

POLITECHNIKA WROCŁAWSKA  
INSTYTUT MATERIAŁOZNAWSTWA I MECHANIKI TECHNICZNEJ

Mgr inż. Krzysztof Widanka

## **NAWĘGLANIE PRÓŻNIOWE STALI SPIEKANYCH**

Rozprawa doktorska

Promotor:

Dr hab. inż. Włodzimierz Dudziński,  
Prof. nadzw. P. Wr.

Wrocław 2001

## SPIS TREŚCI

|                                                                                           | Strona |
|-------------------------------------------------------------------------------------------|--------|
| Wstęp .....                                                                               | 3      |
| 1. Nawęglanie wyrobów spiekanych .....                                                    | 5      |
| 1. 1. Nawęglanie próżniowe – metoda nawęglania gazowego nowej generacji .....             | 11     |
| 1. 2. Stale spiekane do nawęglania .....                                                  | 14     |
| 2. Cel i zakres pracy .....                                                               | 16     |
| 3. Spieki do prób i badań .....                                                           | 18     |
| 3. 1. Projektowanie składu chemicznego stali spiekanych .....                             | 18     |
| 3. 2. Dobór proszków .....                                                                | 18     |
| 3. 3. Technologia wykonania próbek .....                                                  | 19     |
| 4. Część doświadczalna .....                                                              | 20     |
| 4. 1. Adaptacja pieca próżniowego typu V3/2 do nawęglania .....                           | 20     |
| 4. 2. Pierwsze próby nawęglania .....                                                     | 23     |
| 4. 3. Dobór parametrów i przebieg procesu .....                                           | 25     |
| 4. 4. Obróbka cieplna po nawęglaniu .....                                                 | 28     |
| 5. Metodyka badań .....                                                                   | 28     |
| 5. 1. Pomiary twardości i mikrotwardości .....                                            | 28     |
| 5. 2. Badania mikroskopowe .....                                                          | 29     |
| 5. 3. Badania rentgenograficzne .....                                                     | 30     |
| 5. 4. Badania wytrzymałościowe i zmęczeniowe .....                                        | 30     |
| 6. Wyniki badań .....                                                                     | 32     |
| 6. 1. Wyniki pomiarów twardości .....                                                     | 32     |
| 6. 2. Wyniki pomiarów mikrotwardości .....                                                | 33     |
| 6. 3. Wpływ gęstości stali spiekanych na grubość warstw nawęglonych .....                 | 43     |
| 6. 4. Wpływ składu chemicznego stali spiekanych na grubość warstw nawęglonych .....       | 46     |
| 6. 5. Wpływ parametrów procesu na grubość warstw nawęglonych .....                        | 48     |
| 6. 6. Grubość warstw nawęglonych po hartowaniu w gazie i oleju .....                      | 55     |
| 6. 7. Wyniki badań mikroskopowych .....                                                   | 57     |
| 6. 7. 1. Mikrostruktury próbek w stanie spiekany .....                                    | 57     |
| 6. 7. 1. 1. Wyniki obserwacji przeprowadzonych za pomocą mikroskopu świetlnego .....      | 57     |
| 6. 7. 1. 2. Wyniki obserwacji w elektronowym mikroskopie skaningowym .....                | 59     |
| 6. 7. 2. Mikrostruktury próbek w stanie nawęglonym .....                                  | 62     |
| 6. 7. 2. 1. Wyniki obserwacji przeprowadzonych za pomocą mikroskopu świetlnego .....      | 62     |
| 6. 7. 2. 2. Wyniki obserwacji w elektronowym mikroskopie skaningowym .....                | 64     |
| 6. 7. 3. Mikrostruktury próbek w stanie utwardzonym .....                                 | 65     |
| 6. 7. 3. 1. Wyniki obserwacji przeprowadzonych za pomocą mikroskopu świetlnego .....      | 65     |
| 6. 7. 3. 2. Wyniki obserwacji w elektronowym mikroskopie transmisyjnym .....              | 70     |
| 6. 8. Wyniki badań rentgenograficznych .....                                              | 73     |
| 6. 9. Wyniki badań wytrzymałościowych i zmęczeniowych .....                               | 75     |
| 6. 9. 1. Wyniki badań wytrzymałościowych .....                                            | 75     |
| 6. 9. 2. Wyniki badań zmęczeniowych .....                                                 | 77     |
| 6. 9. 2. 1. Właściwości cykliczne materiału w stanie spiekany .....                       | 77     |
| 6. 9. 2. 2. Właściwości cykliczne materiału w stanie utwardzonym .....                    | 83     |
| 6. 9. 3. Wpływ grubości warstwy nawęglonej na cykliczną granicę plastyczności .....       | 89     |
| 6. 9. 4. Wpływ austenitu szczałkowego w warstwie na cykliczną granicę plastyczności ..... | 91     |
| 7. Omówienie wyników badań .....                                                          | 92     |
| 8. Wnioski .....                                                                          | 105    |
| 8. 1. Wnioski poznawcze .....                                                             | 105    |
| 8. 2. Wnioski uylitarne .....                                                             | 107    |
| Bibliografia .....                                                                        | 109    |



## WSTĘP

Stal była w minionym stuleciu i jest nadal, na progu nowego XXI wieku, materiałem konstrukcyjnym o najszerszym zastosowaniu. Wykorzystuje się ją do wyrobu silnie obciążonych części maszynowych i elementów konstrukcyjnych we wszystkich niemal gałęziach przemysłu. Ilość produkowanej stali na świecie i w Polsce wzrasta każdego roku, i wciąż znacznie przewyższa w tej rywalizacji pozostałe wytwarzane materiały metaliczne. Współczesny świat, ze swoim szybkim tempem wzrostu gospodarczego i konsumpcji, stawia coraz wyższe wymagania w zakresie wielkości i jakości produkcji materiałów oraz wyrobów użytkowych z równoczesnym ograniczeniem zużycia energii i surowców. Znajduje to swój wyraz w zastępowaniu klasycznych metod wytwarzania wyrobów stalowych w produkcji masowej metodami wydajniejszymi i tańszymi. Należy do nich między innymi metalurgia proszków, technologia stosunkowo młoda, której początek rozwoju sięga okresu międzywojennego. Zajmuje się ona wytwarzaniem proszków metali i niemetali oraz ich przetwórstwem w materiały o określonym przeznaczeniu i właściwościach. Jednym z nich są stale, które od operacji spiekania, stanowiącej końcowy etap w procesie technologicznym ich wytwarzania, nazwane zostały stalami spiekanymi.

Metalurgia proszków jest jedną z najszybciej rozwijających się w ostatniej dekadzie technologii wytwarzania w państwach wysoko uprzemysłowionych. O jej dynamice rozwoju najlepiej świadczą dane o produkcji proszków metali w Ameryce Północnej w roku 1999 [1], według których produkcja proszków żelaza i stali w ostatniej dekadzie wzrosła o 73% w stosunku do roku 1989.

Wśród głównych przyczyn ciągłego, kształtującego się corocznie na równym poziomie wzrostu produkcji spieków wymienia się [2]:

- niski koszt wytwarzania gotowych wyrobów, szczególnie o skomplikowanym kształcie, w produkcji seryjnej, dzięki małemu zużyciu surowców i wyeliminowaniu z procesu technologicznego obróbek wykańczających, generujących dużą ilość odpadów,
- możliwość pełnego zautomatyzowania procesu technologicznego i cyklu produkcyjnego,
- możliwość wytwarzania specjalnych stopów i materiałów, takich jak kompozyty na podstawie metalicznej, cermetali i innych będących połączeniem metali z niemetalami.

Niewątpliwie główną siłą napędową rozwoju technologii metalurgii proszków jest przemysł motoryzacyjny, na potrzeby którego produkowanych jest ok. 88% wszystkich części z materiałów porowatych [3]. Ze stali spiekanych, głównie stopowych, wytwarzane są przeważnie części do silników, skrzyń biegów i przekładni, takie jak: koła zębate, korbowody, krzywki itp. Według statystyk Amerykańskiego rynku metalowego [1] typowy samochód osobowy, wyprodukowany w roku 1999 przez motoryzacyjne koncerny amerykańskie (GM, FORD, DAIMLERCHRYSLER) zawierał ok. 16 kg części wykonanych ze spieków, i udział ten był większy w porównaniu z rokiem 1990 o ok. 46%. Przykładowo, według [1], ciężar części spiekanych z proszków żelaza i stali w silniku typu V-8 koncernu GM wynosi ok. 14 kg, a w automatycznych skrzyniach biegów (modelach 134R70W i E40D) Forda ok. 13 kg.

Stale spiekane, podobnie jak ich lite odpowiedniki, mogą być poddawane zabiegom obróbki cieplnej i cieplno-chemicznej. Posiadają one jednak swoją specyfikę obróbki, która wynika z ich porowatości, znamiennej cechy spieków, będącej konsekwencją technologii wytwarzania. Do najczęściej stosowanych metod obróbki cieplno-chemicznej wyrobów ze stali spiekanych należą nawęglanie i węgloazotowanie. Obecnie dominują jeszcze sposoby

klasycznego nawęglania gazowego, jednak sukcesywnie wzrasta stosowanie tzw. metod nowej generacji, wykorzystujących technikę próżniową. Na przełomie ostatnich lat obserwuje się stały wzrost liczby hartowni na świecie stosujących technologię nawęglania próżniowego i jonowego. Z raportu przedstawiającego rynek obróbki cieplnej i cieplno-chemicznej w Ameryce Północnej [4] wynika, iż 22 hartownie wykorzystują już metodę nawęglania próżniowego. Podkreśla się także wciąż dominującą rolę nawęglania wśród stosowanych obróbek dyfuzyjnych. W Europie metoda ta znajduje coraz szersze zastosowanie we Francji i Niemczech. Z posiadanych informacji wynika, iż żadna hartownia krajowa nie wykorzystuje wspomnianej techniki do nawęglania części maszynowych. W piśmiennictwie poświęconym obróbce cieplno-chemicznej coraz częściej spotykany jest pogląd, podzielany przez większość badaczy, o wyższości metody nawęglania próżniowego nad konwencjonalnym nawęglaniem gazowym. W publikacjach zwraca się jednak uwagę na bardzo małą ilość usystematyzowanych danych, dotyczących wpływu parametrów procesu i gęstości spieków na grubość uzyskiwanych warstw dyfuzyjnych. W artykułach dominuje ocena efektów nawęglania (przeważnie konwencjonalnego), zastosowanego głównie do stopowych stali spiekanych z kombinacjami trzech pierwiastków stopowych: miedzi (Cu) niklu (Ni) i molibdenu (Mo). Mało jest także danych literaturowych odnoszących się do wpływu nawęglania, w tym szczególnie próżniowego, na zachowanie się i wytrzymałość stali spiekanych w warunkach obciążeń zmiennych. W literaturze przedmiotu poświęconej temu zagadnieniu spotyka się głównie analizę i ocenę wpływu ulepszania cieplnego na ich wytrzymałość i żywotność.

W pracy podjęto próbę uzupełnienia tej luki o nowe dane dotyczące efektów nawęglania próżniowego stali spiekanych z chromem (Cr) i manganem (Mn) oraz niklem (Ni) i molibdenem (Mo), jako głównymi dodatkami stopowymi. Przedstawiono wyniki analizy stanu warstw powierzchniowych po przeprowadzonym nawęglaniu próżniowym, której celem było pełne scharakteryzowanie układu wytrzymałościowego: warstwa-podłoże, decydującego o zachowaniu się badanych materiałów w warunkach eksploatacyjnych. Zaproponowano także empiryczną formułę, opracowaną w oparciu o uzyskane wyniki prób i badań, na efektywną grubość warstwy nawęglonej dla nawęglania próżniowego stali spiekanych z porowatością otwartą, uwzględniającą ich gęstości.

## 1. NAWĘGLANIE WYROBÓW SPIEKANYCH

Przyszłość i dalszy rozwój technologii metalurgii proszków są związane z realizacją następujących trzech priorytetów [5]:

- dalszą obniżką kosztów wytwarzania poprzez ulepszanie istniejących i szukanie nowych rozwiązań technologicznych,
- podwyższaniem wytrzymałości wyrobów spiekanych,
- poprawą stabilności wymiarowej poprzez zawężanie dopuszczalnych tolerancji.

Wzrost wytrzymałości, szczególnie zmęczeniowej, i zarazem odporności na ścieranie części spiekanych można osiągnąć między innymi poprzez zastosowanie obróbki cieplno-chemicznej. Spośród jej metod, do komponentów spiekanych, najczęściej wykorzystuje się nawęglanie i węgloazotowanie. Wymienionym operacjom obróbki cieplno-chemicznej poddaje się zazwyczaj spieki wytwarzane z proszków na bazie żelaza. Należą do nich spieki z czystego żelaza (stali niskowęglowej), często zawierające dodatek miedzi oraz ze stali węglowych i stopowych o zawartości węgla przeważnie do 0,3%. Ze względu na bardzo małą hartowność, wyroby spiekane ze stali niestopowych (w tym spieki z Fe i Fe-Cu) częściej poddaje się węgloazotowaniu niż nawęglaniu. Azot, rozpuszczając się w żelazie, zwiększa hartowność stali i w konsekwencji zapewnia większą grubość oraz twardość warstwy utwardzonej (ogranicza występowanie miękkich plam). Nawęglanie, zwykle w medium gazowym, stosuje się przeważnie do spieków ze stali stopowych, które dzięki zawartości dodatków stopowych (najczęściej Cu, Ni i Mo) posiadają większą hartowność. Sam proces przebiega według tych samych reguł jak w przypadku nawęglania gazowego stali litych. Jednak porowatość, która jest znaną cechą stali spiekanych, powoduje pewną odmienność ich zachowania się w trakcie nawęglania.

W pierwszym rzędzie wywołuje ona szybszy, bardziej głęboki przebieg procesu dyfuzyjnego i może w odpowiednich warunkach doprowadzić do nawęglania całej objętości spieku, a nie tylko jego powierzchni. Na głębokość nawęglania wpływa głównie porowatość otwarta, której udział jest ściśle związany z gęstością spieku. Pory otwarte, stanowiące drogi penetracji gazu nawęglającego w głąb materiału, są powodem stosowania do wyrobów spiekanych nieco niższych temperatur i znacznie krótszych czasów nawęglania w porównaniu do części wykonanych ze stali litych. Zwykle są to temperatury z zakresu  $800^{\circ}\text{C} \div 870^{\circ}\text{C}$  i czasy od 30 do 90 minut w zależności od grubości warstwy [6]. Porowatość otwarta sprawia, że trudno jest uzyskiwać założone grubości warstw nawęglonych. Dopiero w stalach spiekanych o gęstości powyżej  $7,3 \text{ g/cm}^3$  [6], w których pory otwarte już nie występują, nawęglanie przebiega podobnie jak w stalach litych i grubość warstw nawęglonych może być regulowana za pomocą czasu i temperatury procesu. Za gęstość progową, poniżej której trudno jest sterować grubością warstwy dyfuzyjnej parametrami procesu, przyjmuje się wartość z przedziału  $6,9 \div 7,0 \text{ g/cm}^3$ . Według [7], przy tej właśnie gęstości występuje największy rozrzut grubości warstwy utwardzonej. Trudności w regulowaniu grubości warstwy nawęglonej, w procesie klasycznego nawęglania gazowego, za pomocą parametrów procesu ilustrują wyniki badań zamieszczone w pracy [8] – tabela 1. Badania zostały przeprowadzone na próbkach stopowej stali spiekanej o składzie chemicznym: 0,02% C; 2,0% Cu; 1,8% Ni; 0,7% Mo i 0,5% Mn oraz gęstości  $6,9 \text{ g/cm}^3$ . Próbkę, o wymiarach  $\varnothing 50 \text{ mm} \times 10 \text{ mm}$ , poddano nawęglaniu w atmosferze endotermicznej o potencjale węglowym z przedziału  $0,5\% \div 0,9\% \text{C}$ , w temperaturze  $875^{\circ}\text{C}$  i trzech różnych czasach: 24 min, 36 min i 44 min. W prezentowanej tabeli 1 został podany opis mikrostruktur warstwy utwardzonej i rdzenia, uzyskanych po nawęglaniu w wyżej wymienionych parametrach oraz wartości zmierzonych grubości warstw i zawartości węgla w rdzeniu (trzy pierwsze próbki). Wyniki te świadczą o zachodzącej, szybkiej i głębokiej penetracji gazu nawęglającego w głąb materiału, co wyraża się zwiększoną, w porównaniu do

wyjściowej (0,02% C), zawartością węgla (ok. 0,1% C) i wynikającą z niej obecnością bainitu górnego w strukturze rdzenia.

**Tabela. 1.** Opis mikrostruktury warstwy nawęglonej i rdzenia oraz grubości warstw i zawartości węgla w rdzeniu, próbek stali spiekanej z 0,02 %C; 2,0 %C; 1,8 %Ni; 0,7 %Mo i 0,5 %Mn o gęstości 6,9 g/cm<sup>3</sup> po nawęglaniu gazowym w temperaturze 875°C i hartowaniu w oleju, w czasach i potencjałem węglowym atmosfery, odpowiednio dla trzech pierwszych próbek: 1): 36 min. - 0,76%C, 2): 44 min. - 0,87%C i 3): 24 min. - 0,55%C [8].

| Próbka | Mikrostruktura                          |                                        | Grubość warstwy nawęglonej <sup>1</sup>                                                  | Zawartość węgla w rdzeniu |
|--------|-----------------------------------------|----------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------|
|        | Warstwa powierzchniowa                  | Rdzeń                                  |                                                                                          |                           |
| 1      | martenzyt                               | bainit górny DPH290-380 <sup>2</sup>   | 0.5 – 0.7 mm                                                                             | 0.10 %                    |
| 2      | martenzyt                               | bainit górny DPH290-380                | 0.8 – 1.0 mm                                                                             | 0.15 %                    |
| 3      | martenzyt                               | bainit górny DPH290-380                | 0.3 – 0.4 mm                                                                             | 0.08 %                    |
| 4      | $\gamma', \gamma' + \alpha', \alpha'^3$ | równooosiowe ziarna ferrytu DPH120-250 | strefa przypowierzchniowa: 2 – 4 $\mu\text{m}$ .<br>strefa wydzielen $\gamma'$ : 0.14 mm | 0.02 %                    |
| 5      | równooosiowe ziarna ferrytu             | równooosiowe ziarna ferrytu DPH120-250 |                                                                                          | 0.02 %                    |
| 6      | martenzyt i austenit szczątkowy         | równooosiowe ziarna ferrytu DPH120-250 | 1.5 – 1.8 mm                                                                             | 0.03 %                    |
| 7      | równooosiowe ziarna ferrytu             | równooosiowe ziarna ferrytu DPH120-250 |                                                                                          | 0.02 %                    |
| 8      | równooosiowe ziarna ferrytu             | równooosiowe ziarna ferrytu DPH120-250 |                                                                                          | 0.02 %                    |

<sup>1</sup>Grubość warstw nawęglonych była mierzona do miejsca pojawienia się struktury rdzenia.

<sup>2</sup>Pomiary mikrotwardości wykonywano sposobem Vickersa przy obciążeniu 25 G.

<sup>3</sup>Faza  $\gamma'$ : Fe<sub>4</sub>N; faza  $\alpha'$ : ferryt nasycony azotem.

W praktyce, dla uniezależnienia się od wahań gęstości stali i zapewnienia większej powtarzalności w otrzymywaniu założonych grubości warstw dyfuzyjnych, wprowadza się do składu chemicznego stali spiekanych, przeznaczonych do obróbki cieplno-chemicznej, dodatki fosforu (od 0,3 do 0,6%) i siarki (od 0,2 do 0,5%) [9]. Działanie obydwóch pierwiastków, w stalach zlewnych uważanych za domieszki szkodliwe, w stalach spiekanych polega na intensyfikacji procesu spiekania za pośrednictwem fazy ciekłej, którą tworzą one w mieszaninie z żelazem w temperaturze spiekania. Powstająca faza ciekła wywołuje także sferoidyzację porów i w rezultacie prowadzi do zamykania porów otwartych, które jak już wspomniano, są główną przyczyną niekontrolowanego przebiegu wszystkich procesów dyfuzyjnych w stalach spiekanych.

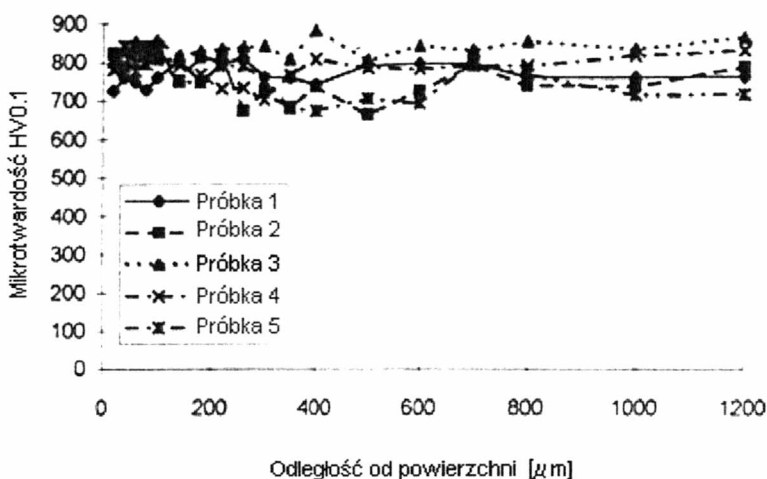
Druga istotna różnica w zachowaniu się wyrobów porowatych podczas obróbki cieplno-chemicznej polega na ich łatwym utlenianiu wewnętrznym, w wypadku braku atmosfery ochronnej w czasie podgrzewania i wygrzewania. Hartowanie ich w cieczach hartowniczych powoduje z kolei nasycanie porów środkiem chłodzącym, którym najczęściej jest olej o temperaturze ok. 60°C. Operacje mycia nie usuwają całkowicie oleju z wnętrza porów otwartych, którego składniki o mniejszym ciężarze cząsteczkowym odparowują podczas następnego odpuszczania, wytwarzając znaczne ilości szkodliwych oparów o bardzo nieprzyjemnym zapachu, zanieczyszczających atmosferę [6]. Stosowanie kąpeli hartowniczych stwarza także dogodne warunki do występowania, szkodliwego w skutkach, zjawiska korozji wewnętrznej [10].

Wymienione problemy związane ze specyfiką obróbki części spiekanych próbuje się rozwiązywać, zastępując klasyczne metody obróbki cieplno-chemicznej metodami opartymi

na technice próżniowej. Należy do nich między innymi nawęglanie przeprowadzane w piecu próżniowym przy ciśnieniu roboczym atmosfery nawęglającej z zakresu  $5 \div 100$  hPa, nazywane (w bezpośrednim tłumaczeniu z języka angielskiego) nawęglaniem próżniowym.

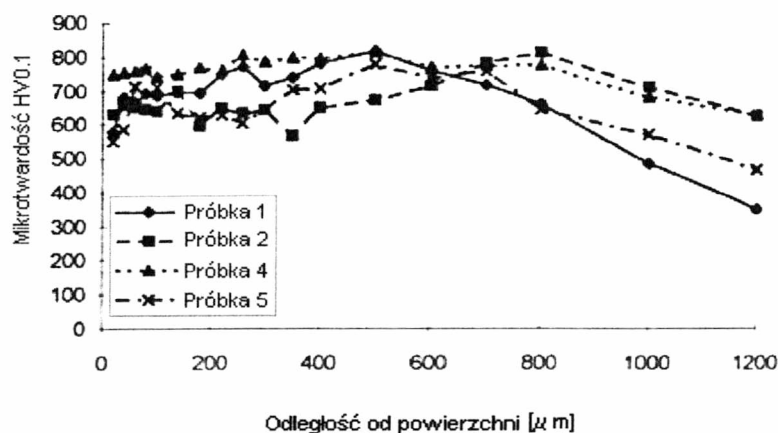
Efekty nawęglania próżniowego stali spiekanych, przeważnie w odniesieniu do grubości i stanu warstw dyfuzyjnych, które często porównuje się z efektami nawęglania konwencjonalnego, prezentowane są między innymi w pracach [11-14]. Jako przykład mogą posłużyć, zamieszczone w pracy [14], wyniki pomiarów efektywnej grubości warstw nawęglonych, uzyskanych po nawęglaniu próżniowym i konwencjonalnym dla pięciu wariantów stopowej stali spiekanej z Ni, Mo i Mn o gęstości  $6,9 \text{ g/cm}^3$ , różniących się zawartością węgla i dodatkiem Cu. Oba procesy nawęglania (próżniowego i konwencjonalnego) przebiegały w podobnej temperaturze i czasie. Z cytowanej pracy pochodzą, pokazane na rys. 1 i 2, wykresy rozkładów mikrotwardości warstw utwardzonych wymienionych wariantów stali spiekanej po nawęglaniu konwencjonalnym i próżniowym. Przebieg krzywych rozkładów mikrotwardości w warstwach utwardzonych po nawęglaniu konwencjonalnym, pokazanych na rys. 1, potwierdza sygnalizowane wcześniej zjawisko głębokiej dyfuzji węgla w procesie klasycznego nawęglania gazowego. Z kolei przebieg krzywych rozkładów mikrotwardości pokazanych na rys. 2 wskazuje, że w warstwach utwardzonych, uzyskanych po nawęglaniu próżniowym, występuje wyraźna różnica pomiędzy twardością warstwy i twardością rdzenia, uwidoczniła się pojawieniem się strefy przejściowej. Znacznie wyraźniej zarysowuje się ona w warstwie powierzchniowej próbek wariantu 1 (0,1% C) i 5 (0,02% C), w porównaniu do próbek wariantu 2 (0,36% C) i 4 (0,43% C).

Hartowanie powyższych próbek stali po nawęglaniu próżniowym przebiegało w dwóch ośrodkach chłodzenia: oleju i azocie przy ciśnieniu roboczym 5 bar. Przedstawione na rys. 2 wykresy z rozkładami mikrotwardości warstw nawęglonych próżniowo po hartowaniu w oleju (a) i azocie (b) wskazują na występowanie różnic w wartościach ich efektywnej grubości. Jak wynika z rysunku 2 wyznaczone, przy wartości mikrotwardości równej 550HV0.1, efektywne grubości warstw nawęglonych po hartowaniu w oleju są większe niż po hartowaniu w azocie.

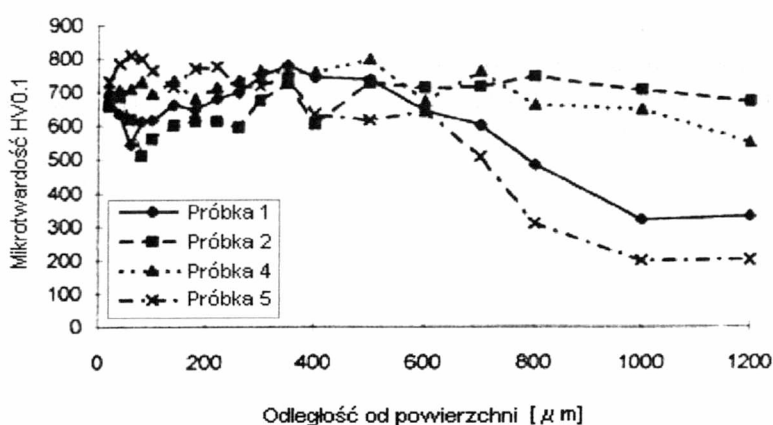


**Rys. 1.** Rozkłady mikrotwardości w warstwach utwardzonych 5 próbek stopowej stali spiekanej z Ni, Mo i Mn o następujących zawartościach węgla: próbka 1 - 0,1% C; próbka 2 - 0,36% C; próbka 3 - 0,28% C; próbka 4 - 0,43% C; próbka 5 - 0,02% C po konwencjonalnym nawęglaniu gazowym w temperaturze  $920^{\circ}\text{C}$  i czasie 3,5 godziny [14].





a)



b)

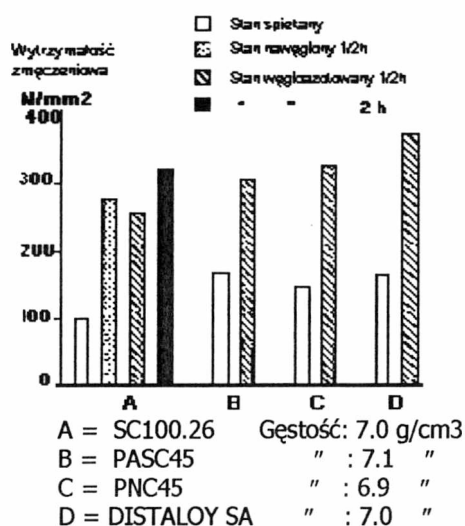
**Rys. 2.** Rozkłady mikrotwardości w warstwach utwardzonych 4 próbek stopowej stali spiekanej z Ni, Mo i Mn o następujących zawartościach węgla: próbka 1 – 0,1% C; próbka 2 – 0,36% C; próbka 4 – 0,43% C; próbka 5 – 0,02% C po nawęglaniu próżniowym w temperaturze 940°C, w czasie 3 godzin i zahartowaniu w oleju – a) oraz w azocie (przy ciśnieniu 5 bar) – b) [14].

Podsumowując przegląd literaturowy w części dotyczącej wspomnianych efektów obu metod nawęglania (konwencjonalnego i próżniowego) i ich porównania w odniesieniu do stali spiekanych o gęstościach z przedziału  $6,8 \div 7,3 \text{ g/cm}^3$  należy podkreślić, że w następstwie zastosowania obniżonego ciśnienia gazu nawęglającego uzyskuje się:

- wolniejszą i płytszą penetrację gazu w głąb materiału [11-14],
- większe zróżnicowanie twardości pomiędzy warstwą nawęgloną i rdzeniem [12-14],
- większą ilość austenitu szczątkowego w warstwie nawęglonej [13, 14].

Jak już wcześniej wspomniano, głównym celem nawęglania części maszyn jest poprawa ich wytrzymałości, szczególnie zmęczeniowej oraz odporności na ścieranie. Jednym z najważniejszych efektów umocnienia powierzchni, który uzyskuje się między innymi dzięki nawęglaniu, jest przesunięcie początku zniszczenia z powierzchni wyrobu w głąb przekroju, w kierunku mniejszych obciążeń zewnętrznych [4]. O trwałości w warunkach eksploatacji wyrobów porowatych, podobnie jak i nieporowatych, decyduje przede wszystkim stan warstwy powierzchniowej oraz wzajemne korelacje pomiędzy warstwą i podłożem. Niewłaściwie wytworzona warstwa może doprowadzić do powstania karbu strukturalnego i przyspieszonego zniszczenia, poprzez stworzenie dogodnego miejsca do zarodkowania pęknięć zmęczeniowych, którym jest początek strefy przejścia warstwy utwardzonej w rdzeń. Prawidłowo przeprowadzone nawęglanie gwarantuje zazwyczaj płynne przejście z warstwy wierzchniej do rdzenia, a tym samym właściwy rozkład naprężeń własnych w miejscu najbardziej osłabionym. Właśnie z tego powodu nawęglanie jest preferowanym, w porównaniu do innych rodzajów obróbki cieplno-chemicznej, sposobem umocnienia powierzchni, szczególnie tam gdzie występują duże obciążenia dynamiczne. Części maszyn wytwarzane przeważnie ze stali spiekanych to wspomniane we wstępie elementy skrzyń biegów (głównie koła zębate) i mechanizmów krzywkowych, pracujące w warunkach obciążeń zmiennych. Właśnie dla nich, ze względu na charakter pracy i występujące naprężenia, najczęściej przeprowadza się nawęglanie (lub węgloazotowanie) aby zapewnić im odpowiednio wysoką wytrzymałość zmęczeniową, głównie stykową i na zginanie, wraz z wysoką odpornością na ścieranie.

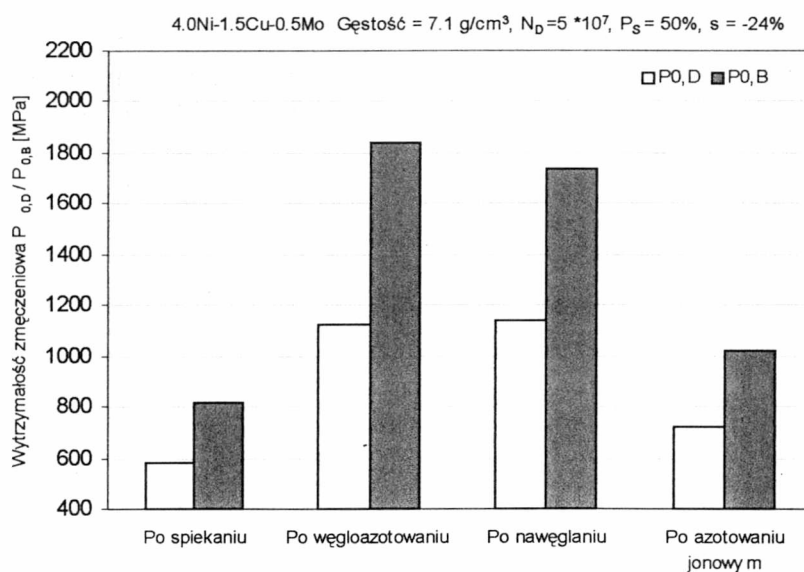
Z przeglądu literatury poświęconej zagadnieniom zmęczenia stali spiekanych znajdujących się w różnych stanach obróbki wynika, że badania zmęczeniowe, których głównym celem jest wyznaczenie wytrzymałości zmęczeniowej, przeprowadzane są na próbkach stali spiekanych z karbem i bez karbu, wykonywanych z proszków elementarnych i stopowych typu Distaloy (z Cu, Ni i Mo). Próby zmęczeniowe prowadzone są najczęściej w warunkach zginania obrotowego i jednoosiowego rozciągania-ściskania. W większości prac dominuje ocena wpływu ulepszania cieplnego i węgloazotowania na wytrzymałość zmęczeniową [15-18]. W pracy [9], jako jednej z niewielu, podano wartość wytrzymałości zmęczeniowej, wyznaczonej przy próbie zginania wahadłowego dla niestopowej stali niskowęglowej (SC100.26) o gęstości  $7,0 \text{ g/cm}^3$  w stanie utwardzonym po konwencjonalnym nawęglaniu gazowym, obok wartości dla kilku wybranych stopowych stali niskowęglowych (z P oraz z Cu, Ni i Mo) o gęstości z przedziału  $6,9 \div 7,1 \text{ g/cm}^3$  w stanie utwardzonym po węgloazotowaniu – rys. 3.



**Rys. 3.** Wytrzymałość zmęczeniowa na zginanie wahadłowe wybranych stali spiekanych w stanie spiekającym i utwardzonym powierzchniowo (po nawęglaniu i węgloazotowaniu) [9].

Oba procesy, nawęglania i węglazotowania gazowego, przeprowadzano w temperaturze 850°C i czasie 30 minut. Z przedstawionego na rys. 3, pochodzącego z cytowanej pracy zestawienia wynika, że wytrzymałość zmęczeniowa stali niestopowej SC100.26 po nawęglaniu, w wyżej wymienionych parametrach, wzrosła o ok. 200% w porównaniu do stanu spiekanego. Dużo mniejsze przyrosty wartości wytrzymałości zmęczeniowej w odniesieniu do stanu spiekanego, kształtujące się na poziomie od 50% do 100%, w porównaniu do wyżej wymienionych, uzyskano dla spiekanych stali stopowych z Cu oraz Ni i Mo o gęstościach z przedziału  $6,8 \div 7,0 \text{ g/cm}^3$  po konwencjonalnym nawęglaniu gazowym, przy próbie odzerowo tętniącego rozciągania [13].

W ostatnich latach wykonywane są testy zmęczeniowe, specjalnie przystosowane do badania materiałów porowatych, nazywane zmodyfikowanymi próbami „ZF-RCF” (od Zahnradfabrik Friedrichshafen - rolling contact fatigue) na stykową wytrzymałość zmęczeniową. Między innymi w pracy [19] przedstawiono wyniki badań, przeprowadzonych z wykorzystaniem wspomnianej metody, wybranych stali spiekanych (z Cu, Ni i Mo) o gęstościach z przedziału  $6,8 \div 7,4 \text{ g/cm}^3$  po różnych zabiegach obróbki cieplnej i cieplno-chemicznej. Dowodzą one bardzo korzystnego wpływu nawęglania na wyznaczone wielkości. Jego przejawem jest ponad dwukrotny (w próbach ze zmiennym obciążeniem) wzrost stykowej wytrzymałości zmęczeniowej stali z Cu, Ni i Mo o gęstości  $7,1 \text{ g/cm}^3$  po nawęglaniu, w porównaniu do stanu spiekanego, co pokazano na rysunku 4.



**Rys. 4.** Stykowe wytrzymałości zmęczeniowe spiekanej stali stopowej (z 4% Ni, 1,5% Cu i 0,5% Mo) o gęstości  $7,1 \text{ g/cm}^3$  w stanach: spiekany, węglazotowany, nawęglony i azotowany (po azotowaniu jonowym), wyznaczone w próbach „ZF-RCF” dla dwóch różnych warunków obciążenia: pod obciążeniem stałym (D) i zmiennym (B) [19].

Kończąc omawianie piśmiennictwa w części dotyczącej wpływu nawęglania na właściwości użytkowe wyrobów spiekanych należy podkreślić, że większe przyrosty wytrzymałości zmęczeniowej po nawęglaniu, w odniesieniu do stanu spiekanego, występują dla niestopowych stali niskowęglowych niż dla stali stopowych. Nawęglanie (podobnie jak węglazotowanie) stali spiekanych stopowych, które dzięki zawartości dodatków stopowych (zazwyczaj kombinacji Cu, Ni i Mo) posiadają większą hartowność, pozwala jednak na osiągnięcie wyższych właściwości użytkowych w porównaniu do stali spiekanych niestopowych.



Dlatego silnie obciążone części maszyn wytwarzane są ze stali spiekanych stopowych, których trwałość można dodatkowo zwiększyć przez zastosowanie nawęglania.

## 1. 1. Nawęglanie próżniowe – metoda nawęglania gazowego nowej generacji

Nawęglanie próżniowe, traktowane jako jeden z wariantów nawęglania gazowego, jest prowadzone przy ciśnieniu niższym od atmosferycznego i należy do stosunkowo nowoczesnych metod, ściśle związanych z rozwojem techniki próżniowej. Jeden z pierwszych patentów odnośnie tego procesu został zgłoszony w 1960 roku przez firmę IBSEN, czołowego producenta pieców próżniowych na świecie. Podstawy procesu i mechanizmy reakcji zachodzące w czasie jego trwania, które zostały opisane dość dokładnie w literaturze fachowej [20-26], nie uległy istotnym zmianom. Ciągłemu udoskonaleniu, na przełomie ostatnich 40 lat, podlegały warunki nawęglania i rozwiązania konstrukcyjne pieców, zmierzające do zwiększenia efektywności procesu. Wychodziły one naprzeciw głównym ograniczeniom metody, do których zaliczano [23]:

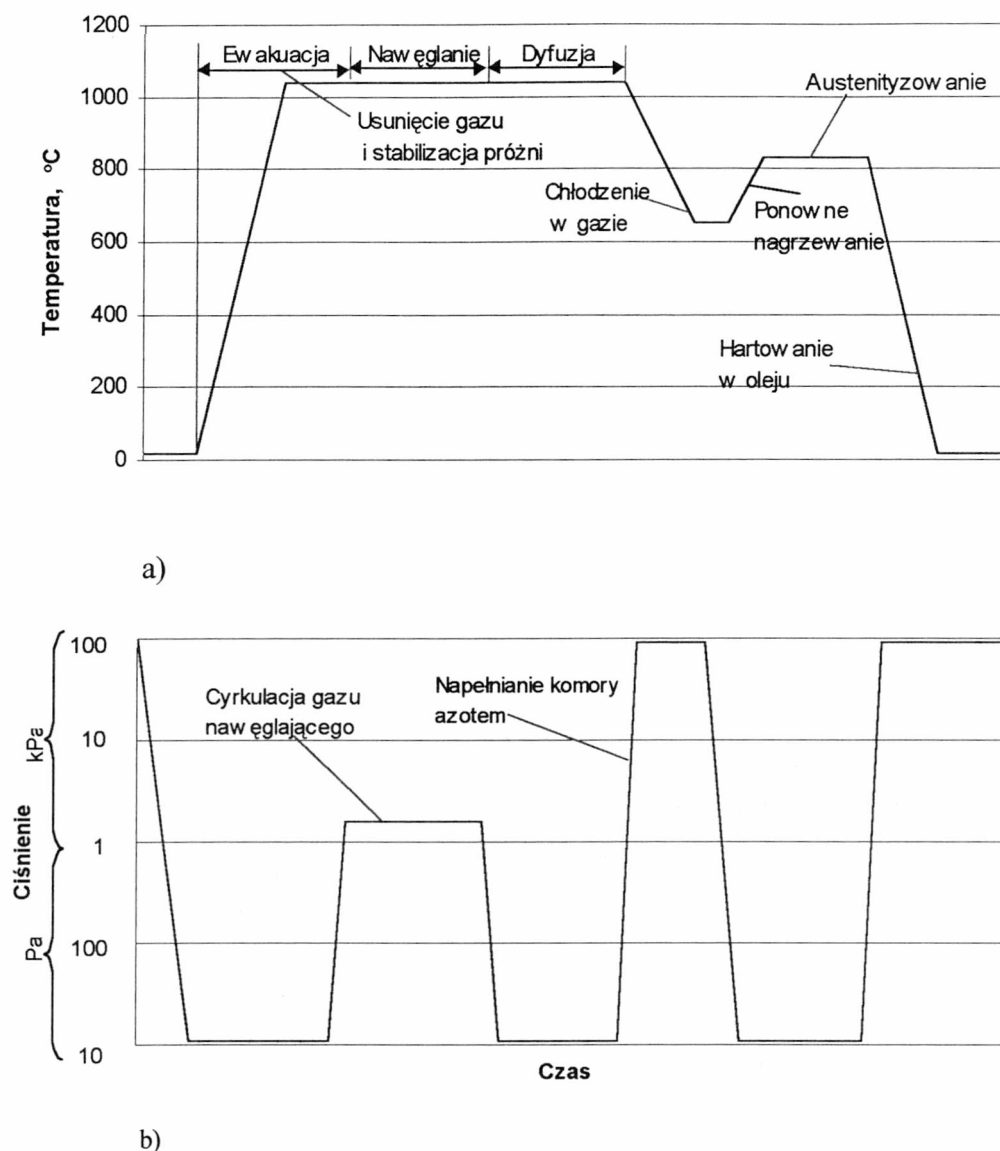
- mniejszą wydajność związaną z koniecznością mniejszej gęstości załadunku pieca, ze względu na niedostateczną cyrkulację gazu nawęglającego w obniżonym ciśnieniu,
- generowanie dużych ilości sadzy.

Współczesne konstrukcje pieców próżniowych eliminują większość wymienionych problemów i stwarzają nowe możliwości doskonalenia procesu technologicznego, głównie poprzez zastosowanie niskich, precyzyjnie regulowanych ciśnień oraz wyższych temperatur nawęglania. Dużą szybkość reakcji termicznego rozpadu węglowodorów (najczęściej propanu), prowadzącą do wytwarzania nadmiaru węgla, osadzającego się w postaci niekorzystnej sadzy, skutecznie obniżono oddziałując na jej kinetykę. Zastosowano rozcieńczanie propanu azotem i obniżono jego całkowite ciśnienie do poziomu niskiej próżni [25, 26]. W porównaniu do lat siedemdziesiątych, gdzie stosowane ciśnienia robocze gazu nawęglającego w komorze pieca rzędu 100-500 hPa generowały duże ilości sadzy, współczesne piece pracują już przy absolutnych ciśnieniach propanu od kilku do kilkudziesięciu hPa [27]. Produkowane obecnie piece i instalacje do nawęglania usuwają również skutecznie uciążliwy przy długotrwałej eksploatacji problem osadzania się, głównie na izolatorach, śladów smoły i węgla pirolitycznego (depozytu węglowego) [27, 28].

Nawęglanie w piecu próżniowym różni się od konwencjonalnego nawęglania gazowego nie tylko obniżonym ciśnieniem atmosfery nawęglającej, ale także przebiegiem samego procesu. Wszystkie publikacje poświęcone temu zagadnieniu opisują jego przebieg w następujących etapach:

- wzbogacenie w węgiel przy wysokiej temperaturze, w mieszaninach metanu z azotem lub propanu z azotem, pod ciśnieniem od kilku do kilkudziesięciu milibarów;
- dyfuzja w próżni;
- obniżenie temperatury poniżej temperatury przemiany perlitycznej dla rozdrobnienia ziarna;
- ponowna austenitizacja i hartowanie olejowe lub gazowe.

Opisany powyżej przebieg nawęglania w piecu próżniowym przedstawiono w postaci diagramu na rys. 5. Pełny cykl nawęglania może składać się z jednej fazy nasycania w warunkach ustabilizowanego przepływu gazu nawęglającego przez komorę pieca z następującą po niej jedną fazą dyfuzji (metoda ciągła – rys. 5.) [21, 22] albo z szeregu pulsacji ciśnienia, zapewniających wielokrotne powtórzenie fazy nasycania i dyfuzji (metoda pulsacyjna) [24].



Rys. 5. Przebieg nawęglania w piecu próżniowym: a) temperatury, b) ciśnienia w funkcji czasu – schemat [21].

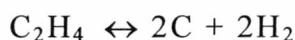
Stosowanie atmosfer równowagi pozwala przewidywać stopień nasycenia w węgiel warstwy wierzchniej przez analizę składu atmosfery i wyliczanie ilości węgla. Nawęglanie próżniowe w  $C_3H_8$  jest procesem całkowicie nierównowagowym, gdzie cały wydzielony z rozpadu węglowodoru węgiel nie opuszcza komory pieca. W praktyce oznacza to wyeliminowanie konieczności prowadzenia wszelkich analiz składu i kontroli potencjału węglowego atmosfery oraz sporządzania tradycyjnego bilansu węgla dla wyliczenia jego ilości potrzebnej do dyfuzji. Kontrola procesu jest możliwa tylko przez znajomość strumienia węgla w każdym punkcie wsadu. Jak dotąd żadna metoda pomiaru nie została do końca dopracowana, proponowane jest wykorzystanie [23] bądź spektrografu masy w celu określania ilości węgla zużytego w komorze pieca, bądź systemu sond oporowych, których rezystancja zmienia się wraz z zawartością węgla. Jednak przy wsadach powtarzalnych znajomość takich parametrów jak: temperatura, czas, wydatek wlotowy gazu jest zupełnie wystarczająca dla zapewnienia obróbki powtarzalnej, gdyż mechanizmy procesu są o wiele prostsze niż w procesach z obecnością atmosfer równowagi. Jako atmosferę nawęglającą stosuje się najczęściej

propan rozcieńczany azotem, którego zadaniem jest, jak już wcześniej wspomniano, zmniejszenie kinetyki rozpadu węglowodoru. W zakresie niskich ciśnień ( $3\div 20$  mbar) i temperatur stosowanych w procesie nawęglania próżniowego ( $900\div 1100^\circ\text{C}$ ) propan, w porównaniu z metanem, jest gazem dużo wydajniejszym [26] i zapewnia większą niż metan ilość węgla do dyfuzji. Ostatnie wyniki prób nawęglania próżniowego w atmosferach różnych gazów, zamieszczone w pracy [29], wskazują na jeszcze większą od propanu wydajność acetylenu ( $\text{C}_2\text{H}_2$ ), szczególnie przy wysokich temperaturach nawęglania (powyżej  $1000^\circ\text{C}$ ).

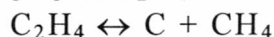
Zastosowanie obniżonego ciśnienia przyspiesza proces krakingu cząsteczki propanu według reakcji:



a następnie ułatwia zachodzenie reakcji dysocjacji etylenu:

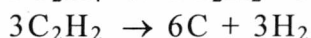
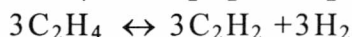


Ogólnie proces nawęglania próżniowego z udziałem propanu przebiega według następujących reakcji [23]:



Przeprowadzone w pracy [30], przy pomocy spektrografu masowego, badania składu chemicznego atmosfery gazowej w piecu próżniowym w temperaturze  $980^\circ\text{C}$  przy ciśnieniu 6,5 mbara, powstałej z rozkładu propanu, wykazały występowanie następujących gazów: 66%  $\text{H}_2$ , 15%  $\text{CH}_4$ , 2,5%  $\text{C}_2\text{H}_2$ , 9,5%  $\text{CH}_4$ , 0,7%  $\text{C}_2\text{H}_6$ , 1,3%  $\text{C}_3\text{H}_6$ , 5%  $\text{C}_3\text{H}_8$ .

Stwierdzona obecność acetylenu pozwoliła na zapisanie przebiegu reakcji w trakcie nawęglania w następujący, zmodyfikowany sposób [30]:



Węgiel do dyfuzji otrzymuje się tutaj nie bezpośrednio z rozpadu etylenu lecz z cząsteczki acetylenu  $\text{C}_2\text{H}_2$ , która jest najmniej trwałą spośród wszystkich pozostałych [31].

Do głównych zalet opisywanej metody w porównaniu z konwencjonalnym nawęglaniem gazowym zalicza się [20]:

- szybszy przebieg nawęglania między innymi ze względu na :
  - bardziej stromy gradient węgla przy powierzchni,
  - próżniowe oczyszczanie powierzchni wsadu przed nawęglaniem,
- możliwość pracy pieca próżniowego przy podwyższonych temperaturach bez skrócenia jego żywotności;
- czystą metaliczną powierzchnię wsadu po obróbce,
- wyeliminowanie utleniania wewnętrznego,
- łatwiejszą kontrolę, regulację i sterowanie przebiegiem procesu,
- „przyjazność” dla środowiska naturalnego (zmniejszenie emisji ciepła i szkodliwych gazów procesowych do atmosfery),
- większe bezpieczeństwo pracy.

Do hartowania części nawęglanych w pierwszych piecach próżniowych, przystosowanych do nawęglania, używane były wanny olejowe. Zastosowanie gazu jako ośrodka hartowniczego zapewnia bardziej równomierny i jednorodny rozkład temperatury na całej długości i przekroju przedmiotów chłodzonych, zmniejszając tym samym skłonność do odkształceń. Głównie z tego powodu coraz częściej w piecach próżniowych po nawęglaniu stosuje się hartowanie w gazach obojętnych. Najczęściej wykorzystuje się azot przy ciśnieniach z zakresu 6-10 bar, a ostatnio hel lub mieszaninę obu gazów [32]. Jeszcze większe szybkości chłodzenia uzyskuje się przy zastosowaniu wspomnianych gazów w piecach dwukomorowych, z tzw. zimną komorą chłodzenia [33].

Nawęglanie próżniowe należy do technologii przyszłości, a wzrost jej akceptacji związany jest ze znacznym zmniejszeniem zużycia energii i gazu. Stanowi to mocny atut metody w dobie oszczędności i ochrony środowiska, a możliwość prowadzenia innych procesów wysokotemperaturowych takich jak: hartowanie, wyżarzanie, lutowanie i spiekanie w tym samym piecu próżniowym rozwiązuje problem wysokich nakładów inwestycyjnych.

## **1. 2. Stale spiekane do nawęglania**

W klasyfikacji stali spiekanych nie wyodrębnia się oddzielnej grupy stali z przeznaczeniem do nawęglania, podobnie jak to ma miejsce wśród stali litych. Z przeglądu literatury przedmiotu wynika, że nawęglaniu poddaje się przeważnie niskowęglowe stale spiekane niestopowe i stopowe z takimi dodatkami jak: miedź (Cu), nikiel (Ni) i molibden (Mo), występującymi w różnych kombinacjach. Należy nadmienić, że zasady doboru składu chemicznego dla spiekanych materiałów porowatych nie odbiegają zasadniczo od ogólnie przyjętych dla materiałów litych [10]. Dobiera się go podobnie, w zależności od przeznaczenia, czyli wymaganych właściwości. Osiągnięcie zamierzonego składu chemicznego spieków jest względnie łatwe, między innymi z powodu braku obcych oddziaływań podczas wszystkich procesów technologicznych, takich jak wpływy żużla czy obudowy pieca występujących w klasycznych procesach metalurgicznych. Zachowanie nie zmienionego składu chemicznego mieszanki proszkowej przez cały proces technologiczny do produktu finalnego jest jedną z głównych zalet metody metalurgii proszków. Dlatego podstawowym czynnikiem zapewniającym właściwy skład chemiczny spieku jest proszek lub mieszanina proszków.

Spiekane stale węglowe (niestopowe) do nawęglania, o zawartości węgla przeważnie do 0,3%, wykonywane są z proszków żelaza i grafitu. Do wytwarzania stali spiekanych wykorzystuje się najczęściej proszki żelaza redukowane węglem o strukturze gąbczastej oraz rozpylane strumieniem wody lub powietrza [7, 10]. Od właściwości użytego proszku, do których należą głównie wymiar, kształt i wielkość powierzchni właściwej ziaren proszku, zależą właściwości końcowego produktu. Inne właściwości fizyczne, takie jak ciężar nasypowy, sypkosć, prasowalność, zagęszczalność i gęstość teoretyczna, wynikają bezpośrednio z wyżej wymienionych i są bardzo przydatne z technologicznego punktu widzenia. Kłopoty z prasowaniem i mała sypkosć proszków gąbczastych sprawiają, że w zamkniętych i zautomatyzowanych cyklach produkcyjnych wykorzystuje się zwykle rozpylane proszki żelaza [10]. Wśród nich jedną z najlepszych charakterystyk posiada proszek typu ASC100.29, produkowany przez szwedzką firmę Höganas (światowego potentata w produkcji proszków żelaza), dzięki czemu jest najczęściej wykorzystywany do produkcji stalowych wyrobów spiekanych. Duże trudności w uzyskiwaniu struktury martenzytycznej w węglowych stalach spiekanych

po hartowaniu sprawiają, że wprowadza się do ich składu chemicznego dodatki stopowe. Są to zazwyczaj wspomniane już Cu, Ni i Mo, których głównym zadaniem jest poprawa wytrzymałości przez podwyższenie hartowności [34]. Spośród wymienionych pierwiastków stopowych, najczęściej spotykanych w spiekanych stalach stopowych, najmniejszy wpływ na hartowność wywiera miedź (Cu). Jej obecność w większości stali spiekanych, w tym także tych poddawanych nawęglaniu, zapewnia jednak następujące korzyści [7]:

- temperatura topnienia miedzi (Cu) jest niższa od temperatury spiekania żelaza (Fe), wskutek czego powstająca faza ciekła intensyfikuje proces spiekania,
- miedź, tworząc z żelazem (Fe) roztwór stały z ograniczoną rozpuszczalnością, poprawia właściwości mechaniczne, w stopniu porównywalnym do wpływu węgla,
- zawartość Cu w trakcie całego procesu produkcyjnego nie ulega zmianie w przeciwieństwie do węgla, który częściowo wypala się przy udziale tlenu, znajdującego się w proszku lub w atmosferze spiekalniczej,
- miedź nie tworzy trudno redukowalnych tlenków i podobnie jak Fe nie reaguje na działanie zanieczyszczeń przemysłowych atmosfer piecowych,
- miedź rozpuszczając się w sieci krystalicznej Fe, powoduje zwiększenie objętości szkieletu fazy stałej i dzięki temu stwarza możliwość kompensacji skurczu.

Pozostałe wymienione pierwiastki stopowe (Ni i Mo) silnie zwiększają hartowność, a nikiel dodawany jest do stali spiekanych także dla poprawy ich ciągliwości. Wysoka cena obu pierwiastków i deficytowość sprawiają, że poszukuje się ich tańszych i bardziej dostępnych zamienników. W ostatnich latach wzrasta zainteresowanie wykorzystaniem do produkcji stali spiekanych o podwyższonej wytrzymałości, takich pierwiastków jak chrom (Cr) i mangan (Mn) [35-37]. Dotychczasowe małe zastosowanie wymienionych pierwiastków do produkcji stali spiekanych wynika z trudności technologicznych, związanych z ich dużym powinowactwem do tlenu. Przy wprowadzaniu Mn i Cr w postaci elementarnej następuje ich utlenianie tlenem występującym w proszku żelaza i w zanieczyszczeniach atmosfer piecowych [7, 35]. Podobne trudności występują również przy zastosowaniu proszków stopowych. Problemy te próbuje się rozwiązywać przez wprowadzanie Cr i Mn w postaci proszków specjalnych stopów lub ich węglików [36]. Ujemną stroną sposobu wprowadzania Cr w postaci jego węglików jest konieczność podwyższania temperatury spiekania do co najmniej 1260°C, przy której rozpuszczają się one w żelazie. W praktyce przemysłowej trudności związanych z nadmiernym utlenianiem próbuje się unikać, przeprowadzając spiekanie stali z Cr i Mn w atmosferze o odpowiednio dobranym składzie, z jak najniższym potencjałem tlenowym. Są to atmosfery składające się przeważnie z azotu, wodoru i niewielkiego dodatku metanu (95% N<sub>2</sub> + 5% H<sub>2</sub> + 1% CH<sub>4</sub>) [35].

