

## ИЗУЧЕНИЕ МИКРОСТРУКТУРЫ, ХИМИЧЕСКОГО СОСТАВА И СВОЙСТВ ПОВЕРХНОСТНОЙ ЗОНЫ ВЫСОКОПРОЧНЫХ ЧУГУНОВ ПОСЛЕ АЗОТИРОВАНИЯ

Л.Н. Мищук

Т.Ю. Юдина

lotos1391@yandex.ru

yudinatyana@gmail.com

МГТУ им. Н.Э. Баумана, Москва, Российская Федерация

---

### Аннотация

В результате азотирования высокопрочных чугунов на перлитной металлической основе с шаровидным графитом были обнаружены в диффузионном слое светлые области, напоминающие по форме графит. Для установления зависимости влияния светлых областей на свойства и работоспособность деталей измеряли микротвердость. Полученное значение по шкале Виккерса составляет всего 107 HV, что соответствует ферриту. Такая мягкая структура в диффузионном слое высокопрочного чугуна с шаровидным графитом способствует улучшению рабочих характеристик изделий. Поэтому необходимо определить морфологию этой структурной составляющей чугуна. Следовательно, зная химический состав, можно детально изучить фазы, входящие в структуры светлых областей. С помощью электронного микроскопа определен химический состав, а также проведен микроструктурный и рентгеноструктурный анализ поверхности азотированного слоя образца из чугуна. По данным карт, полученных микрорентгено-спектральным методом, в состав светлых областей входят железо, углерод и азот, следовательно, данные выделения —  $\epsilon$ -фаза, образованная на месте включений графита

### Ключевые слова

Чугун, графит, диффузия, азотирование, нитриды

Поступила в редакцию 18.09.2017

© МГТУ им. Н.Э. Баумана, 2018

---

**Введение.** Процесс азотирования широко применяется для защиты материала от изнашивания, коррозии, а также для повышения поверхностной твердости готовых изделий. Технология химико-термической обработки хорошо отработана на сталях и в меньшей степени на чугунах.

Одним из таких примеров является образование светлых областей в диффузионном слое. Впервые о них упомянуто в книге Ю.М. Лахтина [1]. Автор приводит микрофотографию поверхности азотированного высокопрочного чугуна, но в тексте отсутствуют пояснения, связанные с фазовым составом и свойствами этих областей. Процессом азотирования также занимались и другие исследователи, например С. Гарзон, Д. Вершинин, С. Фаре, но в их работах не уделялось особого внимания этой проблеме, а больше анализировались сами процессы диффузии и способы воздействия на нее.

В настоящее время изучением светлых областей занимаются ученые из разных уголков мира, например Дж. Николетто, Р. Конечка, В. Мажерова, Н. Ванг, Дж. Лю, З. Уанг и другие [2–8]. Первые трое анализировали воздействия светлых областей на усталостное разрушение в высокопрочных чугунах с шаровидным графитом (ШГ) после процесса азотирования. Установлено, что трещины растут ниже светлой зоны из-за неоднородности распределения карбидов и нитридов, которые ослабляют светлые области.

Во всех рассмотренных ранее работах нет описания светлой области, а лишь раскрыто ее влияние на материал. Поэтому цель настоящей работы заключается в изучении микроструктуры, химического состава и свойств светлых областей в диффузионном слое высокопрочного чугуна после азотирования.

**Материалы и методы исследований.** Объектом исследования является высокопрочный чугун, химический состав которого представлен в табл. 1. Применяют его для втулок цилиндров дизельных двигателей локомотивов.

Таблица 1

Химический состав образца

Номер образца	Химические элементы, входящие в состав сплава, %									
	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni	Cu	Mg
2085	2,9–3,2	1,5–2,0	0,85–1,25	0,05–0,10	≤0,10	0,4–0,6	0,45–0,65	1,2–1,6	0,25–0,5	0,03

Термическая обработка детали заключается в предварительной изотермической выдержке при 900 °С в течение одного часа с охлаждением на воздухе. Целью является получение структуры однородного перлита. Далее поверхность втулки насыщают азотом, что обеспечивает повышение износостойкости деталей при эксплуатации. Процесс газового азотирования поверхности деталей проводят в течение недели в две ступени: первая ступень длится 35 ч при 550...560 °С, вторая ступень по продолжительности занимает 85 ч в интервале температур 570...580 °С. Способ охлаждения состоит из нескольких этапов: первый — выключение печи и ее охлаждение вместе с образцом в течение 2...4 ч до 200 °С; второй — завершение подачи аммиака начинается с температуры 100 °С; третий — охлаждение ведется на воздухе до полного остывания.

