacyjnych syntetyczne wskaźniki mikrostruktury. Syntetyczne wskaźniki powinny w sposób jednoznaczny identyfikować daną mikrostrukturę pod względem zawartości i morfologii występujących w niej elementów, co ułatwia dalszą optymalizację w sekwencji technologia - świadomie kształtowana mikrostruktura - właściwości użytkowe.

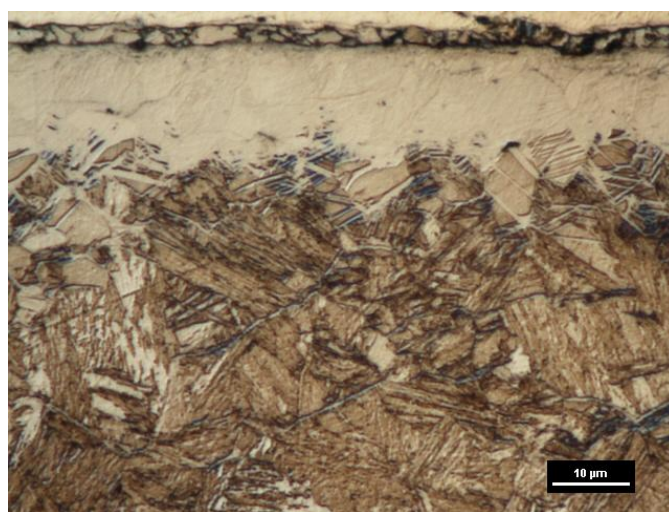
W niniejszym artykule, jako przykładem warstw wierzchnich otrzymanych w wyniku obróbki cieplno-chemicznej, posłużono się warstwami azotowanymi. Ocenę efektów azotowania przeprowadzonego przy różnych parametrach procesu ograniczono w pomiarach tylko do niektórych cech występujących w badanych warstwach.

## 1. OBSERWACJE MIKROSTRUKTURY POPARTE ILOŚCIOWĄ ANALIZĄ OBRAZU

Obserwacje mikrostruktury przeprowadzono przy użyciu mikroskopu optycznego o maksymalnym powiększeniu 1000 razy, wyposażonego w komputerowy analizator obrazu. Dzięki zastosowaniu analizatora obrazu możliwe były do wykonania pomiary niektórych elementów struktury. Najczęściej były to pomiary grubości uzyskanych warstw azotowanych. Przykładowe obrazy mikrostruktur uzyskanych po przeprowadzonych procesach obróbek cieplnych i azotowania ilustrują fotografie od 1 do 10. Próbkę do obserwacji mikroskopowych przygotowano w formie zglądów metalograficznych. Wszystkie zaprezentowane przykłady przedstawiają obrazy mikrostruktury widoczne na przekrojach prostopadłych do powierzchni azotowanych elementów. Dotychczas często stosowaną techniką badawczą dla oszacowania grubości otrzymanej warstwy były pomiary rozkładów twardości od powierzchni do rdzenia. Pomiary takie nie dają jednak pełnej informacji na temat morfologii uzyskanej warstwy, która w znaczący sposób decyduje o jej właściwościach fizyko-mechanicznych. Z tego względu dokonanie obserwacji mikroskopowych i jednocześnie możliwość wykonania komputerowej analizy obrazu pozwalają na znacznie szerszą i dokładniejszą kontrolę i weryfikację poprawności przeprowadzonych procesów obróbki cieplno-chemicznej. Na Fot. 1 oraz Fot. 2 przedstawiono mikrostrukturę stali 38 H MJ po azotowaniu w atmosferze 100% amoniaku w temperaturze 560 °C dla różnych czasów azotowania. Na Fot. 1 widoczna jest rozbudowana warstwa azotowana (o grubości około 12 μm) z widoczną siatką azotków sięgającą w głąb podłoża. Natomiast przedstawiona na Fot. 2, grubość warstwy azotowanej jest mniejsza, co wynika z krótszego czasu azotowania. Można zatem w oparciu o obserwacje przeprowadzone w zakresie mikroskopii świetlnej szybko ocenić wpływ czasu prowadzenia obróbki na morfologię uzyskiwanych warstw.