Spiekane stale stopowe do nawęglania wytwarza się przeważnie dwoma metodami, z dwóch rodzajów proszków: elementarnych i stopowych typu Distaloy (produkcji Hōganäs) [2, 7]. Proszki typu Distaloy, częściowo nasycone pierwiastkami stopowymi, są produkowane specjalną techniką „dwuetapowego stopowania” [2]. W pierwszym etapie uzyskuje się tzw. „pełnostopowy” proszek żelaza (typu Astaloy), zwykle z jednym dodatkiem stopowym (najczęściej z molibdenem), metodą rozpylania strumieniem wody lub powietrza. Następnie przeprowadza się wygrzewanie specjalnie przygotowanych mieszanek proszkowych w podwyższonych temperaturach, podczas którego następuje dyfuzyjne nasycenie warstw powierzchniowych ziaren wcześniej otrzymanego proszku pozostałymi pierwiastkami stopowymi (np. Cu i Ni). Ta specjalna technika zapewnia proszkom typu Distaloy bardzo dobrą prasowalność i stabilność wymiarową po spiekaniu oraz obróbce cieplnej. Dobra prasowalność tych proszków pozwala otrzymywać wypraski do gęstości 7,3 g/cm<sup>3</sup> po jednokrotnym prasowaniu. Z kolei ich duża stabilność wymiarowa jest szczególnie korzystna w przypadku obróbek



wysokotemperaturowych, którym towarzyszą zmiany wymiarowe. W tabeli 2 podano skład chemiczny i właściwości większości produkowanych proszków typu Distaloy.

**Tabela 2.** Skład chemiczny i wybrane właściwości proszków typu Distaloy [38].

| Gatunek proszku | Skład chemiczny [%] |      |     | Ciężar nasypowy<br>[g/cm <sup>3</sup> ] | Sypkość<br>[s/50g] | Strata wodorowa<br>H <sub>2</sub> [%] |
|-----------------|---------------------|------|-----|-----------------------------------------|--------------------|---------------------------------------|
|                 | Cu                  | Ni   | Mo  |                                         |                    |                                       |
| Distaloy HP-1   | 2,0                 | 4,0  | 1,5 | 3,3                                     | 27                 | 0,10                                  |
| Distaloy DC-1   | -                   | 2,0  | 1,5 | 3,2                                     | 27                 | 0,07                                  |
| Distaloy DH-1   | 2,0                 | -    | 1,5 | 3,3                                     | 27                 | 0,10                                  |
| Distaloy SA(AB) | 1,5                 | 1,75 | 0,5 | 2,8 (3,05)                              | 27 (24)            | 0,10                                  |
| Distaloy SE(AE) | 1,5                 | 4,0  | 0,5 | 2,8 (3,05)                              | 27 (24)            | 0,10                                  |
| Distaloy AF     | 2,0                 | 5,0  | 1,0 | 3,05                                    | 26                 | 0,10                                  |

W drugiej metodzie wytwarzania stopowych stali spiekanych wykorzystuje się elementarne proszki pierwiastków stopowych, zwracając głównie uwagę na ich czystość i frakcję. Odpowiednio dla żadanego składu chemicznego stali, z uwzględnieniem poprawek wynikających z warunków spiekania, dobiera się właściwy zestaw proszków dodatków stopowych, z których, przez proste przeliczenia składu procentowego, naważenie i możliwie dokładne wymieszanie, sporządza się odpowiednią mieszankę proszkową na bazie proszku żelaza.

## 2. CEL I ZAKRES PRACY

Zestawienie przedstawionych w poprzednich rozdziałach faktów odnośnie specyfikacji obróbki cieplno-chemicznej stali spiekanych i przebiegu nawęglania próżniowego prowadzi do następujących spostrzeżeń:

- ♦ obniżenie ciśnienia roboczego atmosfery nawęglającej powinno spowodować płytszą penetrację gazu w głąb materiału z porami otwartymi i umożliwić dokładniejszą regulację grubości uzyskiwanych warstw, poprzez właściwy dobór temperatury i czasu procesu,
- ♦ przeprowadzenie nawęglania w piecu próżniowym pozwoli uniknąć utleniania wewnętrznego, zjawiska szczególnie niebezpiecznego w przypadku nawęglania stali z takimi pierwiastkami jak chrom (Cr) i mangan (Mn),
- ♦ połączenie nawęglania w piecu próżniowym z hartowaniem w gazie umożliwi wyeliminowanie zjawisk korozji wewnętrznej, będących skutkiem stosowania ciekłych ośrodków chłodzących i nasycania nimi porów otwartych.

Wychodząc z powyższych założeń postanowiono przeprowadzić próby nawęglania stali spiekanych w specjalnie do tego celu zmodyfikowanym, laboratoryjnym piecu próżniowym typu V3/2 (prod. Seco/Warwick). Parametry nawęglania dobrano w oparciu o dane literaturowe i badania własne. Do sterowania przebiegiem procesu wykorzystano komputer klasy PC/AT sprzężony (specjalnie na potrzeby realizowanego projektu) z piecem próżniowym, z zainstalowanym, napisanym właśnie w tym celu, własnym oprogramowaniem. Nawęglaniu poddano dwa gatunki stali spiekanych, które zaprojektowano w kilku odmianach pod względem składu chemicznego i gęstości. Pierwszy z nich zawierał jako główne dodatki stopowe chrom (Cr), mangan (Mn) i molibden (Mo), a drugi nikiel (Ni) i molibden (Mo). Do obu gatunków stali wprowadzono mikrododatek boru (B) w celu przeanalizowania jego



oddziaływania na hartowność i zarazem określenia jego przydatności w stalach spiekanych przeznaczonych do nawęglania. Do składu chemicznego stali z Cr, Mn i Mo, jako jednego z jej wariantów, wprowadzono siarkę w celu sprawdzenia jej wpływu na sferoidyzację i zamykanie porów otwartych, a w konsekwencji na głębokość nawęglania. Próbkę stali do eksperymentu i badań, o gęstości z przedziału  $6,8 \div 7,1 \text{ g/cm}^3$ , wykonano z dwóch rodzajów proszków: elementarnych i stopowych, powszechnie stosowanych w produkcji spiekanych wyrobów stalowych, w Zakładzie Metalurgii Proszków Instytutu Metali Nieżelaznych, w Gliwicach.

Wspomniane zalety, wynikające ze stosowania gazu jako ośrodka hartowniczego w piecach próżniowych, zdecydowały o przeprowadzeniu prób mających na celu sprawdzenie możliwości wykorzystania azotu, przy ciśnieniu roboczym 10 bar, do hartowania zaprojektowanych stali spiekanych.

Po nawęglaniu i następnej obróbce cieplnej zaprojektowanych stali spiekanych wykonywano pomiary twardości i mikrotwardości, badania mikroskopowe, rentgenograficzne, wytrzymałościowe i zmęczeniowe w celu dokonania analizy wpływu:

- gęstości, składu chemicznego oraz parametrów procesu nawęglania na grubość warstw nawęglonych,
- parametrów nawęglania na strukturę warstw nawęglonych i rdzenia,
- hartowania w gazie i oleju na grubość warstw utwardzonych po nawęglaniu, ich strukturę i stan utwardzenia,
- grubości i struktury warstw nawęglonych na wytrzymałość zmęczeniową przy wahadłowym rozciąganiu-ściskaniu.

Wyniki przeprowadzonych badań pozwoliły na określenie i sformułowanie zależności pomiędzy parametrami procesu i materiału a uzyskanymi efektami. Wspomniany ich brak w literaturze przedmiotu utrudnia projektowanie i otrzymywanie powtarzalnych, jednorodnych warstw dyfuzyjnych w procesie nawęglania stali spiekanych o wybranych gęstościach, przy których występuje jeszcze porowatość otwarta (poniżej  $7,3 \text{ g/cm}^3$ ). Opracowanie tych zależności, a zarazem nowej technologii nawęglania stali spiekanych było jednym z głównych celów pracy.

Za nie mniej ważne cele pracy uznano:

- wykazanie, iż zastosowanie metody nawęglania w obniżonym ciśnieniu do stali spiekanych o gęstościach z przedziału  $6,8 \div 7,1 \text{ g/cm}^3$  pozwala na uzyskiwanie warstw dyfuzyjnych w sposób przewidywalny i powtarzalny, co w przypadku klasycznego nawęglania gazowego jest utrudnione z powodu głębokiej penetracji gazu w głąb materiału wywołanej wyższym ciśnieniem roboczym atmosfery nawęglającej.
- uzupełnienie luki w literaturze światowej i krajowej, przez dostarczenie nowych danych o zachowaniu się stali spiekanych utwardzonych powierzchniowo w warunkach naprężeń zmiennych.
- przybliżenie polskim technologom metody obróbki cieplno-chemicznej nowej generacji jaką jest nawęglanie próżniowe.

Przedstawiony w pracy opis przebiegu procesu w piecu próżniowym może być pomocny przy opracowywaniu nowych technologii nawęglania wyrobów, nie tylko ze stali spiekanych.

Założeniem pracy było również przekonanie konstruktorów do stosowania stali spiekanych jako wartościowego materiału konstrukcyjnego, który w konkretnych zastosowaniach nie ustępuje pod względem wytrzymałościowym tradycyjnym stalom litym.

### 3. SPIEKI DO PRÓB I BADAŃ

Wykonanie spieków do prób nawęglania i badań przebiegało w trzech etapach. W pierwszym etapie zaprojektowano skład chemiczny dwóch gatunków stopowych stali spiekanych. Następnie dobrano właściwe proszki dla uzyskania zamierzonego składu chemicznego. W ostatnim etapie ustalono warunki procesu technologicznego do wykonania próbek o założonych parametrach materiału.

#### 3. 1. Projektowanie składu chemicznego stali spiekanych

Przy projektowaniu składu chemicznego stopowych stali spiekanych do nawęglania kierowano się głównie ich przeznaczeniem. Korzystano przy tym z zasad przyjętych dla odpowiadających im stali litych.

Wzorując się na składzie chemicznym nowoczesnych litych stali stopowych do nawęglania, zaprojektowano skład chemiczny dla dwóch różnych gatunków stali proszkowych.

Ustalono, iż głównymi dodatkami stopowymi pierwszego z nich będzie chrom (Cr), mangan (Mn) i molibden (Mo), a drugiego nikiel (Ni) i molibden (Mo). Od głównych składników stopowych przyjęto nazywać dalej stale odpowiednio: stałą chromowo-manganowo-molibdenową (Cr-Mn-Mo) i stałą niklowo-molibdenową (Ni-Mo). Do zaprojektowanego składu chemicznego obu stali zdecydowano się wprowadzić bor (B) w ilości spotykanej w stalach litych, a do stali Cr-Mn-Mo dodatkowo jeszcze siarkę w ilości ok. 0,1 %. Mikrododatek boru wprowadzono w celu podwyższenia hartowności rdzenia obu stali po nawęglaniu. Zadaniem siarki miało być zamykanie porów otwartych pod wpływem jej sferoidyzującego oddziaływania. Warianty zaprojektowanego składu chemicznego dla obu gatunków stali przedstawiono w tabeli 3.

**Tabela 3.** Zaprojektowany skład chemiczny stali spiekanych do eksperymentu i badań.

| Wariant | %C   | %Mn | %Cr | %Mo | %Ni | %B    | %S  |
|---------|------|-----|-----|-----|-----|-------|-----|
| I       | 0.25 | 0.7 | 0.5 | 0.5 | -   | -     | -   |
| II      | 0.25 | 0.7 | 0.5 | 0.5 | -   | 0.005 | -   |
| III     | 0.25 | 0.7 | 0.5 | 0.5 | -   | 0.005 | 0.1 |
| IV      | 0.25 | -   | -   | 1.5 | 2.0 | -     | -   |
| V       | 0.25 | -   | -   | 1.5 | 2.0 | 0.005 | -   |

#### 3. 2. Dobór proszków

Dobierając proszki do uzyskania zamierzonego składu chemicznego uwzględniono najczęściej stosowane w praktyce metody wytwarzania stalowych wyrobów spiekanych. Pierwsza z nich polega na wykorzystaniu proszków tzw. elementarnych, w drugiej używa się tzw. proszków stopowych, otrzymywanych przez zgrzewanie dyfuzyjne proszków odpowiednich pierwiastków stopowych z proszkiem żelaza.

Gotowe proszki stopowe typu „Distaloy” firmy Höganäs zapewniają większą jednorodność składu chemicznego po spiekaniu.

Do wykonania stali Cr-Mn-Mo wybrano bazowy proszek żelaza typu ASC100.29 firmy Höganäs i mielone (rozdrabniane mechanicznie) proszki Cr i Mo z frakcją  $\leq 150 \mu\text{m}$  oraz Mn z frakcją  $\leq 88 \mu\text{m}$ . Wybrany proszek żelaza ASC100.29, rozpylany strumieniem wody, o frakcji  $\leq 45 \mu\text{m}$  charakteryzuje się bardzo wysoką czystością i prasowalnością, pozwalającą uzyskiwać wypraski do maksymalnej gęstości  $7,2 \text{ g/cm}^3$  po jednokrotnym prasowaniu.

Do wykonania stali niklowo-molibdenowej (Ni-Mo) wybrano proszek stopowy typu Distaloy DC-1 firmy Höganäs charakteryzujący się dobrą prasowalnością i gwarantujący bardzo wysoką stabilność wymiarową po spiekaniu oraz obróbce cieplnej. Węgiel (C) wprowadzano do mieszanki proszków metalicznych w postaci proszku grafitu o frakcji  $< 63 \mu\text{m}$ , bor (B) w postaci borku żelaza (FeB), a siarkę w postaci siarczku molibdenu ( $\text{MoS}_2$ ).

### 3. 3. Technologia wykonania próbek

Po zaprojektowaniu składu chemicznego i wybraniu proszków, w oparciu o dane literaturowe [7, 10], ustalono parametry prasowania i spiekania dla uzyskania założonych gęstości próbek w przedziale  $6,8\div 7,1 \text{ g/cm}^3$ . Dobrane gęstości odpowiadają najczęściej stosowanym w produkcji masowej wyrobów spiekanych. Przed prasowaniem, po wcześniejszym przygotowaniu mieszanki wstępnej, proszki starannie mieszano w mieszalniku dwukanałowym. Do mieszanek proszkowych przed zasypaniem do matryc dodawano środek poślizgowy 0,7% Kenolube P11.

Stosowano prasowanie dwustronne z następującymi ciśnieniami prasowania:

- do stali Cr-Mn-Mo:

442 MPa dla gęstości  $6,8 \text{ g/cm}^3$ ,  
557 MPa dla gęstości  $7,0 \text{ g/cm}^3$ ,  
697 MPa dla gęstości  $7,1 \text{ g/cm}^3$ ,

- do stali Ni-Mo:

638 MPa dla gęstości  $7,1 \text{ g/cm}^3$ .

Spiekanie odbywało się w piecach rurowych silitowych (PSR) w temperaturach:  $1170^\circ\text{C}$  – stal Cr-Mn-Mo i  $1120^\circ\text{C}$  – stal Ni-Mo, w atmosferze składającej się z 90%  $\text{N}_2$  i 10%  $\text{H}_2$ . Czas spiekania dla obu stali wynosił 1 godzinę. W przypadku stali z Cr i Mn stosowano zasypkę ochronną przed nadmiernym utlenianiem, składającą się z 80%  $\text{Al}_2\text{O}_3$  i 20% Cr.

Wykonywano dwa rodzaje próbek: cylindryczne o wymiarach  $\phi 12 \times 12 \text{ mm}$  i wytrzymałościowe o kształcie i wymiarach zgodnych z normą PN-86/H-04937. Wszystkie próbki wykonano w Zakładzie Metalurgii Proszków Instytutu Metali Nieżelaznych, w Gliwicach. Po wykonaniu próbek ich skład chemiczny określano metodą miareczkową na mokro w Laboratorium Chemicznym Zakładu Materiałoznawstwa, Instytutu Materiałoznawstwa i Mechaniki Technicznej Politechniki Wrocławskiej. Gęstości pozorne po spiekaniu mierzono metodą Archimedesusa, a porowatość określano przy pomocy analizatora obrazu firmy IMTRONIC. Analizę składu chemicznego na zawartość boru (B), tlenu ( $\text{O}_2$ ) i azotu ( $\text{N}_2$ ) przeprowadzono metodą ICP na spektrometrze firmy PHILIPS w Instytucie Metalurgii Żelaza, w Gliwicach. Wyniki analiz i badań przedstawiono w tabelach 4 i 5.

**Tabela 4.** Skład chemiczny, gęstość i porowatość badanych próbek.

| Wariant |   | Gęstość<br>[g/cm <sup>3</sup> ] | Porowatość<br>$\Delta V/V$ [%] | %C   | %Mn  | %Cr  | %Mo  | %Ni | %B    | %S    |
|---------|---|---------------------------------|--------------------------------|------|------|------|------|-----|-------|-------|
| I       | C | 6.8                             | 14                             | 0.21 | 0.64 | 0.45 | 0.40 | -   | -     | -     |
|         | A | 7.0                             | 10                             |      |      |      |      |     |       |       |
|         | B | 7.1                             | 9                              |      |      |      |      |     |       |       |
| II      | C | 6.8                             | 14                             | 0.21 | 0.61 | 0.41 | 0.41 |     | 0.005 | -     |
|         | A | 7.0                             | 10                             |      |      |      |      |     |       |       |
|         | B | 7.1                             | 9                              |      |      |      |      |     |       |       |
| III     | C | 6.8                             | 14                             | 0.22 | 0.68 | 0.41 | 0.42 | -   | 0.002 | 0.095 |
|         | A | 7.0                             | 10                             |      |      |      |      |     |       |       |
|         | B | 7.1                             | 9                              |      |      |      |      |     |       |       |
| IV      |   | 7.1                             | 8                              | 0.25 | -    | -    | 1.48 | 2.1 | -     | -     |
| V       |   | 7.1                             | 8                              | 0.25 | -    | -    | 1.6  | 2.1 | 0.003 | -     |

**Tabela 5.** Wyniki oznaczania zawartości tlenu i azotu w wariantach obu gatunków stali.

| Wariant | %O <sub>2</sub> | %N <sub>2</sub> |
|---------|-----------------|-----------------|
| I , II  | 0.0457          | 0.0569          |
| III     | 0.0450          | 0.0499          |
| IV , V  | 0.0224          | 0.0220          |

## 4. CZĘŚĆ DOŚWIADCZALNA

### 4. 1. Adaptacja pieca próżniowego typu V3/2 do nawęglania

Prowadzenie nawęglania w laboratoryjnym piecu próżniowym typu V3/2, stanowiącego wyposażenie Zakładu Materiałoznawstwa Instytutu Materiałoznawstwa i Mechaniki Technicznej wymagało jego modyfikacji. Piec ten o wymiarach komory grzejnej 250 x 150 x 150 mm i maksymalnym załadunku równym 10 kg przystosowany do chłodzenia w gazie z maksymalnym ciśnieniem 1 bara, w swojej pierwotnej wersji, był przeznaczony do przeprowadzania różnych zabiegów obróbki cieplnej oraz lutowania i spiekania w próżni. Przy współpracy z producentem pieca, firmą SECO/WARWICK, wykonano szereg prac adaptacyjnych, które obejmowały między innymi:

- a) wykonanie i montaż instalacji gazowej dla medium nawęglającego na zewnątrz i wewnątrz komory grzejnej pieca,
- b) zainstalowanie i połączenie z istniejącą automatyką pieca dodatkowych przyrządów regulacyjnych i elementów kontrolno-pomiarowych takich jak:
  - regulator temperatury UDC1000 firmy Honeywell,
  - termoelementy płaszczowe typu N firmy Thermocoax,
  - baratron do pomiaru ciśnienia podczas nawęglania f-y MKS typ 230D,

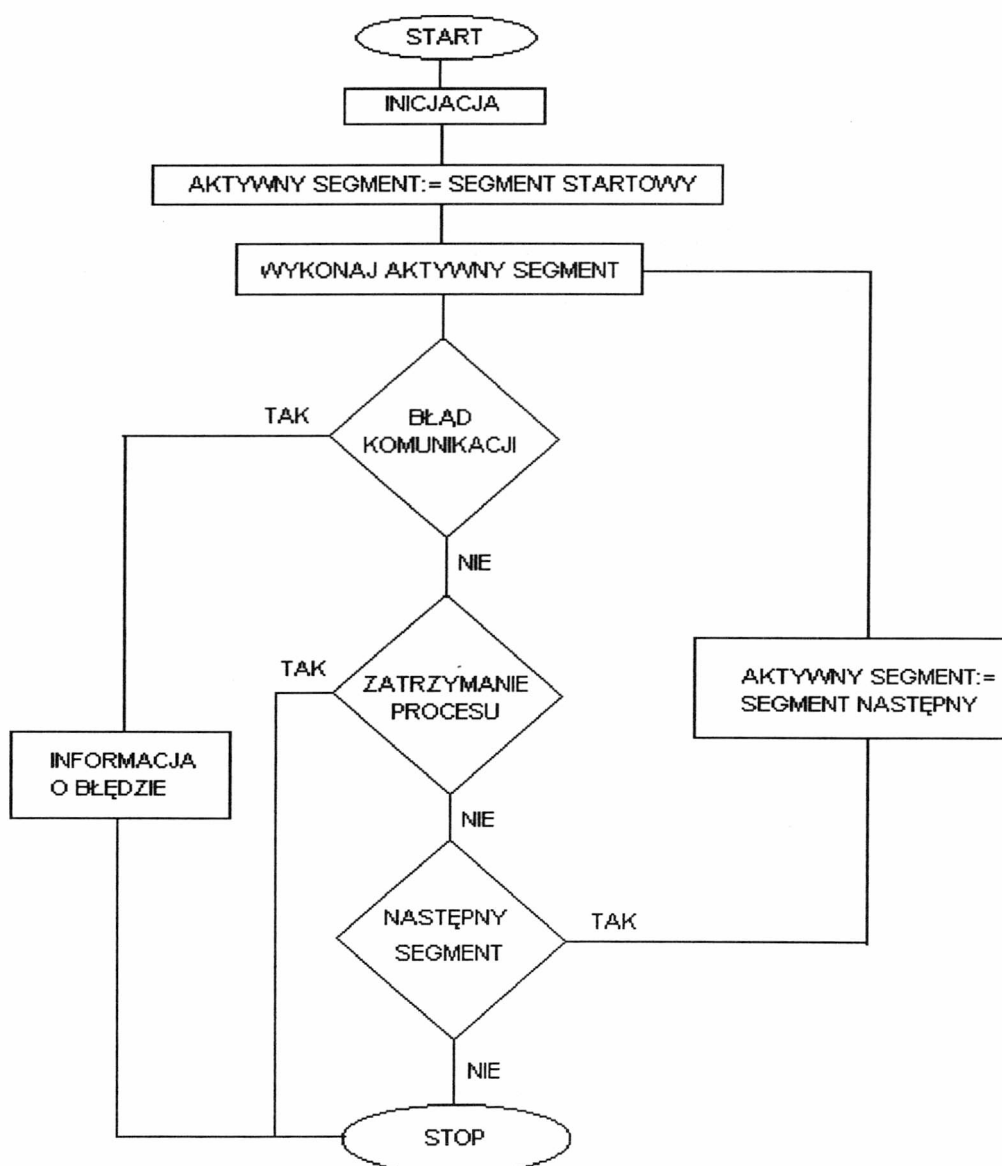
- przepływomierz masowy z zasilaczem do regulacji przepływu gazu nawęglającego firmy MKS typ 1259C.

Do sterowania przebiegiem procesu nawęglania w przystosowanym piecu próżniowym zastosowano komputer klasy PC/AT z zainstalowanym, napisanym w tym celu, własnym oprogramowaniem.

Do głównych zadań stworzonego oprogramowania należało:

- regulowanie temperaturą i czasem procesu oraz szybkością przepływu gazu nawęglającego,
- ciągła kontrola ciśnienia roboczego w piecu podczas nawęglania,
- sterowanie pracą przepływomierza masowego i blokiem komparatorów połączonych z odpowiednimi zaworami.

Opracowano algorytm programu – rys. 6, a następnie zaimplementowano go w języku C++ z wykorzystaniem kompilatora firmy Borland.



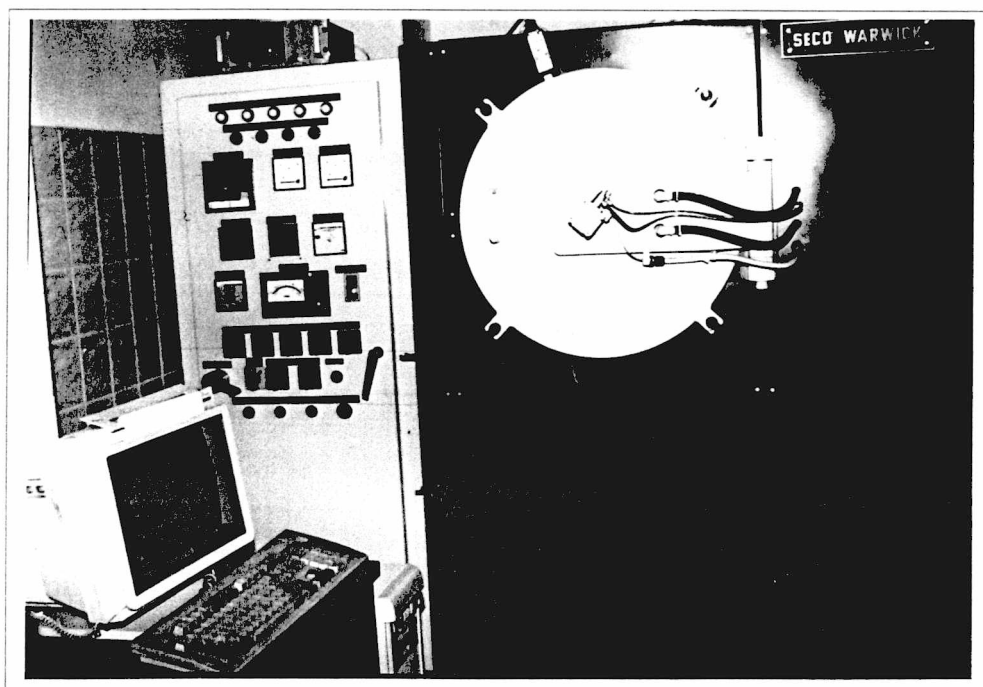
Rys. 6. Algorytm programu sterującego przebiegiem nawęglania w laboratoryjnym piecu próżniowym V3/2.



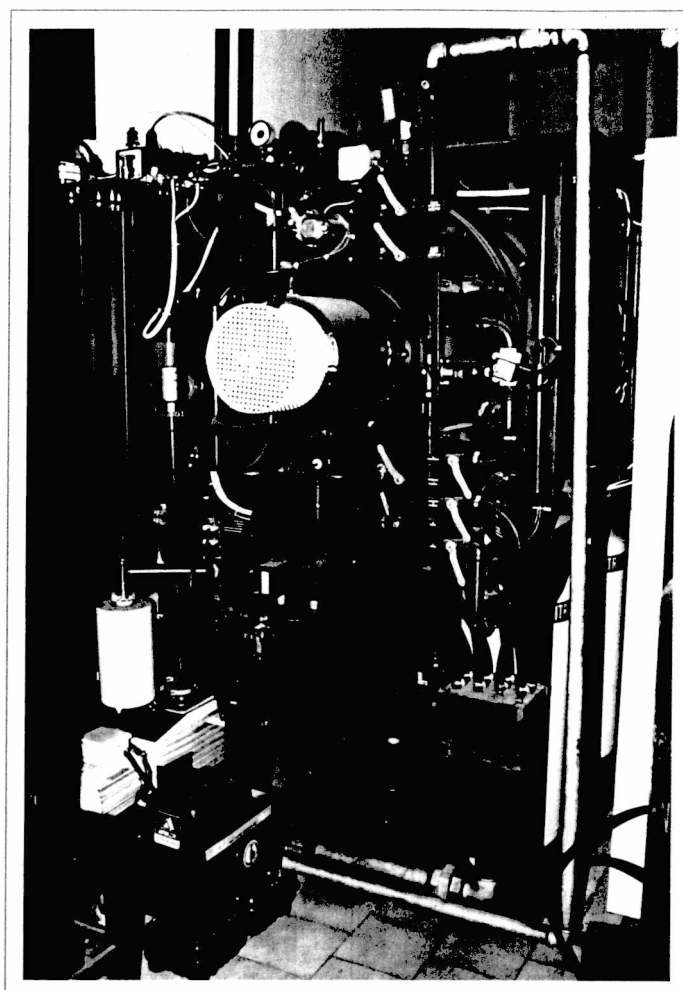
Komunikacja komputera z piecem odbywała się za pośrednictwem dwóch portów szeregowych: RS232 i RS485. Program pozwala na edycję i przeprowadzanie dowolnych cykli nawęglania w obniżonym ciśnieniu oraz innych operacji obróbki cieplnej. Oprogramowanie realizuje wszystkie wyżej wymienione zadania według następującego schematu:

- regulacja temperatury poprzez: programowanie przebiegu wartości zadanej (Set Point) w funkcji czasu; przesyłanie aktualnej wartości SP do regulatora temperatury; korekcję charakterystyki przetwarzania napięcia z termopary typu „K” na typ „N”(regulator UDC1000 przetwarza napięcie na temperaturę wg charakterystyki dla termopary typu „K”); odczyt wartości rzeczywistej temperatury (Point Value); automatyczne wprowadzenie regulatora w stan oczekiwania (HOLD- blokada upływu czasu zadanego w dowolnym segmencie cyklu) w przypadku gdy  $SP-SV=\alpha$ , gdzie  $\alpha \in (1 \div 99)^\circ\text{C}$ ,
- regulacja przepływu gazu nawęglającego poprzez zadawanie wartości szybkości przepływu gazu i przesyłanie wartości zadanej do zasilacza przepływomierza masowego,
- monitorowanie ciśnienia w trakcie nawęglania poprzez ciągły pomiar aktualnego ciśnienia w komorze pieca i porównywanie go z wartością zadaną, sprzężone z układem sterowania blokiem komparatorów połączonych przekaźnikami z zaworami: upustowym i zabezpieczającym (przed przekroczeniem maksymalnego ustalonego ciśnienia) i zasilaczem przepływomierza masowego,
- sterowanie zasilaczem przepływomierza masowego poprzez wprowadzanie przepływomierza w stan otwarty lub zamknięty na podstawie porównania wartości zadanej ciśnienia z wartością rzeczywistą.

Laboratoryjny piec próżniowy typu V3/2 po opisanej modyfikacji pokazano na rysunku 7 (widok z przodu) i rysunku 8 (widok z tyłu).



Rys. 7. Laboratoryjny piec próżniowy V3/2 po modyfikacji (widok z przodu).



Rys. 8. Laboratoryjny piec próżniowy V3/2 po modyfikacji (widok z tyłu).

#### 4. 2. Pierwsze próby nawęglania

Celem pierwszych prób nawęglania było: sprawdzenie poprawności funkcjonowania zainstalowanych układów: doprowadzającego i dozującego gaz do komory pieca oraz urządzeń regulujących i elementów kontrolno-pomiarowych, sprawdzenie w warunkach rzeczywistych danych literaturowych dotyczących przebiegu samego procesu, ustalenie parametrów nawęglania w zmodyfikowanym piecu próżniowym V3/2 dla uzyskania zamierzonych rezultatów.

Próby przeprowadzano na próbkach stali stopowej do nawęglania 20HNM wg PN-89/H-84030/02 o wymiarach  $\phi 16 \times 16$  mm. Na podstawie analizy danych literaturowych przyjęto następujące parametry procesu:

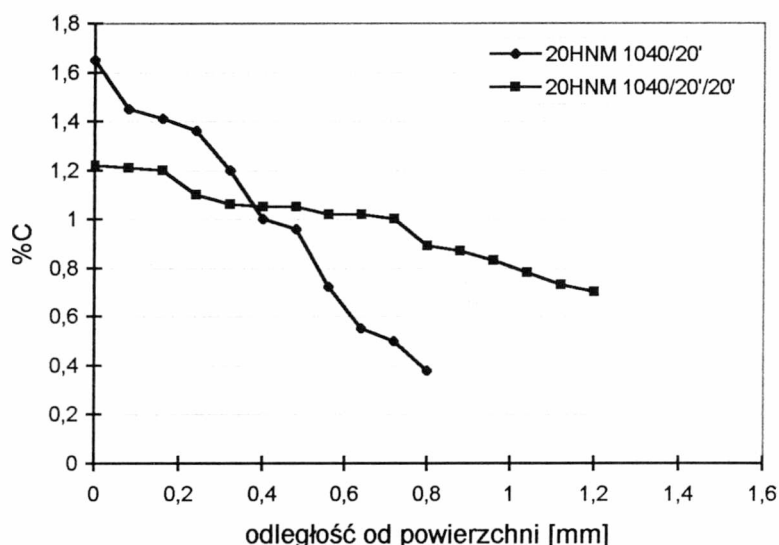
- temperatura  $T = 920^{\circ}\text{C}$  i  $1040^{\circ}\text{C}$ ;
- czas nawęglania  $t_N = 20$  minut;
- czas dyfuzji  $t_D = 20; 40$  i  $60$  minut;
- ciśnienie robocze propanu  $p = 20$  hPa.

Przeprowadzono także próby przy wyższych ciśnieniach gazu 60 i 120 hPa. W obu przypadkach po ich zakończeniu stwierdzono występowanie dużych ilości osadów sadzy na powierzchni próbek i izolatorów w komorze pieca. Powodowało to już w trakcie trwania procesu

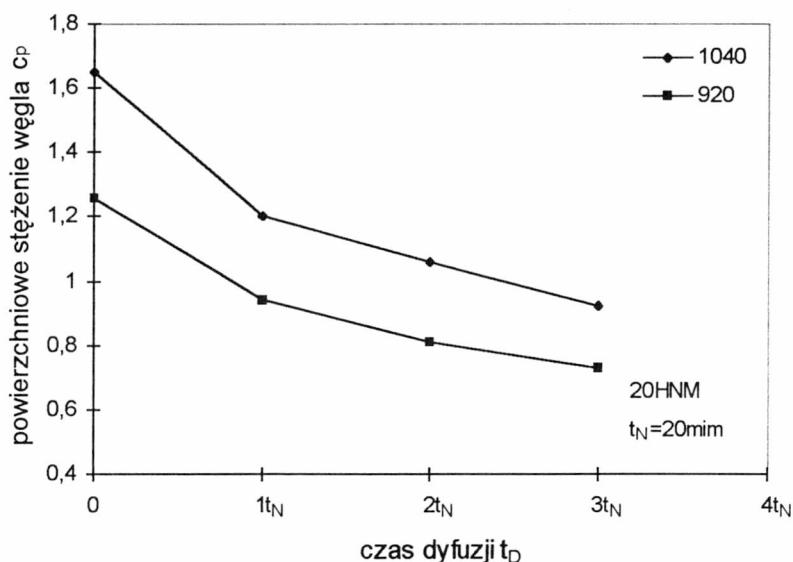
występowanie upływności prądu, a w konsekwencji niedostateczną moc grzewczą, czego rezultatem były trudności w utrzymaniu stałej temperatury w fazie nawęglania i dyfuzji. Pełen cykl procesu składał się z jednej fazy nawęglania (nasycania warstwy powierzchniowej węglem) w warunkach cyklicznego dozowania gazu ze stałą szybkością przepływu równą 110 l/h i następującej bezpośrednio po niej, jednej fazy dyfuzji w próżni.

Po przeprowadzeniu prób przy stałym ciśnieniu roboczym równym 20 hPa analizowano wpływ temperatury, czasu nawęglania i dyfuzji na powierzchniowe stężenie węgla  $c_p$  i rozkład zawartości węgla w warstwie. Na podstawie uzyskanych wyników sporządzono wykresy przedstawiające zależności pomiędzy:

- zawartością procentową węgla a odległością od powierzchni:  $\%C = f(\text{odległości od powierzchni})$  w temperaturze 1040°C przed i po dyfuzji – rys. 9,
- powierzchniowym stężeniem węgla a czasem dyfuzji, będącym wielokrotnością czasu nawęglania:  $c_p = f(t_D)$  przy czasie nawęglania  $t_N = 20\text{min}$  dla temperatur 920°C i 1040°C – rys. 10.



**Rys. 9.** Rozkład zawartości węgla w warstwie powierzchniowej stali 20HNM po nawęglaniu w temperaturze 1040°C i czasie 20 min bez (—◆—) i po dyfuzji (—■—) i w czasie 20 min.



**Rys. 10.** Powierzchniowe stężenie węgla w stali 20HNM po nawęglaniu w temperaturze 1040°C i 920°C w zależności od czasu dyfuzji w próżni.

Większość wyników tych prób, ich efektów dotyczących uzyskanych twardości i struktur warstw powierzchniowych, została już częściowo opublikowana [39, 40, 41]. Analiza otrzymanych wyników pierwszych prób nawęglania posłużyła do opracowania parametrów procesu nawęglania zaprojektowanych i wykonanych próbek stali spiekanych dla uzyskania założonych efektów.

#### 4. 3. Dobór parametrów i przebieg procesu

Na podstawie uzyskanych wyników z wstępnych prób nawęglania przeprowadzonych na próbkach stali 20HNM w zmodyfikowanym piecu próżniowym V3/2 ustalono sześć wariantów nawęglania zaprojektowanych stali spiekanych. Dobierając parametry kierowano się następującymi założeniami: powierzchniowe stężenie węgla w warstwie powinno wynosić ok. 0,9 %C, grubość warstw dyfuzyjnych powinna zawierać się w przedziale od 0,3 mm do 1,5 mm. Przyjęte do przeprowadzenia warianty cykli nawęglania próbek stali spiekanych przedstawiono w tabeli 6.

**Tabela 6.** Parametry nawęglania stali spiekanych w piecu próżniowym – przyjęte warianty.

| Wariant | Temperatura [°C] | Czas nawęglania $t_N$ [min] | Czas dyfuzji $t_D$ [min] | Całkowity czas nawęglania [min] |
|---------|------------------|-----------------------------|--------------------------|---------------------------------|
| I       | 920              | 10                          | 10                       | 20                              |
| II      | 920              | 20                          | 20                       | 40                              |
| III     | 920              | 30                          | 30                       | 60                              |
| IV      | 1040             | 5                           | 15                       | 20                              |
| V       | 1040             | 10                          | 30                       | 40                              |
| VI      | 1040             | 15                          | 45                       | 60                              |

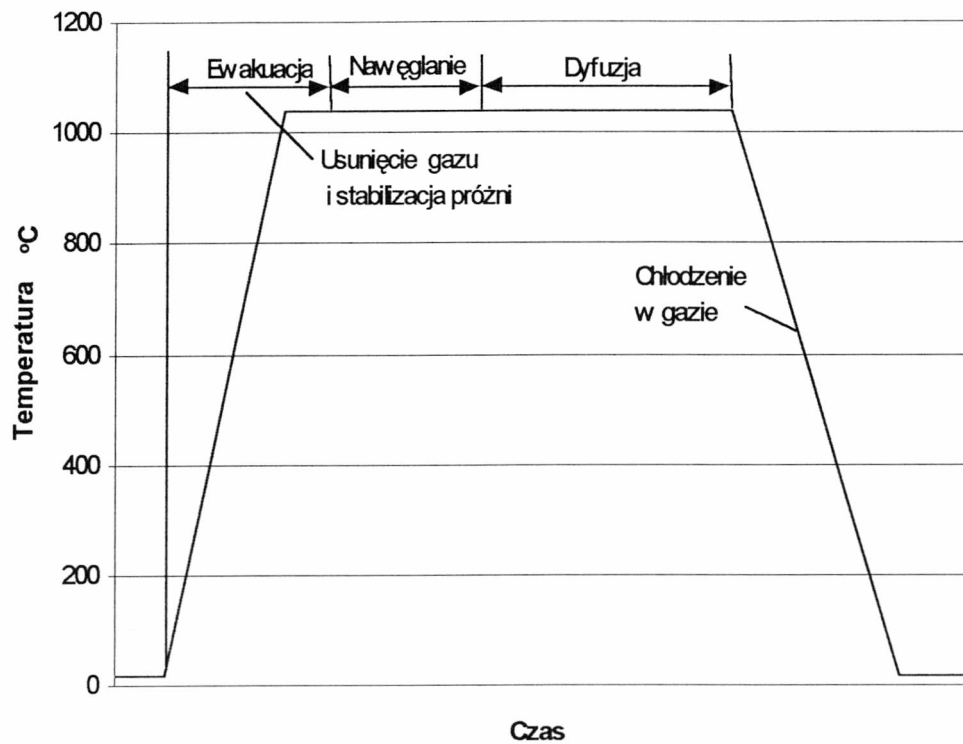
Czasy nawęglania i dyfuzji dla obu temperatur: 920°C i 1040°C zostały dobrane według następującej reguły:  $t_D = t_N$  dla  $T = 920^\circ\text{C}$  i  $t_D = 3t_N$  dla  $T = 1040^\circ\text{C}$ . Przyjęte relacje obu czasów miały zagwarantować uzyskanie powierzchniowego stężenia węgla na poziomie ok. 0,9%C i grubości warstw dyfuzyjnych z przedziału 0,3 ÷ 1,5 mm.

Dla zapewnienia mniejszego zużycia gazu, większego bezpieczeństwa pracy i zmniejszenia ilości osadów sadzy przyjęta wartość ciśnienia roboczego atmosfery nawęglającej, którą stanowił propan ( $\text{C}_3\text{H}_8$ ) rozcieńczany azotem, wynosiła  $p = 20\text{hPa}$ .

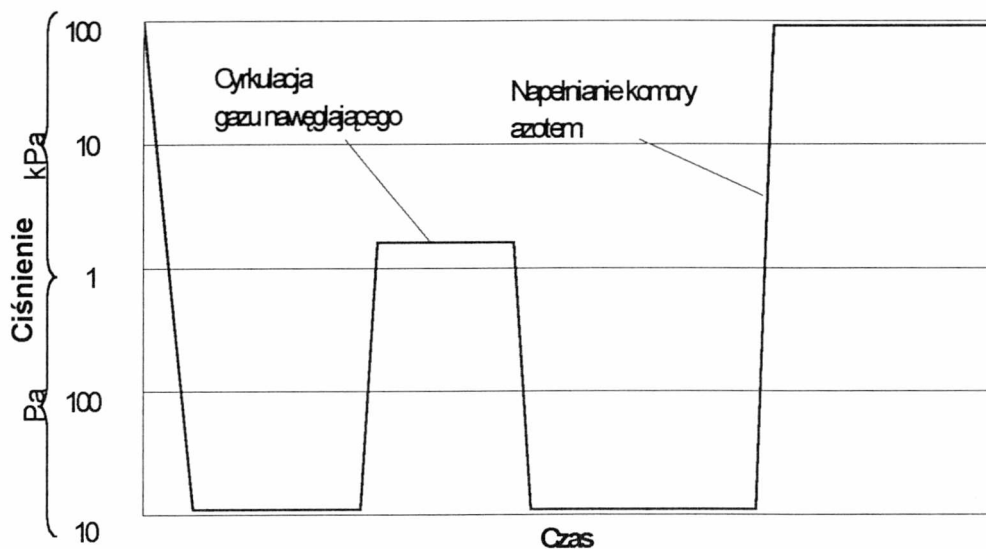
Pełny cykl procesu, realizowanego metodą ciągłą, składał się z jednej fazy nawęglania i jednej, następującej bezpośrednio po niej, fazy dyfuzji w próżni. Stałe ciśnienie robocze w komorze pieca w trakcie fazy nawęglania utrzymywane było przez cykliczne dozowanie gazu ze stałą szybkością przepływu równą  $110\text{ dm}^3/\text{h}$ .

Schemat przebiegu procesu nawęglania prowadzonego w piecu próżniowym przedstawiono na rys. 11, zaś na rys. 12 przedstawiono rzeczywisty, zarejestrowany przebieg realizowanego procesu – linia niebieska, na tle zadanego – linia zielona. Na rysunkach 13 i 14 pokazano rzeczywiste zarejestrowane przebiegi zmian ciśnienia i przepływu gazu nawęglającego w komorze pieca próżniowego, w trakcie trwania fazy nawęglania procesu.

Chłodzenie z temperatur nawęglania odbywało się w azocie z wymuszoną cyrkulacją przy ciśnieniu 0,2 bara, z szybkością  $7,2\text{ }^{\circ}\text{C/s}$  w zakresie temperatur  $700\div 550^{\circ}\text{C}$ , porównywalną do szybkości chłodzenia na powietrzu.

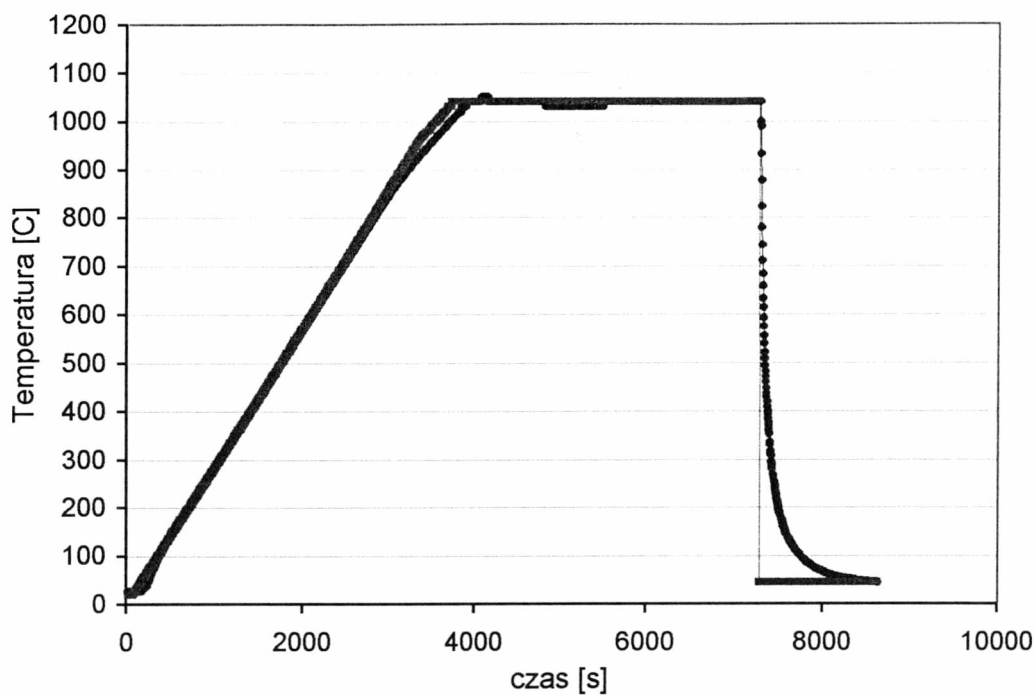


a)

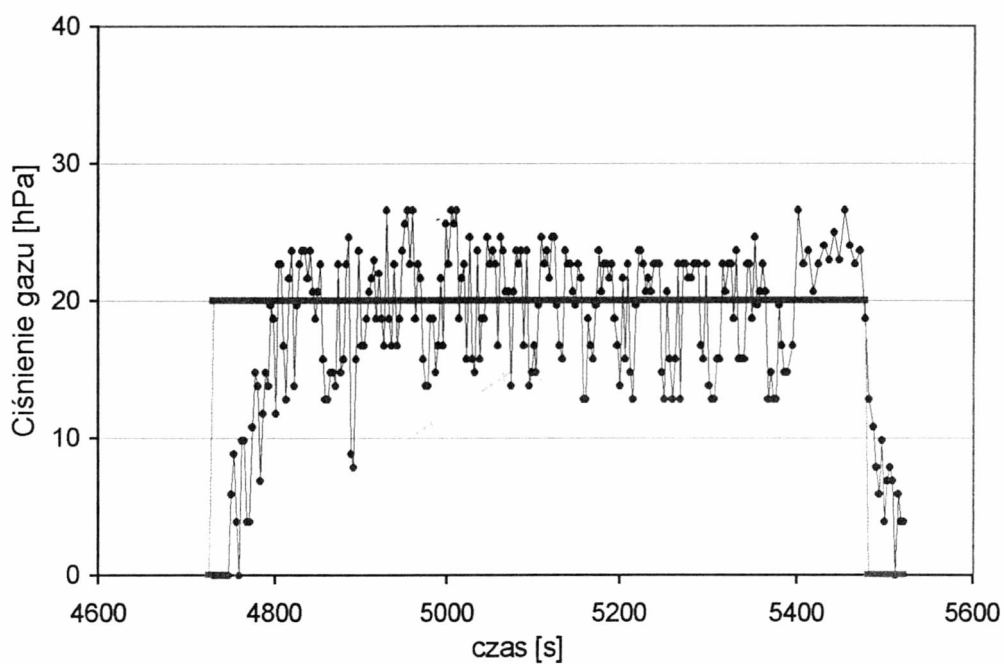


b)

**Rys. 11.** Przebieg procesu nawęglania w piecu próżniowym: a) temperatury w funkcji czasu, b) ciśnienia w funkcji czasu – schemat.

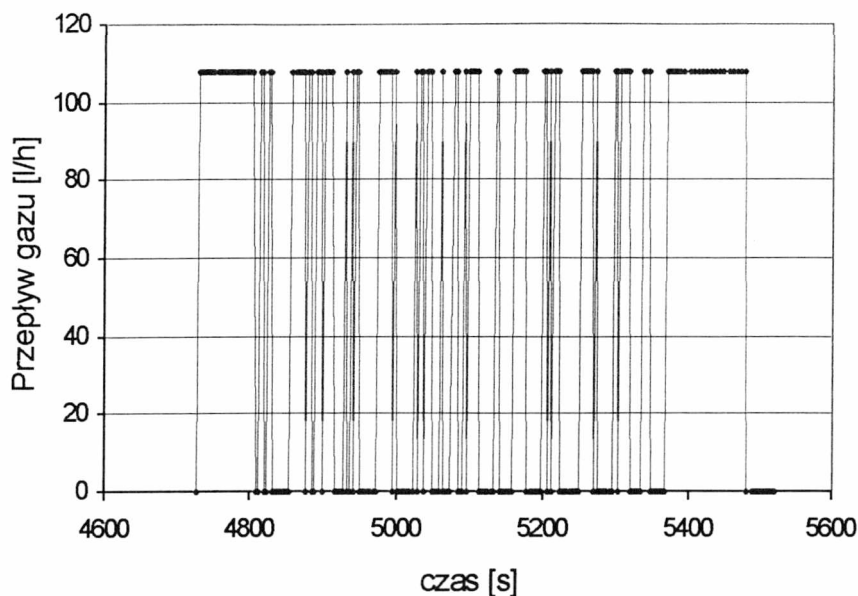


Rys. 12. Rzeczywisty, zarejestrowany przebieg zmian temperatury w funkcji czasu podczas nawęglania w piecu próżniowym - linia i punkty niebieskie. Parametry procesu:  $T=1040^{\circ}\text{C}$ ,  $t_N=10\text{ min}$ ,  $t_D=30\text{ min}$ .



Rys. 13. Rzeczywisty, zarejestrowany przebieg zmian ciśnienia gazu nawęglającego w komorze pieca próżniowego w czasie trwania fazy nawęglania procesu.





Rys. 14. Rzeczywisty, zarejestrowany przepływ gazu w czasie trwania fazy nawęglania.

#### 4. 4. Obróbka cieplna po nawęglaniu

Konstrukcja pieca próżniowego V3/2 z systemem chłodzenia w azocie z wymuszoną cyrkulacją przy maksymalnym ciśnieniu 1 bara uniemożliwiała przeprowadzenie zabiegu hartowania zaprojektowanych stali spiekanych. Uzyskiwana w tych warunkach szybkość chłodzenia w temperaturze najmniejszej trwałości austenitu odpowiada szybkości chłodzenia w spokojnym powietrzu.

Hartowanie (jednokrotne) nawęglonych próbek stali spiekanych przeprowadzono w WZM, w Warszawie (na zlecenie), w piecu komorowym z atmosferą regulowaną w oleju i piecu próżniowym (produkcji SECO/WARWICK) w azocie z wymuszoną cyrkulacją przy ciśnieniu 10 barów. Temperatura i czas austenitowania w obu piecach wynosiły 850°C i 30 minut. Po hartowaniu próbki były odpuszczane w temperaturze 140°C z chłodzeniem na powietrzu.

### 5. METODYKA BADAŃ

#### 5. 1. Pomiary twardości i mikrotwardości

Twardość spieków mierzono sposobem Vickersa zgodnie z wymaganiami normy PN-91/H-04350 przy obciążeniu 980,7 N. Pomiary wykonywano na przekrojach: poprzecznym i wzdłużnym próbek o wymiarach  $\varnothing 16 \times 16$  mm, po wcześniejszym zeszlifowaniu powierzchni na głębokość ok. 2 mm. Wyniki pomiarów podano w postaci średniej arytmetycznej z pięciu (5) odcisków wraz z wyliczonym błędem standardowym.

Mikrotwardość spieków mierzono sposobem Vickersa twardościomierzem Hanemanna, zamontowanym do mikroskopu świetlnego Neophot 32, zgodnie z wymaganiami normy PN-ISO 6507-3 przy obciążeniu 0,9870 N.

Pomiary mikrotwardości przeprowadzano na przekrojach poprzecznych próbek o wymiarach  $\varnothing 16 \times 16$  mm, po ich wcześniejszym szlifowaniu i przepolerowaniu. Wyniki pomiarów mikrotwardości wykorzystano głównie do wyznaczenia umownej grubości warstw nawęglonych metodą rozkładu twardości wg normy PN-71/M.-05010.

Do wyznaczenia krzywych rozkładu twardości w warstwie na każdej próbce wykonywano po dwa rzędy odcisków, wzdłuż normalnej do powierzchni nawęglonej w kierunku od powierzchni w głąb materiału, ze skokiem 0,1 mm. Dla każdej odległości od powierzchni wykonywano po trzy (3) odciski w rzędzie z zachowaniem odległości między nimi 2,5 krotnie większej od przekątnej odcisku i wynik pomiaru uśredniano. Punkty pomiarowe w układzie współrzędnych: twardość – odległość od powierzchni łączono linią, którą dopasowywano metodą najmniejszych kwadratów tak, aby wartość współczynnika korelacji  $r$  wynosiła powyżej 0,9. Umowną grubość warstw nawęglanych wyznaczano metodą graficzną, odczytując z krzywych rozkładu twardości odległość od powierzchni przy twardości równej 550 HV0,1.

Wyniki pomiarów mikrotwardości wykorzystywano także przy identyfikacji faz i składników struktury, gdy badania mikroskopowe nie dostarczały jednoznacznych informacji.

## 5. 2. Badania mikroskopowe

Obserwacje mikrostruktur zaprojektowanych stali spiekanych w stanach: spiekany, nawęglony i utwardzony prowadzono z zastosowaniem metalograficznego mikroskopu świetlnego Neophot 32 (prod. Carl Zeiss Jena), stosując powiększenia z zakresu od 100x do 1500x. Szlify do badań wykonywano głównie na przekrojach poprzecznych. Próbki szlifowano na mokro na papierach ściernych, a następnie polerowano na tarczy filcowej, zwilżonej wodną zawiesiną tlenku glinu. W celu ujawnienia struktury materiału stosowano trawienie chemiczne w 2% nitalu, rozcieńczonym dla osłabienia mocy trawiennej dodatkiem gliceryny. Do ujawnienia faz węglkowych używano także 5% alkoholowego roztworu chlorku żelaza.

Elektronowy mikroskop skaningowy STEREOSCAN SC180 wykorzystano do określania kształtu porów w próbkach stali Cr-Mn-Mo bez i z dodatkiem siarki, identyfikacji składników strukturalnych oraz badania jednorodności składu chemicznego materiału przez obserwację powierzchniowego rozmieszczenia pierwiastków stopowych.

Jakościową analizę składu chemicznego przeprowadzano przy użyciu układu do mikroanalizy rentgenowskiej firmy LINK SYSTEMS sprzężonego z mikroskopem.

Obserwacje prowadzono na zgładach nietrawionych i trawionych przygotowanych w ten sam sposób jak do badań metodami mikroskopii świetlnej.

Obserwacje cienkich folii z próbek stali niklowo-molibdenowej (Ni-Mo) prowadzono dla identyfikacji składników strukturalnych w warstwach nawęglonych, a następnie hartowanych jednokrotnie w gazie przy ciśnieniu 10 bar. Badania przeprowadzano za pomocą elektronowego mikroskopu transmisyjnego PHILIPS EM 301 przy napięciu przyspieszającym 100 kV oraz stałej mikroskopu 2 $\lambda$ L wynoszącej ok. 51,5 Åmm.

Przygotowanie preparatów składało się z trzech etapów:

- mechanicznego ścieniania na papierach ściernych do grubości ok. 0,1 mm,

- elektrolitycznego ścieniania krążków o średnicy  $\varnothing 3$  mm metodą strumieniową „JET” do momentu ich perforacji,
- usunięcia ewentualnych produktów reakcji chemicznych z powierzchni folii metodą ścieniania jonowego.

Ścienianie elektrolityczne prowadzono w urządzeniu ELECTROPOLISHER – 120 (firmy E.A. Fishione Twin-jet). Elektrolitem była mieszanina kwasu octowego i nadchlorowego w stosunku 9:1. Prąd próbki wynosił 95 mA przy napięciu 30V. Temperatura elektrolitu wynosiła 10°C. Po uzyskaniu perforacji folie płukano w alkoholu metylowym. Wstępne obserwacje mikroskopowe wykazały, iż na powierzchni preparatów po ścienianiu elektrolitycznym pozostają produkty reakcji trawienia. W celu ich usunięcia powierzchnie folii oczyszczano dodatkowo metodą ścieniania jonami argonu za pomocą dział jonowych w napy-larce HBA-1 firmy Zeiss. Napięcie przyspieszające wynosiło ok. 5 kV, a ciśnienie argonu 0,5 Pa. Przeprowadzone obserwacje porównawcze nie wykazały zmian struktury folii w wyniku zastosowanego ścieniania jonowego. Metodę tą wykorzystano także do usuwania z badanych folii warstwy kontaminacyjnej, powstającej w trakcie długotrwałych obserwacji w mikroskopie elektronowym.

### 5. 3. Badania rentgenograficzne

Badania rentgenograficzne przeprowadzano w celu określenia ilości austenitu szczątkowego w strukturze warstw nawęglonych stali spiekanych.

Badania wykonywano przy pomocy dyfraktometru URD6 (prod. byłej NRD) stosując promieniowanie  $\text{CoK}_{\alpha}$  filtrowane żelazem (Fe). Linie dyfrakcyjne mierzono metodą krokową z czasem pomiaru w punkcie wynoszącym ok. 15s.