Поверхность азотированного слоя образца исследовали микроструктурным и рентгенографическим анализом, определяли химический состав методом электронной микроскопии в контрасте обратно-отраженных электронов и измеряли микротвердость.

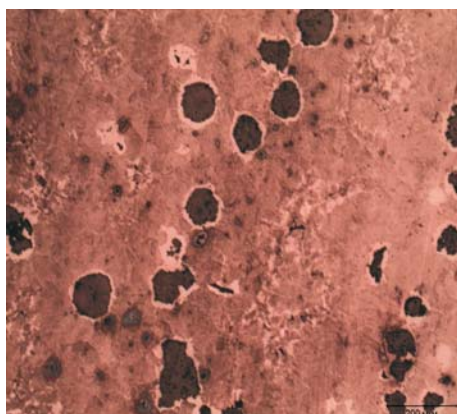
Для изучения микроструктуры образца нужно протравить его поверхность в 3%-ной пикриновой кислоте, промыть под проточной водой и высушить. Шлиф нужно установить полированной стороной на предметный столик микроскопа Olympus GX51, с помощью которого получают микрофотографии азотированной поверхности.

Фазовый состав поверхностного слоя определяли рентгенографическим методом. Съемку проводили с помощью кобальтовой трубки. Параметры съемки: угол 20/100, шаг 0,1.

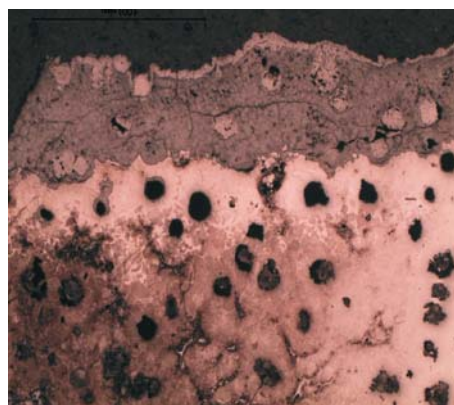
Для определения химического анализа использовали электронный микроскоп Tescan Vega II LMU с энергодисперсионным спектрометром DryCool Oxford Instruments.

Микротвердость измеряли с помощью прибора DuraScan 10/20 по методу Виккерса с нагрузкой 100 г, с применением индентора в виде правильной четырехгранной алмазной пирамиды с углом  $136^\circ$  между противоположными гранями.

В результате микроструктурного исследования получены микрофотографии поверхности образца до и после азотирования (рис. 1 и 2).

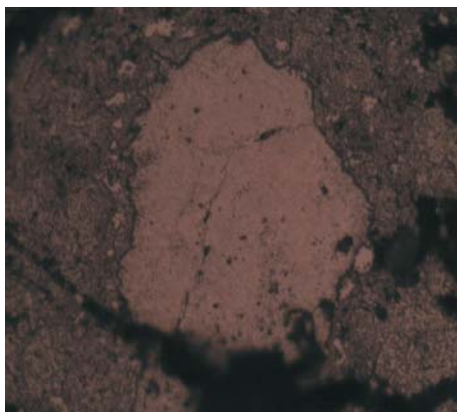


**Рис. 1.** Исходная микроструктура высокопрочного чугуна ( $\times 100$ )



**Рис. 2.** Микроструктура азотированного высокопрочного чугуна ( $\times 100$ )

На рис. 1 видно, что металлическая основа чугуна состоит из перлита с включениями ШГ, по границам которых есть тонкая ферритная окантовка.