Fot. 1. Próbkę 1 azotowana – stal 38H MJ

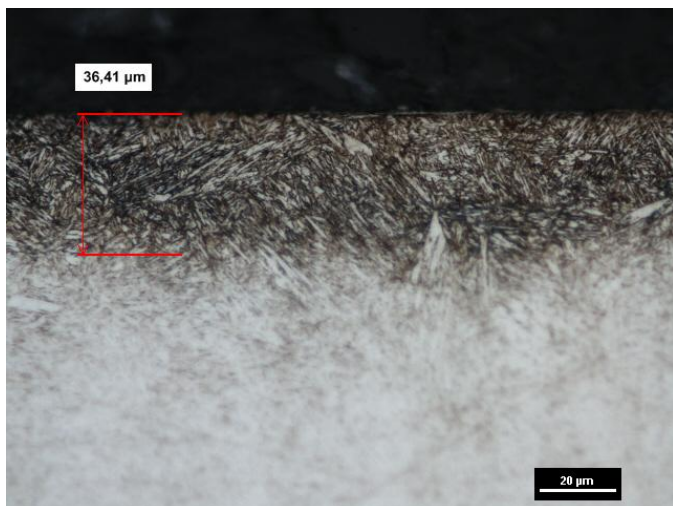


Fot. 2. Próbkę 2 azotowana – stal 38H MJ

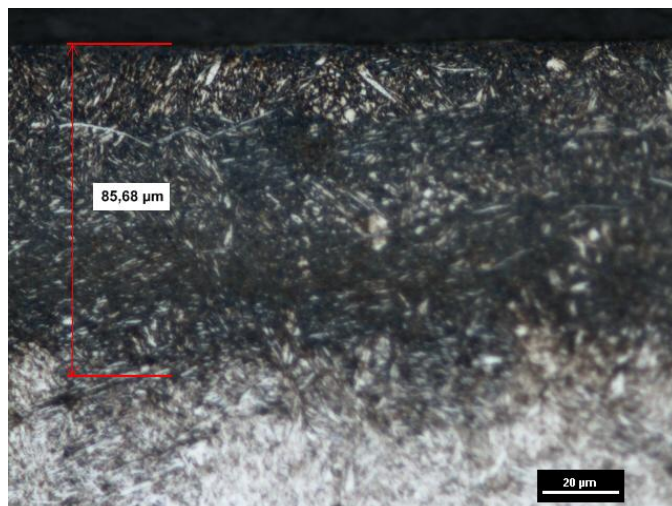
Na Fot. 3 pokazano, że w przypadku zastosowania krótszego czasu azotowania, na poziomie 2,5 godziny, osiągnięto grubość warstwy rzędu około 36 μm, natomiast na Fot. 4 przedstawiono warstwę uzyskaną po 10 godzinowym procesie, w wyniku którego jej grubość była około dwukrotnie większa. Oba procesy przeprowadzono w temperaturze 520 °C.

W wyniku oceny grubości warstwy, opartej o obserwacje mikroskopowe, wyznaczoną grubość warstwy należy traktować jako wynik orientacyjny natomiast podstawową informację stanowi obraz mikrostruktury uwidoczniający jej morfologię. Należy podkreślić, że w przypadku warstw azotowanych za kompletny wynik należy uznawać łącznie ocenę jej mikrostruktury (cechy morfologiczne) i grubości wyznaczonej precyzyjnie w oparciu o rozkłady twardości.