Do wyznaczania ilości austenitu szczątkowego w warstwach utwardzonych zastosowano metodę bezwzorcową bezpośredniego porównania, charakteryzującą się bardzo dużą dokładnością i szybkością pomiaru, opartą na pomiarze całkowitych natężeń wybranych linii dyfrakcyjnych austenitu i martenzytu. Do obliczania ilości austenitu szczątkowego wybrano linie dyfrakcyjne, odpowiednio z płaszczyzn sieciowych austenitu: (200), (220) i martenzytu: (200), (211).

### 5. 4. Badania wytrzymałościowe i zmęczeniowe

Właściwości mechaniczne (statyczne) zaprojektowanych stali w stanie spiekanyim wyznaczano w statycznej próbie rozciągania.

Próby przeprowadzano zgodnie z wymaganiami normy PN-EN 10002-1+AC1 na pulsatorze hydraulicznym MTS810, stosując zakres siły obciążającej od 0 do 50 kN i szybkość obciążenia 3 kN/min (1,4 MPa/s).

Badania wykonywano na trzech (3) próbkach, w kształcie i o wymiarach zgodnych z normą PN-86/H-04937, dla każdego wariantu składu chemicznego i gęstości stali spiekanych. Do pomiaru odkształcenia w trakcie prób rozciągania zastosowano ekstensometr liniowy MTS 632.27F-30 z zakresem pomiarowym od 0 do 0,2 mm/mm.

## 6. WYNIKI BADAŃ

### 6. 1. Wyniki pomiarów twardości

Zmierzone twardości (wartości średnie z pięciu odcisków) próbek stali chromowo-manganowo-molibdenowej (Cr-Mn-Mo) i niklowo- molibdenowej (Ni-Mo) w stanie spiekającym zestawiono w tabeli 7.

**Tabela 7.** Wyniki pomiarów twardości stali Cr-Mn-Mo i Ni-Mo w stanie spiekającym.

| Próbka<br>(wariant) | Gęstość<br>[g/cm <sup>3</sup> ] | Twardość<br>HV10 | Odchylenie<br>standardowe<br>$\delta_{HV10}$ |
|---------------------|---------------------------------|------------------|----------------------------------------------|
| I, II, III C        | 6,8                             | 72               | 4                                            |
| I, II, III A        | 7,0                             | 85               | 3                                            |
| I, II, III B        | 7,1                             | 92               | 3                                            |
| IV                  | 7,1                             | 156              | 2                                            |
| V                   | 7,1                             | 168              | 2                                            |

Z analizy wyników pomiarów twardości próbek stali Cr-Mn-Mo wynika, że wzrost gęstości z 6,8 g/cm<sup>3</sup> do 7,1 g/cm<sup>3</sup> wywołuje wzrost twardości odpowiednio z 72 HV10 do 92 HV10. Z porównania twardości próbek obu stali przy ustalonej gęstości 7,1g/cm<sup>3</sup> wynika, iż twardość stali Ni-Mo jest prawie dwukrotnie (80%) wyższa od twardości stali Cr-Mn-Mo. Twardości rdzenia próbek obu stali po nawęglaniu próżniowym, hartowaniu jednokrotnym w oleju i odpuszczaniu niskim mierzono także sposobem Vickersa przy obciążeniu 980,7 N. Wyniki tych pomiarów zestawiono w tabeli 8, natomiast w tabeli 9 przedstawiono twardości rdzenia próbek stali Ni-Mo po nawęglaniu i hartowaniu w azocie przy ciśnieniu 10 bar.

Otrzymane wyniki pomiarów twardości rdzenia próbek stali Cr-Mn-Mo wykazują dość znaczne rozbieżności wyrażające się znacznymi wartościami odchyłek standardowych  $\delta_{HV10}$  dla każdego pomiaru. Największe rozbieżności w twardości rdzeni zanotowano dla próbek C (6,8 g/cm<sup>3</sup>) i A (7,0 g/cm<sup>3</sup>), a najmniejsze dla próbek B (7,1 g/cm<sup>3</sup>). Pewną powtarzalność wyników daje się zauważyć dla wariantu III składu chemicznego z dodatkiem siarki, wyrażającą się najmniejszymi, w porównaniu z wariantami I i II, wartościami twardości rdzenia każdej z trzech próbek A, B i C. Ze względu na różnice w gęstości i zarazem porowatości próbek, porównywalne co do wartości twardości zmierzone w rdzeniu wszystkich próbek o składzie chemicznym wariantu III i gęstościach 6,8; 7,0 i 7,1 g/cm<sup>3</sup> mogą świadczyć o nieco głębszej penetracji gazu nawęglającego w głąb materiału próbek C i A. Potwierdzają to także wyższe wartości twardości zmierzone w rdzeniu próbek A i C w pozostałych wariantach składu chemicznego I i II (bez siarki) w porównaniu z rdzeniem próbek B.

W porównaniu z wynikami pomiarów twardości rdzenia próbek stali Cr-Mn-Mo, wyniki pomiarów twardości rdzenia próbek stali Ni-Mo wykazują dużą zbieżność. Twardości rdzenia próbek obu wariantów składu chemicznego IV i V są zbliżone co do wartości z niewielką różnicą na korzyść próbek wariantu V (z borem). Porównując twardości rdzenia próbek B stali Cr-Mn-Mo z próbkami stali Ni-Mo hartowanych w oleju zauważono, że te ostatnie są wyższe. Może to mieć związek z większą zawartością węgla w składzie chemicznym stali Ni-Mo w porównaniu do stali Cr-Mn-Mo.

Właściwości zaprojektowanych stali w stanach spiekanych i utwardzonym (po nawęglaniu i hartowaniu), w warunkach okresowo zmiennych naprężeń, wywołanych wahadłowym rozciąganiem – ściskaniem, badano w próbach zmęczeniowych.

Badania przeprowadzano na próbkach płaskich bez karbu o kształcie i wymiarach zgodnych z normą PN-86/H-04937. Próbki poddawano jednoosiowemu, sinusoidalnemu rozciąganiu – ściskaniu ( $R = -1$ ) o częstotliwości  $f = 25$  Hz w temperaturze otoczenia, na pulsatorze hydraulicznym MTS 810. Badania przeprowadzano w szerokim zakresie obciążeń poczynając od stanu sprężystego aż do granicznych, możliwych do uzyskania wartości odkształcenia plastycznego. Wielkością sterującą była amplituda naprężenia  $\delta_a$ . Sygnał odkształcenia  $\varepsilon$  ( $\xi$ ) rejestrowano wykorzystując ekstensometr liniowy.

Do wyznaczania wielkości charakteryzujących właściwości tłumiące materiału, takich jak odkształcenie plastyczne  $\varepsilon_{pl}$  i energia odkształcenia plastycznego  $\Delta W$ , zastosowano specjalną metodę dynamicznej pętli histerezy [42]. Jest ona szczególnie przydatna w przypadku pomiaru bardzo małych kątów przesunięcia fazowego  $\varphi$  pomiędzy sygnałem naprężenia  $\delta(\xi)$  i odkształcenia  $\varepsilon(\xi)$ , co jest charakterystyczne dla stali spiekanych.

Próby przeprowadzano przy narastającym widmie obciążenia na pięciu próbkach z każdego wariantu składu chemicznego i gęstości obu stali spiekanych, przy stopniu rosnącym  $\sigma_a$  równym 10 MPa i liczbie cykli na każdym z poziomów równej  $1 \cdot 10^4$ . Każda próba przeprowadzana była w tych samych warunkach obciążenia. Zakres zmiennej sterującej wyznaczano w próbach wstępnych, przyjmując za dolną granicę naprężenie z obszaru odkształceń sprężystych. Górną granicę stanowiło naprężenie odpowiadające momentowi zerwania próbki. Wartości wspomnianych wielkości tłumiących materiału odczytywano z każdego poziomu obciążenia po przekroczeniu cyklicznej granicy plastyczności, dla stanu nasycenia, który ustalał się już po kilkudziesięciu cyklach.

Wyniki prób opracowywano metodą najmniejszych kwadratów i przedstawiano w formie analitycznej i graficznej.

**Tabela 8.** Twardości rdzenia próbek stali Cr-Mn-Mo i Ni-Mo po nawęglaniu i hartowaniu w oleju.

| Próbka<br>(wariant) | Gęstość<br>[g/cm <sup>3</sup> ] | Parametry nawęglania<br>T[°C]/t <sub>N</sub> [min]/t <sub>D</sub> [min] | Twardość<br>HV10 | Odchylenie<br>standardowe $\delta_{HV10}$ |
|---------------------|---------------------------------|-------------------------------------------------------------------------|------------------|-------------------------------------------|
| IC                  | 6,8                             | 920/20/20                                                               | 263              | 13                                        |
|                     |                                 | 1040/10/30                                                              | 261              | 14                                        |
| IIC                 | 6,8                             | 920/20/20                                                               | 243              | 26                                        |
|                     |                                 | 1040/10/30                                                              | 264              | 24                                        |
| IIIC                | 6,8                             | 920/20/20                                                               | 238              | 20                                        |
|                     |                                 | 1040/10/30                                                              | 228              | 20                                        |
| IA                  | 7,0                             | 920/20/20                                                               | 269              | 23                                        |
|                     |                                 | 1040/10/30                                                              | 276              | 10                                        |
| IIA                 | 7,0                             | 920/20/20                                                               | 243              | 14                                        |
|                     |                                 | 1040/10/30                                                              | 275              | 12                                        |
| IIIA                | 7,0                             | 920/20/20                                                               | 230              | 20                                        |
|                     |                                 | 1040/10/30                                                              | 226              | 25                                        |
| IB                  | 7,1                             | 920/20/20                                                               | 221              | 13                                        |
|                     |                                 | 1040/10/30                                                              | 247              | 10                                        |
| IIB                 | 7,1                             | 920/20/20                                                               | 227              | 15                                        |
|                     |                                 | 1040/10/30                                                              | 248              | 11                                        |
| IIIB                | 7,1                             | 920/20/20                                                               | 218              | 16                                        |
|                     |                                 | 1040/10/30                                                              | 220              | 12                                        |
| IV                  | 7,1                             | 920/20/20                                                               | 305              | 5                                         |
|                     |                                 | 1040/10/30                                                              | 305              | 6                                         |
| V                   | 7,1                             | 920/20/20                                                               | 297              | 6                                         |
|                     |                                 | 1040/10/30                                                              | 297              | 5                                         |

**Tabela 9.** Twardości rdzenia próbek stali Ni-Mo po nawęglaniu i hartowaniu w azocie (10 barów).

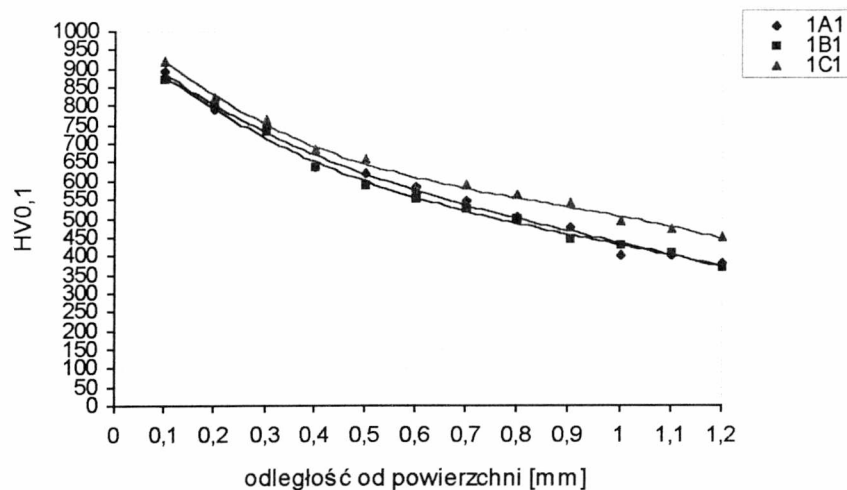
| Próbka<br>(wariant) | Gęstość<br>[g/cm <sup>3</sup> ] | Parametry nawęglania<br>T[°C]/t <sub>N</sub> [min]/t <sub>D</sub> [min] | Twardość<br>HV10 | Odchylenie<br>standardowe $\delta_{HV10}$ |
|---------------------|---------------------------------|-------------------------------------------------------------------------|------------------|-------------------------------------------|
| IV                  | 7,1                             | 920/20/20                                                               | 265              | 4                                         |
|                     |                                 | 1040/10/30                                                              | 260              | 5                                         |
| V                   | 7,1                             | 920/20/20                                                               | 260              | 3                                         |
|                     |                                 | 1040/10/30                                                              | 255              | 5                                         |

## 6. 2. Wyniki pomiarów mikrotwardości

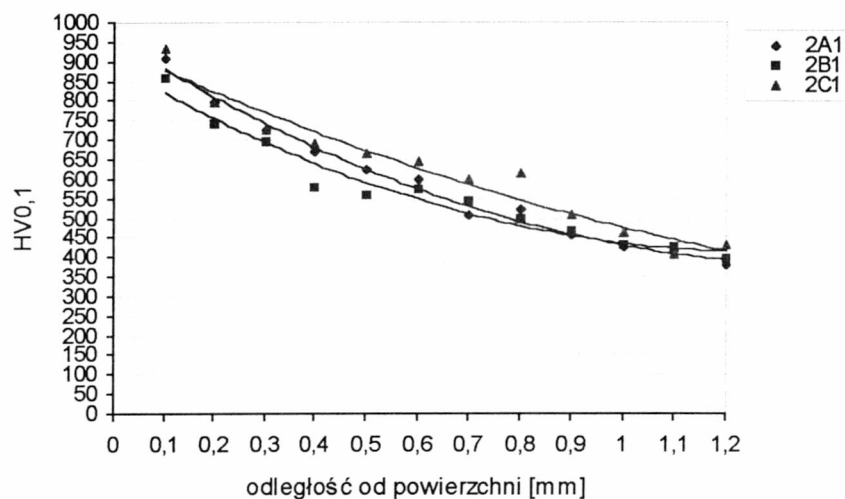
Wyniki pomiarów mikrotwardości warstw nawęglonych w postaci wykresów w układzie współrzędnych: mikrotwardość (HV0,1) – odległość od powierzchni próbki przedstawiono kolejno na rysunkach od 15 do 32. Wykresy przedstawiają wyniki pomiarów mikrotwardości warstw nawęglonych próbek stali Cr-Mn-Mo dla trzech wariantów składu chemicznego i sześciu (6) wariantów nawęglania o parametrach: 920°C/10'/10'; 920°C/20'/20'; 920°C/30'/30'; 1040°C/5'/15'; 1040°C/10'/30' i 1040°C/15'/45'.

Na każdym z wykresów wykreślono po trzy krzywe odpowiednio dla trzech gęstości próbek: C (6,8 g/cm<sup>3</sup>), A (7,0 g/cm<sup>3</sup>) i B (7,1 g/cm<sup>3</sup>). Z kolei na rysunkach od 33 do 38 przedstawiono krzywe rozkładu mikrotwardości w warstwach nawęglonych próbek stali Ni-Mo uzyskane dla jej obu wersji składu chemicznego przy wymienionych wyżej sześciu wariantach nawęglania.

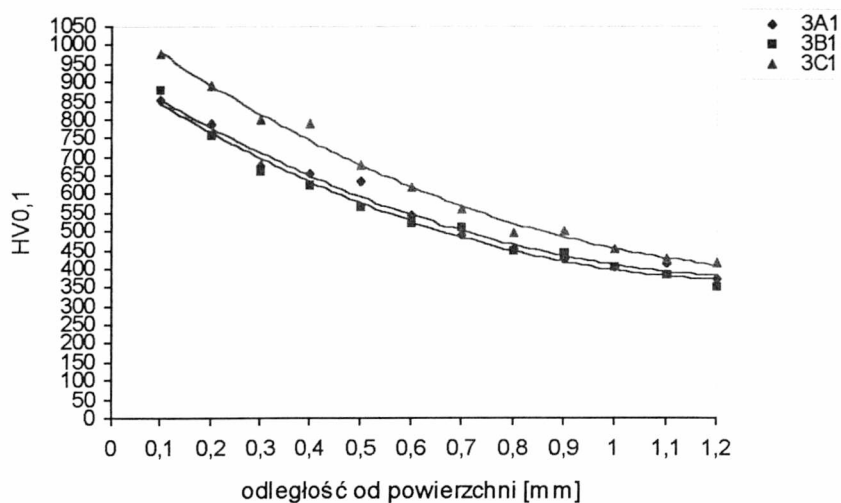




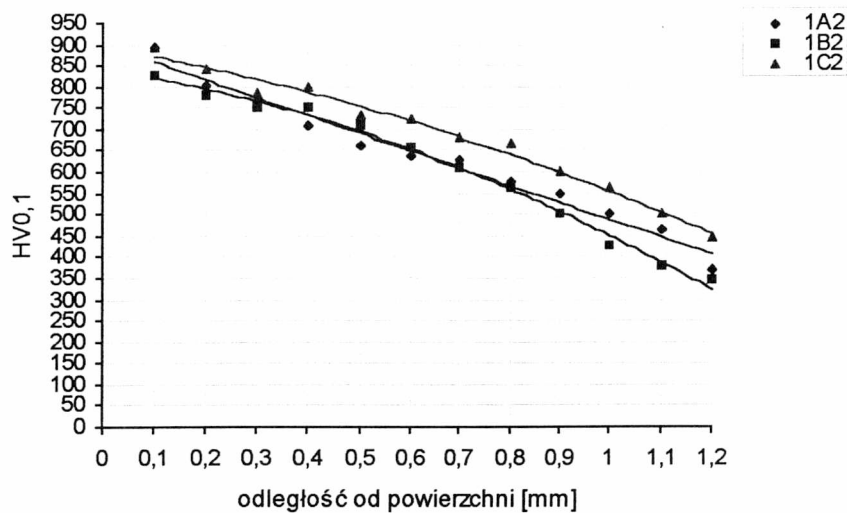
Rys. 15. Rozkład mikrotwardości w warstwie nawęglonej stali Cr-Mn-Mo – wariant I ( $920^{\circ}\text{C}/10'/10'$ ).



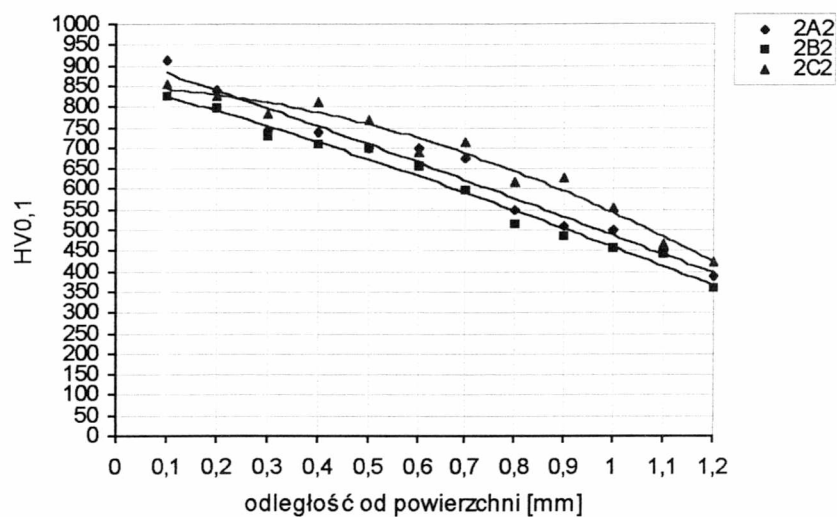
Rys. 16. Rozkład mikrotwardości w warstwie nawęglonej stali Cr-Mn-Mo – wariant II ( $920^{\circ}\text{C}/10'/10'$ ).



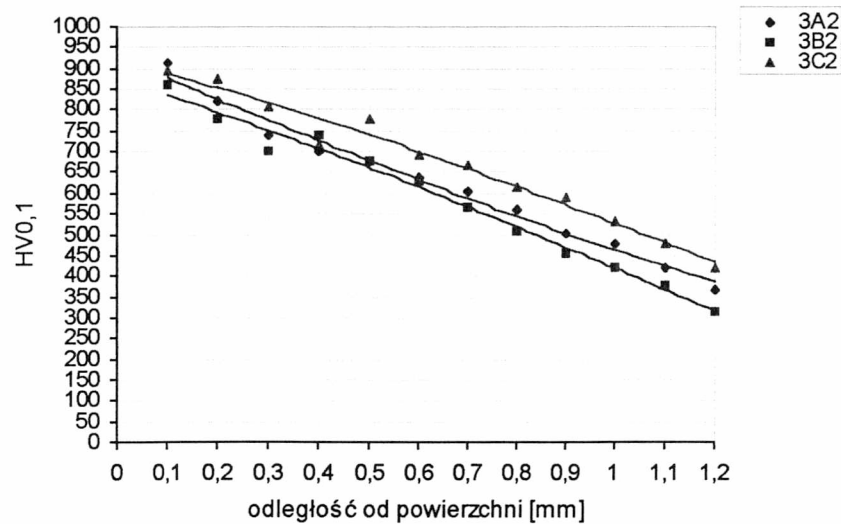
Rys. 17. Rozkład mikrotwardości w warstwie nawęglonej stali Cr-Mn-Mo – wariant III ( $920^{\circ}\text{C}/10'/10'$ ).



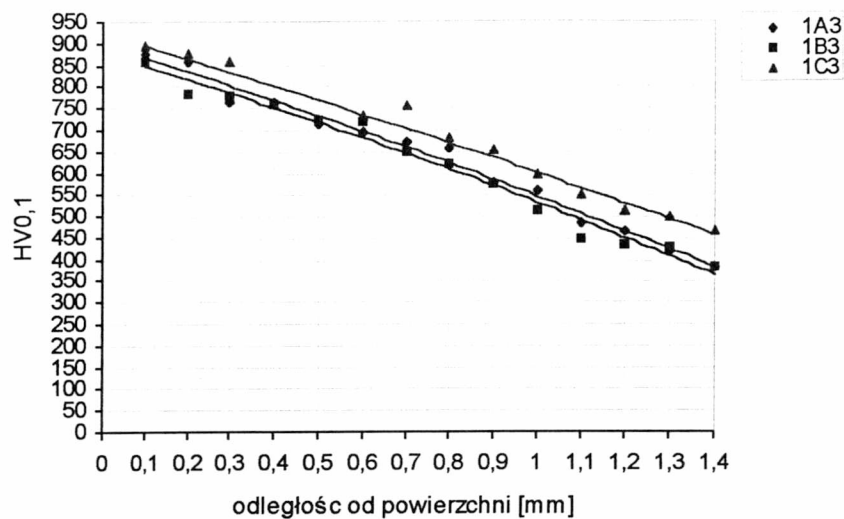
Rys. 18. Rozkład mikrotwardości w warstwie nawęglonej stali Cr-Mn-Mo – wariant I ( $920^{\circ}\text{C}/20'/20'$ ).



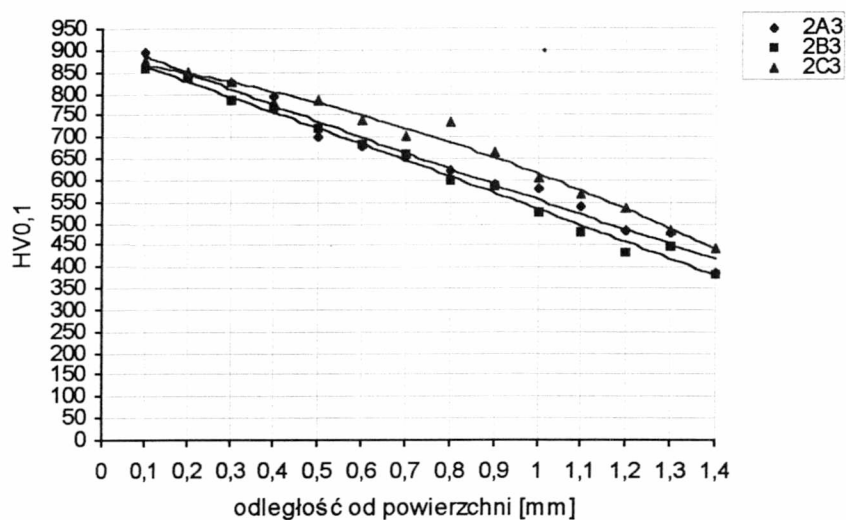
Rys. 19. Rozkład mikrotwardości w warstwie nawęglonej stali Cr-Mn-Mo – wariant II ( $920^{\circ}\text{C}/20'/20'$ ).



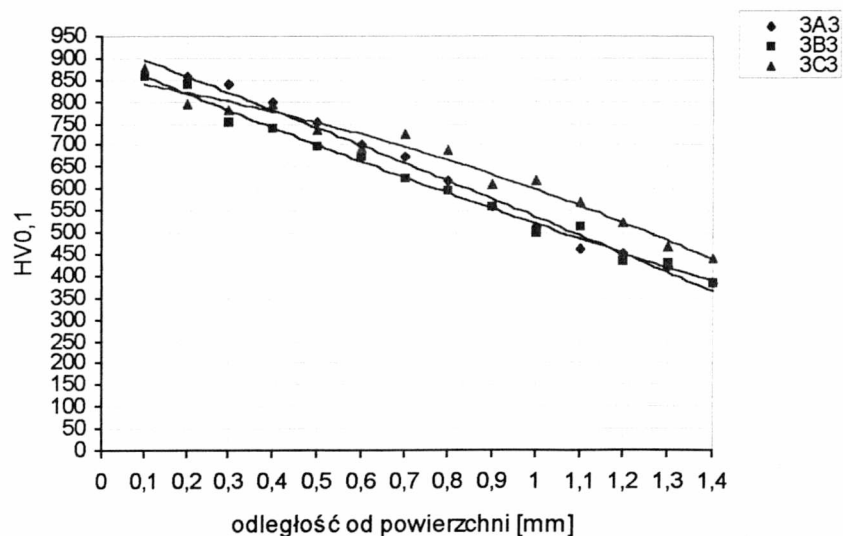
Rys. 20. Rozkład mikrotwardości w warstwie nawęglonej stali Cr-Mn-Mo – wariant III ( $920^{\circ}\text{C}/20'/20'$ ).



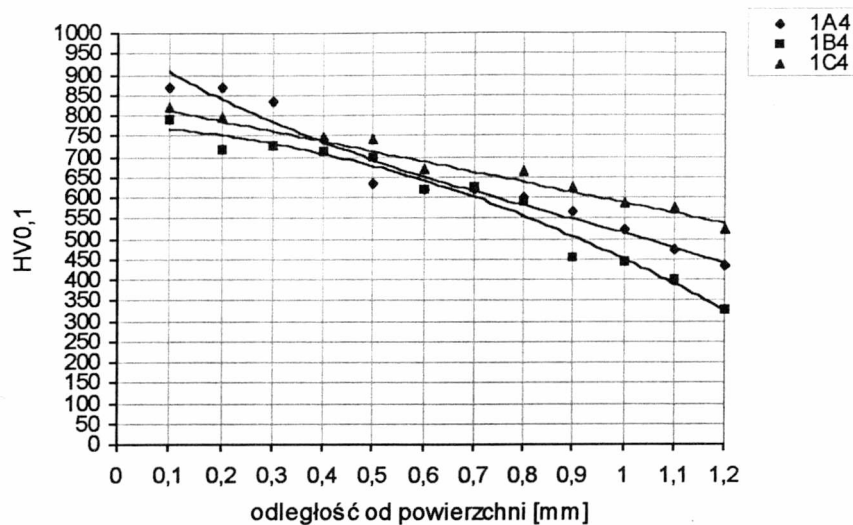
Rys. 21. Rozkład mikrotwardości w warstwie nawęglonej stali Cr-Mn-Mo – wariant I ( $920^{\circ}\text{C}/30'/30'$ ).



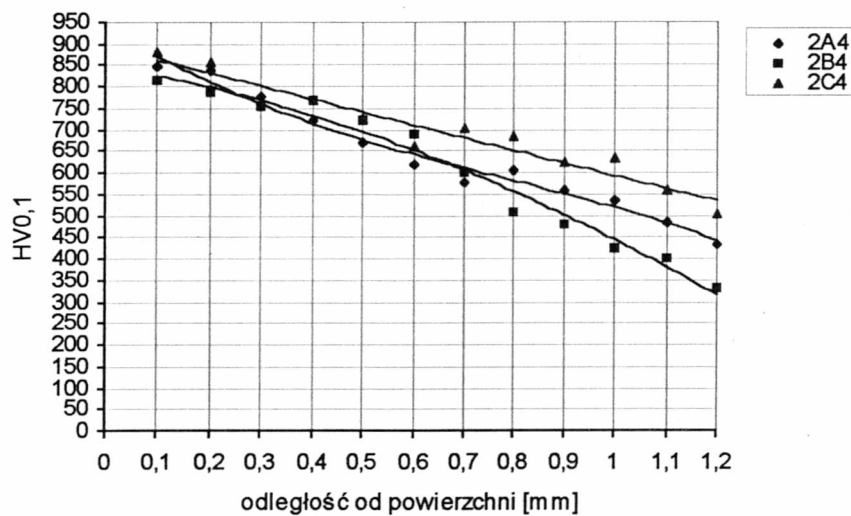
Rys. 22. Rozkład mikrotwardości w warstwie nawęglonej stali Cr-Mn-Mo – wariant II ( $920^{\circ}\text{C}/30'/30'$ ).



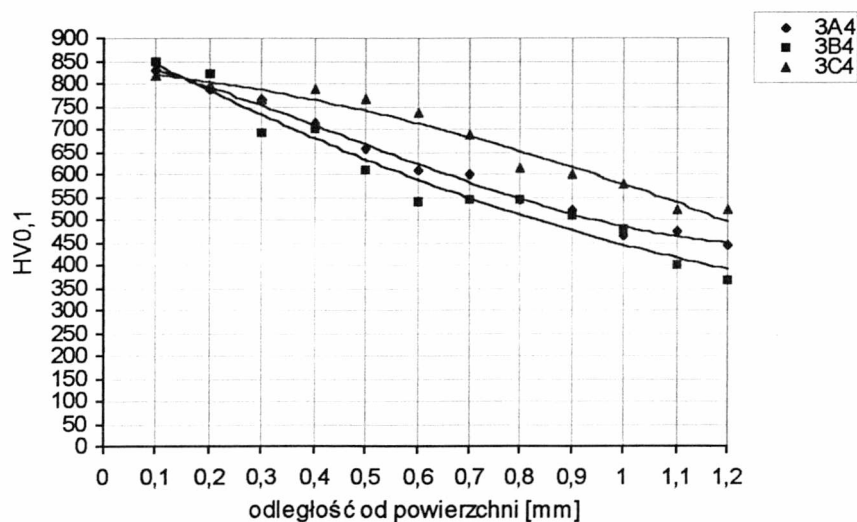
Rys. 23. Rozkład mikrotwardości w warstwie nawęglonej stali Cr-Mn-Mo – wariant III ( $920^{\circ}\text{C}/30'/30'$ ).



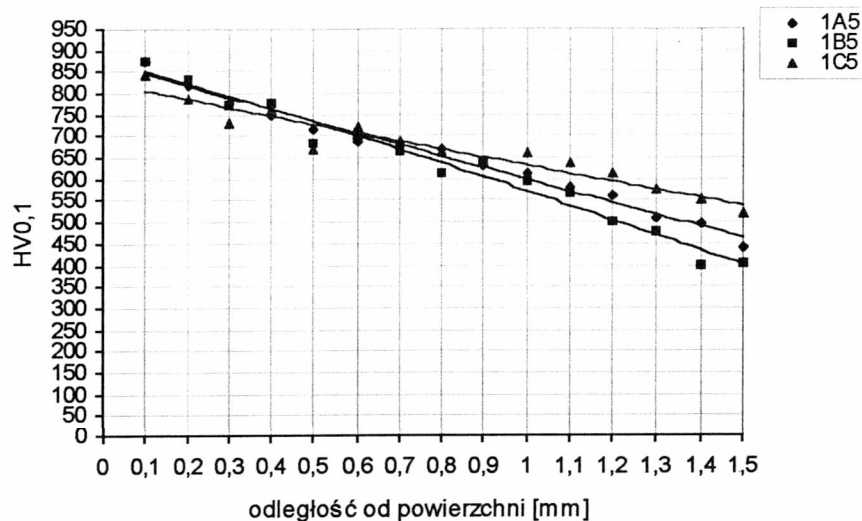
Rys. 24. Rozkład mikrotwardości w warstwie nawęglonej stali Cr-Mn-Mo – wariant I ( $1040^{\circ}\text{C}/5'/15'$ ).



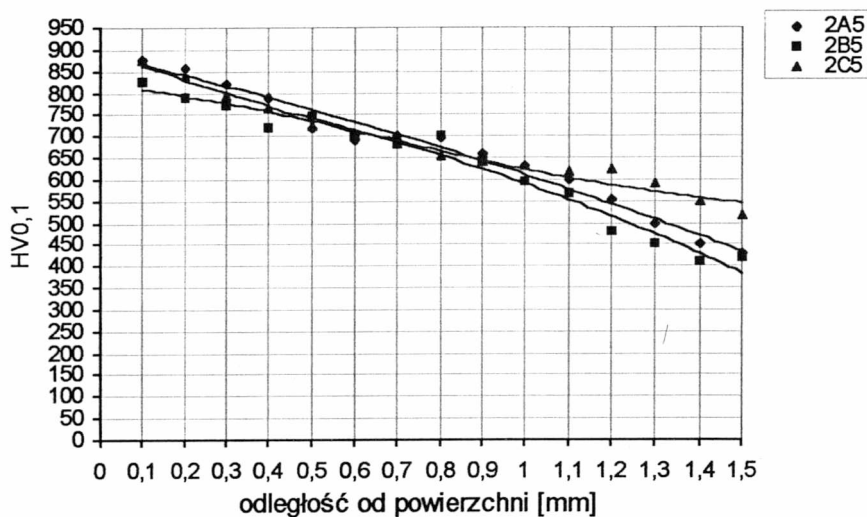
Rys. 25. Rozkład mikrotwardości w warstwie nawęglonej stali Cr-Mn-Mo – wariant II ( $1040^{\circ}\text{C}/5'/15'$ ).



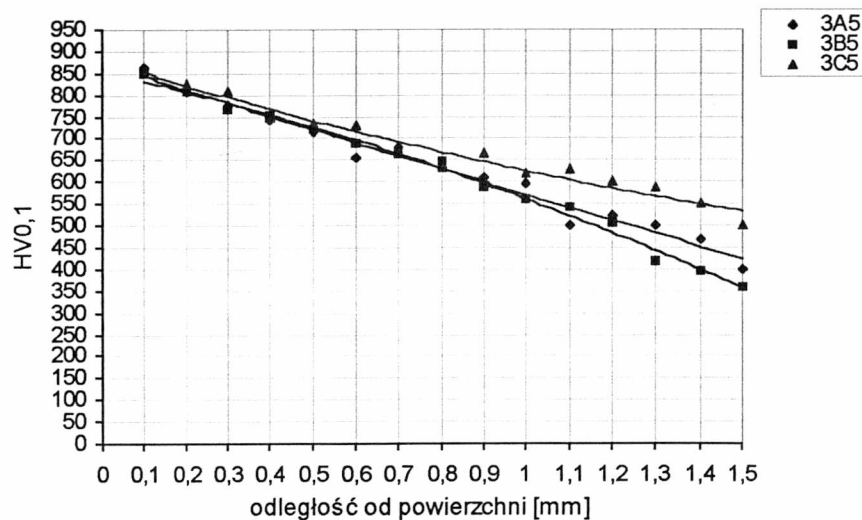
Rys. 26. Rozkład mikrotwardości w warstwie nawęglonej stali Cr-Mn-Mo – wariant III ( $1040^{\circ}\text{C}/5'/15'$ ).



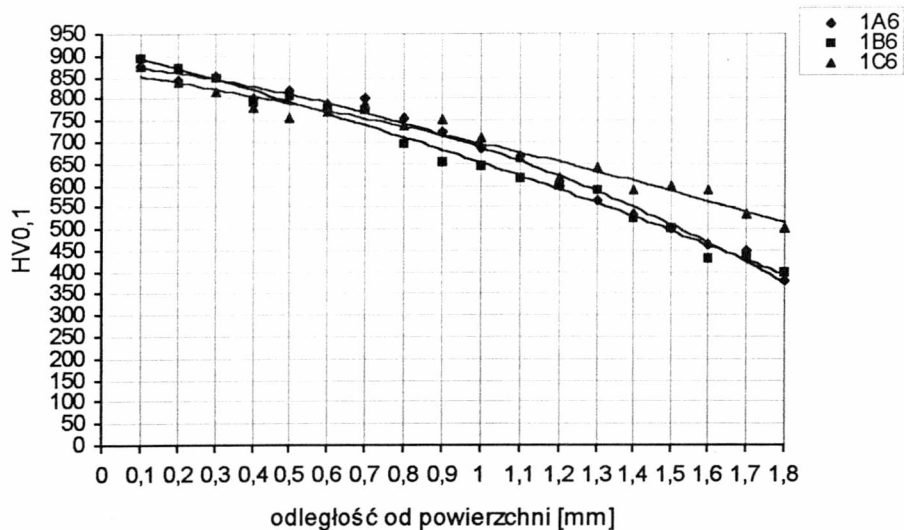
Rys. 27. Rozkład mikrotwardości w warstwie nawęglonej stali Cr-Mn-Mo – wariant I (1040°C/10'/30').



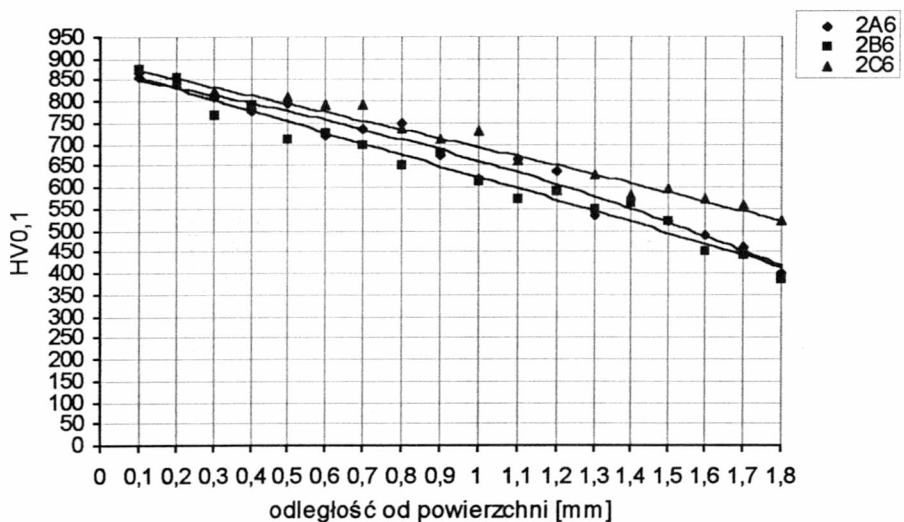
Rys. 28. Rozkład mikrotwardości w warstwie nawęglonej stali Cr-Mn-Mo – wariant II (1040°C/10'/30').



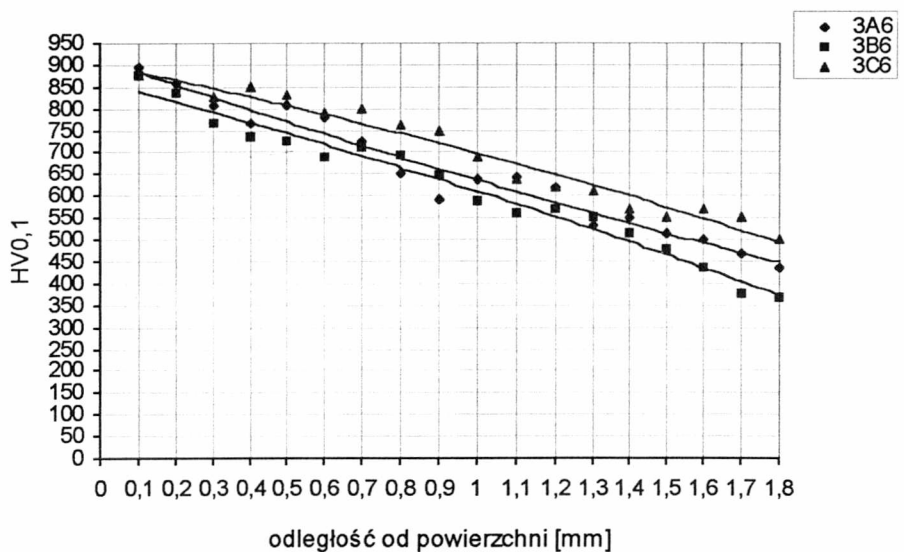
Rys. 29. Rozkład mikrotwardości w warstwie nawęglonej stali Cr-Mn-Mo - wariant III (1040°C/10'/30').



Rys. 30. Rozkład mikrotwardości w warstwie nawęglonej stali Cr-Mn-Mo - wariant I (1040°C/15'/45').

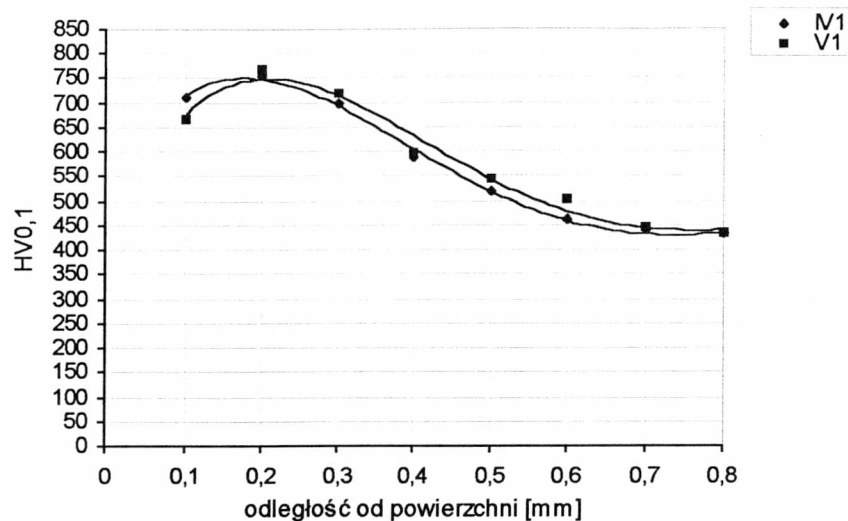


Rys. 31. Rozkład mikrotwardości w warstwie nawęglonej stali Cr-Mn-Mo - wariant II (1040 C/15'/45').

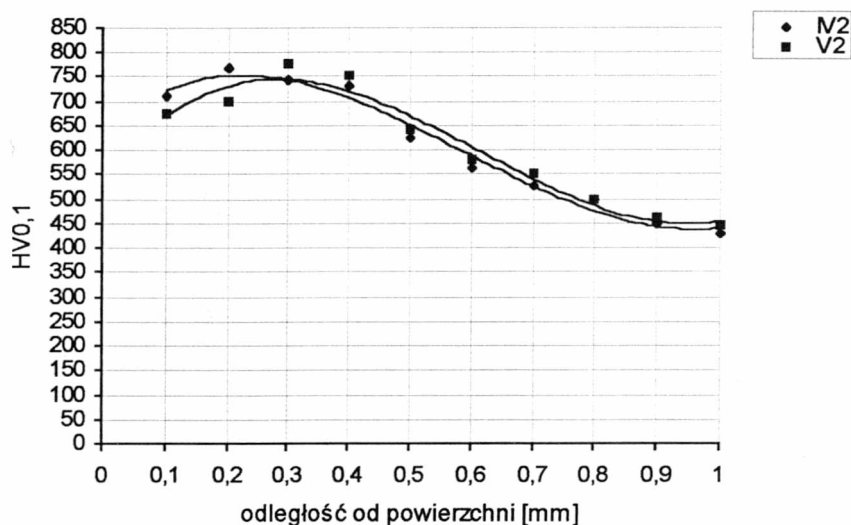


Rys. 32. Rozkład mikrotwardości w warstwie nawęglonej stali Cr-Mn-Mo – wariant III (1040°C/15'/45').

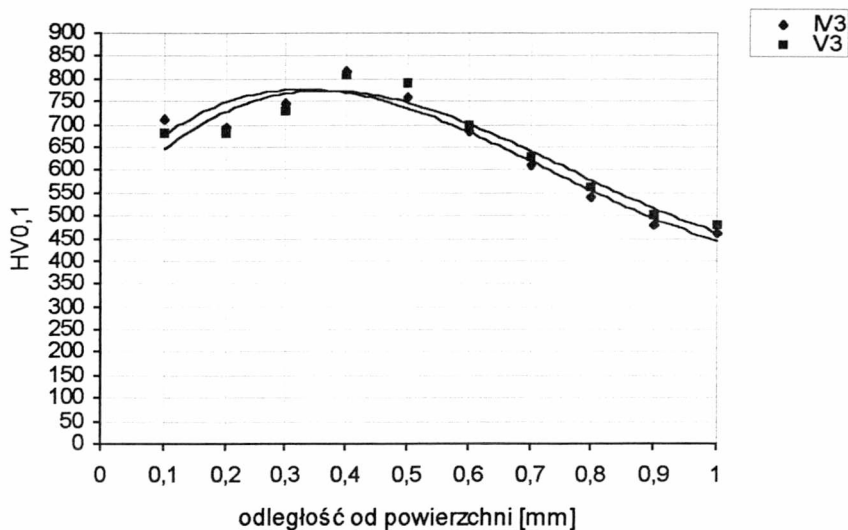




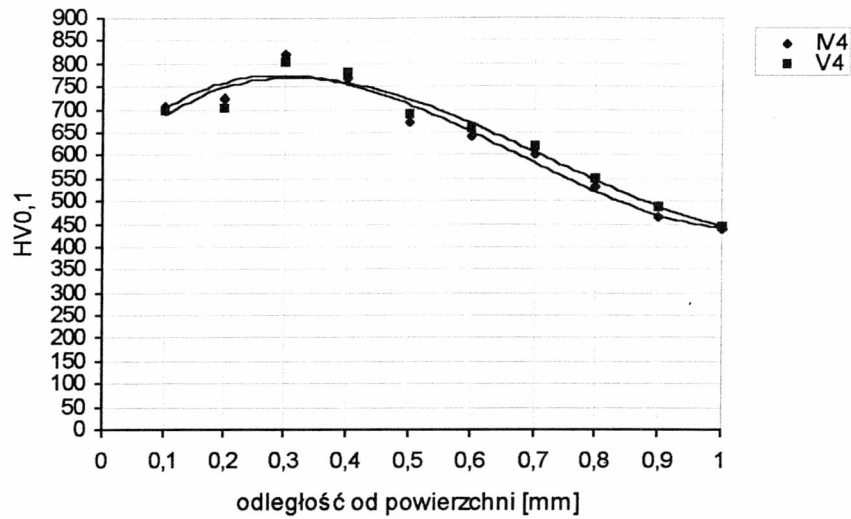
Rys. 33. Rozkład mikrotwardości w warstwie nawęglonej stali Ni-Mo – warianty IV i V ( $920^{\circ}\text{C}/10'/10'$ ).



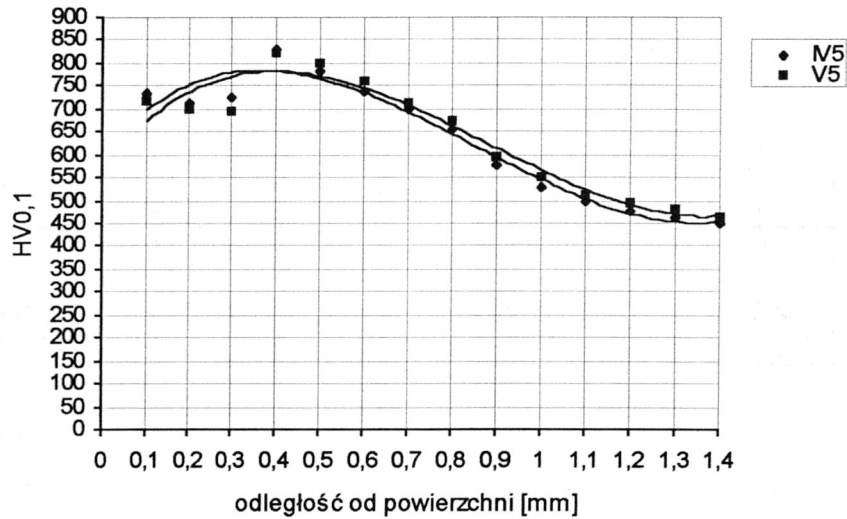
Rys. 34. Rozkład mikrotwardości w warstwie nawęglonej stali Ni-Mo – warianty IV i V ( $920^{\circ}\text{C}/20'/20'$ ).



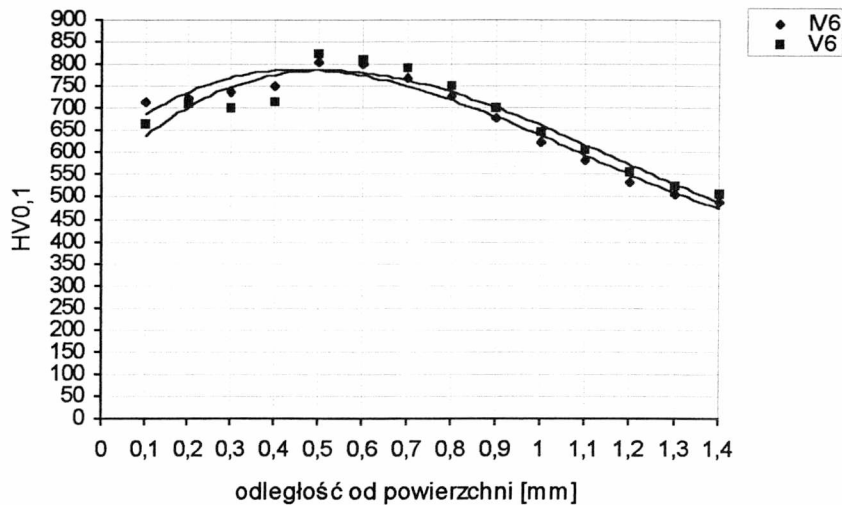
Rys. 35. Rozkład mikrotwardości w warstwie nawęglonej stali Ni-Mo – warianty IV i V ( $920^{\circ}\text{C}/30'/30'$ ).



Rys. 36. Rozkład mikrotwardości w warstwie nawęglonej stali Ni-Mo -warianty IV i V (1040°C/5'/15').



Rys. 37. Rozkład mikrotwardości w warstwie nawęglonej stali Ni-Mo -warianty IV i V (1040°C/10'/30').



Rys. 38. Rozkład mikrotwardości w warstwie nawęglonej stali Ni-Mo - warianty: IV i V (1040°C/15'/45').

Wartości efektywnej grubości warstw nawęglonych wyznaczone z krzywych rozkładu mikrotwardości przy twardości granicznej, równej 550 HV<sub>0,1</sub> zestawiono w tabeli 10.

**Tabela 10.** Efektywna grubość warstw nawęglonych stali Cr-Mn-Mo i Ni-Mo.

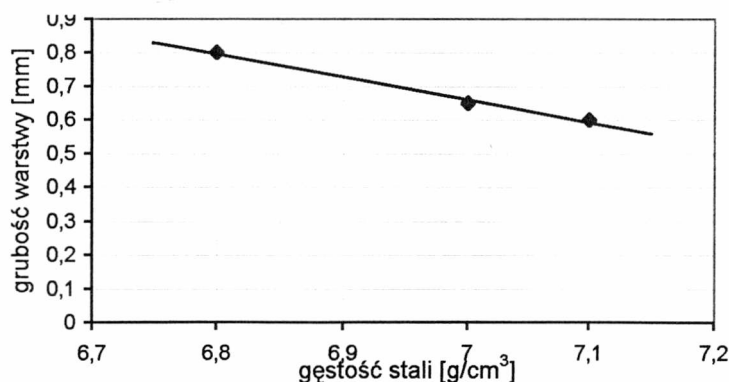
| Próbka<br>(wariant) | Gęstość<br>[g/cm <sup>3</sup> ] | Parametry nawęglania<br>T[°C]/t <sub>N</sub> [min]/t <sub>b</sub> [min] | Efektywna grubość<br>warstwy nawęglonej<br>g <sub>h</sub> [mm] |
|---------------------|---------------------------------|-------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------|
| I, II C             | 6,8                             | 920/10/10                                                               | 0,80                                                           |
|                     |                                 | 1040/5/15                                                               | 1,15                                                           |
| III C               | 6,8                             | 920/10/10                                                               | 0,75                                                           |
|                     |                                 | 1040/5/15                                                               | 1,10                                                           |
| I, II A             | 7,0                             | 920/10/10                                                               | 0,65                                                           |
|                     |                                 | 1040/5/15                                                               | 0,90                                                           |
| III A               | 7,0                             | 920/10/10                                                               | 0,60                                                           |
|                     |                                 | 1040/5/15                                                               | 0,80                                                           |
| I, II B             | 7,1                             | 920/10/10                                                               | 0,60                                                           |
|                     |                                 | 1040/5/15                                                               | 0,80                                                           |
| III B               | 7,1                             | 920/10/10                                                               | 0,55                                                           |
|                     |                                 | 1040/5/15                                                               | 0,70                                                           |
| I, II C             | 6,8                             | 920/20/20                                                               | 1,0                                                            |
|                     |                                 | 1040/10/30                                                              | 1,45                                                           |
| III C               | 6,8                             | 920/20/20                                                               | 0,95                                                           |
|                     |                                 | 1040/10/30                                                              | 1,4                                                            |
| I, II A             | 7,0                             | 920/20/20                                                               | 0,85                                                           |
|                     |                                 | 1040/10/30                                                              | 1,2                                                            |
| III A               | 7,0                             | 920/20/20                                                               | 0,8                                                            |
|                     |                                 | 1040/10/30                                                              | 1,1                                                            |
| I, II B             | 7,1                             | 920/20/20                                                               | 0,8                                                            |
|                     |                                 | 1040/10/30                                                              | 1,1                                                            |
| III B               | 7,1                             | 920/20/20                                                               | 0,75                                                           |
|                     |                                 | 1040/10/30                                                              | 1,0                                                            |
| I, II C             | 6,8                             | 920/30/30                                                               | 1,15                                                           |
|                     |                                 | 1040/15/45                                                              | 1,65                                                           |
| III C               | 6,8                             | 920/30/30                                                               | 1,1                                                            |
|                     |                                 | 1040/15/45                                                              | 1,6                                                            |
| I, II A             | 7,0                             | 920/30/30                                                               | 1,1                                                            |
|                     |                                 | 1040/15/45                                                              | 1,4                                                            |
| III A               | 7,0                             | 920/30/30                                                               | 0,95                                                           |
|                     |                                 | 1040/15/45                                                              | 1,3                                                            |
| I, II B             | 7,1                             | 920/30/30                                                               | 0,95                                                           |
|                     |                                 | 1040/15/45                                                              | 1,3                                                            |
| III B               | 7,1                             | 920/30/30                                                               | 0,9                                                            |
|                     |                                 | 1040/15/45                                                              | 1,2                                                            |
| IV                  | 7,1                             | 920/10/10                                                               | 0,45                                                           |
|                     |                                 | 1040/5/15                                                               | 0,75                                                           |
| V                   | 7,1                             | 920/10/10                                                               | 0,5                                                            |
|                     |                                 | 1040/5/15                                                               | 0,8                                                            |
| IV                  | 7,1                             | 920/20/20                                                               | 0,65                                                           |
|                     |                                 | 1040/10/30                                                              | 1,0                                                            |
| V                   | 7,1                             | 920/20/20                                                               | 0,7                                                            |
|                     |                                 | 1040/10/30                                                              | 1,05                                                           |
| IV                  | 7,1                             | 920/30/30                                                               | 0,8                                                            |
|                     |                                 | 1040/15/45                                                              | 1,2                                                            |
| V                   | 7,1                             | 920/30/30                                                               | 0,85                                                           |
|                     |                                 | 1040/15/45                                                              | 1,25                                                           |

Przebieg krzywych rozkładów mikrotwardości warstw nawęglonych próbek C ( $6,8 \text{ g/cm}^3$ ), A ( $7,0 \text{ g/cm}^3$ ) i B ( $7,1 \text{ g/cm}^3$ ) stali Cr-Mn-Mo dla poszczególnych wariantów: I, II i III wykazuje dużą zbieżność. Głębokość dyfuzji wzrasta od najmniejszej dla próbek B, przez próbki A, do największej dla próbek C we wszystkich wariantach składu chemicznego I, II i III. Jest ona najmniejsza dla wariantu III we wszystkich trzech rodzajach próbek. Wartości mikrotwardości zmierzone w strefie przypowierzchniowej warstw nawęglonych wszystkich próbek są podobne i mieszczą się w przedziale  $850 \div 920 \text{ HV}_{0,1}$ . Nieznacznie większe wartości mikrotwardości zanotowano w warstwach próbek C i A w porównaniu z próbkami B. Największy rozrzut wyników pomiarów odnotowano dla próbek C i A, co wyraża się między innymi najmniejszym współczynnikiem korelacji wielomianowych krzywych regresji. Mikrotwardość rzędu  $900 \text{ HV}_{0,1}$  w strefach przypowierzchniowych warstw nawęglonych wszystkich próbek C, A i B wskazuje na obecność węglików w ich strukturze.