**Рис. 3.** Микроструктура светлых областей азотированного высокопрочного чугуна ( $\times 1000$ )

На рис. 2 отчетливо видны три участка: поверхностный и диффузионный слои и сердцевина. В диффузионном слое графитовые включения частично или полностью перешли в светлую фазу (рис. 3), что указывает на ее диффузионное происхождение.

Поскольку графит преобразуется в светлую фазу, то нужно выполнить визуальный металлографический анализ по количественному и качественному содержанию графитовых включений до и после азотирования по ГОСТ 3443-87 [9]. Для этого сравнивают микрофотографии до и после

химико-термической обработки материала (см. рис. 1 и 2). В табл. 2 указаны параметры количественного и качественного соответствия графитовых включений до и после азотирования высокопрочного чугуна с ШГ.

Результаты анализа графитовых включений образца № 2085

Параметры образца	До азотирования	После азотирования
Форма	ШГф5	ШГф4
Площадь, занятая графитом	ШГ6, ШГ10, ШГ12	
Размер включений	ШГд25, ШГд45, ШГд90	
Распределение включений графита	ШГр1, ШГр2	ШГр3

Из табл. 2 следует, что в образце после азотирования происходит изменение формы графитовых включений. Они видоизменяются и становятся неидеально шаровидными. Размер графитовых включений и площадь, занимаемая ими, остаются как в исходном состоянии, но их распределение переходит в строчный тип.

Для детального изучения сформировавшейся светлой области нужно знать ее свойства. С помощью твердомера DuraScan 10/20 измеряли микротвердость, она составила 107 HV0,1, а такое низкое значение указывает на большое содержание в ней железа.

Рентгеноструктурный анализ проводили для определения фазового состава поверхности образца. Для этого была построена рентгенограмма (рис. 4).

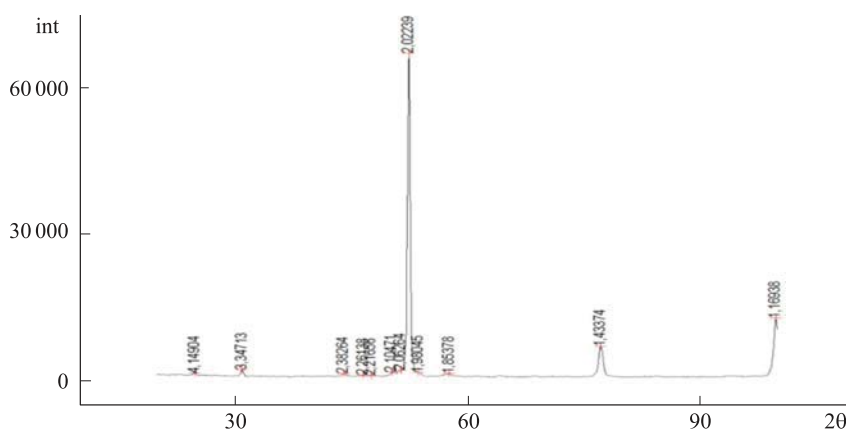


Рис. 4. Рентгенограмма образца № 2085

При расшифровке пиков рентгенограммы поверхности образца были обнаружены следующие фазы: графит (C), феррит ( $\alpha$ -Fe), цементит ( $\text{Fe}_3\text{C}$ ) и  $\epsilon$ -фаза ( $\text{Fe}_3\text{N}$ ). Наиболее интенсивные линии соответствуют ферриту, а менее сильные — цементиту и нитридам ( $\epsilon$ ). Распределения фаз от поверхности к сердцевине можно записать в виде следующей последовательности [10]:



Для определения химического состава светлой области нужно использовать более тонкий метод, такой, как электронная микроскопия. С ее помощью можно детально проанализировать исходный материал, светлые участки, границу между светлыми и темными областями и диффузионный слой.

Микроструктура диффузионного слоя приведена на рис. 5. Изображение получено методом электронной микроскопии в контрасте обратно-отраженных электронов. Также на рис. 5. приведена таблица спектров, показывающая определенное распределение химических элементов в каждом конкретном спектре в весовых долях.