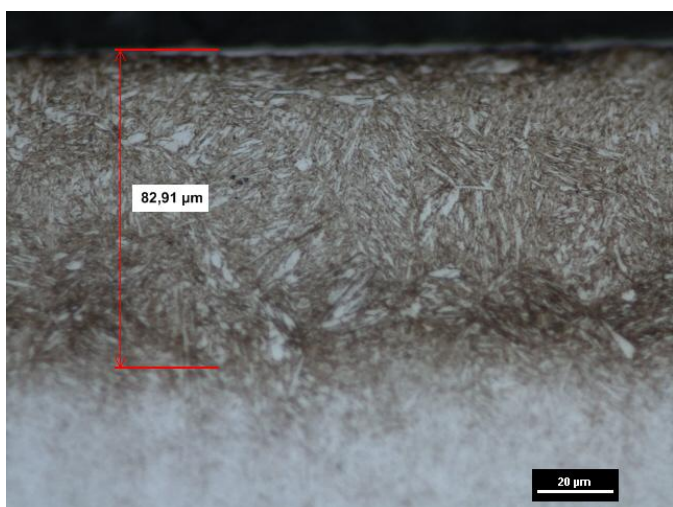




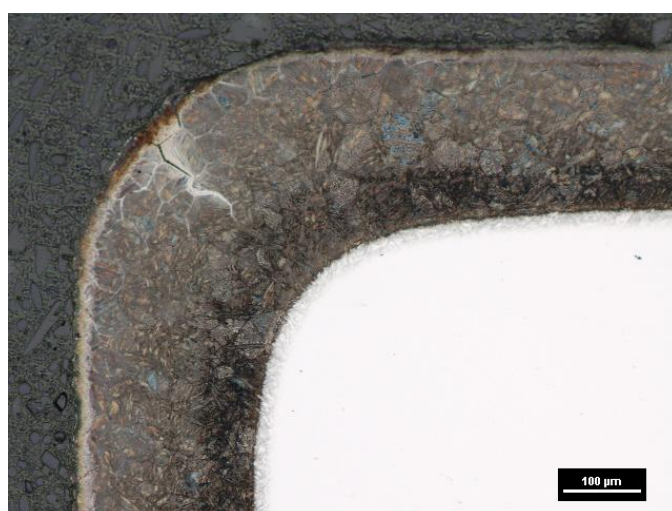
Fot.3 Stal 32CDV13 – czas azotowania 2,5h



Fot.6 Stal WCL – czas azotowania 4-6h

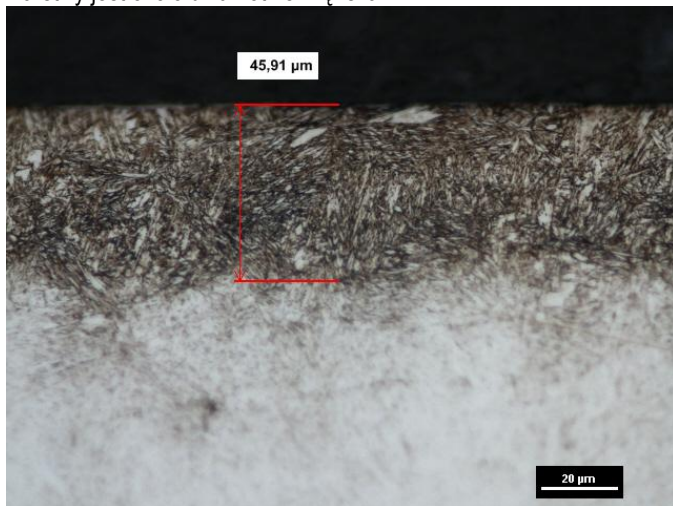


Fot.4 Stal 32CDV13 – czas azotowania 10h

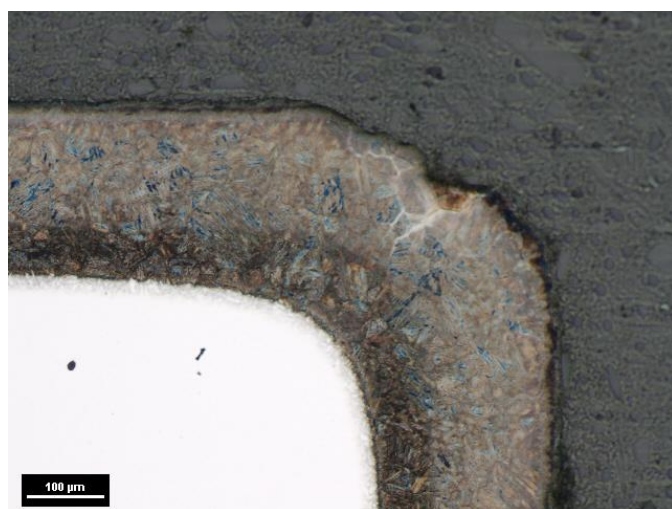


Fot.7 Stal EJ961 po azotowaniu

Dalej pokazano kolejny przykład analizy mikrostruktury warstw azotowanych otrzymanych w wyniku zastosowania krótkich czasów procesu (Fot. 5 - około 2 godzin, oraz dłuższych 4 do 6 godzin - Fot. 6) w atmosferze 100% amoniaku. Zastosowanie tzw. „intensywnej atmosfery” procesu można rozpoznać po białych wydzieleniach występujących na granicach ziaren austenitu. Przedstawione fotografie mikrostruktur (Fot. 5 i Fot. 6), podobnie jak poprzednie (Fot. 3 i Fot. 4) dowodzą, że po dłuższym czasie azotowania grubość warstwy jest około dwukrotnie większa.