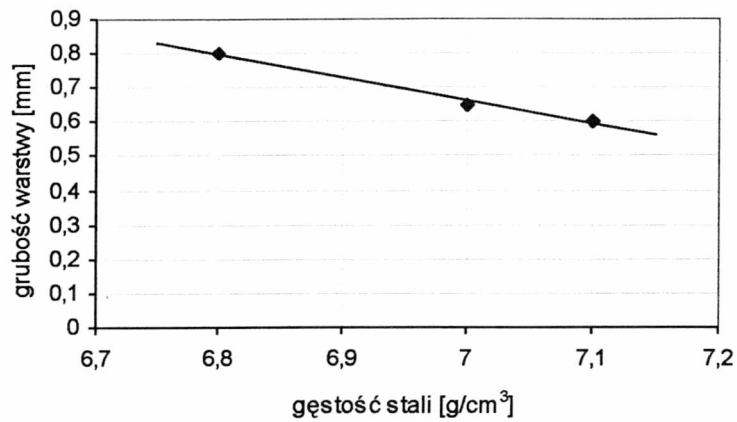
Przebieg krzywych rozkładu mikrotwardości w warstwach nawęglonych próbek stali Ni-Mo świadczy o obecności znacznej ilości austenitu szczątkowego w ich strefach przypowierzchniowych. Konsekwencją obecności austenitu szczątkowego jest także duży rozrzut wyników pomiarów, występujący w strefach przypowierzchniowych warstw nawęglonych próbek stali Ni-Mo wariantów IV i V.

### 6. 3. Wpływ gęstości stali spiekanych na grubość warstw nawęglonych

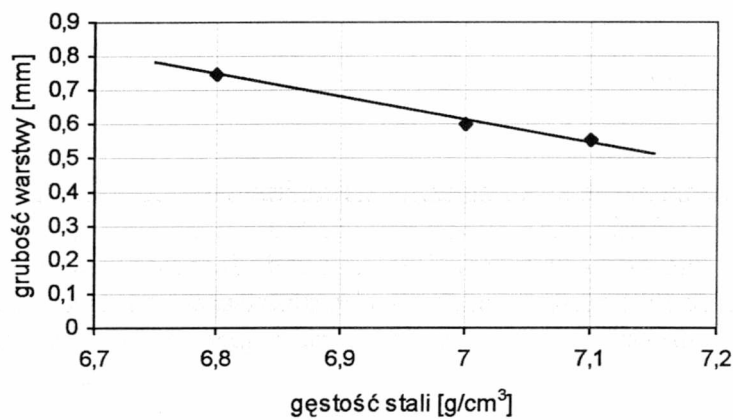
Analizę wpływu gęstości stali spiekanych na grubość warstw nawęglonych przeprowadzono na próbkach: C ( $6,8 \text{ g/cm}^3$ ), A ( $7,0 \text{ g/cm}^3$ ) i B ( $7,1 \text{ g/cm}^3$ ) stali Cr-Mn-Mo dla trzech wariantów składu chemicznego I, II i III. Grubości warstw nawęglonych po zahartowaniu i niskim odpuszczaniu wyznaczano metodą graficzną z krzywych rozkładu mikrotwardości warstw przy twardości granicznej równej  $550 \text{ HV}_{0,1}$ . Wyznaczone wartości efektywnych grubości warstw nawęglonych (tabela 10) nanoszono na wykres w układzie współrzędnych: grubość warstwy ( $g_h$ ) – gęstość ( $\rho$ ) dla poszczególnych wariantów składu chemicznego stali Cr-Mn-Mo. Dla otrzymanych w ten sposób punktów pomiarowych dopasowano prostą regresji (o wzorze  $y = A + Bx$ ) stosując metodę najmniejszych kwadratów. Uzyskane zależności grubości warstw nawęglonych od gęstości stali Cr-Mn-Mo dla poszczególnych wariantów składu chemicznego: I, II i III po nawęglaniu w temperaturach  $920^\circ\text{C}$  i  $1040^\circ\text{C}$  i całkowitym czasie ( $t_N + t_D$ ) równym 20 minut, przedstawiono w postaci graficznej kolejno na rysunkach od 39 do 44. Rysunki 39, 40 i 41 odpowiadają temperaturze nawęglania  $920^\circ\text{C}$ , a rysunki 42, 43 i 44 temperaturze  $1040^\circ\text{C}$ . Dla pozostałych stosowanych całkowitych czasów nawęglania 40 i 60 min charakter zależności jest analogiczny.



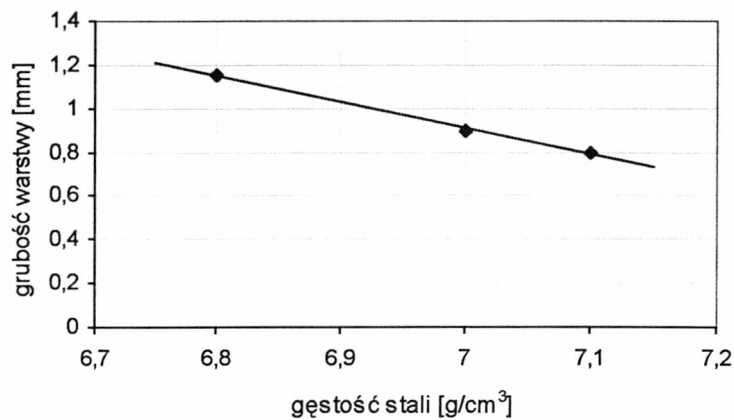
Rys. 39. Zależność pomiędzy gęstością a grubością warstwy nawęglonej stali Cr-Mn-Mo - wariant I.  
Parametry nawęglania:  $T = 920^\circ\text{C}$ ,  $t_N = 10 \text{ min}$ ,  $t_D = 10 \text{ min}$ .



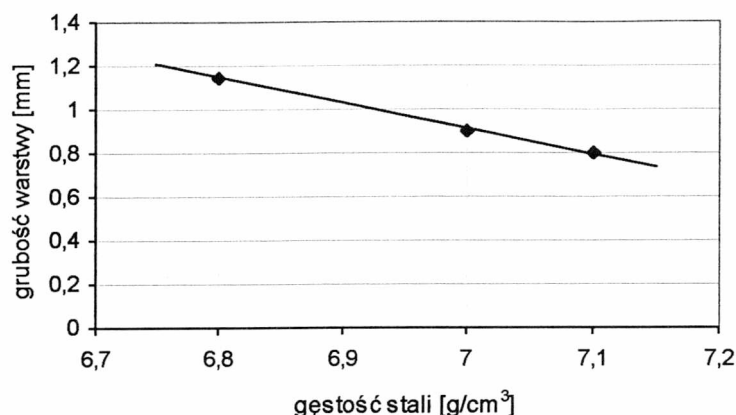
Rys. 40. Zależność pomiędzy gęstością a grubością warstwy nawęglonej stali Cr-Mn-Mo - wariant II.  
Parametry nawęglania:  $T = 920^{\circ}\text{C}$ ,  $t_N = 10 \text{ min}$ ,  $t_D = 10 \text{ min}$ .



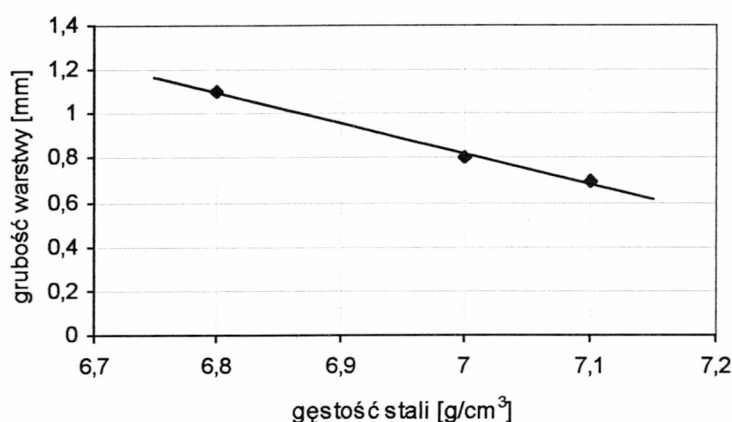
Rys. 41. Zależność pomiędzy gęstością a grubością warstwy nawęglonej stali Cr-Mn-Mo - wariant III.  
Parametry nawęglania:  $T = 920^{\circ}\text{C}$ ,  $t_N = 10 \text{ min}$ ,  $t_D = 10 \text{ min}$ .



Rys. 42. Zależność pomiędzy gęstością a grubością warstwy nawęglonej stali Cr-Mn-Mo - wariant I.  
Parametry nawęglania:  $T = 1040^{\circ}\text{C}$ ,  $t_N = 5 \text{ min}$ ,  $t_D = 15 \text{ min}$ .



**Rys. 43.** Zależność pomiędzy gęstością a grubością warstwy nawęglonej stali Cr-Mn-Mo - wariant II.  
Parametry nawęglania:  $T = 1040^\circ\text{C}$ ,  $t_N = 5 \text{ min}$ ,  $t_D = 15 \text{ min}$ .



**Rys. 44.** Zależność pomiędzy gęstością a grubością warstwy nawęglonej stali Cr-Mn-Mo - wariant III.  
Parametry nawęglania:  $T = 1040^\circ\text{C}$ ,  $t_N = 5 \text{ min}$ ,  $t_D = 15 \text{ min}$ .

Przedstawione na rysunkach uzyskane doświadczalnie zależności pomiędzy grubością warstwy nawęglonej ( $g_h$ ) a gęstością ( $\rho$ ) stali spiekanych, zapisane w formie analitycznej dla poszczególnych wariantów składu chemicznego stali Cr-Mn-Mo i parametrów nawęglania zestawiono w tabeli 11.

Porównując otrzymane równania funkcji opisujących relacje pomiędzy efektywną grubością a gęstością stali Cr-Mn-Mo (tabela 11) można zauważyć następujące zależności:

- wartości stałych A i B funkcji liniowych dopasowujących, dla wariantów I i II stali Cr-Mn-Mo przy ustalonej temperaturze nawęglania (dla wszystkich przeprowadzonych cykli) są identyczne,
- większe wartości stałych A i B występują w temperaturze  $1040^\circ\text{C}$ ,
- wariant III składu chemicznego stali Cr-Mn-Mo wyróżnia się, w porównaniu do pozostałych, innymi wartościami stałych: dla temperatury  $920^\circ\text{C}$  wartość stałej A jest nieznacznie mniejsza, a dla temperatury  $1040^\circ\text{C}$  większe są wartości obu stałych A i B.

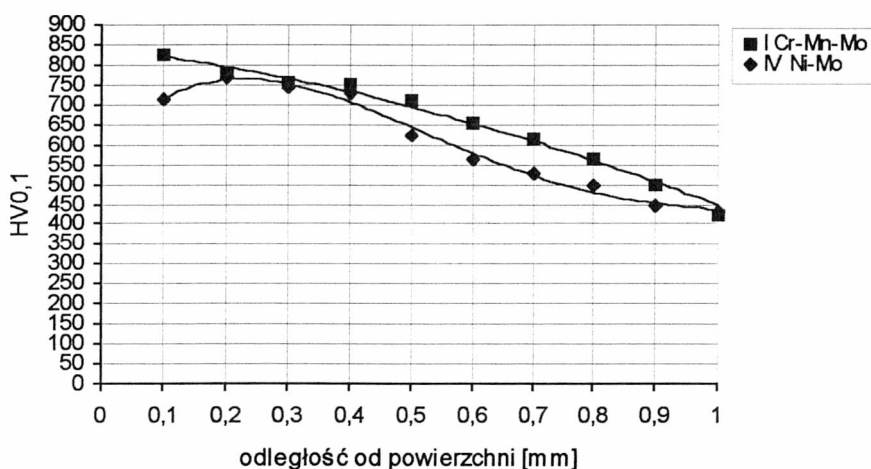
Z otrzymanych zależności, przedstawionych w formie graficznej i analitycznej, jednoznacznie wynika, że głębokość nawęglania, mierzona efektywną grubością warstwy nawęglonej, maleje wraz ze wzrostem gęstości badanej stali spiekanej.

**Tabela 11.** Doświadczalne zależności pomiędzy efektywną grubością warstwy nawęglonej a gęstością stali spiekanej Cr-Mn-Mo, dla wszystkich jej wariantów i przeprowadzonych cykli nawęglania.

| Wariant stali Cr-Mn-Mo | Parametry nawęglania<br>$T_N/t_N/t_D$ [°C/min/min] | Efektywna grubość warstwy<br>nawęglonej w funkcji gęstości stali<br>$g_h = f(\rho)$ |
|------------------------|----------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------|
| I                      | 920/10/10                                          | $g_h = 5,4107 - 0,6786\rho$                                                         |
| II                     |                                                    | $g_h = 5,4107 - 0,6786\rho$                                                         |
| III                    |                                                    | $g_h = 5,3607 - 0,6786\rho$                                                         |
| I                      | 1040/5/15                                          | $g_h = 9,1607 - 1,1786\rho$                                                         |
| II                     |                                                    | $g_h = 9,1607 - 1,1786\rho$                                                         |
| III                    |                                                    | $g_h = 10,321 - 1,3571\rho$                                                         |
| I                      | 920/20/20                                          | $g_h = 5,6107 - 0,6786\rho$                                                         |
| II                     |                                                    | $g_h = 5,6107 - 0,6786\rho$                                                         |
| III                    |                                                    | $g_h = 5,5607 - 0,6786\rho$                                                         |
| I                      | 1040/10/30                                         | $g_h = 9,4607 - 1,1786\rho$                                                         |
| II                     |                                                    | $g_h = 9,4607 - 1,1786\rho$                                                         |
| III                    |                                                    | $g_h = 10,621 - 1,3571\rho$                                                         |
| I                      | 920/30/30                                          | $g_h = 5,7607 - 0,6786\rho$                                                         |
| II                     |                                                    | $g_h = 5,7607 - 0,6786\rho$                                                         |
| III                    |                                                    | $g_h = 5,7107 - 0,6786\rho$                                                         |
| I                      | 1040/15/45                                         | $g_h = 9,6607 - 1,1786\rho$                                                         |
| II                     |                                                    | $g_h = 9,6607 - 1,1786\rho$                                                         |
| III                    |                                                    | $g_h = 10,821 - 1,3571\rho$                                                         |

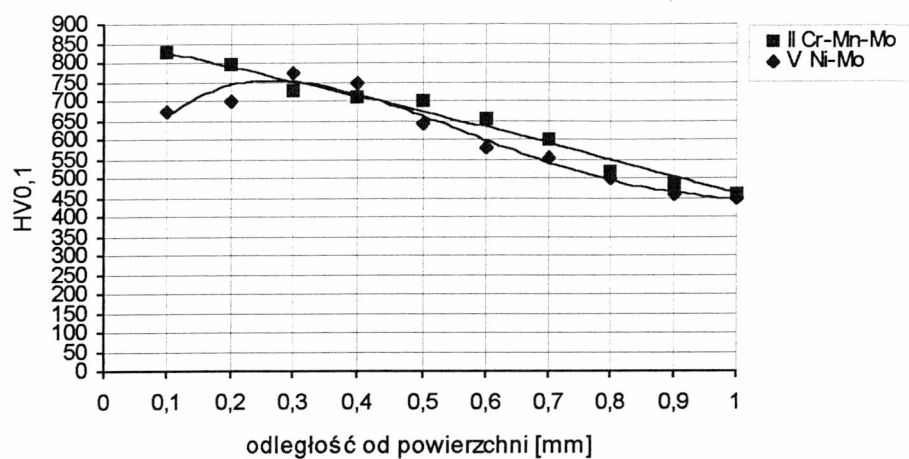
#### 6. 4. Wpływ składu chemicznego stali spiekanych na grubość warstw nawęglonych

Do określenia wpływu składu chemicznego stali spiekanych na grubość warstw nawęglonych wybrano próbki stali Ni-Mo dla wariantów IV i V oraz próbki B stali Cr-Mn-Mo o tej samej gęstości ( $7,1 \text{ g/cm}^3$ ) dla wariantów I i II. Analizę wpływu składu chemicznego na grubość warstw przeprowadzono, porównując rozkłady mikrotwardości warstw nawęglonych wybranych próbek i odczytując z nich efektywną grubość przy twardości 550 HV0,1. Na rysunkach 45 i 46 przedstawiono przebieg krzywych rozkładów mikrotwardości warstw nawęglonych stali Cr-Mn-Mo i Ni-Mo dla wariantów I i IV oraz II i V, dla temperatury nawęglania 920°C. Na rysunkach 47 i 48 przedstawiono te same zależności dla temperatury 1040°C.

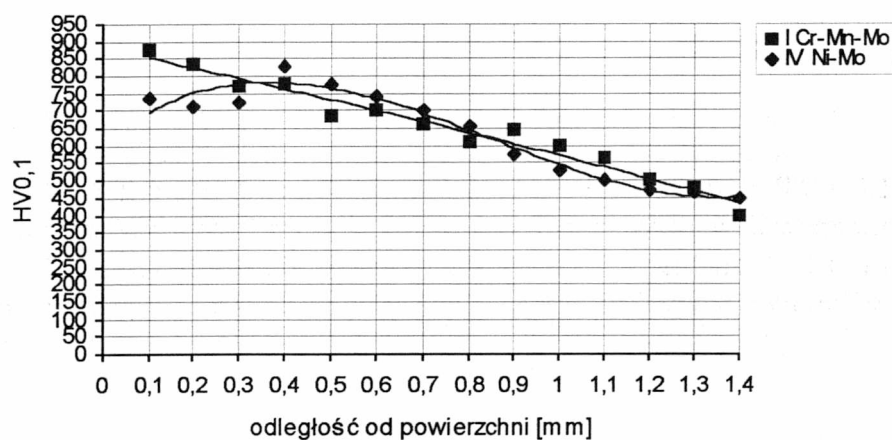


**Rys. 45.** Rozkłady mikrotwardości w warstwach nawęglonych stali Cr-Mn-Mo wariant I i stali Ni-Mo wariant IV. Parametry nawęglania:  $T_N = 920^\circ\text{C}$ ,  $t_N = 20 \text{ min}$ ,  $t_D = 20 \text{ min}$ .

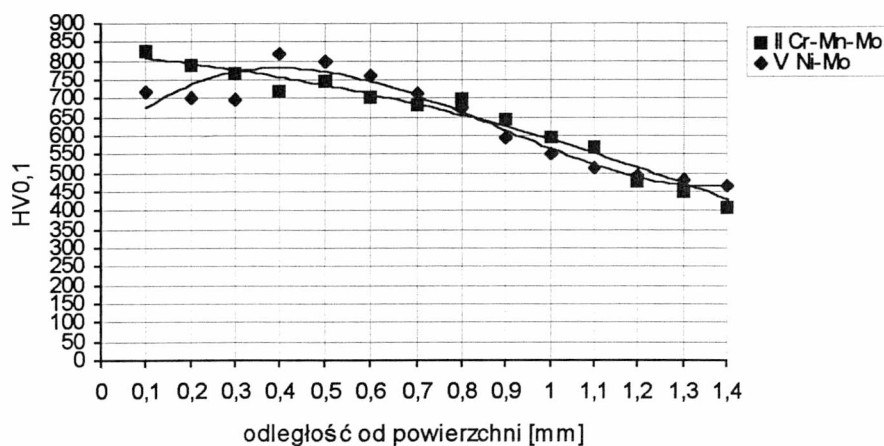




Rys. 46. Rozkłady mikrotwardości w warstwach nawęglonych stali Cr-Mn-Mo wariantu II i stali Ni-Mo wariantu V. Parametry nawęglania:  $T_N = 920^\circ\text{C}$ ,  $t_N = 20$  min,  $t_D = 20$  min.



Rys. 47. Rozkłady mikrotwardości w warstwach nawęglonych stali Cr-Mn-Mo wariantu I i stali Ni-Mo wariantu IV. Parametry nawęglania:  $T_N = 1040^\circ\text{C}$ ,  $t_N = 10$  min,  $t_D = 30$  min.



Rys. 48. Rozkłady mikrotwardości w warstwach nawęglonych stali Cr-Mn-Mo wariantu II i stali Ni-Mo wariantu V. Parametry nawęglania:  $T_N = 1040^\circ\text{C}$ ,  $t_N = 10$  min,  $t_D = 30$  min.

Z porównania wyników uzyskanych dla obu stali wynika, iż grubość warstw nawęglonych stali Cr-Mn-Mo dla wariantów I i II jest większa od grubości warstw stali Ni-Mo dla wariantów IV i V. Wyznaczone grubości warstw przy twardości HV0,1 dla temperatur nawęglania 920°C i 1040°C i całkowitego czasu nawęglania ( $t_N + t_D$ ) = 40 minut zestawiono w tabeli 12.

**Tabela 12.** Efektywne grubości warstw nawęglonych dla wariantów I i II stali Cr-Mn-Mo oraz wariantów IV i V stali Ni-Mo po nawęglaniu w temperaturze 920°C i 1040°C i całkowitym czasie  $t_c$  ( $t_N + t_D$ ) = 40 minut.

| Stal     | Wariant | Parametry nawęglania<br>$T_N/t_N/t_D$ [°C/min/min] | Efektywna grubość<br>warstwy nawęglonej<br>[mm] |
|----------|---------|----------------------------------------------------|-------------------------------------------------|
| Cr-Mn-Mo | I       | 920/20/20                                          | 0,8                                             |
|          | II      |                                                    | 0,8                                             |
| Ni-Mo    | IV      | 920/20/20                                          | 0,65                                            |
|          | V       |                                                    | 0,7                                             |
| Cr-Mn-Mo | I       | 1040/10/30                                         | 1,1                                             |
|          | II      |                                                    | 1,1                                             |
| Ni-Mo    | IV      | 1040/10/30                                         | 1,0                                             |
|          | V       |                                                    | 1,05                                            |

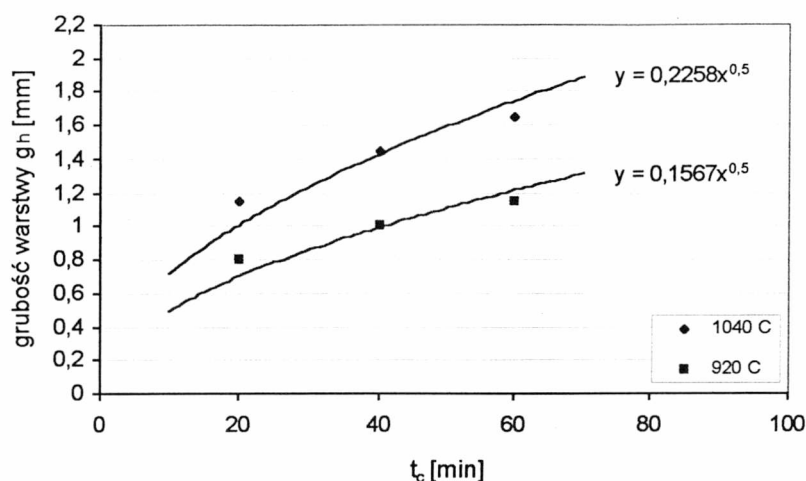
Różnice pomiędzy wariantami I i IV oraz II i V obu stali dla wymienionych temperatur i wszystkich stosowanych czasów nawęglania są takie same i wynoszą odpowiednio: dla temperatury  $T_N = 920^\circ\text{C}$ : 0,15 mm i 0,1 mm, dla temperatury  $T_N = 1040^\circ\text{C}$ : 0,1 mm i 0,05 mm. Mniejsze różnice w grubości warstw nawęglonych porównywanych wariantów obu stali występują w temperaturze 1040°C. W obu temperaturach nawęglania 920°C i 1040°C mniejsza różnica w grubości uzyskanych warstw występuje pomiędzy wariantami II i V niż pomiędzy wariantami I i IV.

## 6. 5. Wpływ parametrów procesu na grubość warstw nawęglonych

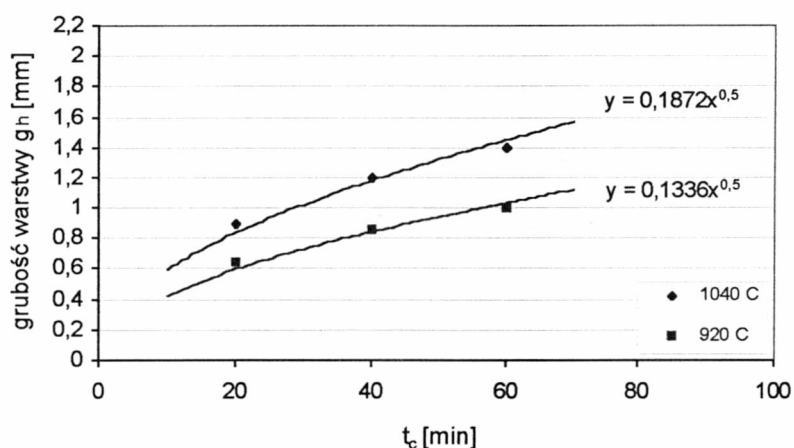
Zależności obrazujące wpływ parametrów procesu na głębokość nawęglania przedstawiono na wykresach o współrzędnych: efektywna grubość warstwy nawęglonej  $g_b$  – całkowity czas nawęglania  $t_c$  (czas nawęglania + czas dyfuzji). Na rysunkach od 49 do 54 pokazano badane relacje kolejno dla gęstości: 6,8; 7,0 i 7,1 g/cm<sup>3</sup> wariantów I i II stali Cr-Mn-Mo, a na rysunkach 55, 56 i 57 dla wariantu III, otrzymane w dwóch temperaturach: 920°C i 1040°C. Z kolei na rysunkach 58 i 59 przedstawiono te same zależności odpowiednio dla wariantów IV i V stali Ni-Mo.

Punkty pomiarowe ( $g_b$ ,  $t_c$ ) na wykresach przedstawionych na rysunkach od 49 do 59 aproksymowano funkcją  $y = A \cdot x^{1/2}$ , która odpowiada ogólnej empirycznej zależności na grubość warstw nawęglonych, wyrażanej wzorem:  $g = k \cdot \sqrt{t}$ . Wyznaczono w ten sposób wartości współczynnika korekcyjnego  $k$  dla poszczególnych wariantów składu chemicznego i gęstości obu stali w temperaturach 920°C i 1040°C. Najlepszy stopień zgodności punktów z krzywą aproksymującą wykazuje stal Ni-Mo oraz Cr-Mn-Mo o gęstości 7,1 g/cm<sup>3</sup>, a najmniejszy stal Cr-Mn-Mo o gęstości 6,8 g/cm<sup>3</sup>.

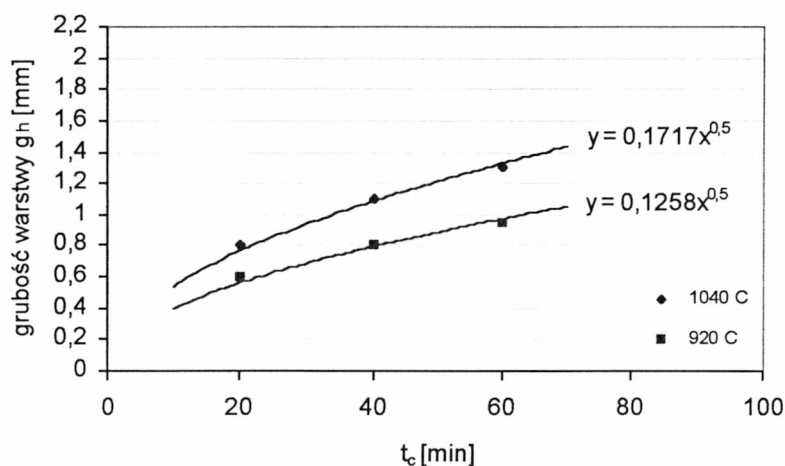
Wartości doświadczalnie wyznaczonych współczynników  $k$  dla obu temperatur zestawiono w tabelach 13 i 14.



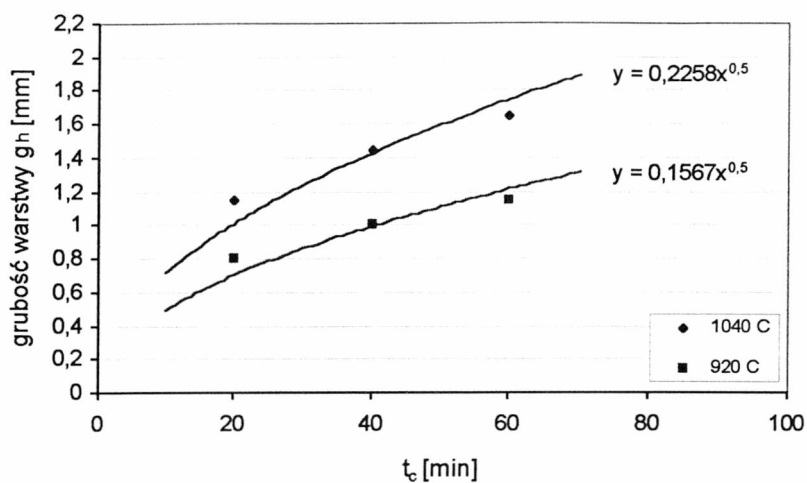
Rys. 49. Zależność pomiędzy efektywną grubością warstwy nawęglonej  $g_h$  a całkowitym czasem nawęglania  $t_c$  dla wariantu I stali Cr-Mn-Mo o gęstości  $6,8 \text{ g/cm}^3$  w temperaturach:  $920^\circ\text{C}$  i  $1040^\circ\text{C}$ .



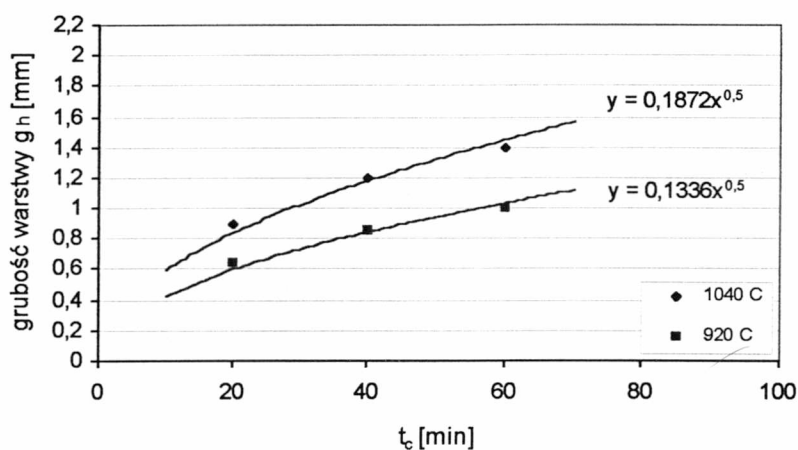
Rys. 50. Zależność pomiędzy efektywną grubością warstwy nawęglonej  $g_h$  a całkowitym czasem nawęglania  $t_c$  dla wariantu I stali Cr-Mn-Mo o gęstości  $7,0 \text{ g/cm}^3$  w temperaturach:  $920^\circ\text{C}$  i  $1040^\circ\text{C}$ .



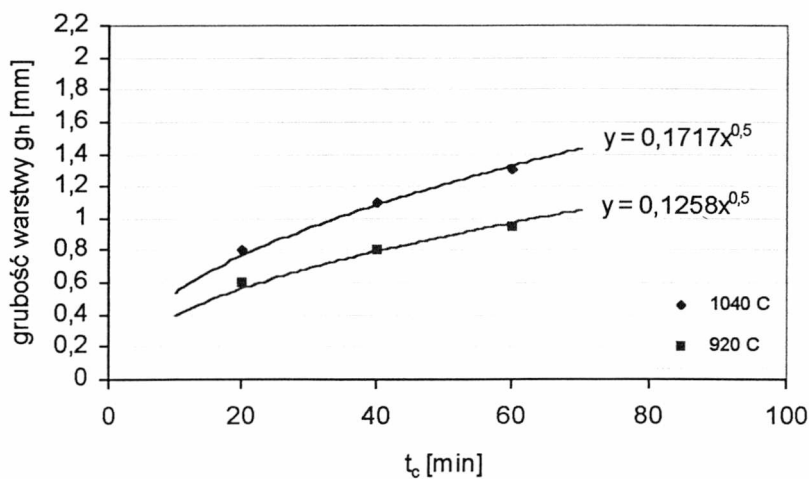
Rys. 51. Zależność pomiędzy efektywną grubością warstwy nawęglonej  $g_h$  a całkowitym czasem nawęglania  $t_c$  dla wariantu I stali Cr-Mn-Mo o gęstości  $7,1 \text{ g/cm}^3$  w temperaturach:  $920^\circ\text{C}$  i  $1040^\circ\text{C}$ .



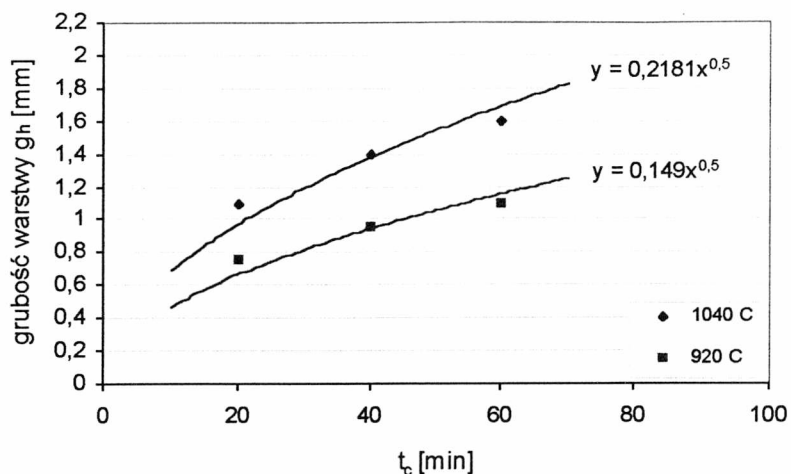
Rys. 52. Zależność pomiędzy efektywną grubością warstwy nawęglonej  $g_h$  a całkowitym czasem nawęglania  $t_c$  dla wariantu II stali Cr-Mn-Mo o gęstości  $6,8 \text{ g/cm}^3$  w temperaturach:  $920^\circ\text{C}$  i  $1040^\circ\text{C}$ .



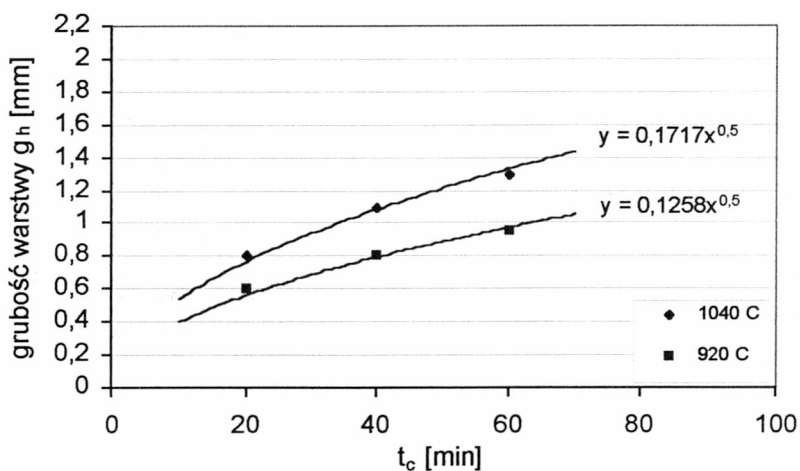
Rys. 53. Zależność pomiędzy efektywną grubością warstwy nawęglonej  $g_h$  a całkowitym czasem nawęglania  $t_c$  dla wariantu II stali Cr-Mn-Mo o gęstości  $7,0 \text{ g/cm}^3$  w temperaturach:  $920^\circ\text{C}$  i  $1040^\circ\text{C}$ .



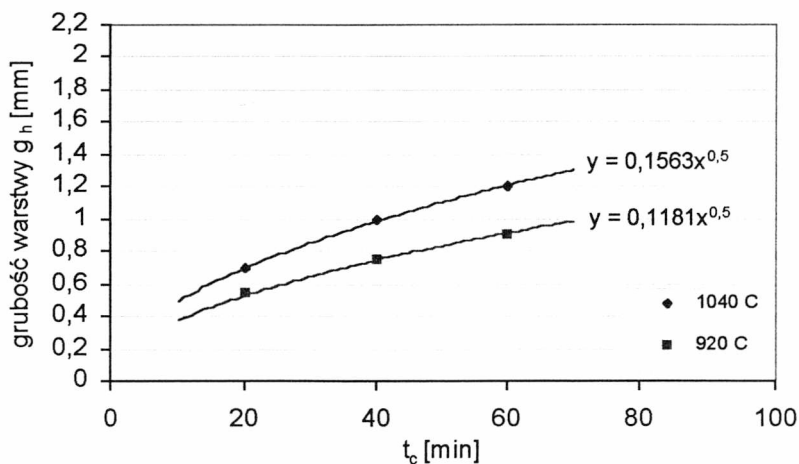
Rys. 54. Zależność pomiędzy efektywną grubością warstwy nawęglonej  $g_h$  a całkowitym czasem nawęglania  $t_c$  dla wariantu II stali Cr-Mn-Mo o gęstości  $7,1 \text{ g/cm}^3$  w temperaturach:  $920^\circ\text{C}$  i  $1040^\circ\text{C}$ .



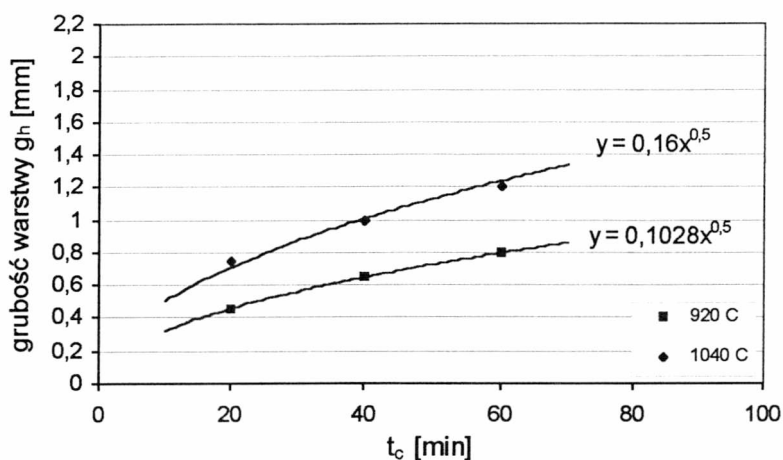
Rys. 55. Zależność pomiędzy efektywną grubością warstwy nawęglonej  $g_h$  a całkowitym czasem nawęglania  $t_c$  dla wariantu III stali Cr-Mn-Mo o gęstości  $6,8 \text{ g/cm}^3$  w temperaturach:  $920^\circ\text{C}$  i  $1040^\circ\text{C}$ .



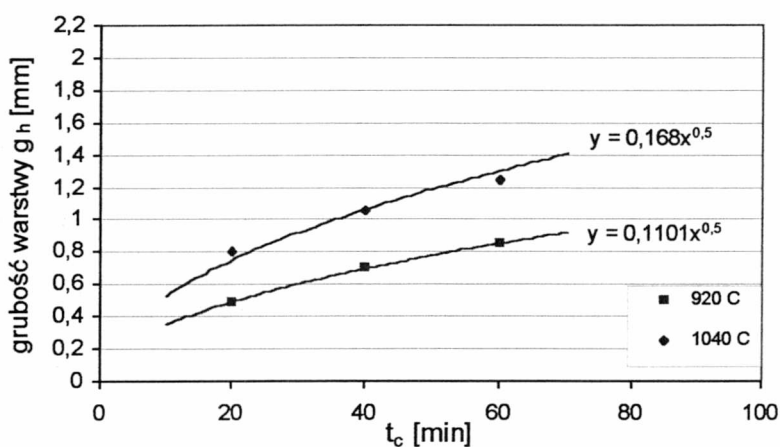
Rys. 56. Zależność pomiędzy efektywną grubością warstwy nawęglonej  $g_h$  a całkowitym czasem nawęglania  $t_c$  dla wariantu III stali Cr-Mn-Mo o gęstości  $7,0 \text{ g/cm}^3$  w temperaturach:  $920^\circ\text{C}$  i  $1040^\circ\text{C}$ .



Rys. 57. Zależność pomiędzy efektywną grubością warstwy nawęglonej  $g_h$  a całkowitym czasem nawęglania  $t_c$  dla wariantu III stali Cr-Mn-Mo o gęstości  $7,1 \text{ g/cm}^3$  w temperaturach:  $920^\circ\text{C}$  i  $1040^\circ\text{C}$ .



Rys. 58. Zależność pomiędzy efektywną grubością warstwy nawęglonej  $g_h$  a całkowitym czasem nawęglania  $t_c$  dla wariantu IV stali Ni-Mo o gęstości  $7,1 \text{ g/cm}^3$  w temperaturach:  $920^\circ\text{C}$  i  $1040^\circ\text{C}$ .



Rys. 59. Zależność pomiędzy efektywną grubością warstwy nawęglonej  $g_h$  a całkowitym czasem nawęglania  $t_c$  dla wariantu V stali Ni-Mo o gęstości  $7,1 \text{ g/cm}^3$  w temperaturach:  $920^\circ\text{C}$  i  $1040^\circ\text{C}$ .

Tabela 13. Wartości współczynników korekcyjnych  $k$  dla temperatury  $920^\circ\text{C}$ .

| Temperatura nawęglania $T = 920^\circ\text{C}$ |                            |                             |                  |
|------------------------------------------------|----------------------------|-----------------------------|------------------|
| Stal                                           | Wariant składu chemicznego | Gęstość [ $\text{g/cm}^3$ ] | Współczynnik $k$ |
| Cr-Mn-Mo                                       | I                          | 6,8                         | 0,1568           |
|                                                |                            | 7,0                         | 0,1336           |
|                                                |                            | 7,1                         | 0,1258           |
|                                                | II                         | 6,8                         | 0,1568           |
|                                                |                            | 7,0                         | 0,1336           |
|                                                |                            | 7,1                         | 0,1258           |
|                                                | III                        | 6,8                         | 0,1490           |
|                                                |                            | 7,0                         | 0,1258           |
|                                                |                            | 7,1                         | 0,1181           |
| Ni-Mo                                          | IV                         | 7,1                         | 0,1028           |
|                                                | V                          | 7,1                         | 0,1101           |

**Tabela 14.** Wartości współczynników korekcyjnych k dla temperatury 1040°C.

| Temperatura nawęglania T = 1040°C |                            |                              |                |
|-----------------------------------|----------------------------|------------------------------|----------------|
| Stal                              | Wariant składu chemicznego | Gęstość [g/cm <sup>3</sup> ] | Współczynnik k |
| Cr-Mn-Mo                          | I                          | 6,8                          | 0,2260         |
|                                   |                            | 7,0                          | 0,1872         |
|                                   |                            | 7,1                          | 0,1717         |
|                                   | II                         | 6,8                          | 0,2260         |
|                                   |                            | 7,0                          | 0,1872         |
|                                   |                            | 7,1                          | 0,1717         |
|                                   | III                        | 6,8                          | 0,2181         |
|                                   |                            | 7,0                          | 0,1717         |
|                                   |                            | 7,1                          | 0,1563         |
| Ni-Mo                             | IV                         | 7,1                          | 0,1581         |
|                                   | V                          | 7,1                          | 0,1658         |

Większe wartości współczynników k dla obu stali występują w temperaturze 1040°C. Warianty I i II stali Cr-Mn-Mo wykazują te same wartości współczynnika k dla ustalonej temperatury nawęglania. Wariant III stali Cr-Mn-Mo charakteryzuje się mniejszą wartością współczynnika k w porównaniu z wariantami I i II. W stali Ni-Mo wariant V w porównaniu z IV odznacza się większymi wartościami współczynnika k w obu temperaturach nawęglania.

Wykorzystując wcześniej wyznaczone w rozdziale 6. 3. relacje grubości warstw nawęglonych od gęstości przy ustalonym czasie nawęglania  $t_c$  dla stali Cr-Mn-Mo, określono zależności do obliczania przybliżonej wartości współczynnika korekcyjnego k dla dwóch temperatur nawęglania. Dla zastosowanych parametrów nawęglania i poszczególnych wariantów składu chemicznego stali Cr-Mn-Mo przyjmują one następującą postać - tabela 15.

**Tabela 15.** Formuły do obliczania wartości współczynnika k w zależności od gęstości stali przy określonych parametrach nawęglania dla wariantów I, II i III stali spiekanej Cr-Mn-Mo.

| Temp. nawęglania | Całkowity czas nawęglania | Wariant stali Cr-Mn-Mo | wzór na współczynnik k: |
|------------------|---------------------------|------------------------|-------------------------|
| 920°C            | 20 min.                   | I , II                 | $k = 1,210 - 0,152\rho$ |
|                  |                           | III                    | $k = 1,199 - 0,152\rho$ |
|                  | 40 min.                   | I , II                 | $k = 0,887 - 0,107\rho$ |
|                  |                           | III                    | $k = 0,879 - 0,107\rho$ |
|                  | 60 min.                   | I , II                 | $k = 0,744 - 0,088\rho$ |
|                  |                           | III                    | $k = 0,737 - 0,088\rho$ |
| 1040°C           | 20 min.                   | I , II                 | $k = 2,048 - 0,264\rho$ |
|                  |                           | III                    | $k = 2,308 - 0,303\rho$ |
|                  | 40 min.                   | I , II                 | $k = 1,496 - 0,186\rho$ |
|                  |                           | III                    | $k = 1,679 - 0,215\rho$ |
|                  | 60 min.                   | I , II                 | $k = 1,248 - 0,152\rho$ |
|                  |                           | III                    | $k = 1,397 - 0,175\rho$ |

Wzory do obliczania współczynnika korekcyjnego dla dowolnego czasu nawęglania (po uśrednieniu względem czasu) i temperatur: 920°C, 1040°C dla wariantów: I, II i III stali Cr-Mn-Mo przyjmują odpowiednio następującą postać:



$$T_N = 920^{\circ}\text{C}: \text{wariorit I i II: } k = 0,947 - 0,116\rho;$$

$$\text{wariorit III: } k = 0,938 - 0,116\rho;$$

$$T_N = 1040^{\circ}\text{C}: \text{wariorit I i II: } k = 1,597 - 0,201\rho;$$

$$\text{wariorit III: } k = 1,795 - 0,231\rho.$$

Podstawiając powyższe zależności do ogólnego wzoru na grubość warstwy nawęglonej, otrzymujemy następujące formuły na efektywną grubość warstwy nawęglonej dla dwóch temperatur nawęglania próżniowego trzech wariantów stali Cr-Mn-Mo w zależności od gęstości:

$$T_N = 920^{\circ}\text{C}: \text{wariorit I i II: } g_h = (0,947 - 0,116\rho) \cdot \sqrt{t};$$

$$\text{wariorit III: } g_h = (0,938 - 0,116\rho) \cdot \sqrt{t};$$

$$T_N = 1040^{\circ}\text{C}: \text{wariorit I i II: } g_h = (1,597 - 0,201\rho) \cdot \sqrt{t};$$

$$\text{wariorit III: } g_h = (1,795 - 0,231\rho) \cdot \sqrt{t}.$$

gdzie:  $g_h$  – efektywna grubość warstwy w [mm],  
 $\rho$  – gęstość [ $\text{g}/\text{cm}^3$ ],  
 $t$  – czas nawęglania w [min].

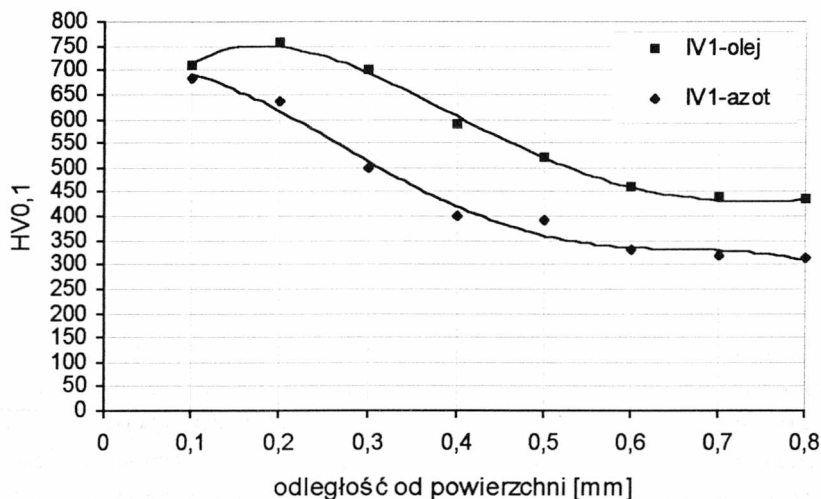
W tabeli 16 zestawiono wartości doświadczalnie wyznaczonego współczynnika korekcyjnego  $k$  z zależności  $g_h = f(t_c)$  (doświadczalnego) i wyliczonego z powyższych wzorów dla trzech wariantów składu chemicznego i gęstości stali Cr-Mn-Mo oraz dwóch temperatur nawęglania. Z przedstawionych danych wynika, że różnice w wartościach współczynnika  $k$  określonego dwoma sposobami są niewielkie i świadczą o dobrej zbieżności zaproponowanej formuły z wynikami doświadczalnymi

**Tabela 16.** Wartości doświadczalnego i wyliczonego współczynnika korekcyjnego  $k$ .

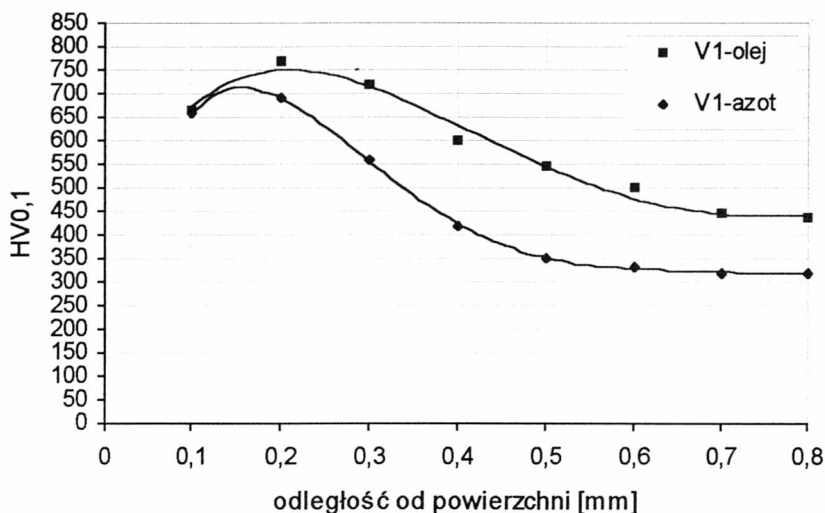
| Temperatura nawęglania | Wariant składu chemicznego | Gęstość [ $\text{g}/\text{cm}^3$ ] | Doświadczalny współczynnik $k$ | Wyliczony współczynnik $k$ |
|------------------------|----------------------------|------------------------------------|--------------------------------|----------------------------|
| 920°C                  | I                          | 6,8                                | 0,1568                         | 0,1582                     |
|                        |                            | 7,0                                | 0,1336                         | 0,135                      |
|                        |                            | 7,1                                | 0,1258                         | 0,1234                     |
|                        | II                         | 6,8                                | 0,1568                         | 0,1582                     |
|                        |                            | 7,0                                | 0,1336                         | 0,135                      |
|                        |                            | 7,1                                | 0,1258                         | 0,1234                     |
|                        | III                        | 6,8                                | 0,1490                         | 0,1492                     |
|                        |                            | 7,0                                | 0,1258                         | 0,126                      |
|                        |                            | 7,1                                | 0,1181                         | 0,1144                     |
| 1040°C                 | I                          | 6,8                                | 0,2260                         | 0,2302                     |
|                        |                            | 7,0                                | 0,1872                         | 0,19                       |
|                        |                            | 7,1                                | 0,1717                         | 0,1699                     |
|                        | II                         | 6,8                                | 0,2260                         | 0,2302                     |
|                        |                            | 7,0                                | 0,1872                         | 0,19                       |
|                        |                            | 7,1                                | 0,1717                         | 0,1699                     |
|                        | III                        | 6,8                                | 0,2181                         | 0,2242                     |
|                        |                            | 7,0                                | 0,1717                         | 0,178                      |
|                        |                            | 7,1                                | 0,1563                         | 0,1549                     |

## 6. 6. Grubość warstw nawęglonych po hartowaniu w gazie i oleju

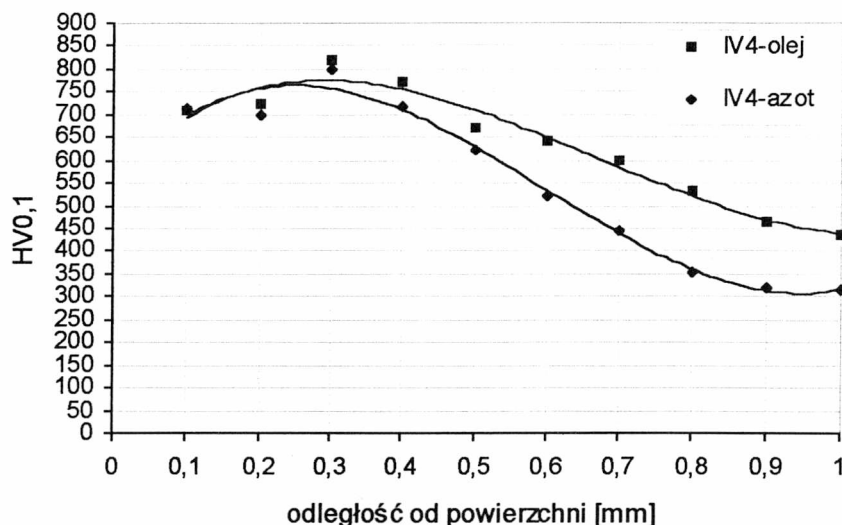
Próbki stali Ni-Mo po nawęglaniu próżniowym i wolnym chłodzeniu w azocie (przy ciśnieniu 0,2 bara) zahartowano w dwóch ośrodkach: azocie przy ciśnieniu 10 bar i oleju hartowniczym. Grubości uzyskanych warstw utwardzonych wyznaczono metodą rozkładu twardości (mikrotwardości), a ich wartości zestawiono w tabeli 17. Przebieg krzywych rozkładów mikrotwardości na przykładzie wariantów IV i V stali Ni-Mo hartowanych jednokrotnie w gazie i oleju, po wcześniejszym nawęglaniu w temperaturach 920°C i 1040°C i całkowitym czasie 20 minut, przedstawiono kolejno na rysunkach od 60 do 63.



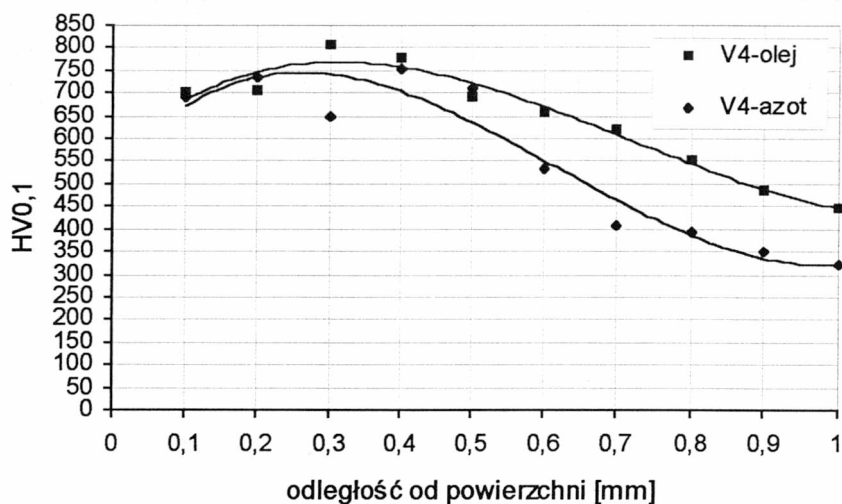
**Rys. 60.** Rozkład mikrotwardości w warstwach nawęglonych (w temperaturze 920°C i czasie 20 min.) stali Ni-Mo – wariant IV po hartowaniu w azocie i oleju.



**Rys. 61.** Rozkład mikrotwardości w warstwach nawęglonych (w temperaturze 920°C i czasie 20 min.) stali Ni-Mo – wariant V po hartowaniu w azocie i oleju.



**Rys. 62.** Rozkład mikrotwardości w warstwach nawęglonych (w temperaturze 1040°C i czasie 20 min.) stali Ni- Mo – wariant IV po hartowaniu w azocie i oleju.



**Rys. 63.** Rozkład mikrotwardości w warstwach nawęglonych (w temperaturze 1040°C i czasie 20 min.) stali Ni- Mo – wariant V po hartowaniu w azocie i oleju.

Z przebiegu krzywych i porównania wyników uzyskanych dla pozostałych czasów nawęglania (zestawionych w tabeli 17) wynika, iż grubość warstw nawęglanych w tych samych warunkach i zahartowanych w oleju jest większa niż w azocie o ok. 0,2 mm dla obu wariantów stali Ni-Mo. Dla wariantu V, w porównaniu do wariantu IV, w obu ośrodkach hartowniczych odnotowano nieznacznie większą grubość warstwy utwardzonej (o ok. 0,05 mm).