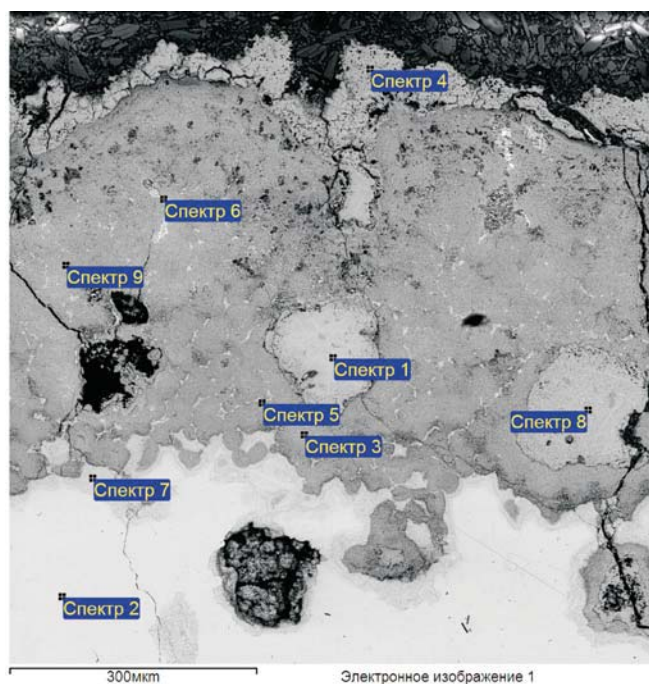


Рис. 5. Микроструктуры диффузионного слоя образца № 2085

Номер спектра	C	N	Si	Cr	Mn	Fe	Ni	Cu	Mo
1	3,58	9,52	0,37	–	0,33	86,19	–	–	–
2	7,55	2,33	1,90	–	0,61	86,63	0,55	0,43	–
3	5,28	–	2,17	–	0,46	92,09	–	–	–
4	6,79	7,85	0,30	–	0,36	84,71	–	–	–
5	8,88	–	4,66	–	0,64	68,32	10,16	7,34	–
6	14,01	–	1,42	1,03	0,39	48,41	–	–	34,74
7	6,91	4,38	3,78	–	–	83,27	1,04	0,62	–
8	5,40	8,23	–	–	0,27	86,09	–	–	–
9	6,08	–	3,29	0,24	0,58	89,80	–	–	–

В структуре слоя присутствуют несколько типов включений, различных по морфологии и составу. На поверхности сформировалась тонкая корка из  $\epsilon$ -фазы, состоящая из железа, углерода и азота.



В диффузионном слое практически полностью отсутствуют графитовые включения, а выделившаяся светлая область морфологически сходна с графитом в основе сплава. Указанные образования не отличаются от поверхностного слоя в контрасте отраженных электронов, но они выглядят более темными относительно диффузионного слоя — за счет большего содержания железа. По данным карт, полученных микрорентгеноспектральным методом, в состав этих включений входит железо, углерод и азот.

По результатам элементного анализа с учетом морфологии можно сделать вывод о том, что данные выделения являются  $\varepsilon$ -фазой, которая образуется на месте включений графита.

По границам зерен залегают карбиды и карбонитриды молибдена. Также обнаружена фаза, обогащенная кремнием, медью и никелем и образующая сетку, смещенную вглубь относительно диффузионного слоя.

**Обсуждение полученных результатов и выводы.** Выполнены исследования высокопрочного чугуна после азотирования. В диффузионном слое образца обнаружены светлые области, которые по химическому составу и низкому значению микротвердости соответствуют ферриту. Такие участки формируются на месте графитовых включений. Причиной их образования является вытеснение углерода из диффузионного слоя материала под действием большой подвижности азота. При протекании этого процесса наблюдается видоизменение формы, количества и размеров графитовых включений.

Новообразованная светлая область по морфологии схожа с графитом, но по химическому составу ему не соответствует. Основными элементами, входящими в ее состав, являются углерод, азот и железо. Такой же химический состав имеет поверхностный слой, состоящий из  $\varepsilon$ -фазы, но в контрасте отраженных электронов он выглядит более темным относительно диффузионного слоя. Это объясняется большим количеством железа в светлой фазе. Получение такой фазы способствует повышению пластичности диффузионного слоя. Следовательно, в процессе азотирования высокопрочных чугунов наблюдается выгорание углерода из графита, а на его месте формируется  $\varepsilon$ -фаза с высоким содержанием железа.