Fot.5 Stal WCL – czas azotowania 2h



Fot.8 Stal EJ961 po azotowaniu

Mikrostruktury przedstawione na fotografiach 7 i 8 ilustrują obserwowany układ warstw azotowanych na elementach, dla których można wyróżnić płaszczyzny o małym promieniu krzywizny. Na podstawie przeprowadzonych obserwacji mikroskopowych możliwe było dokonanie oceny jakości otrzymanej warstwy zarówno pod względem jej morfologii jak i występujących w niej ewentualnych defektów w postaci pęknięć. W danym przypadku stwierdzono, że w



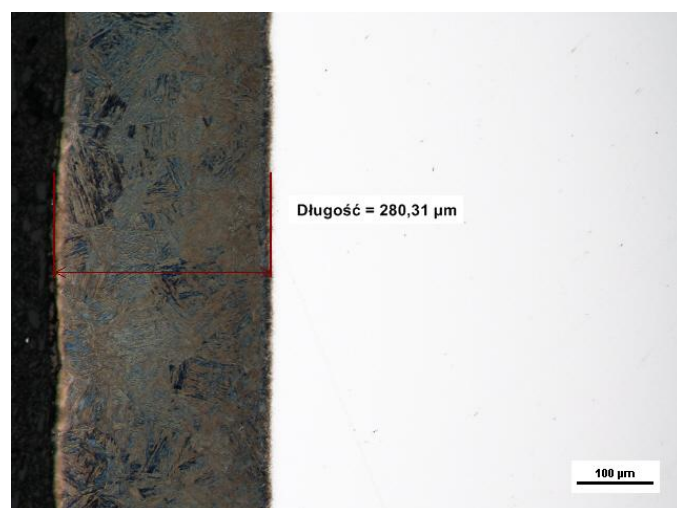
mikrostrukturze warstwy występują azotki, które zlokalizowane na granicach ziaren tworzą charakterystyczną siatkę,

sprzyjającą zarodkowi pęknięć i ich propagacji. Ujawnianie tego typu defektów pozwala na zdiagnozowanie nieprawidłowości przeprowadzonego procesu azotowania.

Analizując mikrostruktury warstw azotowanych (uwidocznione na fotografiach 9 i 10) pod kątem występowania w nich układu azotków rozbudowanych na granicach ziaren można zaobserwować analogiczny efekt, do tego jaki przedstawiono na fotografiach 7 i 8. W uzyskanych grubych (powyżej 200 $\mu\text{m}$ ) warstwach azotowanych na podłożu stali EJ961 zauważalna zmiana morfologii warstwy. Sterowanie morfologią warstwy dzięki zmianom parametrów azotowania takich jak temperatura, czas i skład chemiczny atmosfery, pozwala na dobranie optymalnych parametrów, tj. takich, przy których można uzyskać ograniczenie ilości kruchych azotków typu  $\epsilon$  (Fot. 10).



Fot.9 Stal EJ961 po azotowaniu



Fot.10 Stal EJ961 po azotowaniu

## PODSUMOWANIE I WNIOSKI

Zaprezentowane w artykule przykłady świadczą o tym, że zastosowanie w ocenie jakości warstw azotowanych technik obserwacji mikroskopowych w zakresie mikroskopii świetlnej, przeprowadzanych w warunkach laboratoryjnych jest w pełni wystarczające. Stosowanie ich dla celów kontroli jakości w przykładowych/zewnętrznych laboratoriach powinno stanowić podstawowy element procesu produkcyjnego. Pozwalają one bowiem na dokładną ocenę jakości otrzymywanych warstw azotowanych, co sprzyja

zmniejszeniu liczby wyrobów wadliwych prowadząc do określonych oszczędności materiałów, energii, ochrony środowiska, a tym samym do obniżenia kosztów wytwarzania materiałów i wyrobów gotowych np. koła z zębate, krzywki wałów rozrządu, inne elementy silników i pomp w przemyśle okrętowym, lotniczym i motoryzacyjnym, narzędzia do obróbki plastycznej i skrawania, elementy wytłaczarek i wtryskarek.