**Tabela 17.** Efektywna grubość warstw nawęglonych stali Ni-Mo po hartowaniu w azocie (10 bar) i oleju.

| Wariant stali | Parametry nawęglania<br>$T_N/t_N/t_D$ [C/min/min] | Ośrodek hartowniczy | Grubość warstwy $g_h$ [mm] |
|---------------|---------------------------------------------------|---------------------|----------------------------|
| IV            | 920/10/10                                         | azot                | 0,25                       |
|               |                                                   | olej                | 0,45                       |
| V             | 920/10/10                                         | azot                | 0,3                        |
|               |                                                   | olej                | 0,5                        |
| IV            | 1040/5/15                                         | azot                | 0,55                       |
|               |                                                   | olej                | 0,75                       |
| V             | 1040/5/15                                         | azot                | 0,6                        |
|               |                                                   | olej                | 0,8                        |
| IV            | 920/20/20                                         | azot                | 0,45                       |
|               |                                                   | olej                | 0,65                       |
| V             | 920/20/20                                         | azot                | 0,5                        |
|               |                                                   | olej                | 0,7                        |
| IV            | 1040/10/30                                        | azot                | 0,8                        |
|               |                                                   | olej                | 1,0                        |
| V             | 1040/10/30                                        | azot                | 0,85                       |
|               |                                                   | olej                | 1,05                       |
| IV            | 920/30/30                                         | azot                | 0,6                        |
|               |                                                   | olej                | 0,8                        |
| V             | 920/30/30                                         | azot                | 0,65                       |
|               |                                                   | olej                | 0,85                       |
| IV            | 1040/15/45                                        | azot                | 1,0                        |
|               |                                                   | olej                | 1,2                        |
| V             | 1040/15/45                                        | azot                | 1,05                       |
|               |                                                   | olej                | 1,25                       |

## 6. 7. WYNIKI BADAŃ MIKROSKOPOWYCH

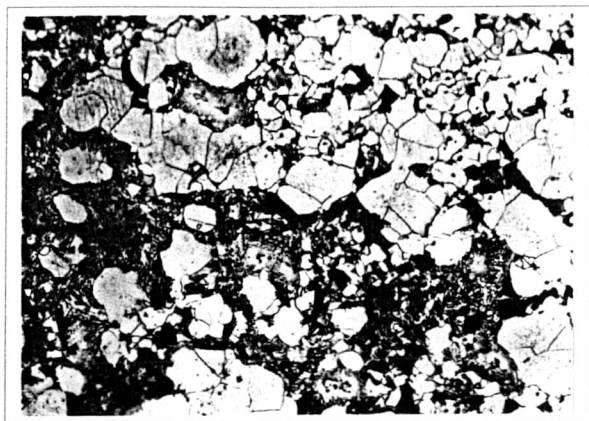
### 6. 7. 1. Mikrostruktury próbek w stanie spiekany

#### 6. 7. 1. 1. Wyniki obserwacji przeprowadzonych za pomocą mikroskopu świetlnego

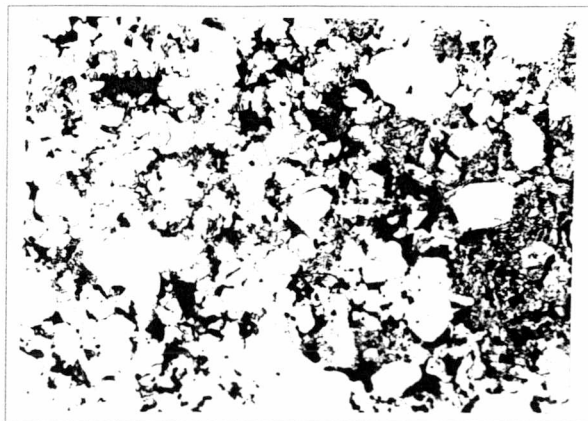
##### Stal spiekana Cr-Mn-Mo

Mikrostruktury próbek stali Cr-Mn-Mo dla różnych wariantów składu chemicznego i gęstości w stanie spiekany przedstawiono na rysunkach od 64 do 69. Struktura stali składa się z ferrytu i niewielkiej ilości lokalnie skoagulowanego perlitu płytkowego. Widoczne są różnice w wielkości ziarn ferrytu, nierównomierne rozmieszczenie perlitu oraz pory w postaci ciemnych obszarów o nieregularnych kształtach.

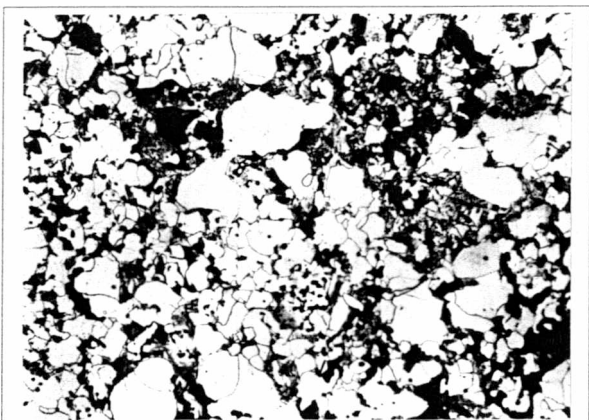
Najmniejszą powierzchnię (ok. 9%) zajmują pory w próbkach o gęstości  $7,1 \text{ g/cm}^3$  (B) – rysunki: 64, 67, a największą (ok. 14%) w próbkach o gęstości  $6,8 \text{ g/cm}^3$  (C) – rysunki: 66, 69. W porównaniu z wariantami I i II składu chemicznego stali Cr-Mn-Mo kontury porów w próbkach wariantu III są bardziej zaokrąglone, a w ich bliskim sąsiedztwie występują szare wydzielenia siarczków – rys. 67, 68 i 69.



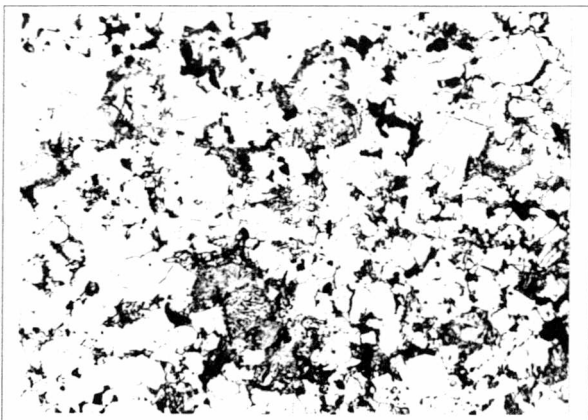
Rys. 64. Mikrostruktura stali Cr-Mn-Mo - wariant IB (stan spiekany). Pow. 100x



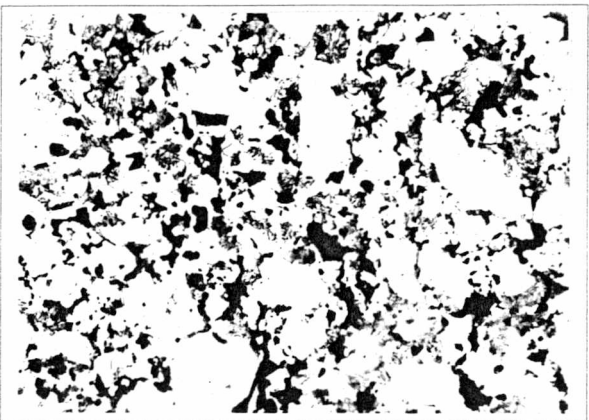
Rys. 65. Mikrostrukturta stali Cr-Mn-Mo – wariant IA (stan spiekany). Pow. 100x



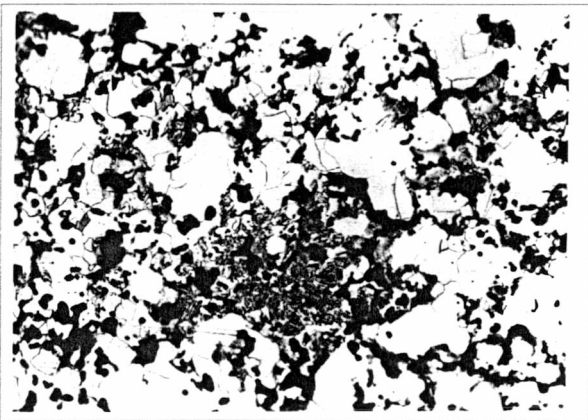
Rys. 66. Mikrostruktura stali Cr-Mn-Mo – wariant IC (stan spiekany). Pow. 100x



Rys. 67. Mikrostruktura stali Cr-Mn-Mo – wariant IIIB (stan spiekany). Pow. 100x

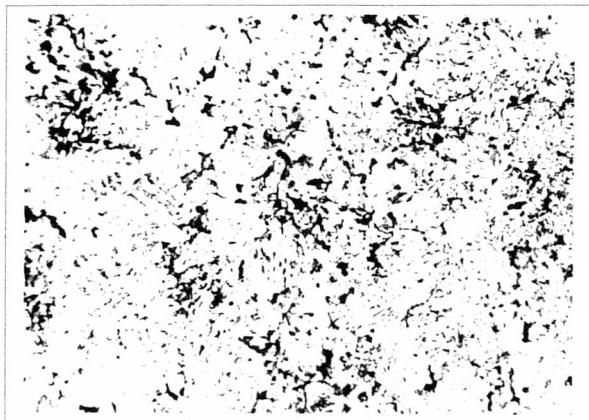


Rys. 68 Mikrostruktura stali Cr-Mn-Mo – wariant IIIA (stan spiekany). Pow. 100x



Rys. 69. Mikrostruktura stali Cr-Mn-Mo – wariant IIIC (stan spiekany). Pow. 100x

Mikrostrukturę stali Ni-Mo pokazano na rys. 70 – wariant IV i rys. 71 – wariant V. W strukturze próbek obu wariantów (IV i V) stali występuje bainit górny i dolny z lekką przewagą bainitu dolnego w wariancie V oraz niewielka ilość austenitu szczałkowego (ok. 2%). Widoczne są także pory w postaci jednolicie ciemnych obszarów o nieregularnym kształcie i wielkości. Przeprowadzone badania nie wykazały istotnych różnic w morfologii struktury obu wariantów składu chemicznego stali Ni-Mo, z wyjątkiem nieznacznie większego udziału bainitu dolnego w wariancie V, w porównaniu do wariantu IV.



Rys. 70. Mikrostruktura stali Ni-Mo – wariant IV (stan spiekany). Pow. 100x



Rys. 71. Mikrostruktura stali Ni-Mo – wariant V (stan spiekany). Pow. 100x

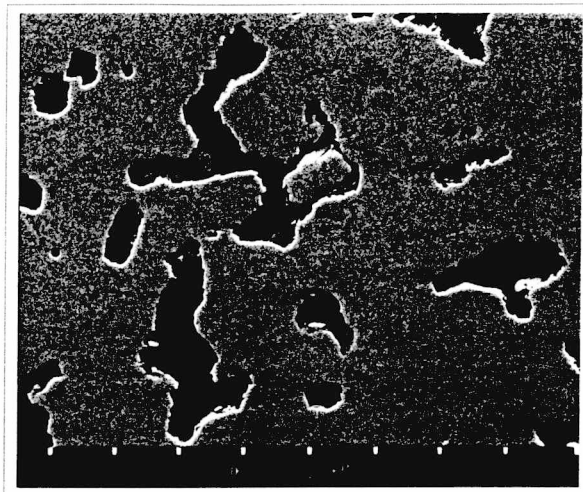
### 6. 7. 1. 2. Wyniki obserwacji w elektronowym mikroskopie skaningowym

Różnice kształtu i wielkości porów, zauważone w trakcie obserwacji prowadzonych z zastosowaniem mikroskopu świetlnego pomiędzy wariantami I i II (bez dodatku siarki), a wariantem III z zawartością 0,1% siarki, sprawdzano z wykorzystaniem mikroskopu skaningowego. Uzyskane obrazy porów obserwowanych na zglądach nietrawionych próbek wariantów I i III stali Cr-Mn-Mo o gęstościach:  $6,8 \text{ g/cm}^3$  (C);  $7,0 \text{ g/cm}^3$  (A) i  $7,1 \text{ g/cm}^3$  (B) pokazano na rysunkach od 72 do 77.

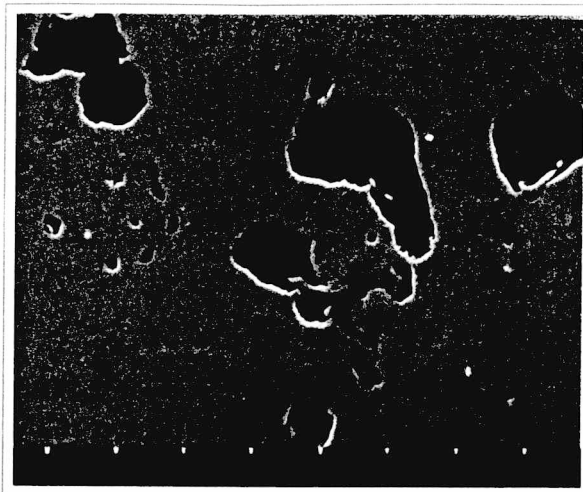
Zaobserwowano, iż pory w próbkach wariantu III, w porównaniu do próbek pozostałych dwóch wariantów, posiadają bardziej wygładzone i zaokrąglone brzegi (kontury). Taki kształt porów wariantu III jest najprawdopodobniej efektem ich sferoidyzacji wywołanej oddziaływaniem siarki. Potwierdza to obecność siarczków znajdujących się w ich bliskim otoczeniu. Ta częściowa sferoidyzacja porów obserwowana w próbkach wariantu III prowadzi w konsekwencji do zamykania porów otwartych, przyczyniając się w ten sposób do zmniejszenia ich wielkości.

Badania jednorodności stali Cr-Mn-Mo pod względem składu chemicznego metodą kontrastu kompozycyjnego wykazały występowanie nie rozpuszczonych, różniących się wyglądem cząstek proszku, co pokazano na rysunkach 78 i 79.

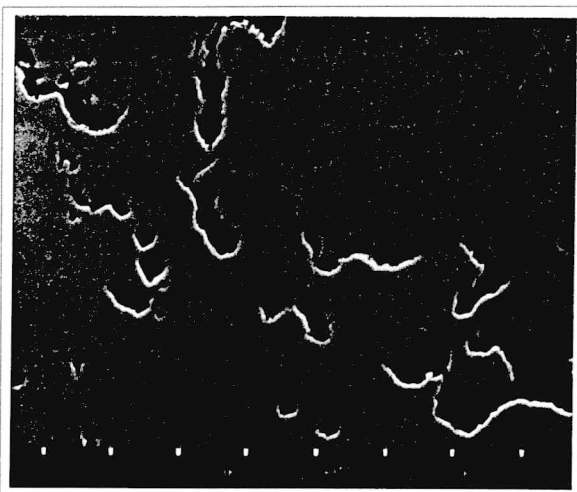




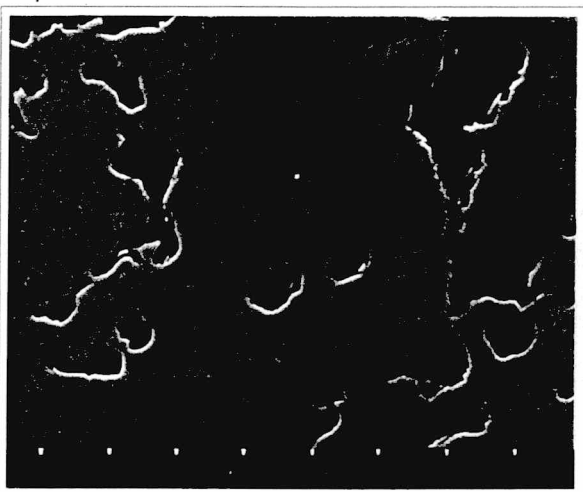
Rys. 72. Obraz porów w stali Cr-Mn-Mo o gęstości  $6,8 \text{ g/cm}^3$  (variant IC). Pow. 1500x.



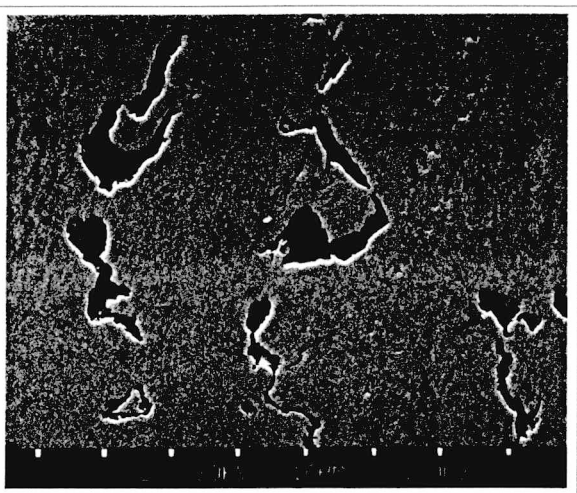
Rys. 73. Obraz porów w stali Cr-Mn-Mo o gęstości  $6,8 \text{ g/cm}^3$  (variant IIIC). Pow. 1500x.



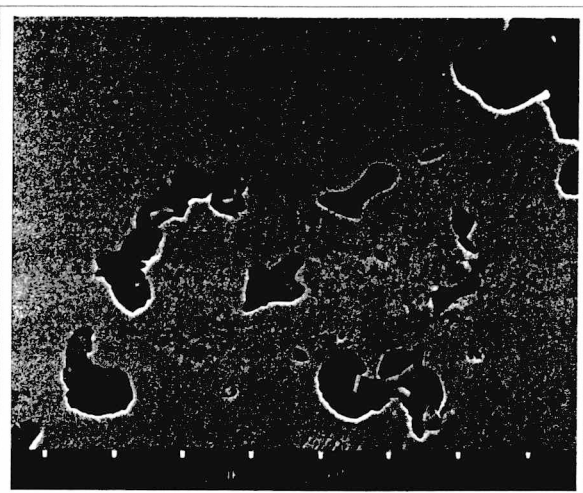
Rys. 74. Obraz porów w stali Cr-Mn-Mo o gęstości  $7,0 \text{ g/cm}^3$  (variant IA). Pow. 1500x.



Rys. 75. Obraz porów w stali Cr-Mn-Mo o gęstości  $7,0 \text{ g/cm}^3$  (variant IIIA). Pow. 1500x.

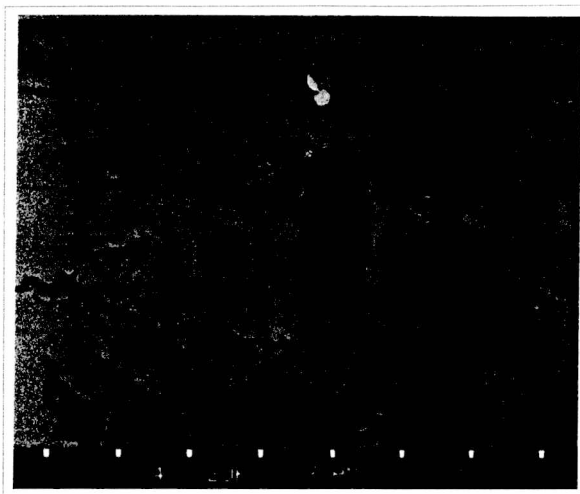


Rys. 76. Obraz porów w stali Cr-Mn-Mo o gęstości  $7,1 \text{ g/cm}^3$  (variant IB). Pow. 1500x.

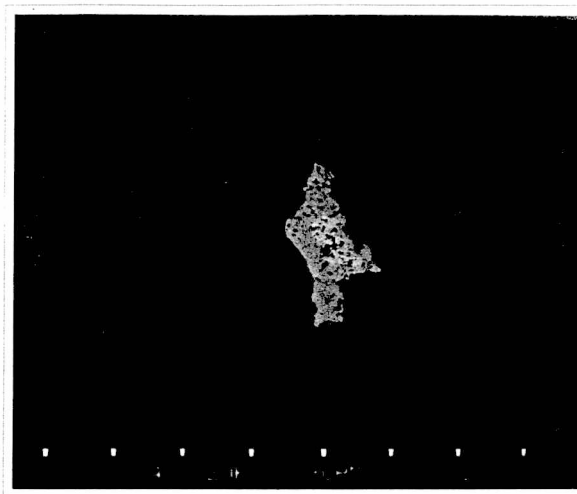


Rys. 77. Obraz porów w stali Cr-Mn-Mo o gęstości  $7,1 \text{ g/cm}^3$  (variant IIIB). Pow. 1500x.



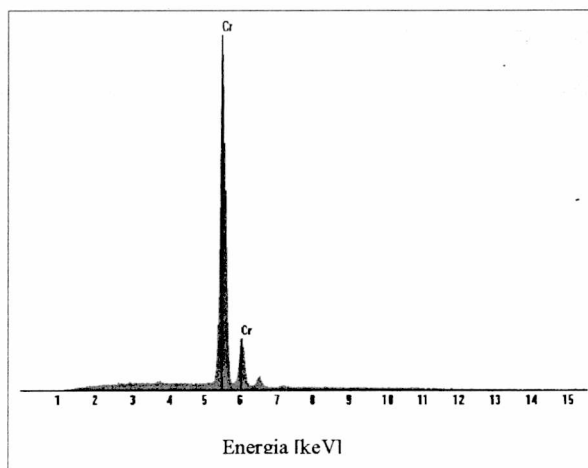


**Rys. 78.** Nie rozpuszczone ziarna proszku chromu (Cr). Pow. 500x

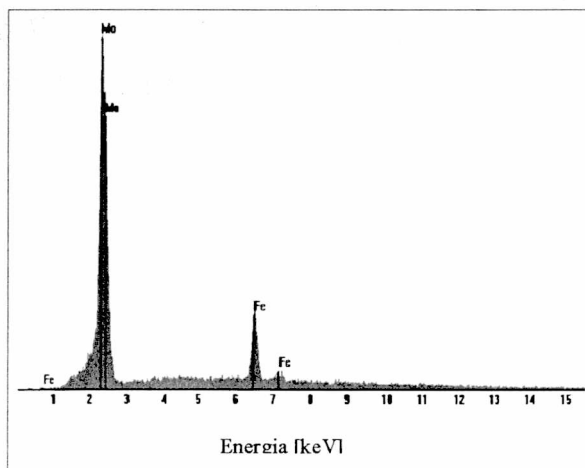


**Rys. 79.** Nie rozpuszczone ziarno proszku molibdenu (Mo). Pow. 500x

Określenie składu chemicznego proszku wykonano metodą jakościowej analizy punktowej. Z analizy widm promieniowania rentgenowskiego pokazanych na rys. 80 i 81 wynika, że są to nie rozpuszczone cząstki proszku Cr – z rys. 78 i Mo – z rys. 79. Na obwodzie nie rozpuszczonych pojedynczych ziarenek Cr i Mo widoczna jest miejscami cienka, ciemna warstewka tlenków i azotków oraz czarne, niewypełnione luki w materiale osnowy, powstałe wskutek rozpuszczania się cząstek proszku w trakcie spiekania.



**Rys. 80.** Widmo promieniowania rentgenowskiego z powierzchni pokazanej na rys. 78.



**Rys. 81.** Widmo promieniowania rentgenowskiego z powierzchni pokazanej na rys. 79.

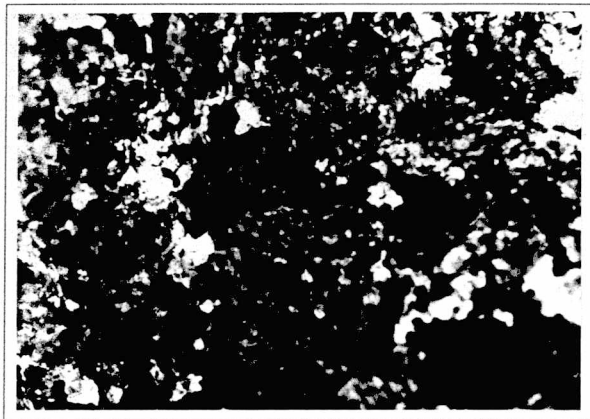
## 6. 7. 2. Mikrostruktury próbek w stanie nawęglonym

### 6. 7. 2. 1. Wyniki obserwacji przeprowadzonych za pomocą mikroskopu świetlnego

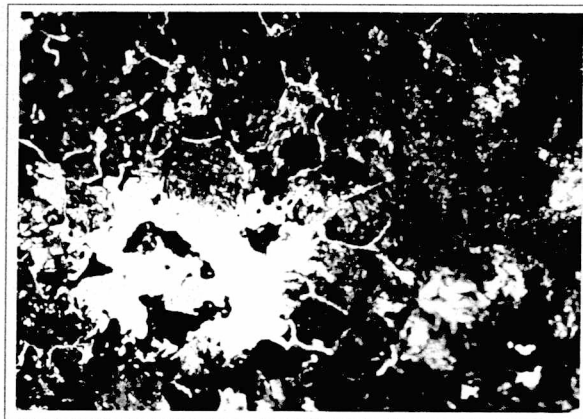
#### Stal spiekana Cr-Mn-Mo

Mikrostruktury warstw wierzchnich próbek C ( $6,8 \text{ g/cm}^3$ ) i B ( $7,1 \text{ g/cm}^3$ ) stali Cr-Mn-Mo wariantów I i III po nawęglaniu próżniowym w temperaturach:  $920^\circ\text{C}$  i  $1040^\circ\text{C}$  z wolnym chłodzeniem w azocie przedstawiono na rysunkach od 82 do 89. Badania mikroskopowe nie wykazały istotnych różnic w obrazie mikrostruktur warstw nawęglonych i rdzeni próbek wariantów I i II.

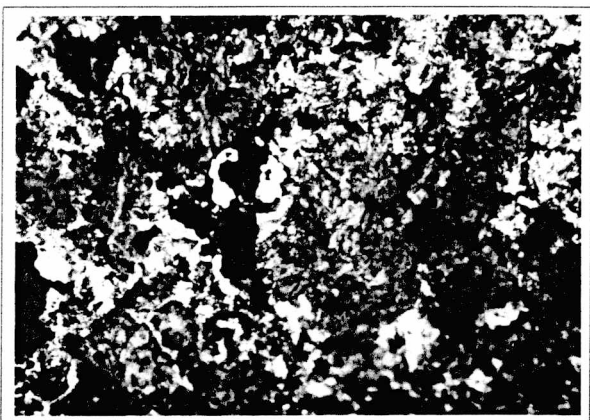
Obserwacje mikrostruktur warstw dyfuzyjnych przeprowadzone dla próbek C i B, nawęglanych w temperaturze  $920^\circ\text{C}$  oraz  $1040^\circ\text{C}$ , ujawniły występowanie różnic w ich budowie. W strefie wierzchniej warstwy nawęglonej próbek C stwierdzono większą ilość węglików w postaci poprzerywanej, miejscami ciągłej siatki na granicach ziarn byłego austenitu i obecność dużych wydzielen węglikowych o kształcie nieregularnym w okolicy porów. W warstwach wierzchnich obu badanych próbek występuje struktura perlityczna przechodząca stopniowo w strefie przejściowej z perlityczno - ferrytycznej w ferrytyczno – perlityczną rdzenia, wykazując miejscami niewielki stopień nasilenia struktury Widmannstättena.



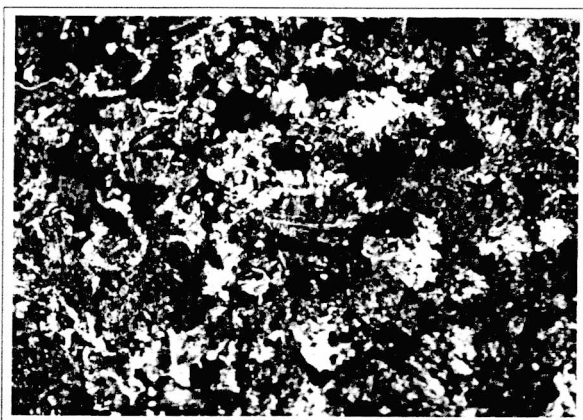
Rys. 82. Mikrostruktura warstwy nawęglonej stali Cr-Mn-Mo (wariant IC) -  $920^\circ\text{C}/20'/20'$ . Pow. 200x



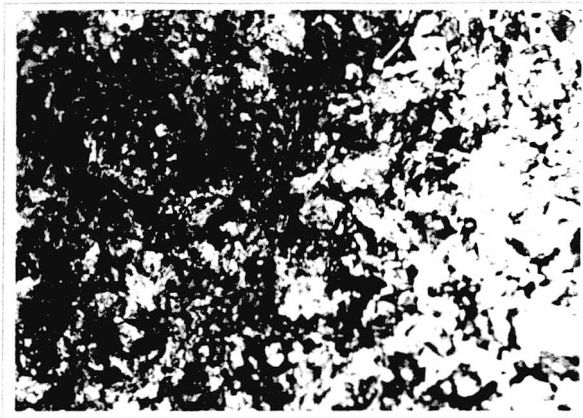
Rys. 83. Mikrostruktura warstwy nawęglonej stali Cr-Mn-Mo (wariant IC) -  $1040^\circ\text{C}/10'/30'$ . Pow. 200x



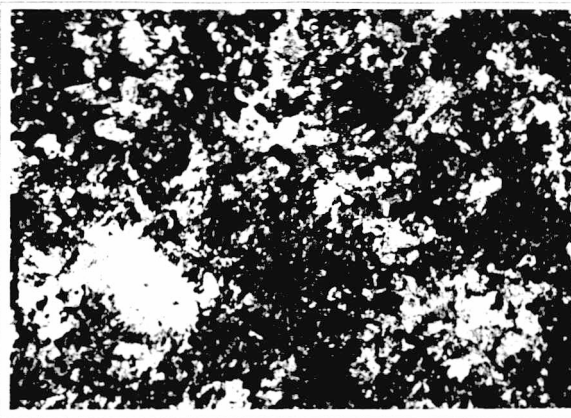
Rys. 84. Mikrostruktura warstwy nawęglonej stali Cr-Mn-Mo (wariant IIIC) -  $920^\circ\text{C}/20'/20'$ . Pow. 200x.



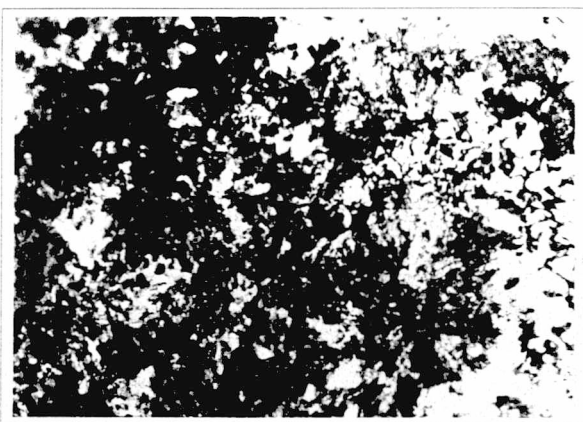
Rys. 85. Mikrostruktura warstwy nawęglonej stali Cr-Mn-Mo (wariant IIIC) -  $1040^\circ\text{C}/10'/30'$ . Pow. 200x.



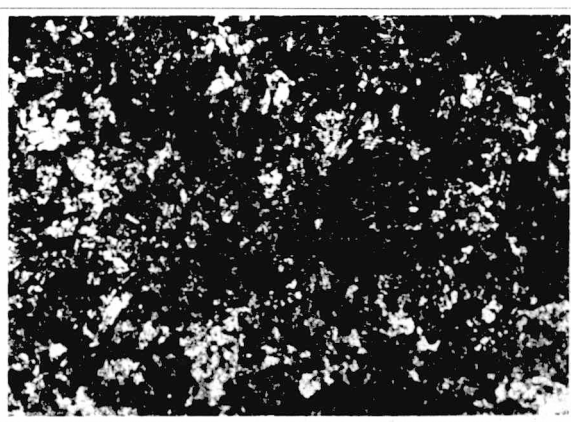
**Rys. 86.** Mikrostruktura warstwy nawęglonej stali Cr-Mn-Mo ze strefą przejściową (wariant IB) - 920°C/20°/20'. Pow. 200x..



**Rys. 87.** Mikrostruktura warstwy nawęglonej stali Cr-Mn-Mo (wariant IB) - 1040°C/10°/30'. Widoczne jasne, nie rozpuszczone ziarno proszku Cr. Pow. 200x.



**Rys. 88.** Mikrostruktura warstwy nawęglonej stali Cr-Mn-Mo ze strefą przejściową (wariant IIIB) - 920°C/20°/20'. Pow. 200x.



**Rys. 89.** Mikrostruktura warstwy nawęglonej stali Cr-Mn-Mo (wariant IIIB) - 1040°C/10°/30'. Pow. 200x.

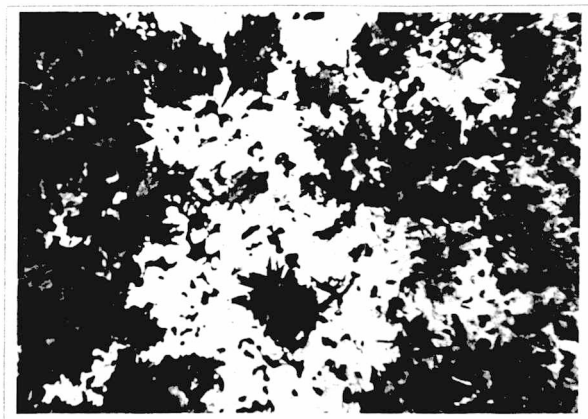
Przeprowadzone obserwacje mikroskopowe nie wykazały istotnych różnic pomiędzy mikrostrukturami warstwy i rdzenia obu wariantów I i III próbek (C, B) nawęglanych w obu temperaturach 920°C i 1040°C. W warstwie powierzchniowej próbek nawęglanych w temperaturze 1040°C obserwowano strukturę o większej wielkości ziarna. W rdzeniu badanych próbek występuje struktura złożona z ferrytu i perlitu. W próbach C obu wariantów (I i III) stwierdzono nieznacznie większą ilość perlitu niż w próbkach B. Dla obu badanych gęstości nieco mniejszą ilość perlitu obserwowano w rdzeniu próbek wariantu III, w porównaniu do wariantu I.

### Stal spiekana Ni-Mo

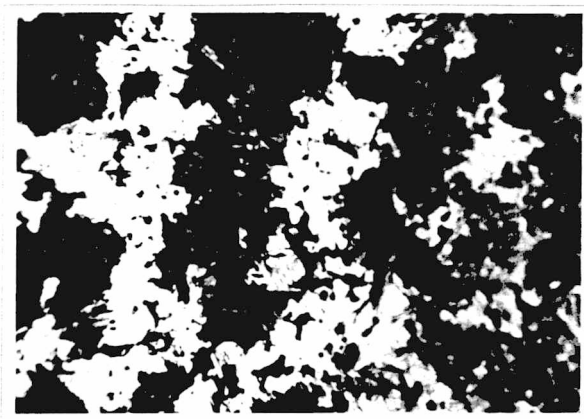
Mikrostruktury warstw powierzchniowych próbek stali Ni-Mo wariantu IV nawęglanych w temperaturach: 920°C i 1040°C przedstawiono na rys. 90 i 91. Badania mikroskopowe nie wykazały istotnych różnic w morfologii struktury warstwy i rdzenia próbek wariantów IV i V dla obu zastosowanych temperatur nawęglania.

W mikrostrukturze przedstawionej na rys. 90 i 91 występuje martenzyt hartowania na tle austenitu nieprzemienionego wraz z bainitem. Widoczne są także węgliki globularne oraz miejscami występujące w postaci poprzerywanej siatki na granicach ziarn byłego austenitu,

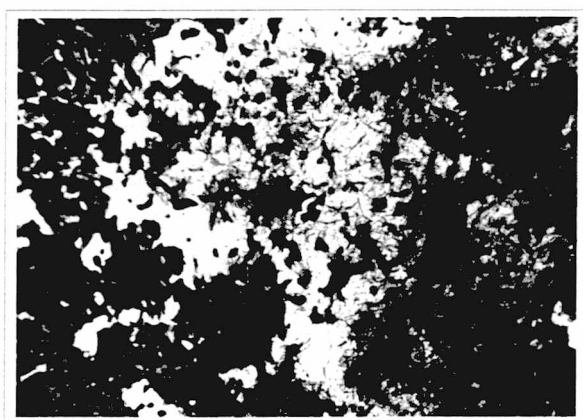
w bliskim sąsiedztwie porów. W strukturze warstwy nawęglonej próbek wariantu V, po nawęglaniu w obu temperaturach, występuje nieco większa ilość kolonii bainitu i wydzielen fazy węglikowych, co pokazano na rys. 92.



**Rys. 90.** Mikrostruktura warstwy nawęglonej stali Ni-Mo (wariant IV) - 920°C/20'/20'. Pow. 200x.



**Rys. 91.** Mikrostruktura warstwy nawęglonej stali Ni-Mo (wariant IV) - 1040°C/10'/30'. Pow. 200x



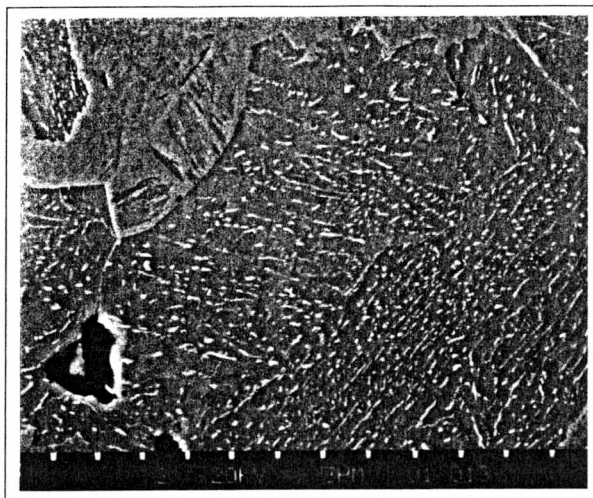
**Rys. 92.** Mikrostruktura warstwy nawęglonej stali Ni-Mo (wariant V) - 920°C/20'/20'. Pow. 200x.

Porównanie struktur warstw próbek stali Ni-Mo nawęglonych w temperaturze 920°C i 1040°C wykazuje, iż struktura uzyskana w temperaturze 1040°C jest bardziej gruboziarnista. Obecność bainitu oraz martenzytu na tle austenitu nieprzemienionego wskazuje, że chłodzenie w azocie przy ciśnieniu 0,2 bara z temperatur nawęglania spowodowało zahartowanie niezupełne warstwy wierzchniej stali Ni-Mo. W strukturze rdzenia próbek stali Ni-Mo obu wariantów występuje bainit górny i dolny.

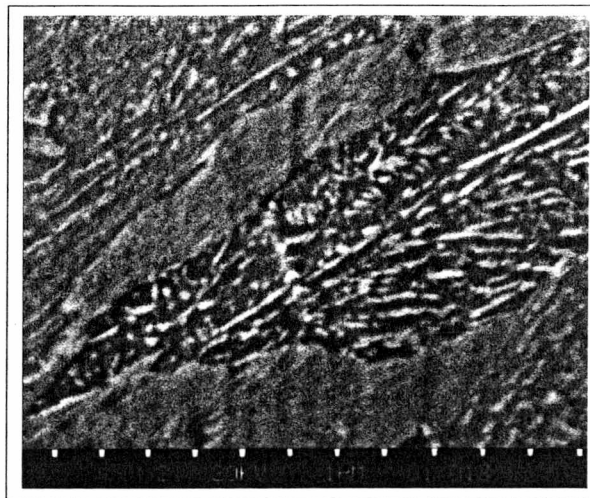
#### 6. 7. 2. 2. Wyniki obserwacji w elektronowym mikroskopie skaningowym

Z powodu trudności w jednoznacznym określeniu składników struktury warstwy nawęglonej próbek stali Ni-Mo przy pomocy mikroskopu świetlnego przeprowadzono badania mikroskopowe z użyciem elektronowego mikroskopu skaningowego.

Trudności w identyfikacji dotyczyły składnika struktury widocznego w obrazie z mikroskopu świetlnego w postaci kolonii czarnych i ciemnobrązowych obszarów. Przeprowadzone obserwacje przy powiększeniach z zakresu:  $1000 \div 5000\times$  pozwoliły zidentyfikować składnik struktury jako bainit dolny – rys. 93 i 94.



**Rys. 93.** Mikrostruktura warstwy nawęglonej stali Ni-Mo – bainit dolny. Pow. 1500x.



**Rys. 94.** Powiększony fragment obszaru pokazanego na rys. 93 – bainit dolny. Pow. 5000x.

### 6. 7. 3. Mikrostruktury próbek w stanie utwardzonym

#### 6. 7. 3. 1. Wyniki obserwacji przeprowadzonych za pomocą mikroskopu świetlnego

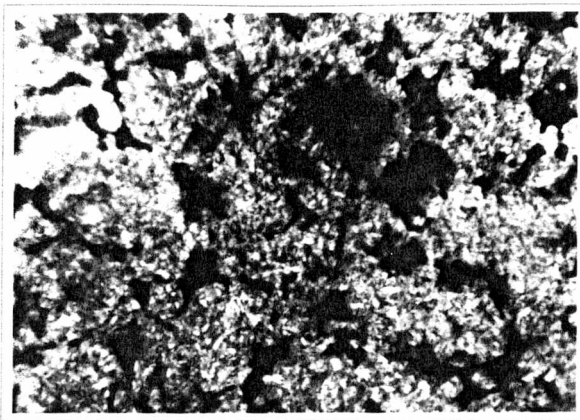
##### Stal Cr-Mn-Mo

Reprezentatywne mikrostruktury warstw powierzchniowych i rdzeni próbek stali Cr-Mn-Mo nawęglonych w temperaturach  $920^{\circ}\text{C}$  i  $1040^{\circ}\text{C}$ , a następnie zahartowanych z temperatury  $850^{\circ}\text{C}$  w oleju i nisko odpuszczonych, przedstawiono kolejno na rysunkach od 95 do 110. Do prezentacji wybrano próbki wariantów I i III o gęstościach  $6,8 \text{ g/cm}^3$  (C) i  $7,1 \text{ g/cm}^3$  (B) nawęglane w temperaturach  $920^{\circ}\text{C}$  i  $1040^{\circ}\text{C}$ , w całkowitym czasie 40 min.

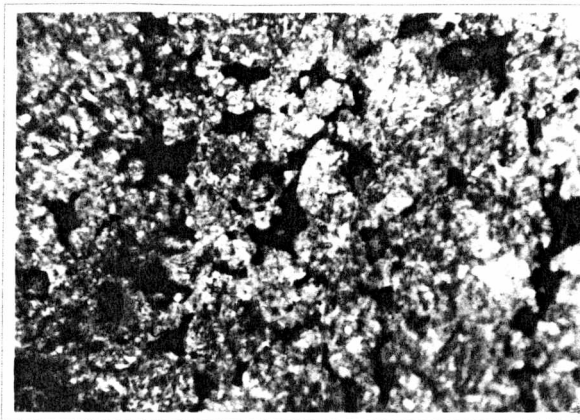
Struktura warstw nawęglonych i zahartowanych wszystkich próbek składa się z drobnoiglastego martenzytu wysokowęglowego, węglików nie rozpuszczonych podczas austenitowania rozmieszczonych w strefie przypowierzchniowej warstwy i austenitu szczątkowego w ilości ok. 10%.

W strukturze rdzenia badanych próbek występuje martenzyt niskowęglowy z niewielką ilością bainitu i ferrytu. Porównując mikrostruktury warstwy i rdzenia próbek C (np. rys. 95, 97) i B (np. rys. 103, 105) obu wariantów stwierdzono występowanie różnic, które uwiadcniają się w nieznacznie większej ilości węglików nie rozpuszczonych w warstwie powierzchniowej oraz mniejszej ilości ferrytu w rdzeniu próbek C.

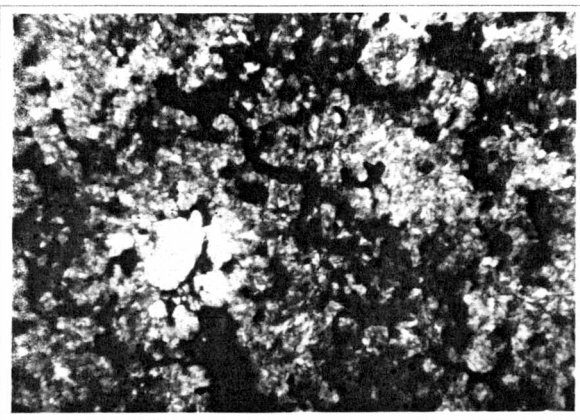




**Rys. 95.** Struktura warstwy nawęglonej i zahartowanej stali Cr-Mn-Mo (w. IC,  $T_N = 920^\circ\text{C}$ ). Pow. 500x.



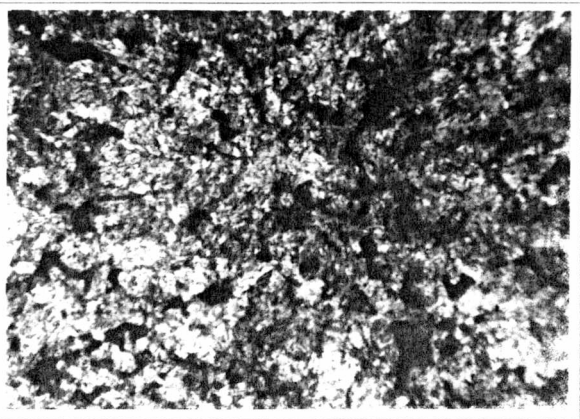
**Rys. 96.** Struktura warstwy nawęglonej i zahartowanej stali Cr-Mn-Mo (w. IIIC,  $T_N = 920^\circ\text{C}$ ). Pow. 500x.



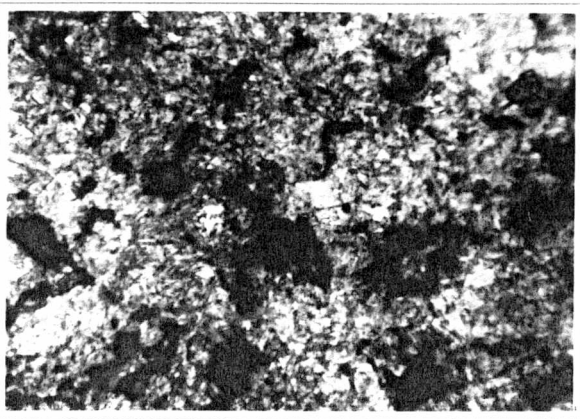
**Rys. 97.** Struktura rdzenia stali Cr-Mn-Mo (w. IC) po nawęglaniu w temp.  $920^\circ\text{C}$  i hartowaniu. Pow. 500x.



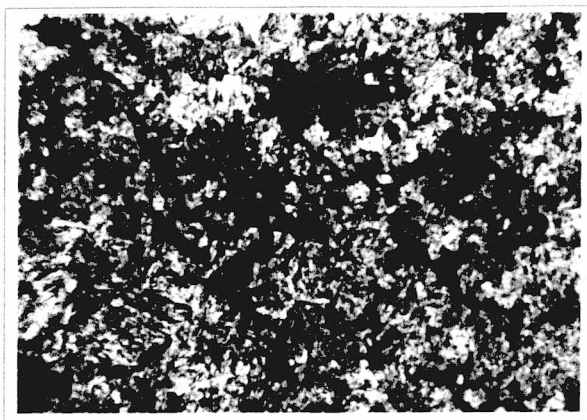
**Rys. 98.** Struktura rdzenia stali Cr-Mn-Mo (w. IIIC) po nawęglaniu w temp.  $920^\circ\text{C}$  i hartowaniu. Pow. 500x.



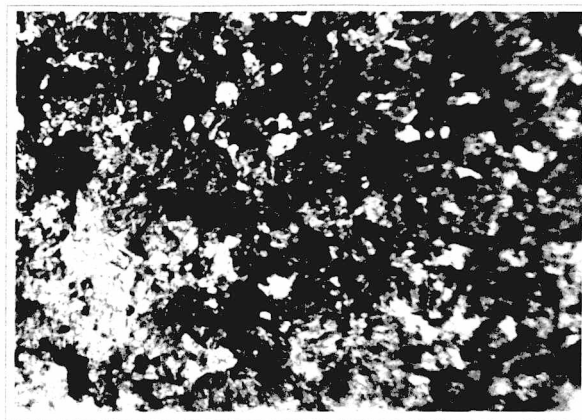
**Rys. 99.** Struktura warstwy nawęglonej i zahartowanej stali Cr-Mn-Mo (w. IC,  $T_N = 1040^\circ\text{C}$ ). Pow. 500x.



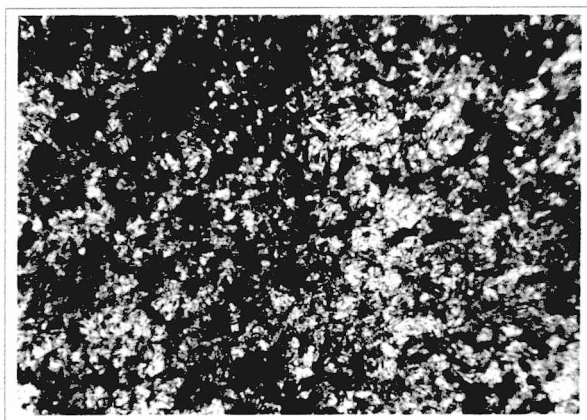
**Rys. 100.** Struktura warstwy nawęglonej i zahartowanej stali Cr-Mn-Mo (w. IIIC,  $T_N = 1040^\circ\text{C}$ ). Pow. 500x.



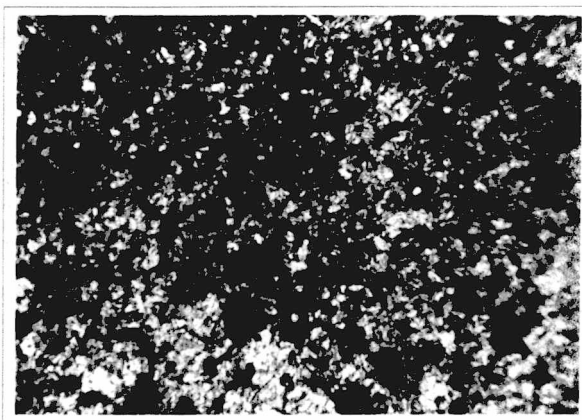
**Rys. 101.** Struktura rdzenia stali Cr-Mn-Mo (w. IC) po nawęglaniu w temp. 1040°C i hartowaniu. Pow. 500x.



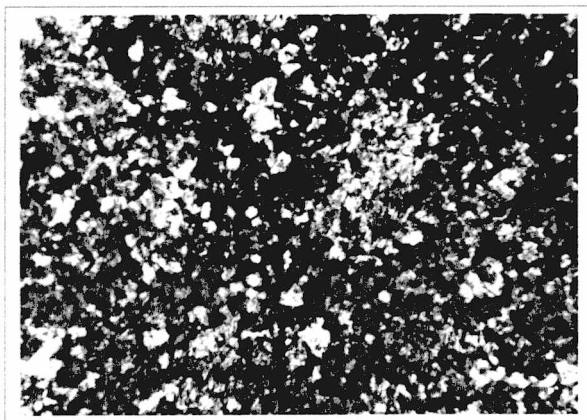
**Rys. 102.** Struktura rdzenia stali Cr-Mn-Mo (w. IIIC) po nawęglaniu w temp. 1040°C i hartowaniu. Pow. 500x.



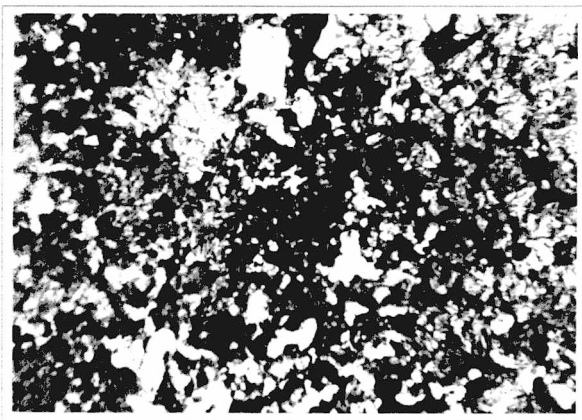
**Rys. 103.** Struktura warstwy nawęglonej i zahartowanej stali Cr-Mn-Mo (w. IB,  $T_N = 920^\circ\text{C}$ ). Pow. 500x.



**Rys. 104.** Struktura warstwy nawęglonej i zahartowanej stali Cr-Mn-Mo (w. IIIB,  $T_N = 920^\circ\text{C}$ ). Pow. 500x.

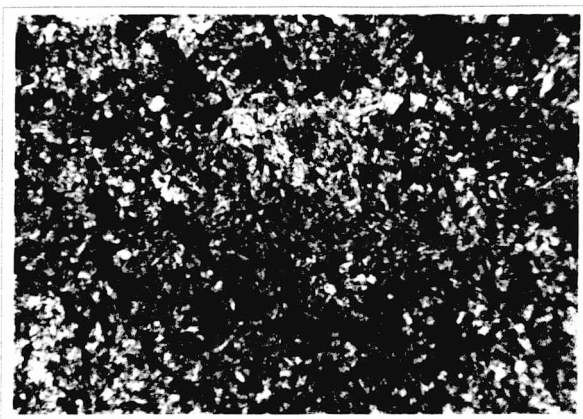


**Rys. 105.** Struktura rdzenia stali Cr-Mn-Mo (w. IB) po nawęglaniu w temp. 920°C i hartowaniu. Pow. 500x.

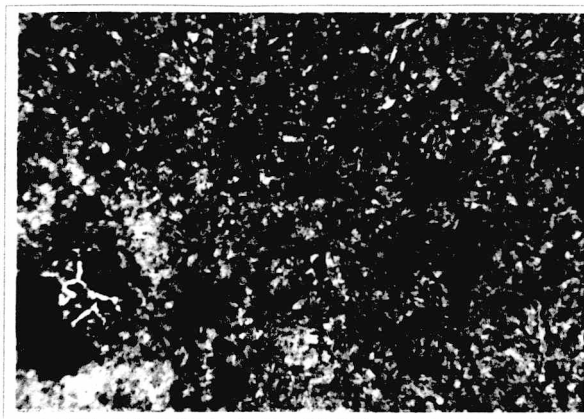


**Rys. 106.** Struktura rdzenia stali Cr-Mn-Mo (w. IIIB) po nawęglaniu w temp. 920°C i hartowaniu. Pow. 500x.

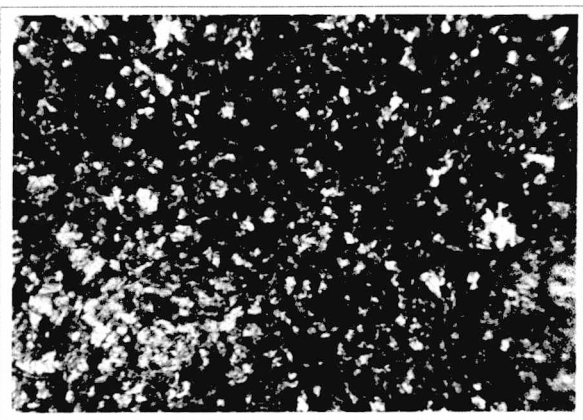




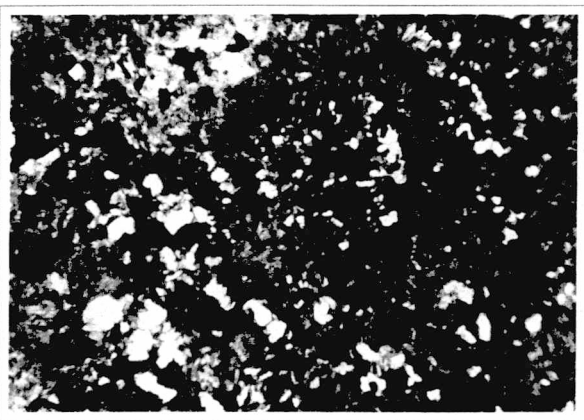
**Rys. 107.** Struktura warstwy nawęglonej i zahartowanej stali Cr-Mn-Mo (w. IB,  $T_N = 1040^\circ\text{C}$ ). Pow. 500x.



**Rys. 108.** Struktura warstwy nawęglonej i zahartowanej stali Cr-Mn-Mo (w. IIIB,  $T_N = 1040^\circ\text{C}$ ). Pow. 500x.



**Rys. 109.** Struktura rdzenia stali Cr-Mn-Mo (w. IB) po nawęglaniu w temp.  $1040^\circ\text{C}$  i hartowaniu. Pow. 500x.



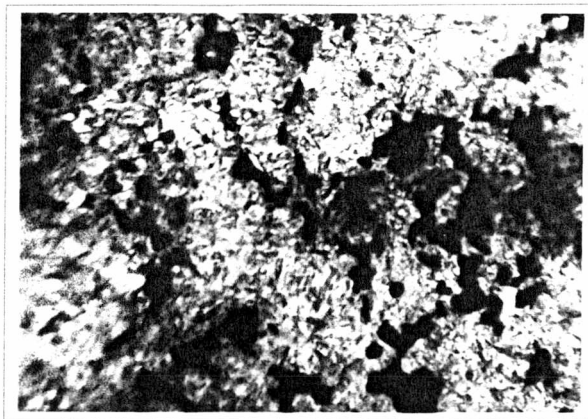
**Rys. 110.** Struktura rdzenia stali Cr-Mn-Mo (w. IIIB) po nawęglaniu w temp.  $1040^\circ\text{C}$  i hartowaniu. Pow. 500x.

Przeprowadzona ocena ilości austenitu szczątkowego w mikrostrukturze warstw oraz ferrytu w rdzeniu próbek wariantów I, II i III dla ustalonej gęstości nie wykazała istotnych różnic. W próbkach C dla poszczególnych wariantów obserwowano nieco większą ilość austenitu szczątkowego w warstwie oraz mniejszą ilość ferrytu w rdzeniu, w porównaniu do próbek A i B. Badania mikroskopowe nie ujawniły różnic w strukturze warstwy i rdzenia próbek nawęglanych w temperaturach  $920^\circ\text{C}$  i  $1040^\circ\text{C}$  po przeprowadzonym, następnym hartowaniu jednokrotnym.

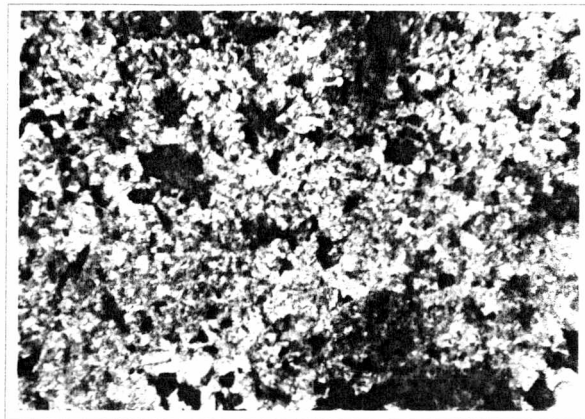
### Stal Ni-Mo

Mikrostruktury warstw powierzchniowych próbek wariantów IV i V stali Ni-Mo nawęglonych w temperaturze  $1040^\circ\text{C}$ , a następnie zahartowanych z temperatury  $850^\circ\text{C}$  w oleju oraz w azocie przy ciśnieniu 10 bar przedstawiono na rysunkach od 111 do 114. Struktury warstw nawęglonych po nawęglaniu w temperaturze  $920^\circ\text{C}$  nie zostały przedstawione, ze względu na brak istotnych różnic w ich budowie w porównaniu z wyżej wymienionymi i pokazanymi na rysunkach.