## ЛИТЕРАТУРА

1. *Лахтин Ю.М.* Металловедение и термическая обработка металлов. М.: Металлургия, 1983. 359 с.
2. *Давыдов С.В.* Кристаллизация шаровидного графита в расплаве высокопрочного чугуна // Заготовительные производства в машиностроении. 2008. № 3. С. 1–8.
3. *Панов А.Г.* Метод повышения стабильности результатов модифицирования графитизированных чугунов // Литейщик России. 2010. № 8. С. 17–19.
4. *Nicoletto G., Konečná R., Majerová V.* Fatigue behavior and fracture mechanisms of nitrided nodular cast iron // Metal 2006. Hradec and Moravici, CZ, 2006.
5. *Konečná R., Nicoletto G., Majerová V.* Structure and fatigue failure analysis of nitrided nodular cast iron // Metal 2006. Hradec and Moravici, CZ, 2006.

6. Nicoletto G., Konečná R., Majerová V. Influence of nitriding on the fatigue behavior and fracture micromechanisms of nodular cast iron // *Trdnost materialov*. 2008. No. 1.
7. Suh C.M., Jang H.K. Effects of surface hardening and residual stress on the fatigue characteristics of nitrided SACM 645 steel // *International Journal of Modern Physics B*. 2003. Vol. 17. No. 8–9. P. 1633–1639. DOI: 10.1142/S0217979203019435
8. Sung J.H., Kong J.H., Yoo D.K., On H.Y., et al. Phase changes of the AISI 430 ferritic stainless steels after high-temperature gas nitriding and tempering heat treatment // *Materials Science and Engineering A*. 2008. Vol. 489. No. 1-2. P. 38–43. DOI: 10.1016/j.msea.2007.11.078
9. ГОСТ 3443–87. Отливки из чугуна с различной формой графита. Методы определения структуры. М.: Стандартинформ, 2005. 43 с.
10. Усков М.П. Структура и фазовые превращения твердых растворов внедрения на основе альфа-железа. Автореферат дисс. ... д-ра физ.-мат. наук. М.: Изд-во МИСиС, 1982. 32 с.

**Мищук Любовь Николаевна** — ассистент кафедры «Материаловедение» МГТУ им. Н.Э. Баумана (Российская Федерация, 105005, Москва, 2-я Бауманская ул., д. 5, стр. 1).

**Юдина Татьяна Юрьевна** — ассистент кафедры «Материаловедение» МГТУ им. Н.Э. Баумана (Российская Федерация, 105005, Москва, 2-я Бауманская ул., д. 5, стр. 1).

**Просьба сослаться на эту статью следующим образом:**

Мищук Л.Н., Юдина Т.Ю. Изучение микроструктуры, химического состава и свойств поверхностной зоны высокопрочных чугунов после азотирования // *Вестник МГТУ им. Н.Э. Баумана. Сер. Машиностроение*. 2018. № 4. С. 84–91.

DOI: 10.18698/0236-3941-2018-4-84-91

## INVESTIGATING MICROSTRUCTURE, CHEMICAL COMPOSITION AND SURFACE LAYER PROPERTIES OF HEAVY-DUTY CAST IRON AFTER NITRIDING

L.N. Mischuk  
T.Yu. Yudina

lotos1391@yandex.ru  
yudinatyana@gmail.com

**Bauman Moscow State Technical University, Moscow, Russian Federation**

### Abstract

After nitriding heavy-duty cast iron we found light-coloured regions in the diffusion layer of the perlite metal base with graphite nodules. These resemble graphite in shape and form in its place. In order to determine if these light-coloured regions should affect properties and performance of components, we employed the Vickers microhardness test. The test result was low, merely 107 HV, which corresponds to ferrite. Such a soft structure in the diffusion layer of heavy-duty cast iron featuring graphite nodules contributes to improving component performance. This means we have to determine the morphology of this constituent. As a result, knowing its chemical composition allows us to study in detail the phases that form the light-coloured region