W przypadku warstw azotowanych głównym mankamentem jest tworzenie się azotków na granicach ziaren, co w efekcie prowadzi do tworzenia się rozbudowanej ich siatki.

Biorąc pod uwagę parametry wytrzymałościowe, nie jest to zjawisko korzystne, podobnie jak tworzenie się w strefach powierzchniowych cienkich warstw kruchych azotków typu  $\epsilon$ . Dzięki badaniom metalograficznym można przeprowadzać szybką ocenę mikrostruktury i skutecznie wykrywać potencjalne wady w jej budowie. W ten sposób korygować można na przykład parametry obróbki cieplnej w zależności od otrzymywanej morfologii warstw czy ich grubości, na przykład tworząc statystyczne zestawienia pomiarów ich grubości i parametrów azotowania. Polegając na samych pomiarach rozkładów twardości, analiza otrzymywanych warstw azotowanych jest niepełna.

Badania mikroskopowe, przy zastosowaniu małych powiększeń, pozwalają prześledzić duże fragmenty badanych próbek, co znacznie podnosi trafność oceny, co do jakości uzyskanej warstwy podczas procesu technologicznego, biorąc pod uwagę równomierność otrzymanej warstwy, jej ciągłość czy występowanie wad w postaci na przykład pęknięć. Oprogramowanie, w jakie często wyposażone są zestawy do analizy obrazu, pozwalają w szybki, dokładny, a przede wszystkim prosty sposób analizować interesujące fragmenty mikrostruktury oraz ich wzajemne porównywanie. Stanowi to często podstawę przeprowadzanych korekt i weryfikacji wyników analizowanych próbek podczas opracowywania nowych lub usprawniania istniejących technologii.

## BIBLIOGRAFIA

1. H.J. Spies, S. Böhmer: Beitrag zum kontrollieren Gasnitrieren, HTM 39, 1983, s.1
2. J. Michalski, J. Tacikowski i inni: Regulowane azotowanie gazowe pod kątem zastosowania do wysokoobciążonych części lotniczych, Inżynieria Materiałowa, nr 5 (130), 2002, s. 223
3. J. Zysk: Morfologia i własności warstw azotowanych na stopach żelaza z węglem. MOC, 1973, nr 4, s. 2
4. P.Wach, J.Michalski i inni: Azotowanie antykorozyjne – przemysłowe zastosowanie, Ochrona przed Korozją, nr 11/2009, s.561
5. J.Michalski, P.Wach, J.Tacikowski, M.Betiuk, K.Burdyński, S.Kowalski, A.Nakomiczny: Contemporary industrial application of nitriding and its modifications, Materials and Technology, vol. 42, Proc. 2nd International Conference on Heat Treatment and Surface Engineering of Tools and Dies, ICHT&SETD 2008, 25-28.05.2008 Bled (Słowenia), s.72
6. P.Wach, J.Michalski i inni: Antykorozyjne azotowanie gazowe w praktycznych zastosowaniach przemysłowych, Inżynieria Powierzchni 2'2008, s. 19

## **MICROSTRUCTURAL STUDIES OF SURFACE LAYERS AFTER THERMOCHEMICAL TREATMENT**

### ***Abstract***

*The article includes examples observed by optical microscopy structures of the layers after nitriding processes different steel grades.*

*Also shown is the method of assessing the accuracy of machining processes carried out thermo-chemical, as well as comparing them with each other on the basis of parameters or measurements carried out through image analysis. Measurement capabilities presented in the examples for the evaluation of the thickness of films and coatings obtained through processes of surface heat treatments such as nitriding. Also shown is the use of light microscopy for detection of defects in the nitrided layers.*

Autorzy:

dr inż. **Paweł Marchlewski** – Instytut Mechaniki Precyzyjnej w Warszawie

inż. **Michał Szczeblewski** - Instytut Mechaniki Precyzyjnej w Warszawie

dr inż. **Piotr Wach** - Instytut Mechaniki Precyzyjnej w Warszawie