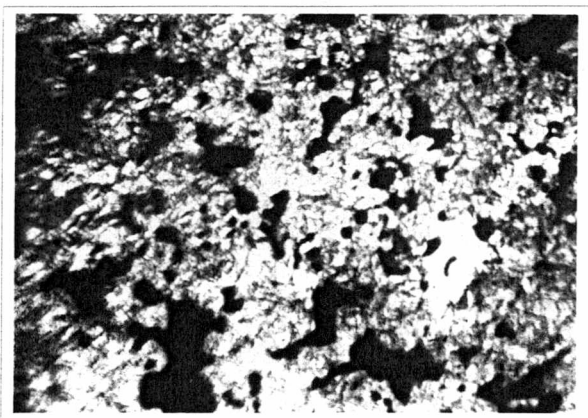
Mikrostruktura warstw nawęglonych próbek stali Ni-Mo po zahartowaniu w oleju składa się z drobnoiglastego martenzytu wysokowęglowego, węglików globularnych i austenitu szczątkowego w ilości od ok. 30% dla wariantu IV – rys. 111 do ok. 50% dla wariantu V – rys. 113.



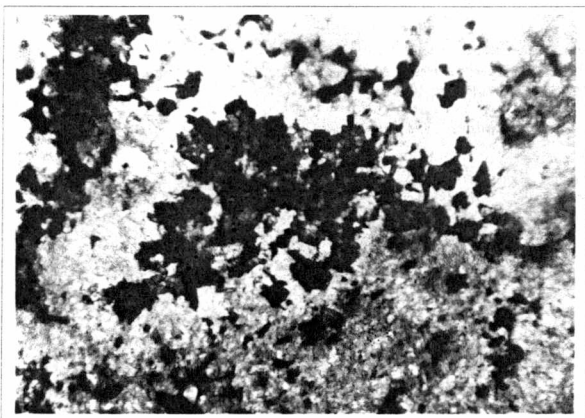
**Rys. 111.** Mikrostruktura warstwy nawęglonej stali Ni-Mo (w. IV) po hartowaniu w oleju. Pow. 500x



**Rys. 112.** Mikrostruktura warstwy nawęglonej stali Ni-Mo (w. IV) po hartowaniu w azocie. Pow. 500x



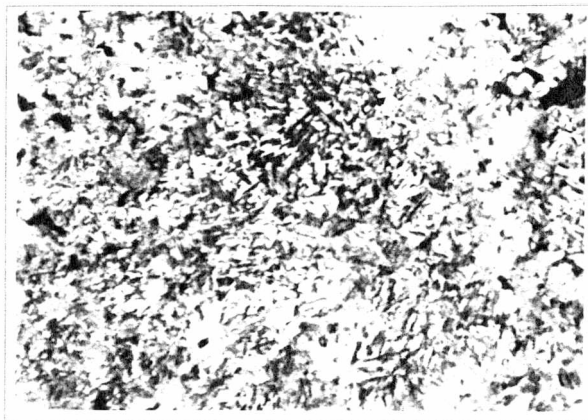
**Rys. 113.** Mikrostruktura warstwy nawęglonej stali Ni-Mo (w. V) po hartowaniu w oleju. Pow. 500x



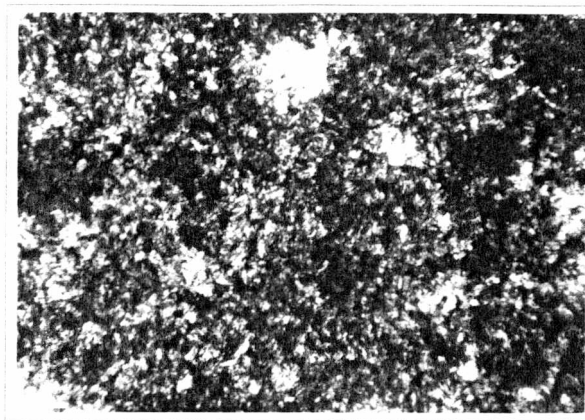
**Rys. 114.** Mikrostruktura warstwy nawęglonej stali Ni-Mo (w. V) po hartowaniu w azocie. Pow. 500x

W rdzeniu próbek obu wariantów po hartowaniu w oleju występuje martenzyt niskowęglowy z niewielką ilością bainitu – rys. 115, 117. W strukturze rdzenia próbek wariantu V zaobserwowano niewielką ilość ferrytu – rys. 117.

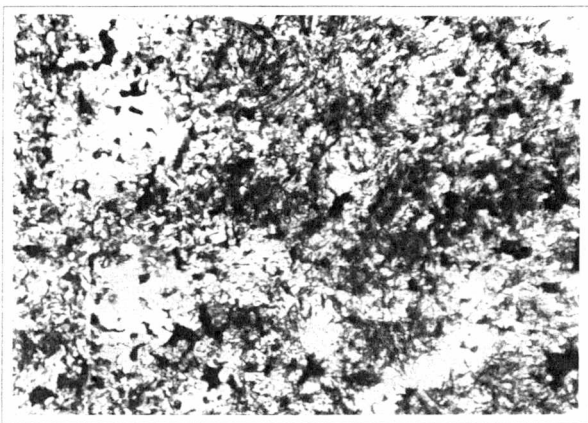
Z kolei w mikrostrukturze warstw nawęglonych obu wariantów próbek stali Ni-Mo zahartowanych w azocie przy ciśnieniu 10 bar występuje martenzyt wysokowęglowy, węgliki, kolonie bainitu i austenit szczątkowy – rys. 112, 114. Kolonie bainitu umiejscowione są w bliskim sąsiedztwie porów i wydzieleni faz węglkowych. W strukturze rdzenia próbek obu wariantów występuje głównie bainit z martenzytem niskowęglowym – rys. 116. Podobnie jak w rdzeniu próbek zahartowanych w oleju, w rdzeniu próbek wariantu V znajdują się nieznaczne ilości ferrytu – rys. 118. W warstwie nawęglonej próbek wariantu V po hartowaniu w azocie zaobserwowano także nieco większą ilość bainitu w porównaniu do próbek wariantu IV.



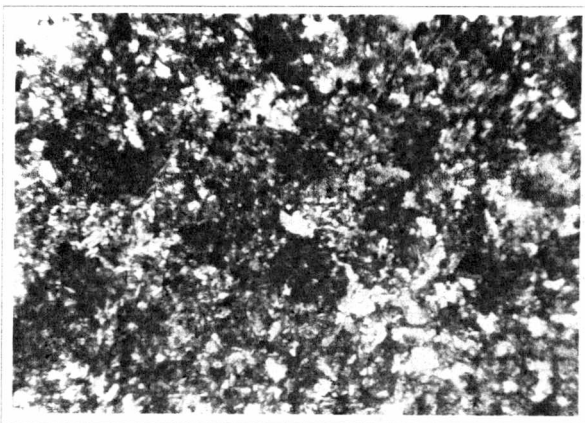
**Rys. 115.** Mikrostruktura rdzenia stali Ni-Mo (w. IV) po nawęglaniu i hartowaniu w oleju. Pow. 500x.



**Rys. 116.** Mikrostruktura rdzenia stali Ni-Mo (w. IV) po nawęglaniu i hartowaniu w azocie. Pow. 500x.



**Rys. 117.** Mikrostruktura rdzenia stali Ni-Mo (w. V) po nawęglaniu i hartowaniu w oleju. Pow. 500x.



**Rys. 118.** Mikrostruktura rdzenia stali Ni-Mo (w. V) po nawęglaniu i hartowaniu w azocie. Pow. 500x.

### 6. 7. 3. 2. Wyniki obserwacji w elektronowym mikroskopie transmisyjnym

Składniki struktury warstw nawęglonych próbek stali Ni-Mo wariantów IV i V zahartowanych w azocie (10 bar) były przedmiotem badań mikroskopowych, prowadzonych z wykorzystaniem elektronowego mikroskopu transmisyjnego (TEM). Rezultaty przeprowadzonych obserwacji cienkich folii przedstawiono na rysunkach od 119 do 122.

W obrazach mikroskopowych warstw nawęglonych obserwowanych na cienkich foliach widoczne są igły martenzytu z bliźniakami przemiany – rys. 119. i 120 oraz wydłużone ziarna osnowy w kształcie płytek z drobnymi wydzieleniami wewnątrz i na ich granicach – rys. 121 i 122. Obrazy dyfrakcyjne wykonane z mikroobszarów obejmujących wydzielenia wraz z osnową oraz ich interpretację przedstawiono na rysunkach od 123 do 126. Z analizy dyfraktogramów elektronowych pokazanych na rys. 123 i 125 wynika, iż wydzieleniami tymi są węgliki typu  $\text{Fe}_2\text{MoC}$  rozmieszczone w osnowie przesyconego ferrytu. Obserwowane ułożenie węglików wewnątrz płytek ferrytu (pod kątem ok.  $55^\circ$  do osi płytki) jest charakterystyczne dla bainitu dolnego.



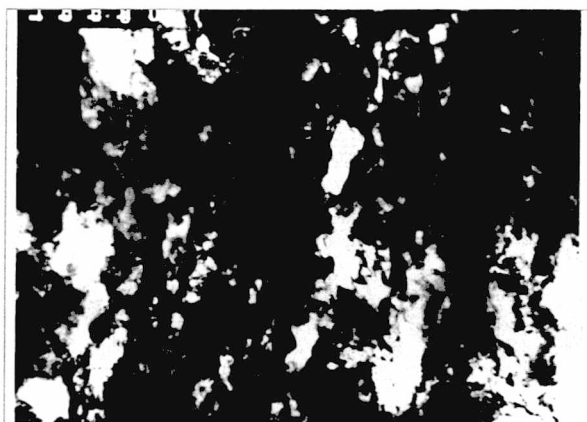
Rys. 119. Mikrostruktura warstwy nawęglonej stali Ni-Mo (w. IV) po hartowaniu w azocie. Pow. 75000x



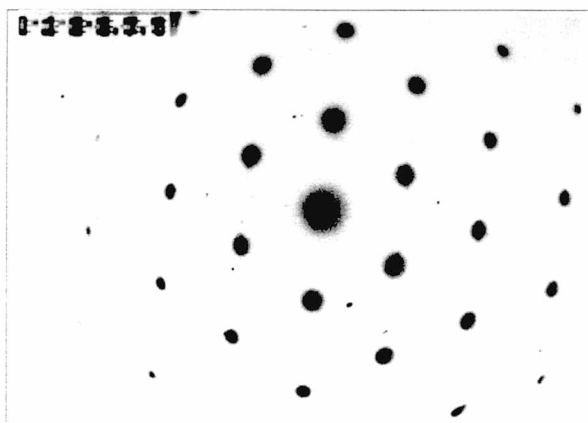
Rys. 120. Mikrostruktura warstwy nawęglonej stali Ni-Mo (w. V) po hartowaniu w azocie. Pow. 54000x



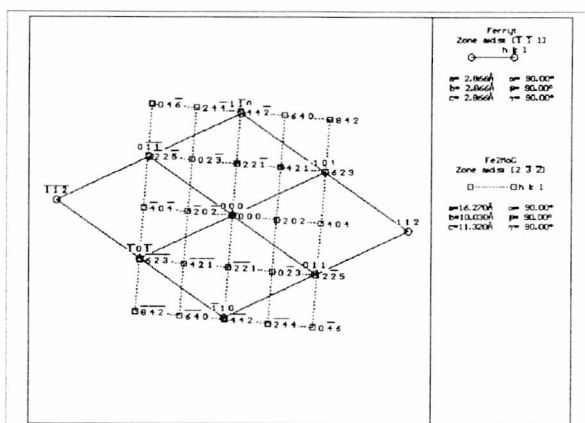
Rys. 121. Mikrostruktura warstwy nawęglonej stali Ni-Mo (w. IV) po hartowaniu w azocie. Pow. 75000x.



Rys. 122. Mikrostruktura warstwy nawęglonej stali Ni-Mo (w. V) po hartowaniu w azocie. Pow. 59000x.

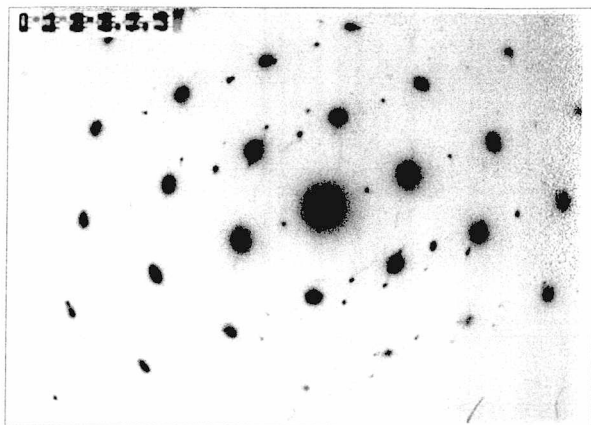


Rys. 123. Dyfraktogram elektronowy z obszaru pokazanego na rys. 121.

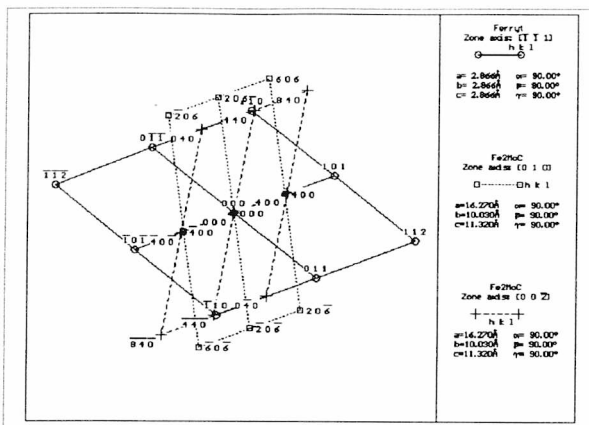


Rys. 124. Rozwiązanie dyfraktogramu elektronowego z rys. 123.



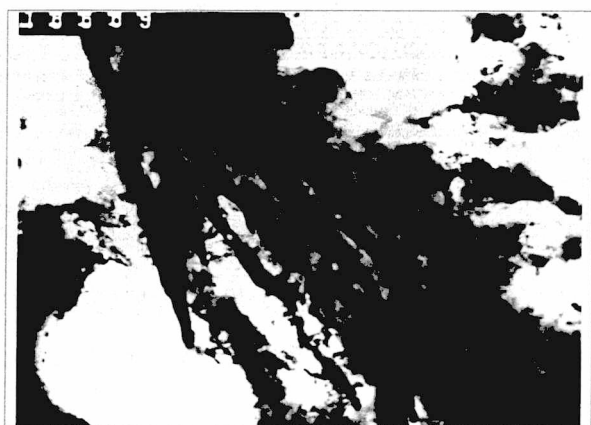


Rys. 125. Dyfraktogram elektronowy z obszaru pokazanego na rys. 122.

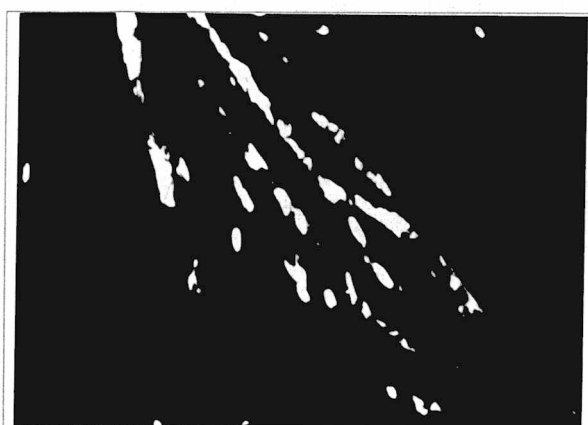


Rys. 126. Rozwiązanie dyfraktogramu elektronowego z rys. 125.

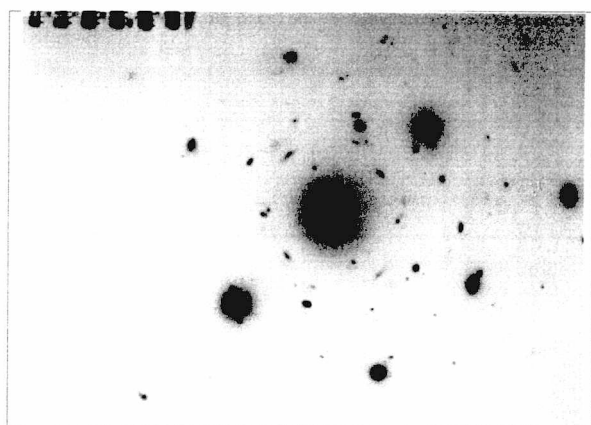
Obraz mikroskopowy węglików  $\text{Fe}_2\text{MoC}$  obserwowany w jasnym i ciemnym polu pokazano na rys. 127 i 128, a dyfraktogram elektronowy wykonany z tego mikroobszaru wraz z rozwiązaniem na rys. 129 i 130.



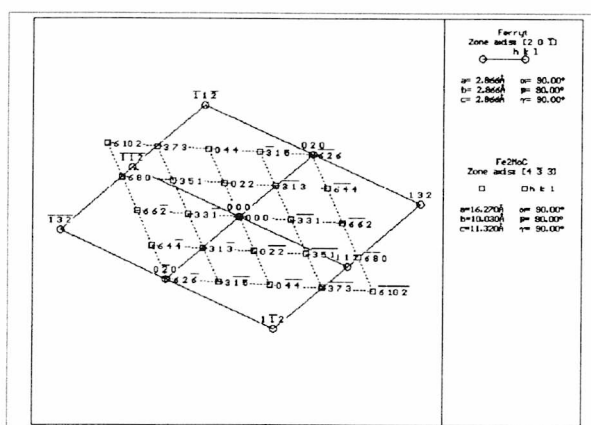
Rys. 127. Węgliki  $\text{Fe}_2\text{MoC}$  obserwowane w jasnym polu.



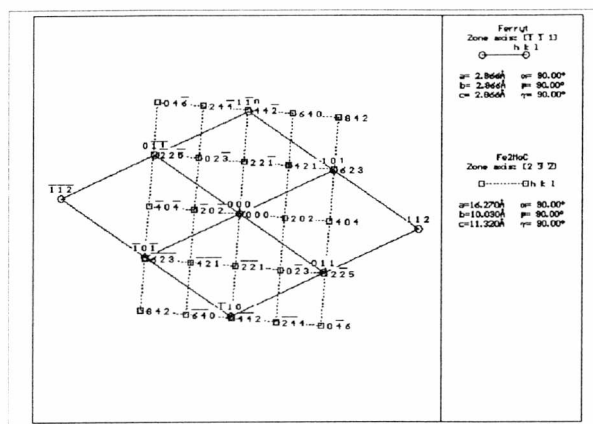
Rys. 128. Węgliki  $\text{Fe}_2\text{MoC}$  widoczne na rys. 127 obserwowane w ciemnym polu.



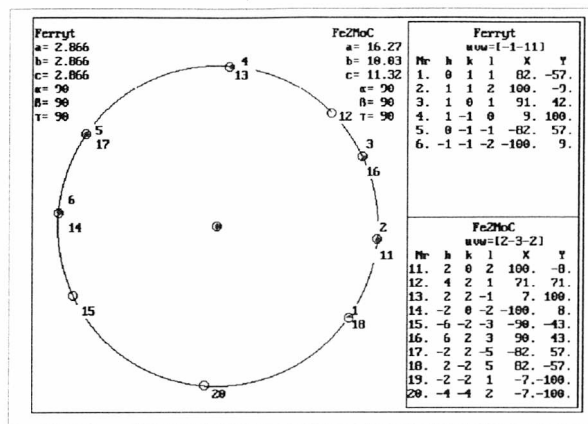
Rys. 129. Dyfraktogram elektronowy z obszaru pokazanego na rys. 127.



Rys. 130. Rozwiązanie dyfraktogramu z rys. 129.



Rys. 131. Rozwiązanie dyfraktogramu elektronowego z obszaru pokazanego na rys. 121.



Rys. 132. Projekcje stereograficzne ferrytu i węgla  $\text{Fe}_2\text{MoC}$  określone dla dyfraktogramu pokazanego na rys. 131.

Wykorzystując metodę projekcji stereograficznej określono wzajemną relację sieci krystalicznych węgla  $\text{Fe}_2\text{MoC}$  i ferrytu – rys. 131 i 132.

Wzajemna orientacja krystalograficzna obu faz przy pokrywających się osiach pasów krystalograficznych  $[\bar{1} \bar{1} 1]_\alpha$  i  $[2 \bar{3} \bar{2}]_{\text{Fe}_2\text{MoC}}$  (określona z dyfraktogramu pokazanego na rys. 123) wyraża się równoległością 4 par następujących płaszczyzn sieciowych:

- 1)  $(0 1 1)_\alpha \parallel (2 \bar{2} 5)_{\text{Fe}_2\text{MoC}}$
- 2)  $(1 1 2)_\alpha \parallel (2 0 2)_{\text{Fe}_2\text{MoC}}$
- 3)  $(1 0 1)_\alpha \parallel (6 2 3)_{\text{Fe}_2\text{MoC}}$
- 4)  $(1 \bar{1} 0)_\alpha \parallel (2 2 \bar{1})_{\text{Fe}_2\text{MoC}}$

Duża liczba par równoległych płaszczyzn sieciowych przynależnych do ferrytu i węgla  $\text{Fe}_2\text{MoC}$ , jak również zbliżone odległości międzypłaszczyznowe dla płaszczyzn  $\{110\}$  ferrytu oraz  $\{225\}$  i  $\{623\}$  węgla  $\text{Fe}_2\text{MoC}$  ( $d_{(011)\alpha} = 2.03$ ;  $d_{(225)\text{Fe}_2\text{MoC}} = 2.0$ ;  $d_{(623)\text{Fe}_2\text{MoC}} = 2.016$ ), mogą świadczyć o występowaniu koherentnej granicy międzyfazowej.

## 6. 8. Wyniki badań rentgenograficznych

Dyfraktometr rentgenowski wykorzystano do pomiaru ilości austenitu szczątkowego w warstwach nawęglonych próbek stali Cr-Mn-Mo i Ni-Mo.

Zawartości austenitu szczątkowego oznaczano na głębokości 0,1 mm od powierzchni w warstwach próbek stali Cr-Mn-Mo wariantu III o gęstościach 6,8 (C) i 7,1 (B)  $\text{g/cm}^3$  oraz stali Ni-Mo obu wariantów IV i V nawęglanych próżniowo, a następnie hartowanych jednokrotnie w dwóch ośrodkach: oleju i azocie przy ciśnieniu 10 bar. Wyniki tych badań zestawiono w tabeli 18.

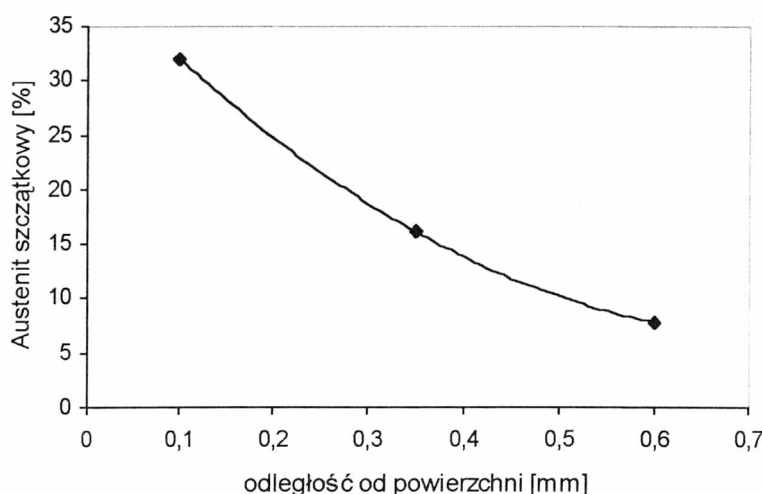


**Tabela 18.** Ilość austenitu szczątkowego w warstwach nawęglonych stali Cr-Mn-Mo i Ni-Mo.

| Stal (wariant składu chem.) | Gęstość [g/cm <sup>3</sup> ] | Parametry nawęglania T/t <sub>N</sub> /t <sub>D</sub> | Parametry obróbki cieplnej po nawęglaniu | Ilość austenitu szczątkowego [%] | Odchylenie standardowe $\delta$ |
|-----------------------------|------------------------------|-------------------------------------------------------|------------------------------------------|----------------------------------|---------------------------------|
| Cr-Mn-Mo (III)              | 7,1                          | 920/30'/30'                                           | 850/30'/olej                             | 10,5                             | 1,2                             |
| Cr-Mn-Mo (III)              | 6,8                          | 920/30'/30'                                           | 850/30'/olej                             | 12                               | 0,8                             |
| Cr-Mn-Mo (III)              | 7,1                          | 1040/15'/45'                                          | 850/30'/olej                             | 7,0                              | 0,9                             |
| Cr-Mn-Mo (III)              | 6,8                          | 1040/15'/45'                                          | 850/30'/olej                             | 8,5                              | 0,7                             |
| Ni-Mo (IV )                 | 7,1                          | 920/20'/20'                                           | 850/30'/olej                             | 32                               | 1,85                            |
|                             |                              |                                                       | 850/30'/azot                             | 24                               | 2,7                             |
| Ni-Mo (IV)                  | 7,1                          | 1040/5'/15'                                           | 850/30'/olej                             | 24                               | 1,66                            |
|                             |                              |                                                       | 850/30'/azot                             | 19                               | 0,8                             |
| Ni-Mo (V)                   | 7,1                          | 920/20'/20'                                           | 850/30'/olej                             | 50,5                             | 0,8                             |
|                             |                              |                                                       | 850/30'/azot                             | 16,3                             | 1,5                             |
| Ni-Mo (V)                   | 7,1                          | 1040/5'/15'                                           | 850/30'/olej                             | 35,1                             | 0,7                             |
|                             |                              |                                                       | 850/30'/azot                             | 13,4                             | 1,0                             |

Nieznacznie więcej austenitu szczątkowego stwierdzono w warstwie nawęglonej stali Cr-Mn-Mo o mniejszej gęstości (6,8 g/cm<sup>3</sup>) w porównaniu do stali o gęstości 7,1 g/cm<sup>3</sup>. Znacznie większa ilość austenitu szczątkowego, w porównaniu do stali Cr-Mn-Mo, występuje w warstwie nawęglonej obu wariantów stali Ni-Mo. Po hartowaniu w oleju jest go więcej niż po hartowaniu w azocie przy ciśnieniu 10 bar. Biorąc pod uwagę dwie temperatury nawęglania, większe ilości austenitu szczątkowego mierzono w warstwach nawęglonych obu stali uzyskanych po nawęglaniu w temperaturze 920°C. Porównując warianty IV i V stali Ni-Mo odnotowano, że większa ilość austenitu po hartowaniu w oleju znajduje się w warstwie wariantu V, a po hartowaniu w azocie w warstwie wariantu IV.

Dla wybranej próbki stali Ni-Mo wariantu IV, nawęglonej w temperaturze 920°C w czasie 40 minut, wyznaczono także rozkład austenitu szczątkowego wzdłuż grubości warstwy nawęglonej. Wyniki pomiarów przedstawiono w postaci graficznej na rys. 133.



**Rys. 133.** Rozkład ilości austenitu szczątkowego w warstwie nawęglonej wariantu IV stali Ni-Mo po nawęglaniu w temperaturze 920°C i czasie 40 min, przy efektywnej grubości warstwy  $g_h$  równej 0,8 mm.

Punkty pomiarowe aproksymowano wielomianem 2 stopnia. Bardzo dobry stopień dopasowania wyraża się współczynnikiem korelacji  $r$  równym jedności ( $r=1$ ). Przebieg krzywej wykresu przedstawionej na rys. 133 wskazuje na łagodny spadek stężenia węgla w strefie przejściowej warstwy nawęglonej.

## 6. 9. Wyniki badań wytrzymałościowych i zmęczeniowych

### 6. 9. 1. Wyniki badań wytrzymałościowych

Właściwości mechaniczne takie jak: wytrzymałość na rozciąganie ( $R_m$ ), umowną granicę plastyczności ( $R_{p0,2}$ ) oraz wydłużenie ( $A_5$ ) stali Cr-Mn-Mo i Ni-Mo w stanie spiekającym, wyznaczano w statycznej próbie rozciągania.

Uzyskane wyniki prób w postaci średnich wartości wyznaczanych wielkości dla trzech wariantów składu chemicznego (I, II i III) i gęstości (6,8; 7,0 i 7,1 g/cm<sup>3</sup>) stali Cr-Mn-Mo oraz dwóch wariantów (IV i V) stali Ni-Mo zestawiono w tabeli 19. Z ich analizy wynika, iż wzrost gęstości stali Cr-Mn-Mo wywołuje wzrost wszystkich trzech badanych wielkości. Próbki o gęstości 7,1 g/cm<sup>3</sup> (B) wykazują największą wytrzymałość na rozciąganie, umowną granicę plastyczności i wydłużenie.

**Tabela 19.** Wyniki statycznej próby rozciągania.

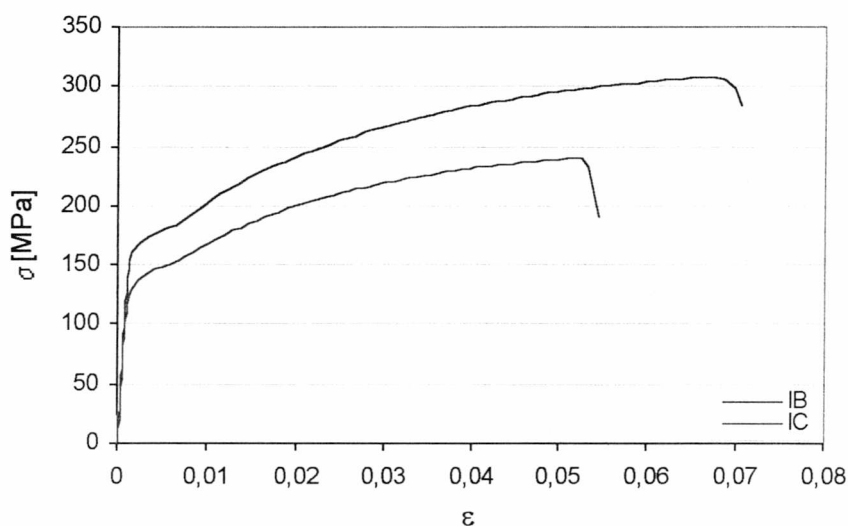
| Próbka |                               |                             |               | Właściwości mechaniczne |                     |              |
|--------|-------------------------------|-----------------------------|---------------|-------------------------|---------------------|--------------|
| L.p.   | $a_0 \times b_0$<br>[mm x mm] | $S_0$<br>[mm <sup>2</sup> ] | $L_0$<br>[mm] | $R_m$<br>[MPa]          | $R_{p0,2}$<br>[MPa] | $A_5$<br>[%] |
| IA     | 6,05 x 5,94                   | 35,94                       | 25,0          | 285                     | 163                 | 6,6          |
| IB     | 6,05 x 6,0                    | 36,3                        | 25,0          | 307                     | 173                 | 7,4          |
| IC     | 6,05 x 6,0                    | 36,3                        | 25,0          | 240                     | 145                 | 5,4          |
| IIA    | 6,08 x 5,9                    | 35,87                       | 25,0          | 290                     | 165                 | 6,2          |
| IIB    | 6,06 x 6,0                    | 36,36                       | 25,0          | 306                     | 173                 | 7,1          |
| IIC    | 6,04 x 5,9                    | 35,64                       | 25,0          | 251                     | 150                 | 5,2          |
| IIIA   | 6,08 x 5,94                   | 36,12                       | 25,0          | 280                     | 160                 | 5,7          |
| IIIB   | 6,08 x 5,96                   | 36,24                       | 25,0          | 294                     | 167                 | 6,9          |
| IIIC   | 6,06 x 5,9                    | 35,75                       | 25,0          | 234                     | 140                 | 5,0          |
| IV     | 6,06 x 6,0                    | 36,36                       | 25,0          | 531                     | 406                 | 2,1          |
| V      | 6,08 x 6,0                    | 36,48                       | 25,0          | 535                     | 408                 | 2,0          |

Porównując próbki trzech wariantów I, II i III stali Cr-Mn-Mo przy ustalonej gęstości stwierdzono występowanie różnic wyrażających się najmniejszymi wartościami  $R_m$ ,  $R_{p0,2}$ , i  $A_5$  dla wariantu III. Dla zilustrowania występujących różnic w zachowaniu się poszczególnych wariantów stali Cr-Mn-Mo w próbach statycznego rozciągania, na rysunkach

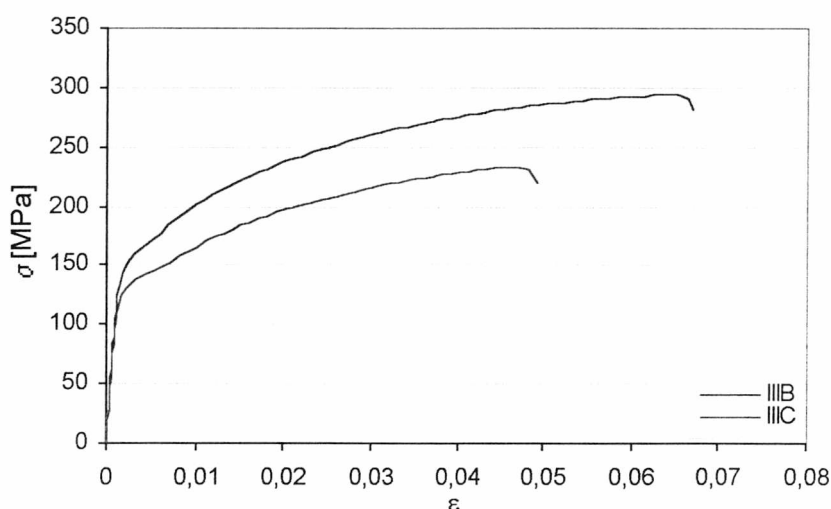
134 i 135 przedstawiono wykresy rozciągania w układzie współrzędnych ( $\sigma$  -  $\epsilon$ ) próbek wariantów I i III o gęstościach  $6,8 \text{ g/cm}^3$  i  $7,1 \text{ g/cm}^3$ .

Próbki stali Ni-Mo, w porównaniu do próbek stali Cr-Mn-Mo przy tej samej gęstości  $7,1 \text{ g/cm}^3$ , posiadają znacznie wyższe właściwości wytrzymałościowe i jednocześnie niższe właściwości plastyczne. Wytrzymałość na rozciąganie oraz umowna granica plastyczności próbek obu wariantów stali Ni-Mo jest prawie dwukrotnie większa od próbek B ( $7,1 \text{ g/cm}^3$ ) stali Cr-Mn-Mo, natomiast wydłużenie jest prawie czterokrotnie mniejsze.

Dla próbek obu wariantów stali Ni-Mo odnotowano niewielkie różnice w wartościach  $R_m$ ,  $R_{p0,2}$  i  $A_5$ , które dla wariantu V są nieznacznie większe.



Rys. 134. Wykresy rozciągania próbek wariantu I stali Cr-Mn-Mo: B ( $7,1 \text{ g/cm}^3$ ) i C ( $6,8 \text{ g/cm}^3$ ).



Rys. 135. Wykresy rozciągania próbek wariantu III stali Cr-Mn-Mo: B ( $7,1 \text{ g/cm}^3$ ) i C ( $6,8 \text{ g/cm}^3$ ).

## 6. 9. 2. Wyniki badań zmęczeniowych

Badania zmęczeniowe zaprojektowanych stali spiekanych prowadzono na próbkach bez karbu w cyklach z narastającym stopniowo obciążeniem, rozpoczynając próby od obciążenia, przy którym materiał znajdował się w obszarze odkształceń sprężystych, a kończąc w chwili zniszczenia próbki.

Celem badań było porównanie zachowania się materiału w dwóch różnych stanach obróbki, w warunkach naprężeń zmiennych wywołanych wahadlowym rozciąganiem-ściskaniem.

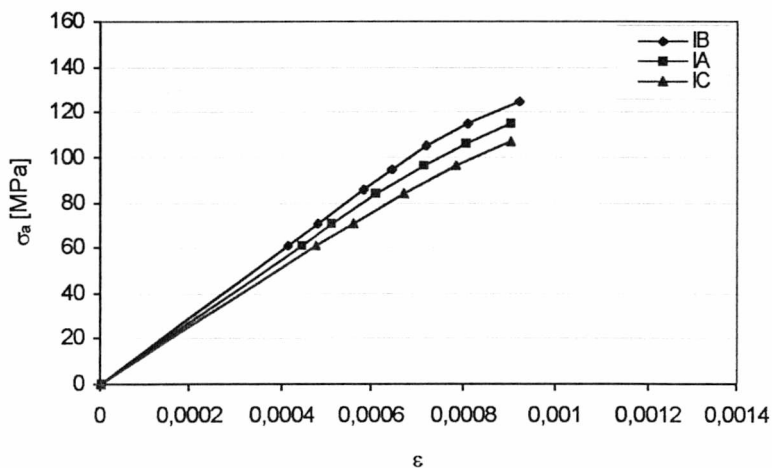
W zakresie nisko i wysokocyklowego zmęczenia jedną z charakterystyk zachowania się materiału jest wykres cyklicznego odkształcenia. Sporządzany w układzie współrzędnych  $\sigma_a - \epsilon_a$  i  $\log \sigma_a - \log \epsilon_{ap}$  służy do wyznaczania takich wielkości jak: cykliczne naprężenie plastyczne  $\sigma_{plc}$  (cykliczna granica plastyczności), cykliczny moduł Young'a  $E_c$  oraz cykliczny wykładnik wzmocnienia  $n'$  i współczynnik wytrzymałości zmęczeniowej  $k'$  z zależności Morrowa:  $\sigma_a = k'(\epsilon_{ap})^{n'}$ .

W kolejnych rozdziałach: 6.9.2.1 i 6.9.2.2 przedstawiono wyniki badań zmęczeniowych próbek stali Cr-Mn-Mo i Ni-Mo uzyskane dla stanów spiekanych i utwardzonego po nawęglaniu próżniowym w postaci wykresów cyklicznego odkształcenia, sporządzonych w obu wspomnianych układach współrzędnych.

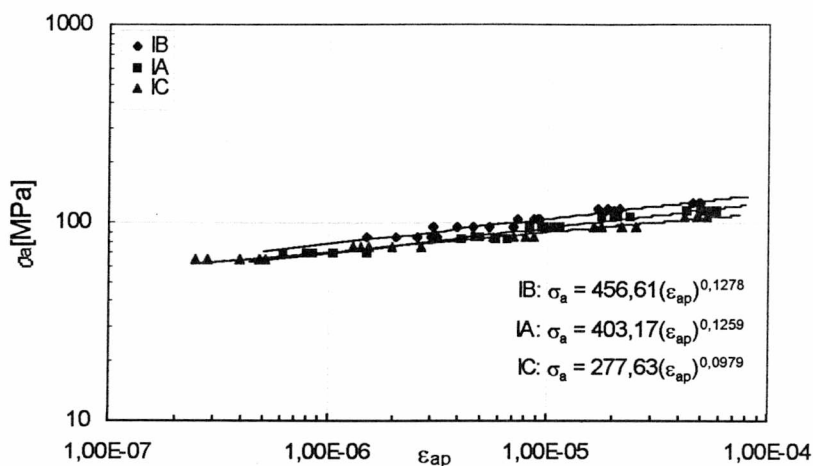
### 6. 9. 2. 1. Właściwości cykliczne materiału w stanie spiekany

Właściwości cykliczne stali Cr-Mn-Mo i Ni-Mo w stanie spiekany analizowano, rozpatrując wpływ obciążenia na wartość odkształcenia plastycznego  $\epsilon_{ap}$  i energii odkształcenia plastycznego  $\Delta W$ .

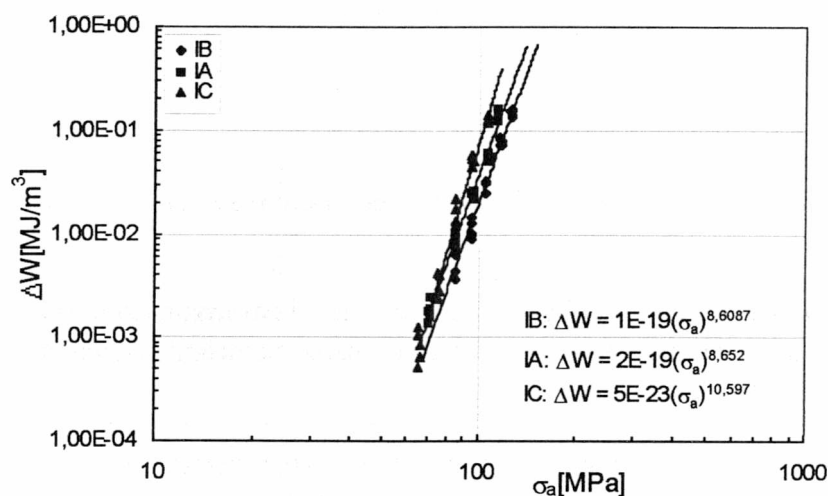
Zależności doświadczalne pomiędzy wymienionymi wielkościami, uzyskane dla próbek stali Cr-Mn-Mo dwóch wariantów I i III o gęstościach 6,8 g/cm<sup>3</sup> (C), 7,0 g/cm<sup>3</sup> (A) i 7,1 g/cm<sup>3</sup> (B), przedstawiono w postaci wykresów cyklicznego odkształcenia w układach współrzędnych:  $\sigma_a - \epsilon_a$  i  $\log \sigma_a - \log \epsilon_{ap}$  oraz wykresów w układzie współrzędnych  $\log \Delta W - \log \sigma_a$  kolejno na rysunkach: 136 ÷ 141. Wariant II zachowywał się podobnie jak wariant I. Na rysunkach 142-146 przedstawiono te same zależności uzyskane dla próbek stali Ni-Mo wariantów IV i V.



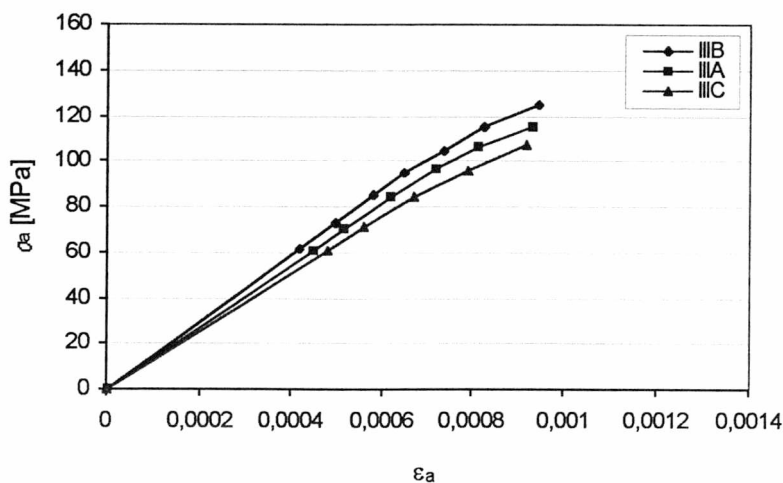
Rys. 136. Wykres cyklicznego odkształcenia dla wariantu I stali Cr-Mn-Mo w stanie spiekany o trzech gęstościach: 7,1 (B); 7,0 (A) i 6,8 (C) g/cm<sup>3</sup>.



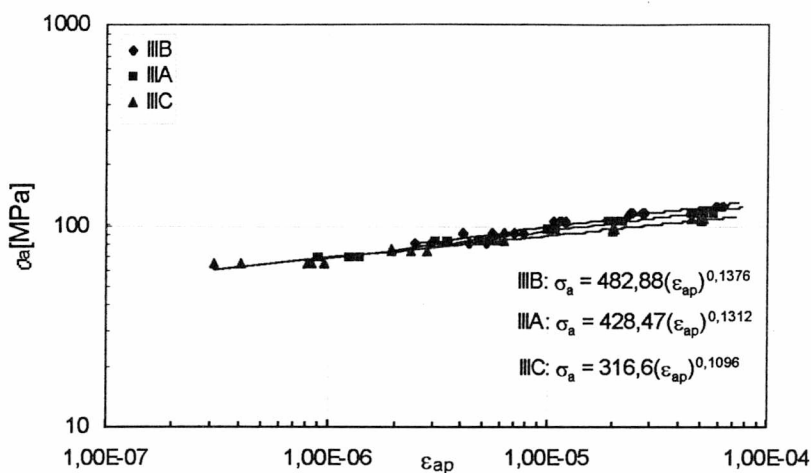
**Rys. 137.** Wykres cyklicznego odkształcenia dla wariantu I stali Cr-Mn-Mo w stanie spiekany o trzech gęstościach: 7,1 (B); 7,0 (A) i 6,8 (C) g/cm<sup>3</sup> w układzie współrzędnych logarytmicznych.



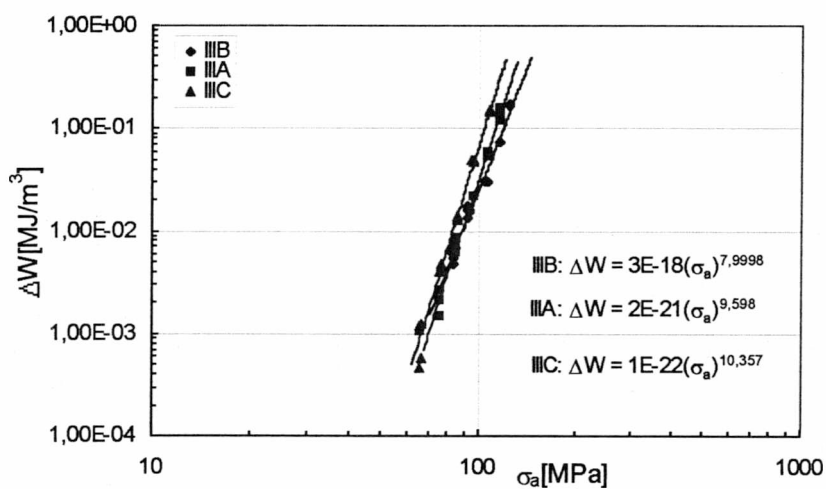
**Rys. 138.** Energia odkształcenia plastycznego  $\Delta W$  w funkcji obciążenia  $\sigma_a$  dla wariantu I stali Cr-Mn-Mo w stanie spiekany o trzech gęstościach: 7,1 (B); 7,0 (A) i 6,8 (C) g/cm<sup>3</sup> w układzie  $\log \Delta W$  -  $\log \sigma_a$ .



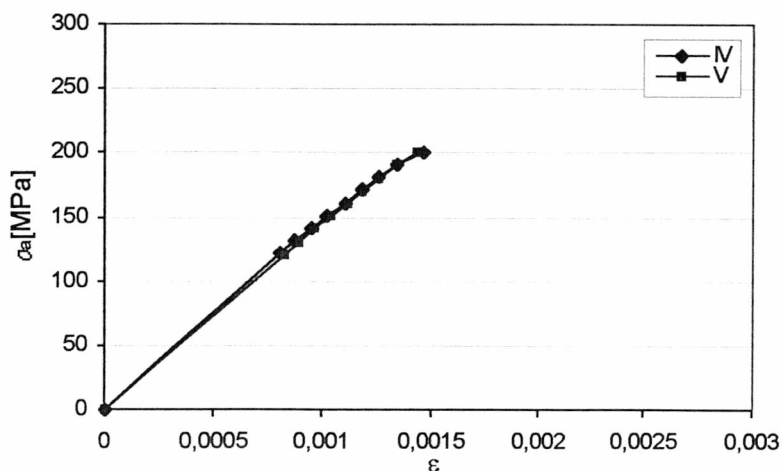
**Rys. 139.** Wykres cyklicznego odkształcenia dla wariantu III stali Cr-Mn-Mo w stanie spiekany o trzech gęstościach: 7,1 (B); 7,0 (A) i 6,8 (C) g/cm<sup>3</sup>.



**Rys. 140.** Wykres cyklicznego odkształcenia dla wariantu III stali Cr-Mn-Mo w stanie spiekany o trzech gęstościach: 7,1 (B); 7,0 (A) i 6,8 (C) g/cm<sup>3</sup> w układzie współrzędnych logarytmicznych.

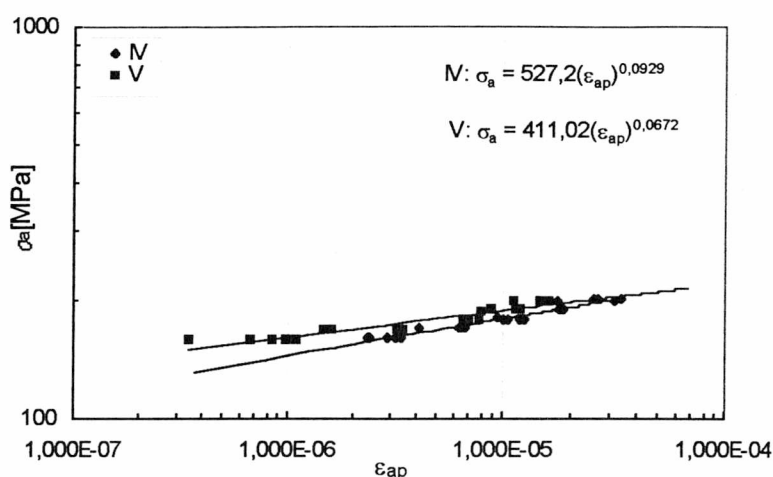


**Rys. 141.** Energia odkształcenia plastycznego  $\Delta W$  w funkcji obciążenia  $\sigma_a$  dla wariantu III stali Cr-Mn-Mo w stanie spiekany o trzech gęstościach: 7,1 (B); 7,0 (A) i 6,8 (C) g/cm<sup>3</sup> w układzie  $\log \Delta W$ - $\log \sigma_a$ .

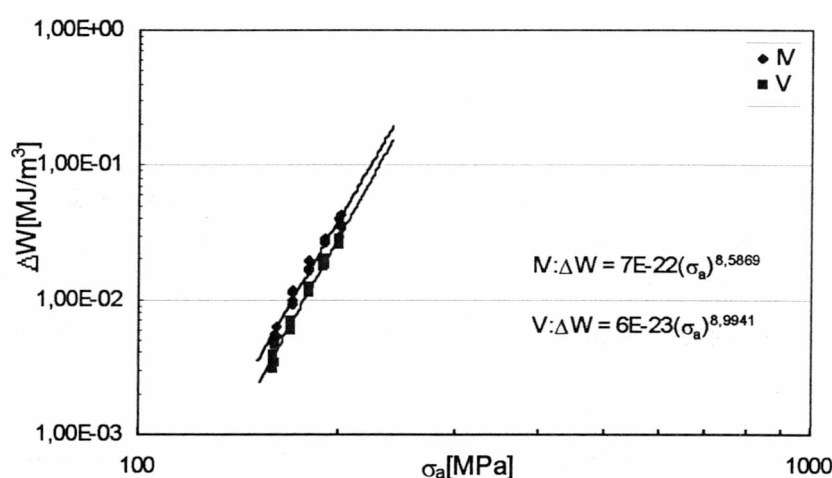


**Rys. 142.** Wykres cyklicznego odkształcenia dla dwóch wariantów IV i V stali Ni-Mo w stanie spiekany o gęstości 7,1 g/cm<sup>3</sup>





Rys. 143. Wykres cyklicznego odkształcenia dla dwóch wariantów IV i V stali Ni-Mo w stanie spiekany o gęstości  $7,1 \text{ g/cm}^3$  w układzie współrzędnych logarytmicznych.



Rys. 144. Energia odkształcenia plastycznego  $\Delta W$  w funkcji obciążenia  $\sigma_a$  dla wariantów IV i V stali Ni-Mo w stanie spiekany o gęstości  $7,1 \text{ g/cm}^3$  w układzie współrzędnych logarytmicznych.

Z uzyskanych zależności wyznaczono takie wielkości jak: cykliczna granica plastyczności  $\sigma_{plc}$ , cykliczny moduł Younga  $E_c$ , współczynnik wytrzymałości zmęczeniowej  $k'$  i wykładnik cyklicznego wzmocnienia  $n'$  dla badanych wariantów obu stali spiekanych, a ich wartości zestawiono w tabeli 20.

Aby prześledzić i porównać zmiany odkształcenia plastycznego oraz energii odkształcenia plastycznego w zależności od gęstości dla stanu spiekane wariantów I i III stali Cr-Mn-Mo, w tabeli 21 zestawiono wartości odkształcenia plastycznego i energii odkształcenia wyznaczone z uzyskanych zależności na poziomie cyklicznej granicy plastyczności dla każdej z trzech gęstości.

Porównując wyniki zestawione w tabeli 20, uzyskane dla stali Cr-Mn-Mo stwierdzono, że wraz ze wzrostem gęstości stali rosną wartości wszystkich wyznaczanych wielkości. Nie odnotowano większych różnic w wartościach poszczególnych wielkości pomiędzy wariantami I i III stali Cr-Mn-Mo przy ustalonej gęstości.

**Tabela 20.** Wybrane właściwości cykliczne stali Cr-Mn-Mo i Ni-Mo w stanie spiekany.

| Stal (wariant) | Gęstość [g/cm <sup>3</sup> ] | Cykliczna granica plastyczności $\sigma_{plc}$ [MPa] | Cykliczny moduł Younga $E_c$ [MPa] | Współczynnik wytrzymałości zmęczeniowej $k'$ | Wykładnik wzmocnienia $n'$ |
|----------------|------------------------------|------------------------------------------------------|------------------------------------|----------------------------------------------|----------------------------|
| Cr-Mn-Mo (I)   | 6,8                          | 65                                                   | 127179                             | 277,6                                        | 0,098                      |
|                | 7,0                          | 85                                                   | 137759                             | 403,2                                        | 0,1259                     |
|                | 7,1                          | 95                                                   | 148038                             | 456,6                                        | 0,1279                     |
| Cr-Mn-Mo (III) | 6,8                          | 65                                                   | 126468                             | 269                                          | 0,0924                     |
|                | 7,0                          | 85                                                   | 136376                             | 428,5                                        | 0,1312                     |
|                | 7,1                          | 95                                                   | 147675                             | 482,9                                        | 0,1376                     |
| Ni-Mo (IV)     | 7,1                          | 140                                                  | 149541                             | 527,2                                        | 0,0929                     |
| Ni-Mo (V)      | 7,1                          | 150                                                  | 146230                             | 411,02                                       | 0,0672                     |

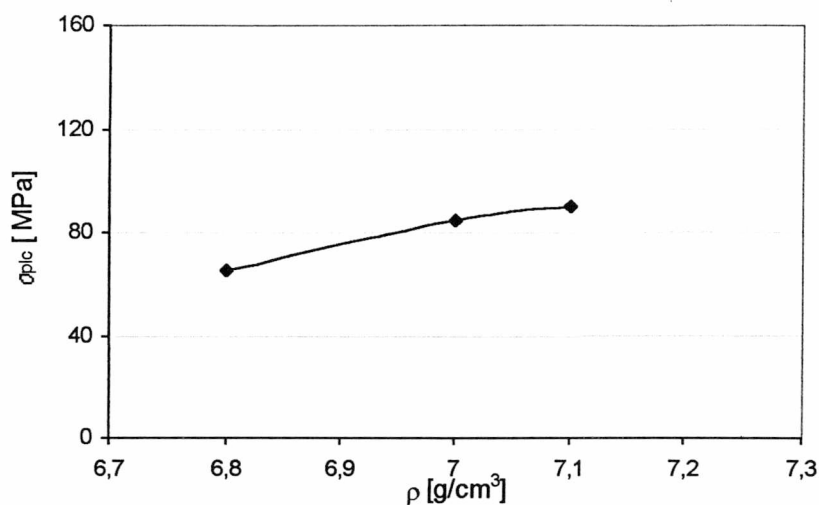
**Tabela 21.** Odształcenie plastyczne i energia odkształcenia plastycznego na poziomie cyklicznej granicy plastyczności stali Cr-Mn-Mo i Ni-Mo w stanie spiekany.

| Stal (wariant) | Gęstość [g/cm <sup>3</sup> ] | Cykliczna granica plastyczności $\sigma_{plc}$ [MPa] | Odształcenie plastyczne $\varepsilon_{ap}$ | Energia odkształcenia plastycznego $\Delta W$ [MJ/m <sup>3</sup> ] |
|----------------|------------------------------|------------------------------------------------------|--------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------|
| Cr-Mn-Mo (I)   | 6,8                          | 65                                                   | $3,68 \cdot 10^{-7}$                       | $8,14 \cdot 10^{-4}$                                               |
|                | 7,0                          | 85                                                   | $4,25 \cdot 10^{-6}$                       | $9,78 \cdot 10^{-3}$                                               |
|                | 7,1                          | 95                                                   | $4,66 \cdot 10^{-6}$                       | $1,07 \cdot 10^{-2}$                                               |
| Cr-Mn-Mo (III) | 6,8                          | 65                                                   | $2,11 \cdot 10^{-7}$                       | $6,05 \cdot 10^{-4}$                                               |
|                | 7,0                          | 85                                                   | $4,42 \cdot 10^{-6}$                       | $6,66 \cdot 10^{-3}$                                               |
|                | 7,1                          | 95                                                   | $7,38 \cdot 10^{-6}$                       | $1,99 \cdot 10^{-2}$                                               |
| Ni-Mo (IV)     | 7,1                          | 140                                                  | $6,36 \cdot 10^{-7}$                       | $1,88 \cdot 10^{-3}$                                               |
| Ni-Mo (V)      | 7,1                          | 150                                                  | $3,06 \cdot 10^{-7}$                       | $2,24 \cdot 10^{-3}$                                               |

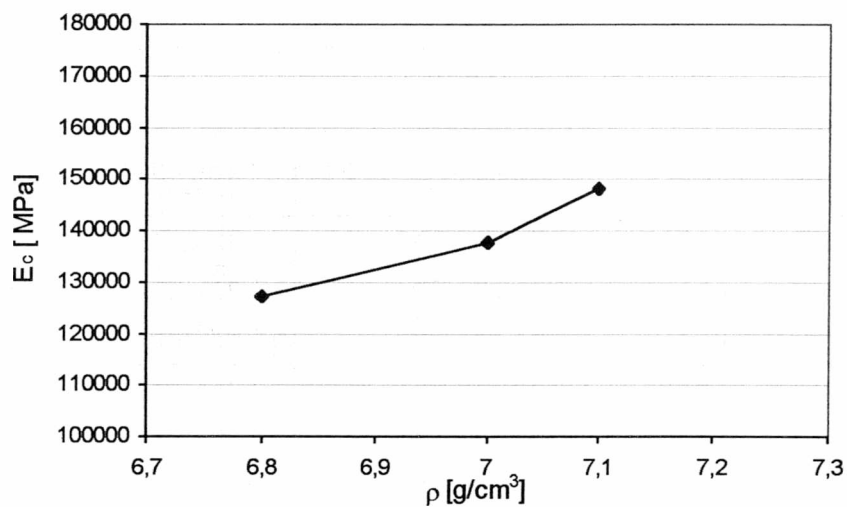
Zbliżone co do wartości są także odkształcenie plastyczne i energia odkształcenia plastycznego, wyznaczone na poziomie cyklicznej granicy plastyczności dla każdej z trzech gęstości, obu wariantów stali Cr-Mn-Mo - tabela 21. Najmniejsze odkształcenie plastyczne występuje dla gęstości 6,8 g/cm<sup>3</sup>, a największe dla 7,1 g/cm<sup>3</sup>. Podobny charakter zmian związany z gęstością wykazuje energia odkształcenia plastycznego.