### Keywords

*Cast iron, graphite, diffusion, nitriding, nitrides*

structures. We used an electron microscope to determine the chemical composition and to conduct microscopic examination and X-ray crystallography of the nitrided layer surface in our cast-iron sample. We found that there are practically no graphite nodules in the diffusion layer. Electron microprobe mappings show that these regions contain iron, carbon and nitrogen; consequently, they are the  $\epsilon$ -phase formed in place of the graphite nodules

Received 18.09.2017

© BMSTU, 2018

---

## REFERENCES

- [1] Lakhtin Yu.M. *Metallovedenie i termicheskaya obrabotka metallov* [Physical metallurgy and heat treatment of metals]. Moscow, Metallurgiya Publ., 1983. 359 p.
- [2] Davydov S.V. Globular graphite crystallization in melt of high-duty cast iron. *Zagotovitel'nye proizvodstva v mashinostroenii* [Blanking Productions in Mechanical Engineering], 2008, no. 3, pp. 1–8 (in Russ.).
- [3] Panov A.G. Methodology of graphitized cast iron inoculation result stability increasing. *Liteyshchik Rossii*, 2010, no. 8, pp. 17–19 (in Russ.).
- [4] Nicoletto G., Konečná R., Majerová V. Fatigue behavior and fracture mechanisms of nitrided nodular cast iron. *Metal 2006*, Hradec and Moravici, CZ, 2006.
- [5] Konečná R., Nicoletto G., Majerová V. Structure and fatigue failure analysis of nitrided nodular cast iron. *Metal 2006*, Hradec and Moravici, CZ, 2006.
- [6] Nicoletto G., Konečná R., Majerová V. Influence of nitriding on the fatigue behavior and fracture micromechanisms of nodular cast iron. *Trdnost materialov*, 2008, no. 1.
- [7] Suh C.M., Jang H.K. Effects of surface hardening and residual stress on the fatigue characteristics of nitrided SACM 645 steel. *International Journal of Modern Physics B*, 2003, vol. 17, no. 8-9, pp. 1633–1639. DOI: 10.1142/S0217979203019435
- [8] Sung J.H., Kong J.H., Yoo D.K., On H.Y., Lee D.J., Lee H.W. Phase changes of the AISI 430 ferritic stainless steels after high-temperature gas nitriding and tempering heat treatment. *Materials Science and Engineering A*, 2008, vol. 489, no. 1-2, pp. 38–43. DOI: 10.1016/j.msea.2007.11.078
- [9] GOST 3443–87. Otlivki iz chuguna s razlichnoy formoy grafita. *Metody opredeleniya struktury* [State standard 3443–87. Cast iron castings with graphite of different form. Methods of structure determination]. Moscow, Standartinform Publ., 2005. 43 p.
- [10] Uskov M.P. *Struktura i fazovye prevrashcheniya tverdykh rastvorov vnedreniya na osnove al'fa-zheleza. Avtoreferat diss. dok. fiz.-mat. nauk* [Structure and phase transformations of solid interstitial solutions based on alpha-iron. Abs. doc. phys.-math. sci. diss.]. Moscow, MISiS Publ., 1982. 32 p.

**Mischuk L.N.** — Assistant, Department of Materials Engineering, Bauman Moscow State Technical University (2-ya Baumanskaya ul. 5, str. 1, Moscow, 105005 Russian Federation).

**Yudina T.Yu.** — Assistant, Department of Materials Engineering, Bauman Moscow State Technical University (2-ya Baumanskaya ul. 5, str. 1, Moscow, 105005 Russian Federation).

### Please cite this article in English as:

Mischuk L.N., Yudina T.Yu. Investigating Microstructure, Chemical Composition and Surface Layer Properties of Heavy-Duty Cast Iron After Nitriding. *Vestn. Mosk. Gos. Tekh. Univ. im. N.E. Baumana, Mashinost.* [Herald of the Bauman Moscow State Tech. Univ., Mech. Eng.], 2018, no. 4, pp. 84–91 (in Russ.). DOI: 10.18698/0236-3941-2018-4-84-91