Niewielkie różnice w wartościach wyznaczanych wielkości występują pomiędzy wariantami IV i V stali Ni-Mo. Wariant V posiada nieco wyższą cykliczną granicę plastyczności.

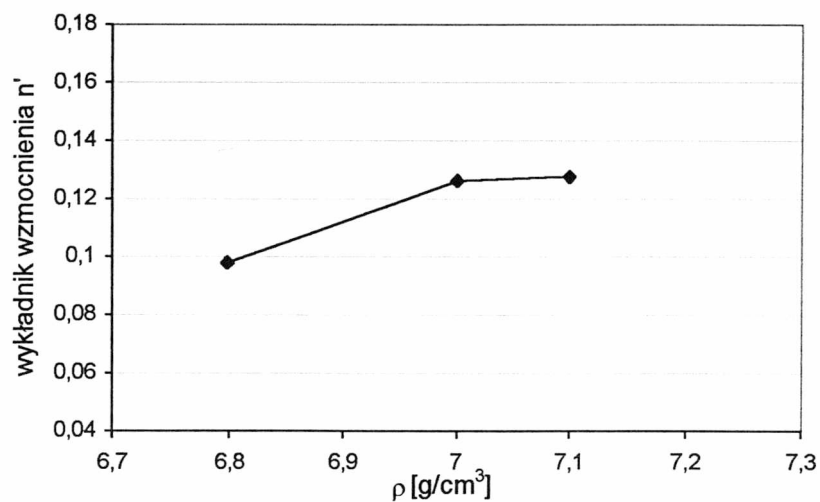
Odnosząc do stali spiekanej Cr-Mn-Mo wpływ gęstości na cykliczną granicę plastyczności, cykliczny moduł Younga oraz cykliczny wykładnik wzmocnienia  $n'$  przedstawiono na rysunkach 145 – 147 na przykładzie wariantu I.



Rys. 145. Zależność pomiędzy cykliczną granicą plastyczności  $\sigma_{plc}$  a gęstością dla wariantu I stali Cr-Mn-Mo w stanie spiekany.



Rys. 146. Zależność pomiędzy cyklicznym modułem Younga  $E_c$  a gęstością dla wariantu I stali Cr-Mn-Mo w stanie spiekany.

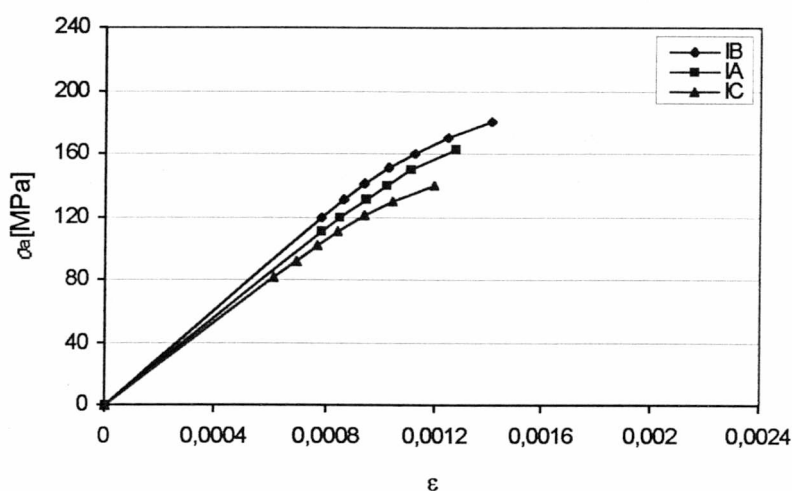


Rys. 147. Zależność pomiędzy wykładnikiem wzmocnienia  $n'$  a gęstością dla wariantu I stali Cr-Mn-Mo w stanie spiekany.

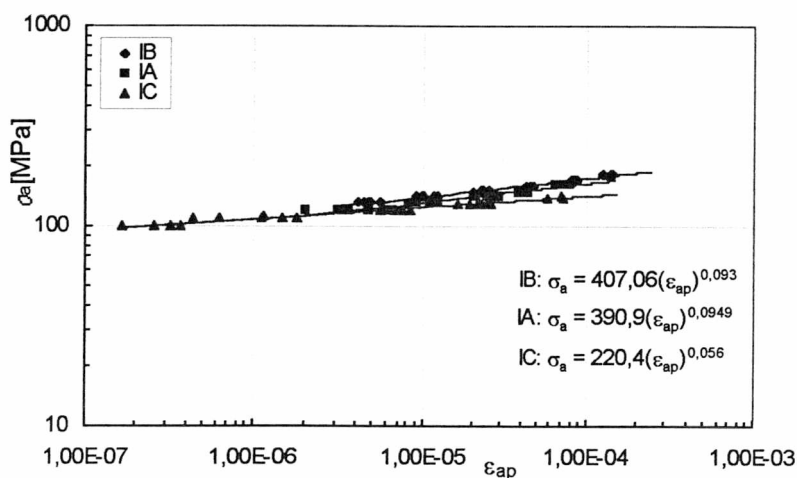
## 6. 9. 2. 2. Właściwości cykliczne materiału w stanie utwardzonym

Podobnie jak dla stanu spiekane go właściwości cykliczne stali spiekanych Cr-Mn-Mo i Ni-Mo w stanie utwardzonym, po nawęglaniu w temperaturze 1040°C i czasie 20 minut oraz dodatkowo 40 minut dla wariantu I stali Cr-Mn-Mo, analizowano rozpatrując wpływ obciążenia na wartość odkształcenia plastycznego  $\varepsilon_{ap}$  i energii odkształcenia plastycznego  $\Delta W$ . Stany utwardzone po nawęglaniu w temperaturze 1040°C w czasach 20 i 40 minut nazwano i oznaczono dalej odpowiednio: stanem utwardzonym pierwszym SU1 i stanem utwardzonym drugim SU2.

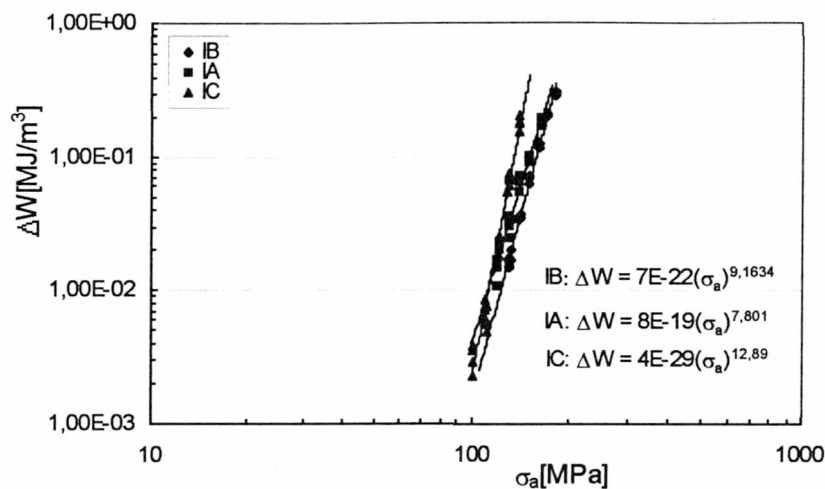
Zależności doświadczalne pomiędzy wymienionymi wielkościami uzyskane dla próbek stali Cr-Mn-Mo wariantów I i III o gęstościach 6,8 g/cm<sup>3</sup> (C), 7,0 g/cm<sup>3</sup> (A) i 7,1 g/cm<sup>3</sup> (B) przedstawiono w postaci wykresów cyklicznego odkształcenia w układach współrzędnych  $\sigma_a - \varepsilon_a$  i  $\log \sigma_a - \log \varepsilon_{ap}$  oraz wykresów w układzie współrzędnych  $\log \Delta W - \log \sigma_a$  kolejno na rysunkach od 148 do 156. Wariant II zachowywał się w trakcie prób zmęczeniowych podobnie jak wariant I. Na rysunku 157 przedstawiono wykres cyklicznego odkształcenia w układzie współrzędnych  $\sigma_a - \varepsilon_a$  dla wariantów IV i V stali Ni-Mo.



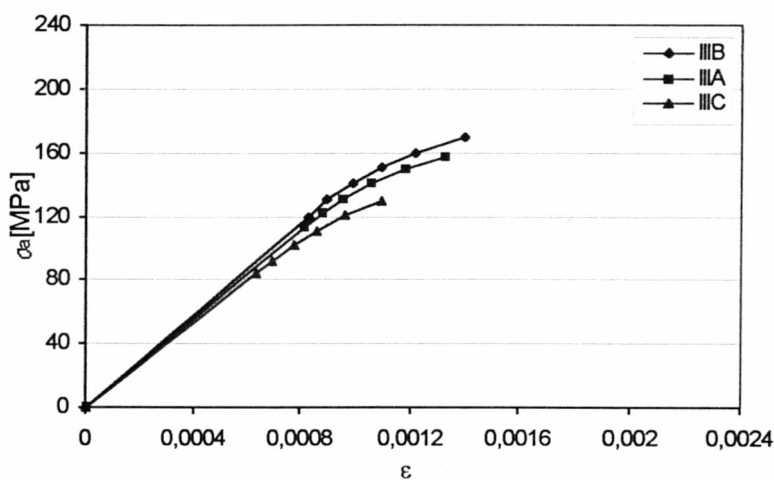
Rys. 148. Wykres cyklicznego odkształcenia dla wariantu I stali Cr-Mn-Mo o gęstościach: 7,1 (B); 7,0 (A) i 6,8 (C) g/cm<sup>3</sup> w stanie utwardzonym SU1.



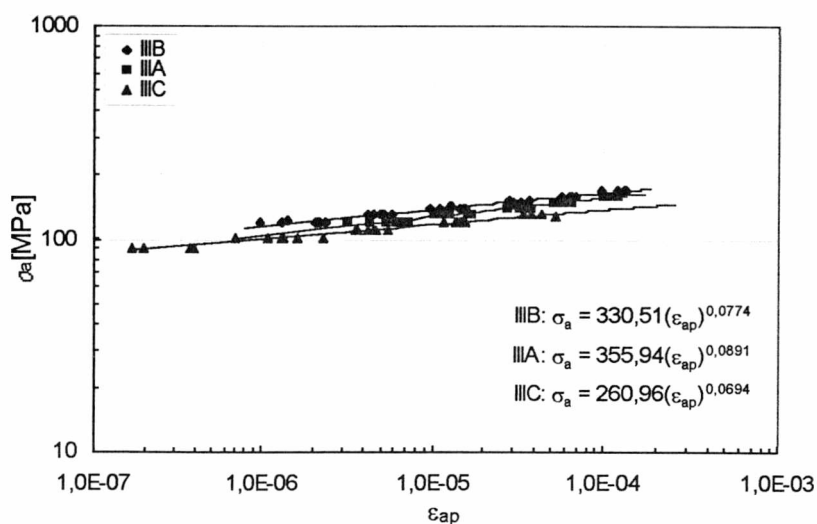
Rys. 149. Wykres cyklicznego odkształcenia dla wariantu I stali Cr-Mn-Mo o gęstościach: 7,1(B); 7,0(A); 6,8(C) g/cm<sup>3</sup> w stanie utwardzonym SU1, w układzie współrzędnych logarytmicznych.



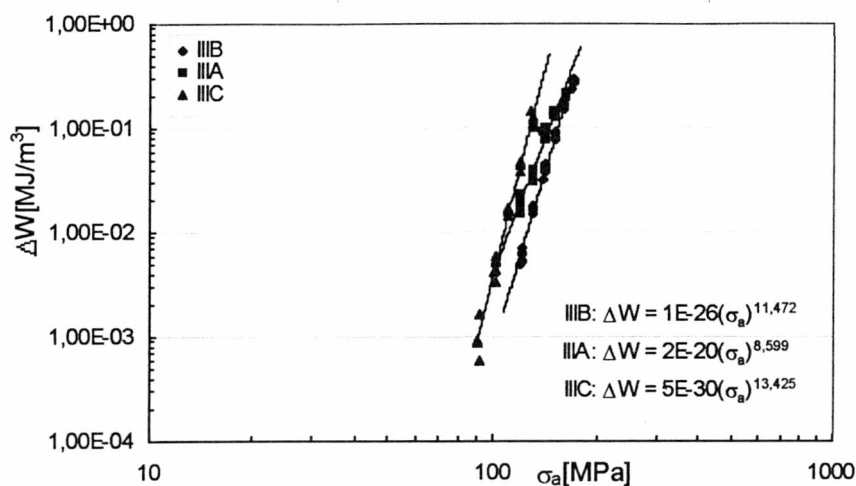
Rys. 150. Energia odkształcenia plastycznego  $\Delta W$  w funkcji obciążenia  $\sigma_a$  dla wariantu I stali Cr-Mn-Mo o gęstościach: 7,1 (B); 7,0 (A) i 6,8 (C)  $\text{g/cm}^3$  w stanie utwardzonym SU1, w układzie  $\log \Delta W - \log \sigma_a$ .



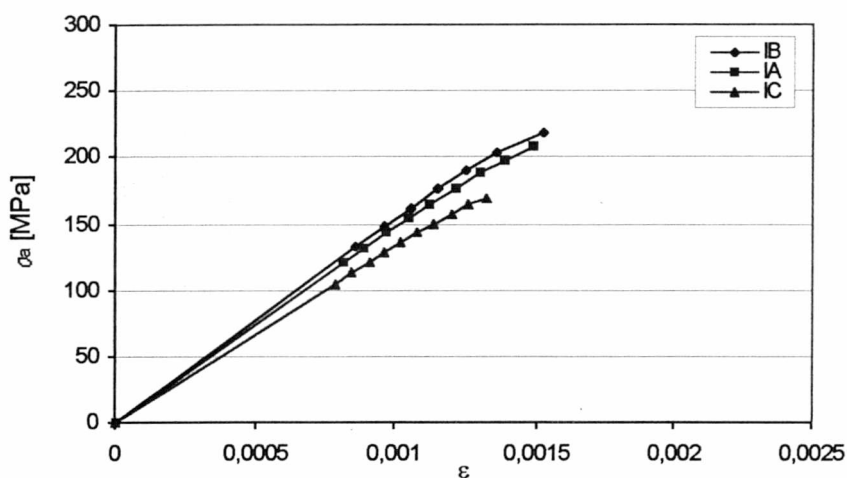
Rys. 151. Wykres cyklicznego odkształcenia dla wariantu III stali Cr-Mn-Mo o gęstościach: 7,1 (B); 7,0 (A) i 6,8 (C)  $\text{g/cm}^3$  w stanie utwardzonym SU1.



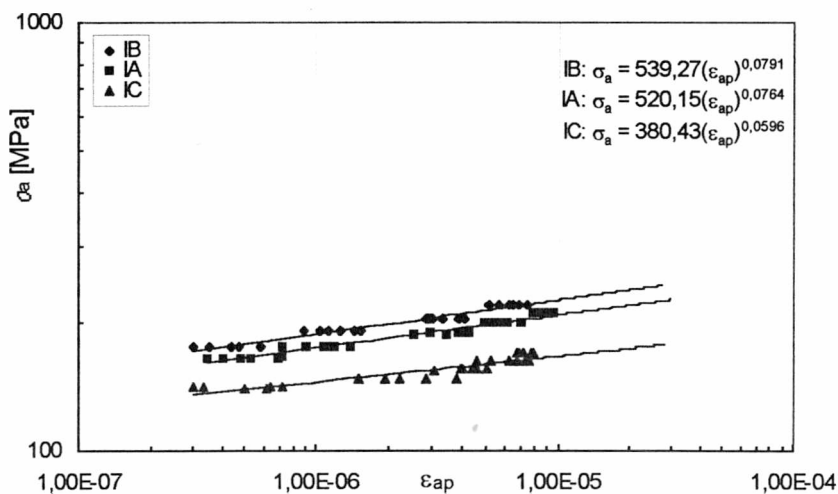
Rys. 152. Wykres cyklicznego odkształcenia dla wariantu III stali Cr-Mn-Mo o gęstościach: 7,1 (B); 7,0 (A) i 6,8 (C)  $\text{g/cm}^3$  w stanie utwardzonym SU1, w układzie współrzędnych logarytmicznych.



Rys. 153. Energia odkształcenia plastycznego  $\Delta W$  w funkcji obciążenia  $\sigma_a$  dla wariantu III stali Cr-Mn-Mo o gęstościach: 7,1 (B); 7,0 (A) i 6,8 (C) g/cm<sup>3</sup> w stanie utwardzonym SU1, w układzie  $\log \Delta W - \log \sigma_a$ .

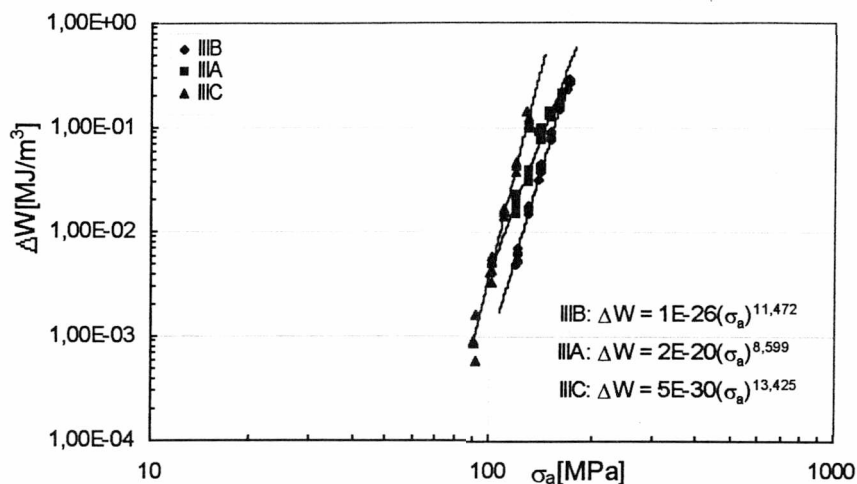


Rys. 154. Wykres cyklicznego odkształcenia dla wariantu I stali Cr-Mn-Mo o gęstościach: 7,1 (B); 7,0 (A) i 6,8 (C) g/cm<sup>3</sup> w stanie utwardzonym SU2.

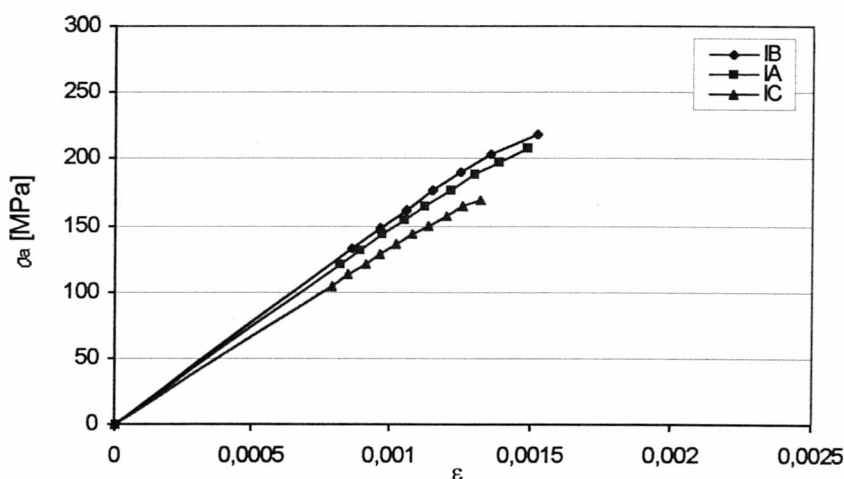


Rys. 155. Wykres cyklicznego odkształcenia dla wariantu I stali Cr-Mn-Mo o gęstościach: 7,1 (B); 7,0 (A) i 6,8 (C) g/cm<sup>3</sup> w stanie utwardzonym SU2, w układzie współrzędnych logarytmicznych.

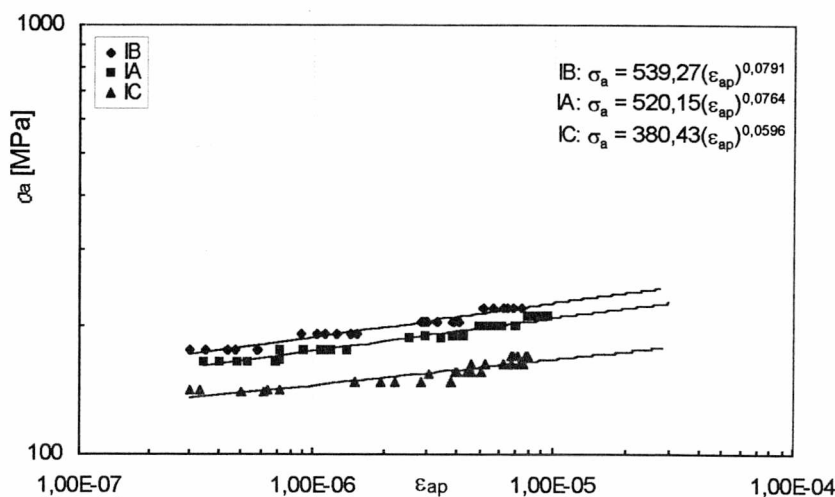




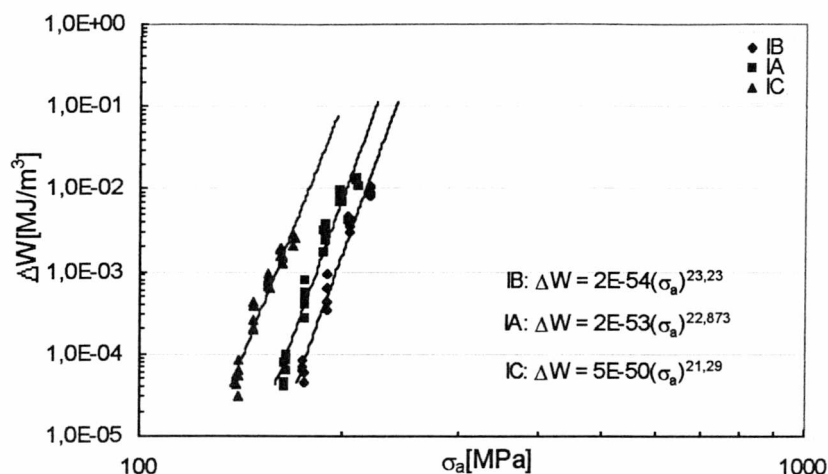
Rys. 153. Energia odkształcenia plastycznego  $\Delta W$  w funkcji obciążenia  $\sigma_a$  dla wariantu III stali Cr-Mn-Mo o gęstościach: 7,1 (B); 7,0 (A) i 6,8 (C) g/cm<sup>3</sup> w stanie utwardzonym SU1, w układzie  $\log \Delta W$ - $\log \sigma_a$ .



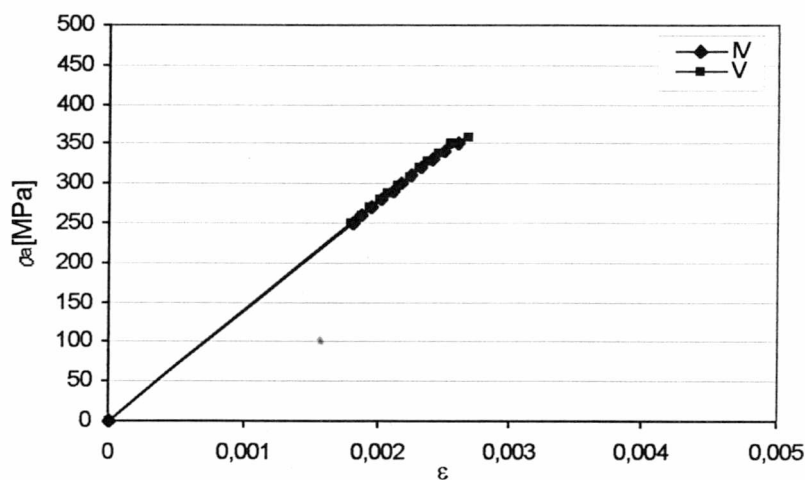
Rys. 154. Wykres cyklicznego odkształcenia dla wariantu I stali Cr-Mn-Mo o gęstościach: 7,1 (B); 7,0 (A) i 6,8 (C) g/cm<sup>3</sup> w stanie utwardzonym SU2.



Rys. 155. Wykres cyklicznego odkształcenia dla wariantu I stali Cr-Mn-Mo o gęstościach: 7,1 (B); 7,0 (A) i 6,8 (C) g/cm<sup>3</sup> w stanie utwardzonym SU2, w układzie współrzędnych logarytmicznych.



Rys. 156. Energia odkształcenia plastycznego  $\Delta W$  w funkcji obciążenia  $\sigma_a$  dla wariantu I stali Cr-Mn-Mo o gęstościach: 7,1 (B); 7,0 (A) i 6,8 (C) g/cm<sup>3</sup> w stanie utwardzonym SU2, w układzie log $\Delta W$ -log $\sigma_a$ .



Rys. 157. Wykres cyklicznego odkształcenia dla wariantów IV i V stali Ni-Mo w stanie utwardzonym SU1.

Ze względu na bardzo małe i często ujemne wartości kąta przesunięcia fazowego  $\phi$  rejestrowane pomiędzy sygnałami obciążenia i odkształcenia w trakcie prób, w całym zakresie obciążenia, dla próbek stali Ni-Mo obu wariantów w stanie utwardzonym nie udało się zbudować pozostałych wykresów przedstawiających wpływ obciążenia  $\sigma_a$  na odkształcenie plastyczne  $\varepsilon_{ap}$  i energię odkształcenia plastycznego  $\Delta W$ .

Podobnie jak dla stanu spiekane go z uzyskanych zależności dla obu stanów utwardzonych wariantu I stali Cr-Mn-Mo (różniących się efektywną grubością warstwy nawęglonej) i stanu utwardzonego SU1 wariantu III wyznaczono takie wielkości jak: cykliczną granicę plastyczności  $\sigma_{plc}$ , cykliczny moduł Younga  $E_c$ , współczynnik wytrzymałości zmęczeniowej  $k'$  i wykładnik wzmocnienia  $n'$ . Otrzymane wartości wymienionych wielkości dla trzech gęstości każdego wariantu zestawiono w tabeli 22.

Dla obu wariantów stali Ni-Mo, z powodu wspomnianych wcześniej trudności pomiarowych odkształcenia plastycznego  $\varepsilon_{ap}$  i energii odkształcenia  $\Delta W$ , wyznaczono tylko cykliczną granicę plastyczności i cykliczny moduł Younga, których wartości podano w tabeli 22.

Aby prześledzić i porównać zmiany odkształcenia plastycznego oraz energii odkształcenia plastycznego w zależności od gęstości dla stanu utwardzonego wariantów I i III stali Cr-Mn-Mo, w tabeli 23 zestawiono wartości odkształcenia plastycznego i energii odkształcenia plastycznego wyznaczone z uzyskanych zależności na poziomie cyklicznej granicy plastyczności dla każdej z trzech gęstości.

**Tabela 22.** Wybrane właściwości cykliczne stali Cr-Mn-Mo i Ni-Mo w stanie utwardzonym.

| Stan utwardzony | Stal (wariant) | Gęstość [g/cm <sup>3</sup> ] | Cykliczna granica plastyczności $\sigma_{plc}$ [MPa] | Cykliczny moduł Younga $E_c$ [GPa] | Współczynnik $k'$ | Wykładnik wzmocnienia $n'$ |
|-----------------|----------------|------------------------------|------------------------------------------------------|------------------------------------|-------------------|----------------------------|
| SU1             | Cr-Mn-Mo (I)   | 6,8                          | 90                                                   | 133                                | 220,4             | 0,056                      |
|                 |                | 7,0                          | 120                                                  | 141                                | 390,9             | 0,095                      |
|                 |                | 7,1                          | 130                                                  | 153                                | 407,1             | 0,093                      |
|                 | Cr-Mn-Mo (III) | 6,8                          | 90                                                   | 131                                | 260,96            | 0,0694                     |
|                 |                | 7,0                          | 120                                                  | 140                                | 355,94            | 0,0891                     |
|                 |                | 7,1                          | 130                                                  | 151                                | 330,5             | 0,0774                     |
| SU2             | Cr-Mn-Mo (I)   | 6,8                          | 135                                                  | 135                                | 380,43            | 0,0596                     |
|                 |                | 7,0                          | 160                                                  | 146                                | 520,15            | 0,0764                     |
|                 |                | 7,1                          | 165                                                  | 154                                | 539,27            | 0,0791                     |
| SU1             | Ni-Mo (IV)     | 7,1                          | 270                                                  | 139                                |                   |                            |
|                 | Ni-Mo (V)      |                              | 280                                                  | 140                                |                   |                            |

**Tabela 23.** Odkształcenie plastyczne i energia odkształcenia plastycznego na poziomie cyklicznej granicy plastyczności dla wariantu I i III stali Cr-Mn-Mo w stanie utwardzonym.

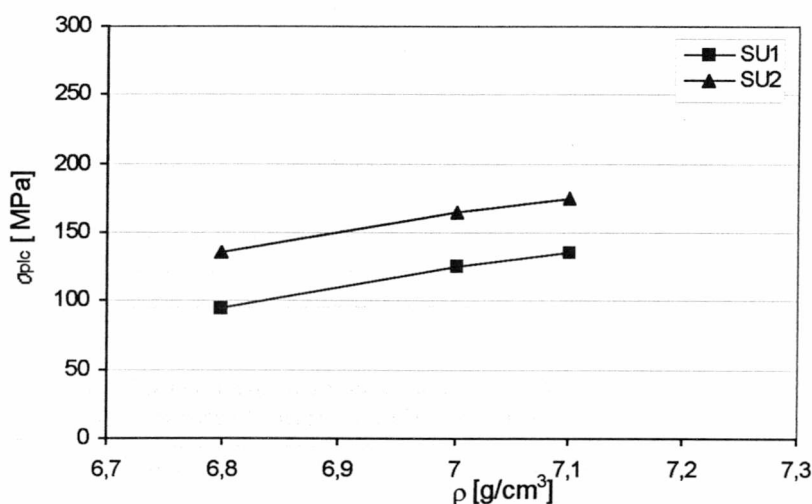
| Stan utwardzony | Stal (wariant) | Gęstość [g/cm <sup>3</sup> ] | Cykliczna granica plastyczności $\sigma_{plc}$ [MPa] | Odkształcenie plastyczne $\epsilon_{ap}$ | Energia odkształcenia plastycznego $\Delta W$ [MJ/m <sup>3</sup> ] |
|-----------------|----------------|------------------------------|------------------------------------------------------|------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------|
| SU1             | Cr-Mn-Mo (I)   | 6,8                          | 90                                                   | $1,13 \cdot 10^{-7}$                     | $6,20 \cdot 10^{-4}$                                               |
|                 |                | 7,0                          | 120                                                  | $3,99 \cdot 10^{-6}$                     | $1,32 \cdot 10^{-2}$                                               |
|                 |                | 7,1                          | 130                                                  | $4,67 \cdot 10^{-6}$                     | $1,64 \cdot 10^{-2}$                                               |
|                 | Cr-Mn-Mo (III) | 6,8                          | 90                                                   | $2,18 \cdot 10^{-7}$                     | $8,80 \cdot 10^{-4}$                                               |
|                 |                | 7,0                          | 120                                                  | $5,02 \cdot 10^{-6}$                     | $1,51 \cdot 10^{-2}$                                               |
|                 |                | 7,1                          | 130                                                  | $5,81 \cdot 10^{-6}$                     | $1,78 \cdot 10^{-2}$                                               |
| SU2             | Cr-Mn-Mo (I)   | 6,8                          | 135                                                  | $2,82 \cdot 10^{-8}$                     | $1,19 \cdot 10^{-4}$                                               |
|                 |                | 7,0                          | 160                                                  | $1,99 \cdot 10^{-7}$                     | $5,20 \cdot 10^{-3}$                                               |
|                 |                | 7,1                          | 165                                                  | $3,15 \cdot 10^{-7}$                     | $6,50 \cdot 10^{-3}$                                               |

Wyniki zestawione w tabeli 22 uzyskane dla obu wariantów stali Cr-Mn-Mo w stanie utwardzonym SU1 nie wykazują istotnych różnic. W obrębie każdego wariantu stali Cr-Mn-Mo znajdującego się w stanie utwardzonym SU1 wzrost gęstości wywołuje wzrost wyznaczonych wielkości. Porównując wyniki uzyskane dla wariantu I stali Cr-Mn-Mo w obu stanach utwardzenia przy ustalonej gęstości, odnotowano większe wartości cyklicznej granicy plastyczności i modułu Younga oraz nieznacznie mniejsze wartości wykładnika wzmocnienia  $n'$  dla stanu utwardzonego SU2. W porównaniu do stanu SU1 próbki stali Cr-Mn-Mo w stanie SU2 posiadały większą o ok. 0,3 mm efektywną grubość warstwy nawęglonej.

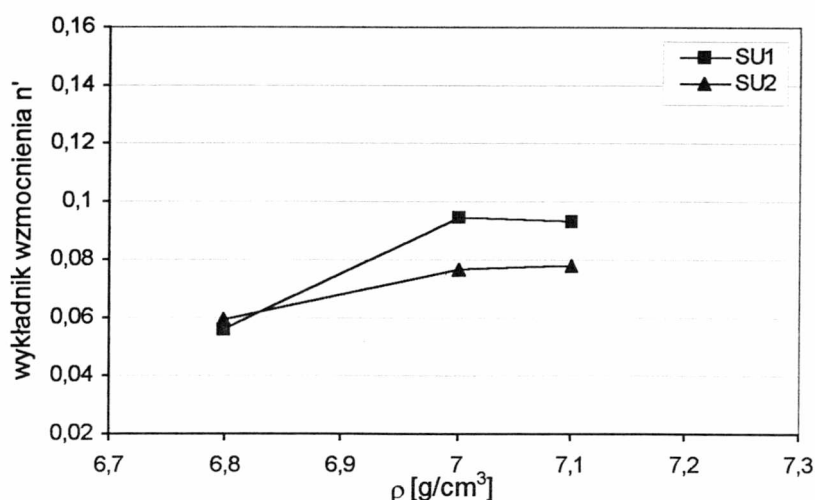
Nieznacznie większe wartości cyklicznej granicy plastyczności i modułu Younga odnotowano dla wariantu V w porównaniu do wariantu IV stali Ni-Mo.

Wartości odkształcenia plastycznego i energii odkształcenia plastycznego, wyznaczone na poziomie cyklicznej granicy plastyczności dla każdej z trzech gęstości, obu wariantów I i III stali Cr-Mn-Mo w stanie utwardzonym SU1 nie wykazują większych różnic. Nieznacznie większe wartości odkształcenia i energii odkształcenia plastycznego występują dla wariantu III stali Cr-Mn-Mo. Wyraźniejsze różnice w wartościach wspomnianych wielkości występują pomiędzy dwoma stanami utwardzonymi SU1 i SU2 wariantu I stali Cr-Mn-Mo. Przejawiają się one w mniejszych wartościach odkształcenia plastycznego i energii odkształcenia plastycznego dla stanu utwardzonego SU2, dla każdej z trzech gęstości.

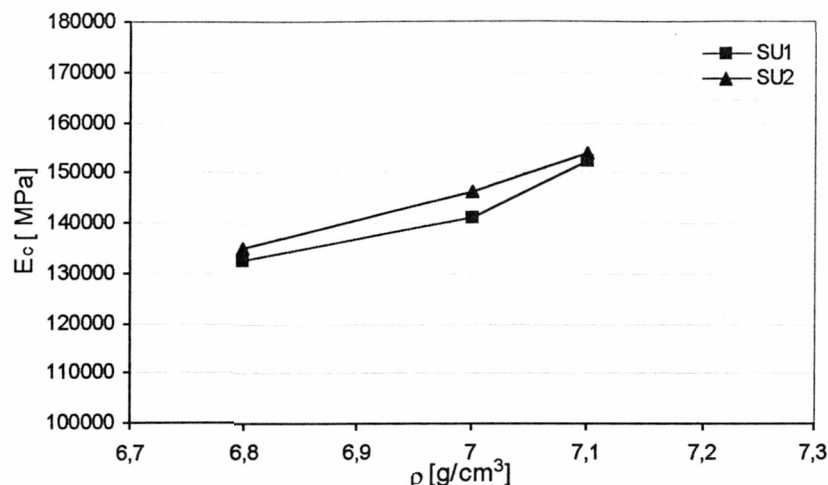
Dla zobrazowania wpływu gęstości na wyznaczone wielkości oraz odnotowanych różnic w ich wartościach, na rysunkach 158 - 160 przedstawiono następujące zależności:  $\sigma_{plc} = f(\rho)$ ;  $E_c = f(\rho)$  i  $n' = f(\rho)$  dla obu stanów utwardzonych SU1 i SU2 wariantu I stali Cr-Mn-Mo.



**Rys. 158.** Zależność między cykliczną granicą plastyczności  $\sigma_{plc}$  a gęstością dla wariantu I stali Cr-Mn-Mo w stanie utwardzonym SU1 i SU2.



**Rys. 159.** Zależność między cyklicznym modułem Younga  $E_c$  a gęstością dla wariantu I stali Cr-Mn-Mo w stanie utwardzonym SU1 i SU2.

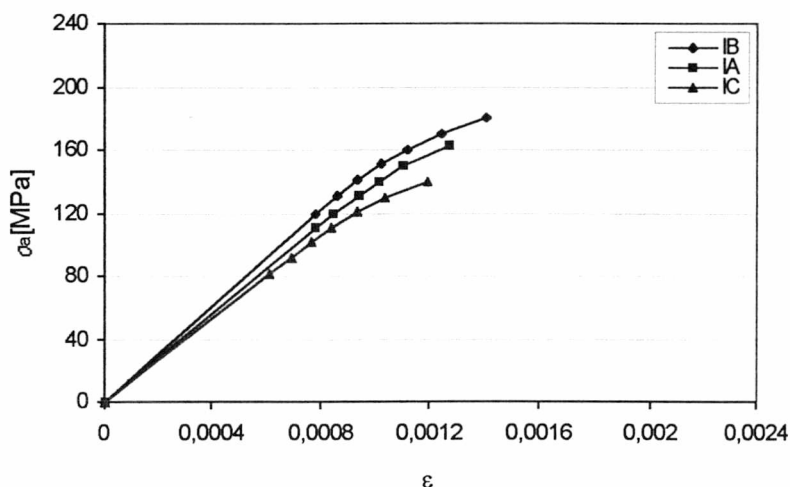


Rys. 160. Zależność pomiędzy wykładnikiem wzmocnienia  $n'$  a gęstością dla wariantu I stali Cr-Mn-Mo w stanie utwardzonym SU1 i SU2

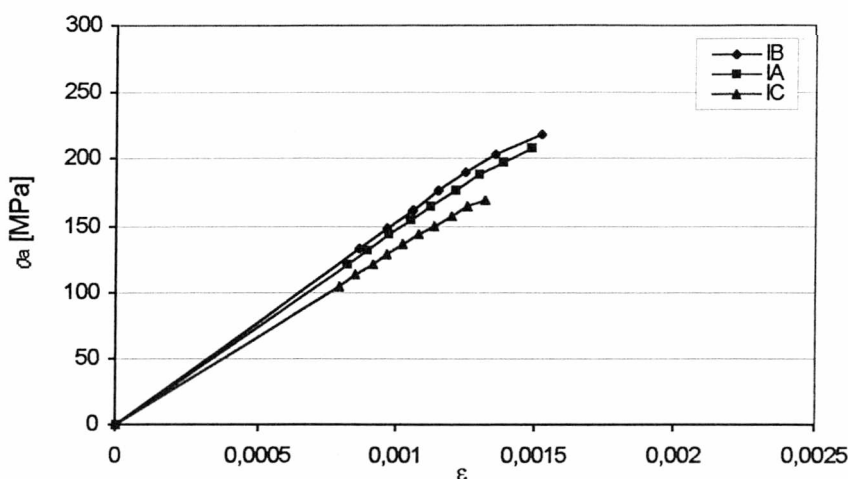
### 6. 9. 3. Wpływ grubości warstw nawęglonych na cykliczną granicę plastyczności

Wpływ grubości warstw nawęglonych na cykliczną granicę plastyczności rozpatrywano na przykładzie wariantu I stali Cr-Mn-Mo o trzech gęstościach 6,8; 7,0 i 7,1 g/cm<sup>3</sup>, nawęglanego próżniowo w temperaturze 1040°C i czasie 20 oraz 40 mniut. Wykresy cyklicznego odkształcenia dla trzech gęstości wariantu I stali Cr-Mn-Mo po nawęglaniu w dwóch wspomnianych czasach, z których wyznaczano cykliczną granicę plastyczności, przedstawiono na rysunkach 161 i 162. Efektywna grubość warstw  $g_h$  nawęglonych po hartowaniu wynosiła odpowiednio:

- dla próbek nawęglanych w czasie 20 min. : 0,8 mm – wariant IB,  
0,9 mm – wariant IA,  
1,15 mm – wariant IC;
- dla próbek nawęglanych w czasie 40 min. : 1,1 mm – wariant IB,  
1,2 mm – wariant IA,  
1,45 mm – wariant IC.



Rys. 161. Wykres cyklicznego odkształcenia dla wariantu I stali Cr-Mn-Mo o trzech gęstościach: 7,1 (B), 7,0 (A) i 6,8 (C) g/cm<sup>3</sup> w stanie utwardzonym po nawęglaniu w temperaturze 1040°C i czasie 20 min.



**Rys. 162.** Wykres cyklicznego odkształcenia dla wariantu I stali Cr-Mn-Mo o trzech gęstościach: 7,1 (B), 7,0 (A) i 6,8 (C) g/cm<sup>3</sup> w stanie utwardzonym po nawęglaniu w temperaturze 1040°C i czasie 40 min.

Wyznaczone z wykresów cyklicznego odkształcenia wartości cyklicznej granicy plastyczności  $\sigma_{plc}$  dla trzech gęstości wariantu I stali Cr-Mn-Mo i dwóch czasów nawęglania zestawiono w tabeli 24.

**Tabela 24.** Wartości cyklicznej granicy plastyczności dla wariantu I stali Cr-Mn-Mo o trzech gęstościach po nawęglaniu w temperaturze 1040°C, w czasie 20 i 40 min.

| Próbka | Gęstość [g/cm <sup>3</sup> ] | Parametry nawęglania<br>T/t <sub>N</sub> /t <sub>D</sub><br>[°C]/[min]/[min] | Cykliczna granica plastyczności $\sigma_{plc}$ [MPa] | Efektywna grubość warstwy nawęglonej $g_h$ [mm] |
|--------|------------------------------|------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------|-------------------------------------------------|
| IB     | 7,1                          | 1040/5/15                                                                    | 130                                                  | 0,8                                             |
| IA     | 7,0                          | 1040/5/15                                                                    | 120                                                  | 0,9                                             |
| IC     | 6,8                          | 1040/5/15                                                                    | 95                                                   | 1,15                                            |
| IB     | 7,1                          | 1040/10/30                                                                   | 165                                                  | 1,1                                             |
| IA     | 7,0                          | 1040/10/30                                                                   | 160                                                  | 1,2                                             |
| IC     | 6,8                          | 1040/10/30                                                                   | 135                                                  | 1,45                                            |

Uzyskane wyniki wskazują na wzrost cyklicznej granicy plastyczności wywołany wzrostem efektywnej grubości warstwy nawęglonej. Zwiększenie efektywnej grubości warstwy o 0,3 mm spowodowało przyrost cyklicznej granicy plastyczności dla każdej z trzech gęstości stali Cr-Mn-Mo odpowiednio o : 40 MPa dla 6,8 g/cm<sup>3</sup>; 40 MPa dla 7,0 g/cm<sup>3</sup> i 35 MPa dla 7,1 g/cm<sup>3</sup>. Najmniejszy względny przyrost cyklicznej granicy plastyczności, wynoszący ok. 27% występuje dla gęstości 7,1 g/cm<sup>3</sup>, a największy ok. 50% dla 6,8 g/cm<sup>3</sup>.

spiekaniu oraz po hartowaniu. W stopowych stalach spiekanych rzadko występuje chrom Cr i mangan Mn z powodu trudności technologicznych, związanych z tworzeniem się tlenków i azotków na powierzchni swobodnej cząstek proszku podczas spiekania w stosowanych atmosferach przemysłowych, jakimi są zdysocjowany amoniak ( $\text{NH}_3$ ) i atmosfery na bazie azotu ( $\text{N}_2 + \text{H}_2$ ). Potwierdzeniem zachodzenia tych zjawisk są wyniki analizy chemicznej, przeprowadzonej na zawartość azotu zamieszczone w pracy [35], gdzie w czystym żelazie spiekany w atmosferze  $95\%\text{N}_2 + 5\%\text{H}_2$  stwierdzono ok. 0,025%  $\text{N}_2$ , podczas gdy w spiekach żelaza z Cr spiekanych w tej samej atmosferze zawartość azotu wynosiła ok. 0,060%. Trwałe azotki na powierzchni cząstek proszku stają się barierami dyfuzyjnymi i blokują ich rozpuszczalność w osnowie żelaza (Fe). W przeciwieństwie do chromu (Cr) mangan (Mn) nie tworzy trwałych azotków podczas spiekania w atmosferze  $\text{N}_2 + \text{H}_2$ . Pomimo większego powinowactwa do tlenu łatwiej jest go rozpuścić w żelazie (Fe) dzięki temu, że jego tlenki mogą być redukowane węglem.

Na rozpuszczalność elementarnych proszków pierwiastków stopowych w osnowie żelaza (Fe) oprócz barier dyfuzyjnych w postaci tlenków i azotków duży wpływ ma wielkość cząstek użytego proszku i wielkość ich powierzchni właściwej, szczególnie w procesach spiekania w fazie stałej przy tworzeniu się substytucyjnych roztworów stałych.

Do wykonania próbek stali Cr-Mn-Mo użyto proszków o następujących frakcjach: Mn  $\leq 88 \mu\text{m}$ ; Cr i Mo  $\leq 150 \mu\text{m}$ . Badania mikroskopowe próbek stali Cr-Mn-Mo w stanie spiekany przeprowadzone za pomocą mikroskopu świetlnego i skaningowego (SEM) ujawniły obecność pojedynczych, nie rozpuszczonych cząstek proszku Cr i Mo. Nie stwierdzono natomiast obecności cząstek Mn, co potwierdza jego lepszą rozpuszczalność, w tym przypadku związaną także z jego mniejszą frakcją. Pierwiastki stopowe rozpuszczone w ferrycie wpływają na podwyższenie jego wytrzymałości i zarazem obniżenie plastyczności. Dla określenia wpływu wprowadzonych dodatków stopowych na wybrane właściwości mechaniczne stali Cr-Mn-Mo w stanie spiekany, porównano je z właściwościami stali niestopowej o tej samej zawartości węgla i wykonanej z tego samego proszku bazowego żelaza ASC100.29 o trzech gęstościach: 6,8; 7,0 i 7,1  $\text{g/cm}^3$ . Wybrane właściwości dla poszczególnych gęstości porównywanych stali zestawiono w tabeli 26.

**Tabela 26.** Właściwości mechaniczne stali niestopowej o 0,2%C wg [38] i stali Cr-Mn-Mo.

| Stal            | Gęstość<br>[ $\text{g/cm}^3$ ] | Wytrzymałość<br>na rozciąganie<br>$R_m$ [MPa] | Umowna granica<br>plastyczności<br>$R_{p0,2}$ [MPa] | Wydłużenie<br>$A_5$ [%] | Twardość<br>HV10 |
|-----------------|--------------------------------|-----------------------------------------------|-----------------------------------------------------|-------------------------|------------------|
| ASC100.29+0,2%C | 6,8                            | 200                                           | 134                                                 | 6,4                     | 65               |
| Cr-Mn-Mo        | 6,8                            | 240                                           | 145                                                 | 5,4                     | 72               |
| ASC100.29+0,2%C | 7,0                            | 238                                           | 157                                                 | 8,4                     | 84               |
| Cr-Mn-Mo        | 7,0                            | 285                                           | 163                                                 | 6,56                    | 85               |
| ASC100.29+0,2%C | 7,1                            | 250                                           | 165                                                 | 9,0                     | 90               |
| Cr-Mn-Mo        | 7,1                            | 307                                           | 173                                                 | 7,44                    | 92               |

Z porównania zestawionych w tabeli 26 właściwości obu stali wynika, iż dodatki stopowe w stali Cr-Mn-Mo, w ilości: 0,6%Mn; 0,45%Cr i 0,4%Mo, wpływają na zmianę wybranych wielkości. Poprawa właściwości wytrzymałościowych i obniżenie plastyczności świadczy o rozpuszczeniu się w większości użytych pierwiastków stopowych w ferrycie.



Badania mikroskopowe stali Cr-Mn-Mo w stanie spiekany przeprowadzone za pomocą mikroskopu świetlnego ujawniły strukturę o dość znacznym stopniu niejednorodności, składającą się z ferrytu stopowego i nierównomiernie rozmieszczonego perlitu. Nierównomiernie rozłożony perlit w mikrostrukturze stali świadczy o lokalnie występujących różnicach w stężeniu węgla. Różnice te mogą być konsekwencją wypalania się węgla biorącego udział w redukcji tlenków, głównie żelaza (Fe) i manganu (Mn), podczas spiekania stali Cr-Mn-Mo. Świadczą o tym także trudności w uzyskaniu zaplanowanej całkowitej zawartości węgla w stali Cr-Mn-Mo, która miała wynosić 0,25%, a po spiekaniu wynosiła 0,21%. Nie dostrzeżono istotnych różnic w obrazie mikrostruktury pomiędzy trzema wariantami stali Cr-Mn-Mo. Pory w próbkach wariantu III, w porównaniu do dwóch pozostałych, były lokalnie bardziej zaokrąglone, a w ich bliskim sąsiedztwie występowały siarczki manganu (MnS), co potwierdziły także badania przeprowadzone za pomocą elektronowego mikroskopu skaningowego (SEM). W stalach spiekanych, w których pory jako nieciągłości materiału determinują większość ich właściwości, obserwowany w stalach zlewnych szkodliwy wpływ siarki, a dokładnie jej związków (siarczków metali), głównie na plastyczność, udużność i wytrzymałość (szczególnie zmęczeniową) jest niezauważalny. W mieszaninie z żelazem siarka tworzy w temperaturze spiekania fazę ciekłą, która intensyfikując proces spiekania poprawia nawet ich wytrzymałość i plastyczność [7]. Wariant III stali Cr-Mn-Mo, który w swoim składzie chemicznym zawierał ok. 0,1% S, posiadał nieznacznie niższą wytrzymałość i plastyczność w porównaniu z pozostałymi wariantami. Nie odnotowano więc poprawy, lecz przeciwnie niewielkie pogorszenie wytrzymałości oraz plastyczności. Należy jednak dodać, że zalecana według [7, 9] zawartość siarki, dla której obserwowano poprawę wspomnianych właściwości stali spiekanych, powinna wynosić od 0,2% do 0,5%. Brak wyraźnych różnic w budowie struktury trzech wariantów stali Cr-Mn-Mo potwierdzają również wyniki pomiarów twardości uzyskane dla ustalonej gęstości.

Badania mikroskopowe obu wariantów stali Ni-Mo w stanie spiekany również nie wykazały większych różnic w budowie ich struktury poza nieznacznie większym udziałem bainitu dolnego w wariantie V. Potwierdza to także niewielka różnica w twardości pomiędzy dwoma wariantami (wariant IV- 156HV10; wariant V – 168HV10). Wyższa twardość stali Ni-Mo, w porównaniu do stali Cr-Mn-Mo o tej samej gęstości ( $7,1 \text{ g/cm}^3$ ), wynika ze struktury złożonej z bainitu górnego i dolnego, którą uzyskano bezpośrednio po spiekaniu dzięki większej hartowności.

Poszczególne warianty obu stali w stanie spiekany różniły się nieznacznie między sobą właściwościami mechanicznymi, wyznaczonymi w statycznej próbie rozciągania.

Wariant III stali Cr-Mn-Mo, w porównaniu do wariantów I i II, wykazywał mniejsze wartości wytrzymałości na rozciąganie ( $R_m$ ), umownej granicy plastyczności ( $R_{p0,2}$ ) i wydłużenia ( $A_5$ ), prawdopodobnie ze względu na obecność w strukturze kruchych siarczków jako dodatkowych obok porów mikrokarbów w materiale.

Z kolei wariant V stali Ni-Mo posiadał nieco wyższą wytrzymałość ( $R_m$ ) i granicę plastyczności ( $R_{p0,2}$ ) w porównaniu do wariantu IV, ze względu na nieznacznie większy udział bainitu dolnego w strukturze.

Aby ocenić, pod względem uzyskanych właściwości, zaprojektowane i wykonane stale na tle innych, wytwarzanych z dostępnych proszków o tej samej zawartości węgla i gęstościach, w tabeli 27 zestawiono ich niektóre właściwości mechaniczne.

**Tabela 27.** Wybrane właściwości niskostopowych stali spiekanych o zawartości 0,2% C wg [38].

| Stal - proszek bazowy                  | Gęstość<br>[g/cm <sup>3</sup> ] | R <sub>m</sub><br>[MPa] | R <sub>p0,2</sub><br>[MPa] | A <sub>5</sub> [%] | HV10 |
|----------------------------------------|---------------------------------|-------------------------|----------------------------|--------------------|------|
| Astaloy Mo<br>(1,5%Mo)                 | 6,8                             | 266                     | 176                        | 1,8                | 113  |
|                                        | 7,0                             | 304                     | 195                        | 2,3                | 126  |
|                                        | 7,1                             | 322                     | 205                        | 2,5                | 132  |
| Astaloy CrM<br>(3%Cr; 0,5%Mo)          | 6,8                             | 539                     | 368                        | 1,6                | 178  |
|                                        | 7,0                             | 597                     | 403                        | 1,8                | 204  |
|                                        | 7,1                             | 616                     | 414                        | 1,9                | 212  |
| Astaloy A<br>(1,9%Ni; 0,55%Mo; 0,2%Mn) | 6,8                             | 293                     | 217                        | 2,3                | 98   |
|                                        | 7,0                             | 336                     | 248                        | 2,8                | 116  |
|                                        | 7,1                             | 364                     | 260                        | 3,4                | 125  |
| Astaloy 85Mo<br>(0,85%Mo)              | 6,8                             | 240                     | -                          | 3,0                | 100  |
|                                        | 7,0                             | 278                     | -                          | 3,7                | 110  |
|                                        | 7,1                             | 298                     | -                          | 4,0                | 114  |
| Distaloy DH-1<br>(2%Cu; 1,5%Mo)        | 6,8                             | 464                     | 360                        | 1,4                | 132  |
|                                        | 7,0                             | 520                     | 400                        | 1,5                | 150  |
|                                        | 7,1                             | 558                     | 422                        | 1,7                | 167  |
| Distaloy HP-1<br>(2%Cu; 1,5%Mo; 4%Ni)  | 6,8                             | 689                     | 448                        | 1,1                | 170  |
|                                        | 7,0                             | 784                     | 526                        | 1,2                | 197  |
|                                        | 7,1                             | 832                     | 566                        | 1,3                | 210  |

Stal wykonana z proszku Distaloy DH-1, z miedzią (2%Cu) i molibdenem (1,5%Mo) wykazuje właściwości porównywalne do stali Ni-Mo przy gęstości 7,1 g/cm<sup>3</sup>. Właściwości podobne do stali Cr-Mn-Mo wykazują stale wykonane z proszków Astaloy 85Mo i Astaloy Mo. Proszki typu Astaloy są proszkami w pełni stopowymi, wytwarzanymi metodą rozpylania strumieniem wody, które gwarantują bardzo dobrą jednorodność składu chemicznego i struktury po spiekaniu. Zapewnia to wykonanym z nich stalom dobrą wytrzymałość nawet przy mniejszej sumarycznej zawartości dodatków stopowych.

Po przeprowadzonym nawęglaniu próżniowym według ustalonych parametrów, próbki stali Cr-Mn-Mo i Ni-Mo poddano badaniom, których głównym celem była ocena uzyskanych efektów. Pierwsze oceny dotyczyły wpływu gęstości i składu chemicznego spieków oraz parametrów nawęglania na grubość warstw nawęglonych. Grubość warstw nawęglonych (efektywną) wyznaczano metodą rozkładu twardości na przekrojach poprzecznych próbek nawęglonych i następnie zahartowanych.

Wpływ gęstości spieków na efektywną grubość warstw nawęglonych rozpatrywano na przykładzie stali Cr-Mn-Mo. Z otrzymanych zależności wynika, że wraz ze wzrostem gęstości zmniejsza się w sposób liniowy efektywna grubość warstw nawęglonych. Ma to związek z ilością porów otwartych, których udział maleje wraz ze wzrostem gęstości spieku. Obecność porów otwartych umożliwia głębszą penetrację gazu nawęglającego w głąb materiału. Wariant III różnił od pozostałych dwóch wariantów nieznacznie mniejszymi grubościami warstw dla wszystkich trzech badanych gęstości, co może mieć związek z oddziaływaniem siarki zawartej w jego składzie chemicznym. Według [9], powoduje ona sferoidyzację porów i przyczynia się w ten sposób do zamykania porów otwartych skracając drogi penetracji dla gazu.

Analiza wpływu składu chemicznego na grubość warstw nawęglonych polegała na porównaniu grubości warstw wariantów I i II stali Cr-Mn-Mo o gęstości  $7,1 \text{ g/cm}^3$  z grubościami warstw wariantów IV i V stali Ni-Mo o tej samej gęstości. Nieznacznie większe grubości warstw nawęglonych odnotowano w wariantach stali Cr-Mn-Mo dla obu temperatur nawęglania. Fakt ten można wytłumaczyć oddziaływaniem pierwiastków stopowych na aktywność węgla w austenicie. Takie pierwiastki stopowe jak Cr, Mn i Mo, w przeciwieństwie do niklu (Ni), zmniejszając aktywność węgla w austenicie podwyższają powierzchniowe stężenie węgla w warstwie i przyczyniają się tym samym do powiększenia grubości warstwy [43]. Wpływ niklu i wysokiej temperatury na zwiększenie współczynnika dyfuzji węgla w stali Ni-Mo sprawił, że nieznacznie mniejsze różnice w grubości warstw dyfuzyjnych porównywanych wariantów (I z IV i II z V) występują dla temperatury nawęglania  $1040^\circ\text{C}$ . Dla obu temperatur nawęglania różnica w grubości warstw pomiędzy wariantami II i V była mniejsza niż pomiędzy wariantami I i IV. Przy tej samej grubości warstw wariantów I i II stali Cr-Mn-Mo fakt ten jest konsekwencją większych grubości zmierzonych dla wariantu V w porównaniu do wariantu IV i może mieć związek z oddziaływaniem boru na zwiększenie jego hartowności. W stalach, dla których na wykresie CTPc jak w przypadku stali Ni-Mo krzywa początku przemiany bainitycznej jest wysunięta przed krzywą początku przemiany perlitycznej, dodatek boru zwiększa hartowność bainityczną, szczególnie w zakresie bainitu górnego [44]. Porównując grubości warstw nawęglonych wariantów I i II (z borem) stali Cr-Mn-Mo oraz wariantów IV i V (z borem) stali Ni-Mo stwierdzono, iż niewielkie różnice występują jedynie pomiędzy wariantami IV i V stali Ni-Mo. Prawdopodobnie mikrododatek boru w składzie chemicznym wariantu V stali Ni-Mo, zwiększając hartowność rdzenia, spowodował niewielki wzrost efektywnej grubości warstwy nawęglonej. Efektywność oddziaływania boru zmniejsza się ze wzrostem zawartości tlenu i azotu w stali [44], która w stali Cr-Mn-Mo jest ponad dwukrotnie większa niż w stali Ni-Mo. Tlen i azot wiążąc bor w trwałe związki typu  $\text{B}_2\text{O}_3$  i BN spowodowały prawdopodobnie całkowity zanik efektu oddziaływania boru w stali Cr-Mn-Mo, o czym świadczy także brak różnicy w efektywnej grubości warstw nawęglonych pomiędzy wariantami I i II.

Wpływ parametrów procesu, a w szczególności temperatury nawęglania na efektywną grubość warstw nawęglonych analizowano na podstawie uzyskanych wartości współczynnika korekcyjnego  $k$  z ogólnego empirycznego wzoru na grubość warstwy nawęglonej  $g_h = k \cdot \sqrt{t}$ . Wyznaczone doświadczalnie z zależności  $g_h = f(t)$  dla poszczególnych wariantów składu chemicznego i gęstości obu stali wartości współczynnika  $k$  są związane z grubością warstwy. Większe wartości współczynnika korekcyjnego  $k$  dla obu stali odnotowano dla temperatury  $1040^\circ\text{C}$ , co związane jest z większymi grubościami warstw uzyskiwanymi w wyższej temperaturze nawęglania. Wyższa temperatura nawęglania zapewnia większe powierzchniowe stężenie węgla i większy współczynnik dyfuzji, co przyczynia się do szybszego przyrostu warstwy dyfuzyjnej. Warianty I i II stali Cr-Mn-Mo wykazywały te same wartości współczynnika  $k$  dla ustalonej temperatury nawęglania, ponieważ posiadały jednakowe grubości warstw dla poszczególnych trzech gęstości. Mniejsza wartość współczynnika  $k$  dla wariantu III, w porównaniu do pozostałych wariantów stali Cr-Mn-Mo, dla obu temperatur nawęglania wynikała z nieco mniejszych zmierzonych grubości warstw, co z kolei związane było z wcześniej omawianym oddziaływaniem siarki zawartej w jego składzie chemicznym. W porównaniu do wartości współczynnika  $k$  wyznaczonych w pracy [12] dla niskostopowych stali spiekanych z miedzią (Cu) jako głównym dodatkiem stopowym dla temperatury  $920^\circ\text{C}$ , które dla gęstości  $6,8$  i  $7,0 \text{ g/cm}^3$  wynosiły odpowiednio:  $0,12$  i  $0,08$ , wartości wyznaczone dla stali Cr-Mn-Mo są większe i wynoszą dla wspomnianych gęstości odpowiednio:  $0,15$  i  $0,13$ . Większe wartości współczynnika  $k$  wariantu V w porównaniu do wariantu IV stali Ni-Mo dla obu temperatur nawęglania wynikały również z większych grubości warstw

nawęglonych. W przypadku wariantu V stali Ni-Mo o jego nieco większej efektywnej grubości warstwy nawęglonej zdecydowała prawdopodobnie większa hartowność rdzenia wywołana zawartością boru w jego składzie chemicznym.

Na przykładzie stali Cr-Mn-Mo w oparciu o wyznaczone relacje pomiędzy efektywną grubością warstwy nawęglonej a gęstością, wykorzystując doświadczalnie wyznaczone wartości współczynnika korekcyjnego  $k$  sformułowano zależności na efektywną grubość warstwy nawęglonej dla obu zastosowanych temperatur nawęglania. Zależności te pozwalają ustalić przybliżony czas procesu dla uzyskania zakładanej grubości warstwy nawęglonej w zależności od gęstości spieku (z przedziału  $6,8 \div 7,3 \text{ g/cm}^3$ ) w dwóch temperaturach nawęglania:  $920^\circ\text{C}$  i  $1040^\circ\text{C}$ . Przyjmują one następującą postać:

$$g_h \approx (6,871 - 0,83 \cdot \rho) \sqrt{t} : \text{dla temperatury nawęglania } T_N = 920^\circ\text{C};$$
$$g_h \approx (11,59 - 1,44 \cdot \rho) \sqrt{t} : \text{dla temperatury nawęglania } T_N = 1040^\circ\text{C};$$

gdzie:  $g_h$  – efektywna grubość warstwy nawęglonej w [mm],  
 $\rho$  – gęstość spieku w [ $\text{g/cm}^3$ ],  
 $t$  – całkowity czas nawęglania próżniowego w [h].

Podobną zależność podaną w pracy [6] dla konwencjonalnego nawęglania gazowego w temperaturze  $850 \pm 25^\circ\text{C}$ , wyznaczoną na przykładzie stali spiekanych niestopowych i niskostopowych z miedzią (do 2% Cu) jako głównym dodatkiem stopowym o gęstościach poniżej  $7,3 \text{ g/cm}^3$  zapisano w sposób następujący:  $g_h \approx (9,3 - 1,2 \cdot \rho) \sqrt{t}$ . Wyliczone dla przykładu grubości warstw nawęglonych dla gęstości  $7,0 \text{ g/cm}^3$  i czasu nawęglania równego 30 minut z obu zależności (dla nawęglania próżniowego w temperaturze  $920^\circ\text{C}$  i konwencjonalnego w temperaturze  $850^\circ\text{C}$ ) wynoszą odpowiednio: 0,75 mm i 0,64 mm. Jak widać są to porównywalne grubości, a nieznacznie większa o ok. 0,1 mm zmierzona grubość warstwy nawęglonej po nawęglaniu próżniowym może być efektem wyżej temperatury nawęglania. Znacznie większa, wynosząca 1,05 mm, jest efektywna grubość warstwy nawęglonej dla tej samej gęstości i czasu po nawęglaniu w temperaturze  $1040^\circ\text{C}$ , wyliczona z powyższych zaproponowanych zależności dla nawęglania próżniowego w temperaturze  $1040^\circ\text{C}$ . Tak wysokich temperatur nawęglania nie stosuje się w konwencjonalnym nawęglaniu gazowym, głównie ze względu na trudności związane z zapewnieniem i utrzymaniem wymaganych właściwości atmosfery nawęglającej [43]. Sformułowane zależności mogą być pomocne przy doborze odpowiednich parametrów nawęglania próżniowego do uzyskania założonych grubości warstw nawęglonych dla niestopowych i niskostopowych stali spiekanych o gęstości poniżej  $7,3 \text{ g/cm}^3$ . Dla wyższych gęstości, w stalach spiekanych nie występują już pory otwarte i dyfuzja węgla odbywa się z szybkościami porównywalnymi do stali litych [6].

Na efektywną grubość warstw nawęglonych wpływa oprócz stężenia węgla także hartowność stali i związana z nią krytyczna szybkość chłodzenia przechłodzonego austenitu. Na przykładzie próbek obu wariantów stali Ni-Mo o jednakowym przekroju, które po nawęglaniu próżniowym zahartowano w dwóch ośrodkach: oleju i azocie przy ciśnieniu 10 bar, analizowano wpływ szybkości chłodzenia podczas hartowania na efektywną grubość warstw nawęglonych. W oparciu o uzyskane wyniki stwierdzono, że efektywna grubość warstw nawęglonych próbek zahartowanych w oleju była większa od zahartowanych w azocie o ok. 0,2 mm dla obu wariantów stali Ni-Mo. Jest to efektem większej szybkości chłodzenia oleju, wyrażającej się prawie dwukrotnie większym od azotu, przy ciśnieniu 10 bar, współczynnikiem wymiany ciepła  $W/m^2K$ . Jego praktyczne wartości dla różnych ośrodków i warunków chłodzenia, przy obróbce prowadzonej w piecu próżniowym podano w pracy [32]. Dla oleju



hartowniczego 20/80°C bez cyrkulacji wynosi on 1000÷1500, a dla azotu przy ciśnieniu 10 bar z wymuszą cyrkulacją 400÷500. Analiza wyników wykazała także nieznacznie większą grubość warstwy nawęglonej dla wariantu V w porównaniu do wariantu IV w obu ośrodkach chłodzenia, co wiąże się z omawianym wcześniej wpływem boru na wzrost hartowności wariantu V stali Ni-Mo.

O trwałości części nawęglonych decyduje głównie warstwa wierzchnia, której najważniejszym parametrem oprócz stanu naprężeń i geometrii jest struktura. Budowa warstw nawęglonych po wolnym chłodzeniu nie jest przedmiotem szczególnego zainteresowania. Wywiera ona jednak wpływ na strukturę, którą uzyskuje się po następującym hartowaniu, zwłaszcza ilość i wielkość węglików. Dlatego w pracy oceniano morfologię warstw oraz rdzenia trzech wariantów stali Cr-Mn-Mo na przykładzie dwóch skrajnych gęstości 6,8 i 7,1 g/cm<sup>3</sup> oraz dwóch wariantów stali Ni-Mo w stanie nawęglonym (po wolnym chłodzeniu z temperatur nawęglania).

Badania mikroskopowe wariantów stali Cr-Mn-Mo przeprowadzone za pomocą mikroskopu świetlnego wykazały, że struktura strefy wierzchniej warstw nawęglonych składa się z perlitu, węglików globularnych i nieregularnych występujących lokalnie w postaci poprzerywanej siatki na granicach byłego austenitu oraz zgrupowanych w okolicy porów. W strefie przejściowej obserwowano strukturę perlityczno-ferrytyczną stopniowo przechodzącą w strukturę ferrytyczno-perlityczną rdzenia. Analiza struktur stref wierzchnich warstw nawęglonych stali Cr-Mn-Mo o dwóch wspomnianych gęstościach wykazała występowanie większej ilości węglików dla mniejszej gęstości. Większa ilość faz węglkowych w strefie wierzchniej warstw nawęglonych stali Cr-Mn-Mo o mniejszej gęstości wynikała z większej porowatości i związanej z nią większej powierzchni adsorpcyjnej oraz mniejszych rozmiarów ścieżek dyfuzyjnych dla węgla [11], ze względu na mniejszą objętość materiału. Fazy węglkowe zgrupowane były na ogół w okolicy porów, co może mieć związek z nierównomiernym zapelnianiem się warstw adsorpcyjnych na powierzchniach adsorbentów wąskoporowatych. W zawężonych kapilarach (porach) zachodzi silniejsza adsorpcja i zwiększa się stężenie adsorbentu [45], dotyczy to w szczególności cząstek adsorbentu o dużej polaryzowalności jakimi są cząsteczki węglowodorów. Porównując mikrostruktury stref wierzchnich warstw nawęglonych stali Cr-Mn-Mo o ustalonej gęstości uzyskanych w obu temperaturach nawęglania 920°C i 1040°C stwierdzono jedynie występowanie różnic w wielkości ziarn byłego austenitu. Gruboziarnista struktura występująca w warstwach powierzchniowych stali nawęglanych w temperaturze 1040°C związana jest z rozrostem ziarn austenitu w wysokiej temperaturze.

Struktury rdzenia stali Cr-Mn-Mo o dwóch porównywanych gęstościach różniły się nieznacznie zawartością perlitu. W rdzeniu stali o mniejszej gęstości (6,8 g/cm<sup>3</sup>) obserwowano większą ilość perlitu, najprawdopodobniej ze względu na głębszą penetrację gazu w głąb materiału, związaną z większym udziałem porów otwartych.

Nie dostrzeżono istotnych różnic w mikrostrukturze warstw nawęglonych po nawęglaniu w stałej temperaturze pomiędzy poszczególnymi wariantami stali Cr-Mn-Mo o ustalonej gęstości. Natomiast w mikrostrukturze rdzenia wariantu III obserwowano nieco mniejsze ilości perlitu w porównaniu do dwóch pozostałych wariantów (I i II), co mogło mieć związek z wcześniej omawianym oddziaływaniem siarki na zamykanie porów otwartych.

Badania mikroskopowe obu wariantów stali Ni-Mo w stanie nawęglonym wykazały występowanie w strukturze strefy wierzchniej warstw nawęglonych bainitu dolnego, martenzytu hartowania na tle austenitu szczątkowego, węglików występujących lokalnie w postaci poprzerywanej siatki na granicach byłego austenitu oraz w bliskim sąsiedztwie

porów. Większą ilość faz węglkowych w warstwie stwierdzono w wariancie V dla obu temperatur nawęglania. Podobnie jak w przypadku stali Cr-Mn-Mo, w warstwach wierzchnich próbek obu wariantów stali Ni-Mo nawęglanych w temperaturze 1040°C występowała bardziej gruboziarnista struktura w porównaniu do nawęglanych w temperaturze 920°C. Nie odnotowano istotnych różnic w strukturze rdzenia obu wariantów stali Ni-Mo nawęglanych z obu temperatur, która składała się z bainitu górnego i dolnego z niewielką przewagą bainitu dolnego nad górnym w wariancie V.

Ujawnione struktury warstw powierzchniowych obu wariantów stali Ni-Mo świadczą o ich niezupełnym zahartowaniu podczas powolnego chłodzenia z temperatur nawęglania. Stal spiekana Ni-Mo dzięki większej jednorodności i zawartości większej ilości dodatków stopowych posiadała znacznie większą hartowność niż stal Cr-Mn-Mo. Większa hartowność stali Ni-Mo pozwoliła na uzyskanie struktury bainitycznej już bezpośrednio po spiekaniu.

Kontrolując strukturę części nawęglonych większą wagę przywiązuje się do tej uzyskanej po nawęglaniu i następnym hartowaniu, ponieważ to ona decyduje o ich właściwościach użytkowych. W pracy strukturę warstwy nawęglonej i rdzenia po nawęglaniu próżniowym w dwóch temperaturach 920°C i 1040°C i następnym hartowaniu jednokrotnym analizowano na przykładzie trzech wariantów stali Cr-Mn-Mo o dwóch skrajnych gęstościach 6,8 i 7,1 g/cm<sup>3</sup> i dwóch wariantów stali Ni-Mo chłodzonych w oleju oraz w azocie przy ciśnieniu 10 bar. Badania mikroskopowe wariantów stali Cr-Mn-Mo po nawęglaniu i hartowaniu w oleju wykazały obecność w strukturze strefy wierzchniej warstwy nawęglonej drobnoiglastego martenzytu wysokowęglowego, węglków nie rozpuszczonych podczas austenitizowania oraz niewielkiej ilości austenitu szczątkowego. W strukturze rdzenia stwierdzono występowanie martenzytu niskowęglowego z niewielką ilością bainitu i ferrytu. Nieznacznie więcej ferrytu dla ustalonej gęstości obserwowano w rdzeniu wariantu III w porównaniu do dwóch pozostałych wariantów. W strukturze strefy wierzchniej warstwy nawęglonej stali o gęstości 6,8 g/cm<sup>3</sup> obserwowano większą ilość węglków w porównaniu do stali o gęstości 7,1 g/cm<sup>3</sup>, a w strukturze rdzenia nieco mniejszą ilość ferrytu. Potwierdzeniem zauważonych różnic są także wyniki pomiarów twardości warstwy i rdzenia stali Cr-Mn-Mo. Występowanie wspomnianych różnic jest związane ze strukturami warstwy i rdzenia obserwowanymi dla trzech wariantów i gęstości stali Cr-Mn-Mo w stanie nawęglonym (po wolnym chłodzeniu).

Określana dla wariantu III stali Cr-Mn-Mo, dla dwóch skrajnych gęstości i obu temperatur nawęglania ilość austenitu szczątkowego w strefie wierzchniej warstwy nawęglonej była zbliżona. Nieznacznie więcej austenitu szczątkowego znajdowało się w warstwie stali o mniejszej gęstości 6,8 g/cm<sup>3</sup> (ok. 12%) w porównaniu do stali o gęstości 7,1 g/cm<sup>3</sup> (ok. 8%), co świadczy także o występującym w niej większym stężeniu węgla, z przyczyn wcześniej omówionych.

Nie dostrzeżono istotnych różnic w budowie warstwy i rdzenia pomiędzy wariantami stali Cr-Mn-Mo o tej samej gęstości, nawęglanych w temperaturach 920°C i 1040°C, w stanie utwardzonym (po jednokrotnym hartowaniu).

W strukturze strefy wierzchniej warstw nawęglonych obu wariantów stali Ni-Mo zahartowanych po nawęglaniu w oleju stwierdzono obecność drobnoiglastego martenzytu wysokowęglowego, małej ilości węglków i znacznej ilości austenitu szczątkowego. W strukturze rdzenia obu wariantów obserwowano martenzyt niskowęglowy z niewielką ilością bainitu dolnego, a w rdzeniu wariantu V dodatkowo niewielką ilość ferrytu.

Z kolei w strukturze strefy wierzchniej warstwy nawęglonej obu wariantów stali Ni-Mo zahartowanych w azocie przy ciśnieniu 10 bar obserwowano obok wymienionych wyżej składników, występujące miejscami (głównie w bliskim sąsiedztwie porów i wydzieleni faz węglkowych) kolonie bainitu dolnego. Nieznacznie większą ilość tych kolonii dostrzeżono

w warstwie wariantu V dla obu temperatur nawęglania, co można hipotetycznie wytłumaczyć występowaniem w ich strukturze węglkoborków typu  $M_{23}(C,B)_6$ , których ogólny wzór, według [44], zapisywany jest następująco  $(Fe,Cr,Mn)_{21}(Mo,W)_2(C,B)_6$ . Nie udało się ich co prawda zidentyfikować zastosowanymi technikami badawczymi, ale można z dużym prawdopodobieństwem założyć ich istnienie w warstwach nawęglonych wariantu V. Nie rozpuszczając się w austenicie podczas austenitzowania (temperatura ich rozpuszczalności mieści się w zakresie  $900^{\circ}C \div 1100^{\circ}C$ , w zależności od ich trwałości [44]) stają się zarodkami faz podczas chłodzenia i skracają okres inkubacji przechłodzonego austenitu. Pojawiający się bainit w trakcie chłodzenia, a w nim głównie węgliki typu  $Fe_2MoC$ , co wykazały badania cienkich folii oraz wydzielenia nie rozpuszczonych węglkoborków wiążąc węgiel i molibden obniżyły trwałość austenitu i przyczyniły się do zmniejszenia ilości austenitu szczątkowego w warstwach po hartowaniu w azocie.

W rdzeniu obu wariantów zahartowanych w azocie występowała struktura złożona głównie z bainitu dolnego i martenzytu niskowęglowego. Podobnie jak po hartowaniu w oleju, w rdzeniu wariantu V obserwowano także niewielką ilość ferrytu.

Brak bainitu w warstwie obu wariantów stali Ni-Mo po hartowaniu w oleju jest potwierdzeniem jego większej szybkości chłodzenia w porównaniu do azotu przy ciśnieniu 10 bar. Z kolei obecność ferrytu w strukturze rdzenia wariantu V można wytłumaczyć podwyższaniem temperatury  $A_3$  przez bor zawarty w jego składzie chemicznym [44].

Badania rentgenograficzne wykazały dość duże ilości austenitu szczątkowego w strefie wierzchniej warstw nawęglonych obu wariantów stali Ni-Mo zahartowanych w oleju i azocie, co potwierdziły także przebiegi krzywych rozkładów mikrotwardości. Większe ilości austenitu szczątkowego zmierzono w strefie wierzchniej warstw nawęglonych wariantu V w porównaniu do wariantu IV, a w obrębie tego samego wariantu dla temperatury nawęglania  $920^{\circ}C$ . Próbkę interpretacji odnotowanych różnic w ilości austenitu szczątkowego w warstwach nawęglonych pomiędzy dwoma wariantami stali Ni-Mo zahartowanych w oleju powiązano ponownie z oddziaływaniem boru, zawartego w składzie chemicznym wariantu V. Bor, według danych literaturowych, na które powołują się autorzy pracy [44], z jednej strony zwiększa aktywność węgla w austenicie, a z drugiej skutek segregacji na granicach ziarn austenitu w temperaturze z zakresu  $950^{\circ}C \div 1350^{\circ}C$  hamuje proces dyfuzji granicznej węgla. Wymienione zjawiska mogą sprzyjać powstawaniu większej ilości faz węglkowych w trakcie przeprowadzanego nawęglania i podczas wolnego chłodzenia po nawęglaniu, na co wskazuje większa ilość węglików obserwowana w warstwach nawęglonych wariantu V, w stanie nawęglonym (po wolnym chłodzeniu) dla obu temperatur nawęglania. Podczas następnego wygrzewania w temperaturze austenitzacji ( $850^{\circ}C$ ), w tym samym czasie (30 minut) rozpuszcza się większa ilość węglików w austenicie, co zwiększa jego stężenie węgla i trwałość, a w konsekwencji prowadzi do większego udziału austenitu szczątkowego w strukturze warstw utwardzonych wariantu V.

Z większą ilością rozpuszczających się węglików podczas austenitzowania związana jest prawdopodobnie także większa ilość austenitu szczątkowego, zmierzona w warstwie utwardzonej po nawęglaniu w temperaturze  $920^{\circ}C$  dla obu wariantów stali Ni-Mo. Przebieg rozpuszczania węglików w austenicie zależy nie tylko od ich składu chemicznego i struktury, ale także od ich wielkości [46]. Drobniejsze węgliki, które występują w warstwie nawęglonej stali po nawęglaniu w temperaturze  $920^{\circ}C$  dzięki mniejszej wielkości ziarna i większej powierzchni granic ziarn, na których wydzielają się one wskutek segregacji i malejącej rozpuszczalności węgla podczas powolnego chłodzenia z temperatury nawęglania, będą szybciej rozpuszczać się w austenicie. Oznacza to, że w tych samych warunkach austenitzacji zastosowanych do warstw kształtowanych w dwóch temperaturach nawęglania ( $920^{\circ}C$  i  $1040^{\circ}C$ ), większa ich ilość rozpuściła się w warstwach uzyskanych po nawęglaniu w niższej



temperaturze i spowodowała, poprzez podwyższenie stężenia węgla w austenicie, zwiększenie jego trwałości.

Jeszcze większą ilość austenitu szczątkowego w warstwach utwardzonych po nawęglaniu próżniowym i następnym hartowaniu jednokrotnym odnotowano dla stali spiekanych w pracy [14], gdzie zawartość austenitu szczątkowego w strefie przypowierzchniowej warstwy w stalach niskostopowych z niklem (1,7%Ni), molibdenem (0,7%Mo) i manganem (0,34%Mn) o gęstości  $6,9 \text{ g/cm}^3$  wynosiła ok. 60%. We wspomnianej pracy określano także ilość austenitu szczątkowego w warstwach nawęglonych, uzyskanych metodą konwencjonalnego nawęglania gazowego oraz głębokość jego zalegania w warstwie. Z przedstawionych w pracy [14] danych wynika, że ilość austenitu w warstwie po nawęglaniu konwencjonalnym jest prawie trzykrotnie mniejsza od uzyskanej po nawęglaniu próżniowym, a głębokość, na której wciąż obserwowano występowanie austenitu jest prawie trzykrotnie większa. Wyniki dla podobnych parametrów nawęglania w obu zastosowanych metodach (konwencjonalnej i próżniowej) świadczą o dużo szybszej i głębszej penetracji gazu w głąb materiału podczas nawęglania konwencjonalnego. Potwierdzeniem dużo głębszej penetracji gazu w stalach spiekanych podczas nawęglania konwencjonalnego są także wyniki zamieszczone w pracy [8]. Po nawęglaniu gazowym w temperaturze  $875^\circ\text{C}$  i czasie 36 minut w atmosferze endotermicznej o potencjale węglowym 0,8%, w strukturze rdzenia stali spiekanej o podobnej zawartości dodatków stopowych jak wyżej [14], ale o mniejszej zawartości węgla (0,02%C) stwierdzono 0,10%C i strukturę bainityczną.

Powyższe fakty wskazują na trudności w uzyskiwaniu warstw dyfuzyjnych o założonych grubościach i stężeniu węgla w procesie konwencjonalnego nawęglania gazowego stali spiekanych o gęstości poniżej  $7,3 \text{ g/cm}^3$ . Większą dokładność grubości i powtarzalność warstw zapewniają metody oparte na technice próżniowej, z których najlepsze efekty, według [6], gwarantuje metoda nawęglania plazmowego, szczególnie do stali spiekanych.

Efekty nawęglania próżniowego w odniesieniu do właściwości użytkowych oceniano przez porównanie zachowania się zaprojektowanych stali spiekanych przed i po zastosowanej obróbce cieplno-chemicznej w warunkach jednoosiowego wahadłowego ściskania – rozciągania. Wybrane wielkości takie jak cykliczna granica plastyczności  $\sigma_{plc}$ , cykliczny moduł Younga  $E_c$ , współczynnik wytrzymałości zmęczeniowej  $k'$  i wykładnik cyklicznego wzmocnienia  $n'$  wyznaczano dla obu gatunków stali spiekanych z wykresów cyklicznego odkształcenia.

Przebieg zmian odkształcenia plastycznego  $\epsilon_{ap}$  i towarzyszącej mu energii odkształcenia  $\Delta W$  pod wpływem obciążenia, z zakresu nisko i wysokocyklowej wytrzymałości zmęczeniowej, rejestrowano w trakcie prób zmęczeniowych, prowadzonych przy narastającym widmie obciążenia. Rejestracja stosunkowo małych odkształceń plastycznych, którymi charakteryzują się stale spiekane, była możliwa dzięki zastosowaniu oryginalnej metody dynamicznej pętli histerezy [42]. Prowadzenie prób zmęczeniowych ze stopniowo narastającym obciążeniem było podyktowane małą liczbą próbek przypadających na każdy wariant składu chemicznego i gęstości. Metoda badań zmęczeniowych obok wielu innych czynników ma istotny wpływ na uzyskiwane wyniki, dlatego testy zmęczeniowe wykonywano w tych samych warunkach obciążenia, ustalonych w badaniach wstępnych dla każdego gatunku stali i jego stanu obróbki.

Porównując te same wielkości wyznaczone dla stanu spiekanego i utwardzonego oraz przebiegi zmian odkształcenia plastycznego i energii odkształcenia pod wpływem narastającego obciążenia obu gatunków stali spiekanych, próbowano ocenić skalę i zakres zmian wywołanych zastosowaną metodą nawęglania próżniowego. Określano w ten sposób wpływ

nawęglania próżniowego na poprawę wybranych właściwości cyklicznych, a zarazem wytrzymałości zmęczeniowej obu stali spiekanych.

Wszystkie trzy warianty stali Cr-Mn-Mo o ustalonej gęstości w stanie spiekany i utwardzonym wykazywały podobny przebieg zmian odkształcenia plastycznego w funkcji obciążenia. Nieznacznie zmieniony skład chemiczny wariantu II i III w porównaniu do wariantu I nie wpłynął na zmianę przebiegu analizowanych wykresów cyklicznego odkształcenia. Nie ma zatem pomiędzy nimi większych różnic w wartościach wyznaczanych wielkości.

Niewielkie różnice dla obu stanów obróbki występowały pomiędzy wariantami IV i V stali Ni-Mo. Większa o ok. 10 [MPa] cykliczna granica plastyczności  $\sigma_{plc}$  i mniejsze wartości współczynnika wytrzymałości zmęczeniowej  $k'$  oraz cyklicznego wykładnika wzmocnienia  $n'$  wariantu V w porównaniu do wariantu IV, można wytłumaczyć wpływem boru, którego mikrodozownik występuje w wariantcie V stali Ni-Mo. Bor opóźniając przemianę bainityczną, głównie w zakresie bainitu górnego zwiększa udział bainitu dolnego w strukturze wariantu V stali Ni-Mo, co potwierdzają wyniki pomiarów twardości i badań wytrzymałościowych dla stanu spiekane. W stanie utwardzonym występowała podobna niewielka różnica w wartości cyklicznej granicy plastyczności  $\sigma_{plc}$  na korzyść wariantu V. Porównanie obu stanów obróbki dla stali Ni-Mo było możliwe tylko w odniesieniu do cyklicznego modułu Younga  $E_c$  i cyklicznej granicy plastyczności  $\sigma_{plc}$ . Z powodu trudności w pomiarze odkształcenia plastycznego  $\epsilon_{ap}$  nie udało się wyznaczyć pozostałych wielkości ( $k'$  i  $n'$ ).

Z zestawienia wartości cyklicznego modułu Younga  $E_c$  otrzymanych dla obu wariantów stali Ni-Mo w stanie spiekany i utwardzonym wynika, że w rezultacie zastosowanego nawęglania próżniowego uległ on zmniejszeniu o ok. 7%.

Dla stali Cr-Mn-Mo, przeciwnie jak dla stali Ni-Mo, odnotowano natomiast niewielki wzrost cyklicznego modułu Younga  $E_c$  w obu stanach utwardzenia (SU1 i SU2) w porównaniu do stanu spiekane. W stanie utwardzonym SU1 odpowiednio dla gęstości 6,8 g/cm<sup>3</sup> wzrost wyniósł ok. 4%, a dla gęstości 7,0 g/cm<sup>3</sup> i 7,1 g/cm<sup>3</sup> ok. 3%. Z kolei w stanie utwardzonym SU2 wzrost ten wynosił odpowiednio dla wymienionych gęstości ok. 6%, ok. 6% i ok. 4%. Uwzględniając fakt, że metoda jego wyznaczania była w każdym przypadku jednakowa można zaryzykować stwierdzenie, że zmiana stanu materiału wywołana zastosowaną obróbką wpłynęła na zmianę cyklicznego modułu Younga  $E_c$ .

Cykliczny moduł Younga  $E_c$  badanych stali spiekanych jest zatem czuły, podobnie jak statyczny moduł sprężystości podłużnej stali litych, na zmianę stanu materiału warunkującego zmianę stanu naprężeń własnych.

Podobnie jak statyczny moduł sprężystości podłużnej, który w stalach zlewnych zahartowanych lub zgniecionych ma nieco mniejsze wartości niż w stanie wyżarzonym [46], zachowuje się tylko cykliczny moduł Younga stali Ni-Mo. W stanie utwardzonym po nawęglaniu i hartowaniu oba jej warianty wykazywały mniejsze wartości cyklicznego modułu Younga w porównaniu do stanu spiekane. Stan utwardzony stali Cr-Mn-Mo o każdej z trzech gęstości charakteryzował się większą o kilka procent wartością cyklicznego modułu Younga w porównaniu do stanu spiekane.

Na przykładzie stali Cr-Mn-Mo, której każdy wariant był reprezentowany przez próbki o trzech gęstościach 6,8; 7,0 i 7,1 g/cm<sup>3</sup>, analizowano w obu stanach obróbki wpływ gęstości na wyznaczone wielkości. Z otrzymanych zależności wynika, że wzrost gęstości wpływa na wzrost wszystkich wyznaczanych wielkości. Większa gęstość spieku łączy się bezpośrednio z mniejszym udziałem nieciągłości w materiale jakimi są pory i tym samym z większym przekrojem efektywnym. Nasuwa się w tym miejscu analogia do żeliw szarych, w których wydzielenia grafitu spełniają podobną rolę jak pory w spiekach. Stanowiąc nieciągłości

w osnowie metalowej żeliwa, zmniejszając jego przekrój użyteczny i stają się koncentratorami naprężeń, których kształt ma bardzo istotny wpływ na wytrzymałość zmęczeniową [47]. Kształt porów i sposób ich rozmieszczenia warunkuje także wytrzymałość zmęczeniową stali spiekanych, czego dowodzą wyniki przedstawione w pracach [48 - 51].

W obu stanach obróbki wpływ przekroju efektywnego związanego z gęstością stali Cr-Mn-Mo wyrażał się w wartościach cyklicznej granicy plastyczności  $\sigma_{plc}$ , które rosły wraz ze wzrostem gęstości stali.

W stanie utwardzonym SU1 przyrost  $\sigma_{plc}$  w porównaniu do stanu spiekane go dla poszczególnych gęstości wynosił: 6,8 g/cm<sup>3</sup> – 30 MPa, co stanowi ok. 46%; 7,0 g/cm<sup>3</sup> – 35 MPa, co stanowi ok. 41% i 7,1 g/cm<sup>3</sup> co stanowi ok. 37%. W stanie utwardzonym SU2 ten przyrost kształtował się następująco: dla gęstości 6,8 g/cm<sup>3</sup> – 70 MPa, co stanowi ok. 108%; dla gęstości 7,0 g/cm<sup>3</sup> – 75 MPa, co stanowi ok. 88% i dla gęstości 7,1 g/cm<sup>3</sup> – 70 MPa, co stanowi ok. 75%. Większe przyrosty odnotowane dla stanu utwardzone go SU2 są związane z większą efektywną grubością warstw nawęglonych o ok. 0,3 mm, w porównaniu do stanu utwardzone go SU1. Wzrost wytrzymałości zmęczeniowej wraz ze wzrostem grubości warstwy nawęglonej potwierdzają wyniki uzyskane dla niestopowych i niskostopowych stali litych, zamieszczone w pracy [52]. W odniesieniu do stali spiekanych przy ustalonej gęstości występuje zatem podobna zależność, co wynika z uzyskanych wartości  $\sigma_{plc}$  dla obu stanów utwardzenia.

Ze wzrostem gęstości zwiększają się wartości cyklicznego odkształcenia plastycznego  $\varepsilon_{ap}$  i energii odkształcenia plastycznego  $\Delta W$ , wyznaczone na poziomie cyklicznej granicy plastyczności dla każdej z trzech badanych gęstości. Mniejsze odkształcenie plastyczne i mniejsza energia odkształcenia towarzyszące próbkom o mniejszej gęstości są rezultatem mniejszej objętości materiału podlegającego odkształceniu, związanej z obecnością większej ilości porów. Wielkość odkształcenia plastycznego zmierzona przy ustalonej gęstości dla stanu spiekane go jest podobna do zmierzonej dla stanu utwardzone go SU1. W stanie SU1 porównywalne ze stanem spiekany m odkształcenie plastyczne występowało jednak przy większych wartościach cyklicznej granicy plastyczności. Najmniejsze odkształcenie plastyczne i energię odkształcenia plastycznego dla poszczególnych gęstości odnotowano w stanie utwardzonym SU2. Ma to prawdopodobnie związek z większą efektywną grubością warstwy nawęglonej i wynikającym z niej większym stosunkiem pola powierzchni mało plastycznej warstwy do pola powierzchni bardziej plastycznej rdzenia.

Z przebiegiem zmian odkształcenia plastycznego pod wpływem narastającego obciążenia dla obu stanów obróbki stali Cr-Mn-Mo związany jest wykładnik wzmocnienia  $n'$  przy obciążeniu cyklicznym. Zmiana gęstości stali Cr-Mn-Mo wywołała także niewielką zmianę wartości cyklicznego wykładnika wzmocnienia  $n'$ , które rosły w obu stanach obróbki (spiekany m i utwardzonym) wraz ze wzrostem gęstości. Wartości cyklicznego wykładnika wzmocnienia, dla ustalonej gęstości, w obu stanach utwardzenia (SU1, SU2) są nieznacznie mniejsze w porównaniu do stanu spiekane go. Mniejsza szybkość umocnienia stali Cr-Mn-Mo (dla wszystkich trzech gęstości) w stanie utwardzonym, na którą wskazuje mniejsza wartość wykładnika  $n'$  jest najprawdopodobniej efektem zmiany struktury ferrytčno-perlitycznej na martenzytyczną o dużo mniejszej plastyczności. Według [53], wraz ze wzrostem twardości stali (litych) nieznacznie maleje cykliczny wykładnik umocnienia  $n'$ . Stwierdzone na podstawie uzyskanych wyników tendencje spadkowe wartości wykładnika  $n'$  ze wzrostem twardości dla badanych stali spiekanych, związane ze zmianą struktury, są zatem podobne do obserwowanych dla stali litych.

Na przykładzie dwóch wariantów stali Ni-Mo IV i V, które po nawęglaniu w dwóch temperaturach: 920°C i 1040°C i następnym hartowaniu w oleju posiadały duże ilości austenitu szczątkowego w warstwie nawęglonej, analizowano jego wpływ na cykliczną granicę plastyczności.

Uzyskane wyniki wskazują, że występowanie w warstwach nawęglonych znacznych ilości austenitu szczątkowego, nawet do ok. 50%, nie wywiera ujemnego wpływu na wytrzymałość zmęczeniową przy jednoosiowym rozciąganiu – ściskaniu, podobnie jak w stalach litych [54]. Fakt ten wyraża się w wartościach cyklicznej granicy plastyczności, które przy uwzględnieniu niewielkich różnic w grubości warstw nawęglonych poszczególnych wariantów, utrzymują się praktycznie na stałym poziomie, równym 280 MPa.

Nieszkodliwy, a nawet korzystny wpływ większych ilości austenitu szczątkowego w warstwach nawęglonych stali spiekanych na wytrzymałość zmęczeniową potwierdzają dane zamieszczone w pracach [14, 18]. Na korzystny wpływ większych ilości austenitu w warstwie nawęglonej stali spiekanej Ni-Mo wskazuje także odnotowany, niewielki wzrost cyklicznej granicy plastyczności z 270 MPa na 290 MPa, po podwyższeniu zawartości austenitu w warstwie z 25% do 35%. Austenit jako faza o większej plastyczności hamuje rozwój mikro-  
pęknięć [18], których w stalach spiekanych pojawia się znacznie więcej, w porównaniu do stali litych, ze względu na obecność karbów w postaci porów.

Wpływ na wytrzymałość zmęczeniową ma także sposób rozmieszczenia austenitu w warstwie nawęglonej. Większa jego ilość w strefie przejściowej niż w strefie wierzchniej warstwy nawęglonej powoduje obniżenie wytrzymałości zmęczeniowej [43, 54]. Wyznaczony, reprezentatywny przebieg rozkładu austenitu szczątkowego w warstwie nawęglonej dla wariantu IV stali Ni-Mo okazał się bardzo równomierny i świadczy o łagodnym spadku stężenia węgla w warstwie. Takie rozmieszczenie austenitu w warstwie nawęglonej korzystnie wpływa na rozkład naprężeń własnych w strefie przejściowej warstwy, a tym samym na wytrzymałość zmęczeniową badanych stali spiekanych.

Kończąc omawianie wyników badań należy wspomnieć o zmianach wymiarowych, które towarzyszą wszystkim wysokotemperaturowym obróbkom cieplnym i cieplno chemicznym stali. Dla badanych stali spiekanych, po zastosowanym nawęglaniu próżniowym w obu temperaturach i następnym hartowaniu, odnotowano wzrost średnicy próbek odpowiednio dla stali Cr-Mn-Mo o ok. 0,4% i dla stali Ni-Mo o ok. 0,08%. Przyrost wymiarów próbek stali Cr-Mn-Mo odpowiada normie, która dla stali proszkowych jednokrotnie prasowanych i spiekanych wynosi 0,5% [7]. Zmiany wymiarowe stali spiekanych zachodzące na skutek wysokotemperaturowej obróbki cieplnej można zredukować poprzez odpowiedni dobór składu chemicznego proszku (-ów), czego dowodzi niewielki, bo wynoszący tylko 0,08%, wzrost wymiarów próbek stali Ni-Mo.



## 8. WNIOSKI

### 8. 1. Wnioski poznawcze

1) Zaprojektowane i wykonane gatunki niskostopowych stali spiekanych różniły się nie tylko składem chemicznym, ale także stopniem jednorodności struktury bezpośrednio po spiekaniu. Bardziej jednorodną strukturą w stanie spiekany charakteryzowała się stal Ni-Mo wykonana z proszku stopowego typu Distaloy DC-1 niż stal Cr-Mn-Mo wykonana z proszków elementarnych.

2) Pierwiastki stopowe Cr, Mn i Mo dodane do proszku żelaza i grafitu, które w większości uległy rozpuszczeniu w ferrycie podczas spiekania, spowodowały wzrost wytrzymałości i twardości oraz obniżenie plastyczności stali Cr-Mn-Mo w stanie spiekany.

3) Siarka (S) dodana w ilości ok. 0,1% do stali spiekanej Cr-Mn-Mo (wariant III) wywołała nieznaczne zaokrąglenie porów i częściowe zamknięcie porów otwartych. Efektem takiego oddziaływania siarki były mniejsze grubości warstw nawęglonych oraz mniejsze twardości rdzenia, zmierzone dla wariantu III po nawęglaniu próżniowym i hartowaniu.

4) Skład chemiczny proszku Distaloy DC-1 zapewnił stali Ni-Mo większą hartowność, która pozwoliła na uzyskanie struktury bainitycznej bezpośrednio po spiekaniu. Struktura bainityczna stali Ni-Mo spowodowała jej większą wytrzymałość i twardość w stanie spiekany w porównaniu do stali Cr-Mn-Mo.

5) Wpływ mikrododatku boru na zwiększenie hartowności zaznaczył się jedynie w stali Ni-Mo (wariant V). Dużo mniejsza zawartość tlenu i azotu w jej składzie chemicznym, w porównaniu do stali Cr-Mn-Mo, wpłynęła na jego większą efektywność oddziaływania, która przejawiała się większą efektywną grubością warstw nawęglonych i twardością rdzenia wariantu V po nawęglaniu i zahartowaniu.

6) Analiza wpływu gęstości na efektywną grubość warstw nawęglonych, przeprowadzona dla stali Cr-Mn-Mo wykazała, że efektywna grubość warstwy nawęglonej zmniejsza się, według zależności liniowej, wraz ze wzrostem gęstości stali.

7) Badania wpływu składu chemicznego na efektywną grubość warstw nawęglonych wykazały, że większe grubości warstw nawęglonych występują w stali Cr-Mn-Mo w porównaniu do stali Ni-Mo. Jest to wynikiem obniżania przez takie pierwiastki jak Cr, Mn i Mo aktywności węgla w austenicie, co w konsekwencji prowadzi do zwiększenia powierzchniowego stężenia węgla w warstwie.

8) Analiza wpływu parametrów procesu na efektywną grubość warstw nawęglonych, przeprowadzona dla stali Cr-Mn-Mo o trzech gęstościach, doprowadziła do sformułowania ogólnego wzoru na efektywną grubość warstwy nawęglonej dla nawęglania próżniowego (w dwóch temperaturach) stali spiekanych z uwzględnieniem ich gęstości.

9) Relacje pomiędzy gęstością i temperaturą nawęglania, a obserwowaną strukturą warstwy nawęglonej i rdzenia w stanie nawęglonym polegały na występowaniu:

- większej ilości węglików w warstwie nawęglonej stali Cr-Mn-Mo o mniejszej gęstości ( $6,8 \text{ g/cm}^3$ ), co jest wynikiem większej porowatości i związanej z nią większej powierzchni adsorpcyjnej oraz mniejszej wielkości ścieżek dyfuzyjnych dla węgla,
- większej wielkości ziarna w strukturze warstw nawęglonych i rdzenia obu stali nawęglanych w wyższej temperaturze ( $1040^\circ\text{C}$ ), co ma związek z rozrostem ziarna zachodzącym w wysokiej temperaturze,
- większej ilości i większym stopniu dyspersji węglików w strukturze warstw dyfuzyjnych obu stali po nawęglaniu w niższej temperaturze ( $920^\circ\text{C}$ ), co wynika z mniejszej wielkości ziarna i związanej z nim większej powierzchni granic ziarn, na których wskutek segregacji węgla wydzielają się fazy węglkowe,
- większej ilości perlitu w strukturze rdzenia stali Cr-Mn-Mo o mniejszej gęstości ( $6,8 \text{ g/cm}^3$ ), co ma związek z głębszą penetracją gazu nawęglającego przy większej ilości porów otwartych.

10) Nie stwierdzono widocznych różnic w obrazie mikrostruktury warstw powierzchniowych pomiędzy poszczególnymi wariantami stali Cr-Mn-Mo przy ustalonej gęstości, w stanie nawęglonym (po nawęglaniu w jednakowej temperaturze i wolnym chłodzeniu).

11) Wpływ struktur stanu nawęglonego na struktury stanu utwardzonego stali Cr-Mn-Mo o dwóch skrajnych gęstościach ( $6,8$  i  $7,1 \text{ g/cm}^3$ ), przejawiał się występowaniem większej ilości węglików nie rozpuszczonych podczas austenitzowania w warstwie nawęglonej oraz mniejszej ilości ferrytu w rdzeniu stali o mniejszej gęstości.

12) Bor dodany do stali spiekanej Ni-Mo w ilości  $0,003\%$  przyczynił się do występowania w strukturze warstwy nawęglonej wariantu V:

- większej ilości bainitu i mniejszej ilości austenitu szczątkowego po hartowaniu w azocie, prawdopodobnie ze względu na obecność węglikoborków typu  $\text{M}_{23}(\text{C},\text{B})_6$ , nie rozpuszczających się podczas austenitzowania w temperaturze  $850^\circ\text{C}$ ,
- większej ilości węglików w warstwie dyfuzyjnej po nawęglaniu i wolnym chłodzeniu, najprawdopodobniej poprzez obniżenie szybkości dyfuzji węgla w trakcie trwania procesu wskutek segregacji boru na granicach ziarn austenitu, i w konsekwencji zwiększonej ilości austenitu szczątkowego po następnym hartowaniu jednokrotnym w oleju.

Głównym typem węglika występującego w strukturze warstw nawęglonych stali Ni-Mo, jak wykazały badania przeprowadzone za pomocą elektronowego mikroskopu transmisyjnego (TEM), jest węglik  $\text{Fe}_2\text{MoC}$ .

13) Większa szybkość rozpuszczania się węglików o większym stopniu dyspersji w trakcie austenitzowania, których większe ilości obserwowano w warstwie dyfuzyjnej uzyskanej po nawęglaniu w niższej temperaturze, była powodem występowania większych ilości austenitu szczątkowego w warstwie utwardzonej obu wariantów stali Ni-Mo po nawęglaniu w temperaturze  $920^\circ\text{C}$ .

14) Analiza porównawcza wyników badań zmęczeniowych uzyskanych dla obu stali w stanie spiekany i utwardzony wykazała:

- występowanie większych wartości cyklicznej granicy plastyczności w stanie utwardzonym,
- nieznaczny wpływ stanu obróbki na wartość cyklicznego modułu sprężystości podłużnej, którego wartość dla stali Cr-Mn-Mo w stanie utwardzonym uległa zwiększeniu, a dla stali Ni-Mo zmniejszeniu w porównaniu do stanu spiekanego,



- występowanie mniejszych wartości cyklicznego wykładnika wzmocnienia  $n'$  w stanie utwardzonym,
- występowanie mniejszych wartości odkształcenia plastycznego i energii odkształcenia plastycznego w stanie utwardzonym.

Wartości wyżej wymienionych wielkości w każdym ze stanów obróbki rosły wraz ze wzrostem gęstości stali.

15) Względny przyrost cyklicznej granicy plastyczności dla każdej z trzech gęstości stali Cr-Mn-Mo i odpowiadającej jej efektywnej grubości warstwy nawęglonej wynosił ok. 40 % w stosunku do stanu spiekane. Podwyższony, dochodzący do 100%, przyrost cyklicznej granicy plastyczności odnotowano dla stali Cr-Mn-Mo przy zwiększonej (o ok. 35%) efektywnej grubości warstwy nawęglonej. Większe wartości i przyrost cyklicznej granicy plastyczności przy tej samej gęstości obu stali i porównywalnej efektywnej grubości warstw nawęglonych stwierdzono dla stali Ni-Mo, na co wpływ miała większa jednorodność struktury i wytrzymałość rdzenia w porównaniu do stali Cr-Mn-Mo.

16) Przyrost od 40% do 100% cyklicznej granicy plastyczności w stanie utwardzonym w stosunku do stanu spiekane, wskazuje jednocześnie na podobny wzrost wytrzymałości zmęczeniowej na rozciąganie-ściskanie obu stali spiekanych po zastosowanym nawęglaniu próżniowym.

17) Nieszkodliwy, a nawet korzystny wpływ austenitu szczątkowego w warstwie nawęglonej na wytrzymałość zmęczeniową przy rozciąganiu-ściskaniu stwierdzono dla stali spiekanej Ni-Mo. Świadczy o tym utrzymująca się prawie na stałym poziomie wartość cyklicznej granicy plastyczności, zmierzona dla obu wariantów stali Ni-Mo z różną zawartością austenitu (od 25% do 50%) w warstwie nawęglonej.

18) Mały przyrost wymiarów próbek stali Ni-Mo po zastosowanym nawęglaniu i następnej obróbce cieplnej dowodzi, że zmiany wymiarowe towarzyszące wysokotemperaturowym obróbkom cieplno-chemicznym w stalach spiekanych można redukować przez odpowiedni dobór składu chemicznego mieszanki proszkowej użytej do ich wykonania.

## 8. 2. Wnioski uytylitarne

1) Nawęglanie prowadzone w piecu próżniowym, w przeciwieństwie do konwencjonalnego, umożliwia stosowanie znacznie wyższych temperatur procesu, co pozwala uzyskiwać warstwy dyfuzyjne o większej grubości w krótszym czasie.

2) Osiągnięcie korzyści ze stosowania gazu jako ośrodka hartowniczego do stali spiekanych poddawanych nawęglaniu (o podobnej hartowności jak w przypadku badanych stali), z zachowaniem założonych i właściwych parametrów warstwy nawęglonej po zahartowaniu, wymaga użycia gazu lub mieszanek gazów o szybkości chłodzenia porównywalnej z szybkością chłodzenia oleju. Zastosowanie azotu przy ciśnieniu 10 bar spowodowało pojawienie się bainitu i zmniejszenie efektywnej grubości warstw nawęglonych w obu wariantach stali Ni-Mo o ok. 0,2 mm w porównaniu do warstw uzyskanych po hartowaniu w oleju.

3) Zastosowanie obniżonego ciśnienia gazu podczas nawęglania stali spiekanych o gęstości poniżej  $7,3 \text{ g/cm}^3$  (z porami otwartymi) zmniejsza szybkość jego penetracji w głąb materiału i pozwala, w przeciwieństwie do nawęglania konwencjonalnego, uzyskiwać zgodnie z założeniami w oparciu o opracowane formuły dokładniejsze pod względem grubości i stężenia węgla warstwy powierzchniowe.

4) Zaproponowane, opracowane na przykładzie badanych stali, zależności na efektywną grubość warstwy nawęglonej mogą być wykorzystane do ustalania wstępnych parametrów nawęglania próżniowego większości, przeznaczonych do nawęglania, niestopowych i niskostopowych stali spiekanych z porowatością otwartą.

5) Opracowana technologia nawęglania stali spiekanych pozwala otrzymywać warstwy nawęglone o prawidłowej strukturze i twardości z łagodnym spadkiem stężenia węgla, wyrażającym się występowaniem szerokiej strefy przejściowej. Tak ukształtowane warstwy powierzchniowe gwarantują nawęglanym częściom maszyn i konstrukcji najlepszy zespół właściwości mechanicznych.

## BIBLIOGRAFIA

1. White D. G.: *State of the P/M Industry in North America-1999*. The International Journal of Powder Metallurgy, 1999, Vol. 35, No. 5, s.25-29.
2. Carlström R.: *Development in Powder Metallurgy*. International Conference and Exhibition on Materials in the Automotive Industry – 1996, 2nd, 1996, Melbourne, Australia, s. 91-98.
3. Whittaker D.: *Process Economics and Technological Advances in P/M Automotive Parts*. The International Journal of Powder Metallurgy, 1998, Vol. 34, No. 4, s. 53-62.
4. Nakonieczny A.: *Powierzchniowe obróbki cieplne wyrobów metalowych – stan techniki i rynek*. Referat na Seminarium zorganizowanym w ramach targów: Inżynieria Powierzchni, Gdańsk, 1998.
5. Tengzelius J.: *Challenges for the Iron Powder Industry in the Next Millennium*. Advances in Structural PM Components Production. European Conference, 1997, Munich, Germany, s. 11-19.
6. Beiss P.: *Case Hardening*. Surface Engineering of PM Steels - PM Seminar 2000, Trento, Italy, 2000.
7. Missol W.: *Spiekane części maszyn*. Katowice, Wydawnictwo „Śląsk” 1978.
8. Rosso M., Scavino G., L’Esperance G., Hong B. D., de Rege A., Miele P.: *Carbon and Nitrogen Diffusion in Ni, Mo, Mn Alloyed P/M Steels Subjected to Gaseous and Plasma Case-Hardening Treatments*. Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials, MPIF, Princeton, NJ, 1997, Vol. I, s.6-9-6-22.
9. Blände R-A., Skoglung G., Tengzelius J.: *Surface Hardening – a Method to Improve Various Properties of Sintered Steels*. The International Powder Metallurgy Conference in Bombay, India 1983.
10. Rutkowski W.: *Projektowanie właściwości wyrobów spiekanych z proszków i włókien*. Warszawa, PWN 1977.
11. Weber R. G.: *Vacuum Carburizing and Carbonitriding of P/M Ferrous Alloys*. The International Journal of Powder Metallurgy, 1983, Vol. 15, No. 2, s. 383-391.
12. Herring D. H., St. Pierre J. C., Hayes C. I: *Vacuum Carburizing of P/M Steels*. Proc. Conf. Progress in Powder Metallurgy, Dallas (USA), 1987, 43, s. 525-537.
13. Rosso M., Scavino G., Ubertalli G., Drozda M.: *Surface Hardening of P/M Steels by Vacuum and Glow Discharge Carburizing*. Proc. Conf. International Conference Secondary Operations, Quality and Standards, MPIF Princeton, NJ 1992, Vol. 4, s. 25-39.
14. Rosso M., Scavino G., de Rege A., L’Esperance G., Hong B. D.: *Low Pressure and Plasma Carburizing of Ni, Mo, Mn Alloyed P/M Steels*. Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials – 1996, Princeton, NJ, 1996, Vol. 4, s. 13-235-13-247.
15. Sonsino C. M.: *Fatigue Design for Powder Metallurgy*. Powder Metallurgy, 1990, Vol. 33, No. 3, s. 235-245.
16. Sonsino C. M.: *Einfluss verschiedener Wärmebehandlungsverfahren auf die Schwingfestigkeit von Sinterstählen*. Mat.-wiss. und Werkstofftechnik, 1991, 22, s. 308-315.

17. Sonsino C. M., Schlieper G.: *Improvement of Mechanical Properties of Diffusion and Prealloyed Sintered Steels by Heat Treatments*. Powder Metallurgy, 1992, Vol. 24, No. 6, s. 339-344.
18. Lindqvist B.: *Fatigue of PM-Materials- Present Status and Future Possibilities*. Höganäs internal reports PM91-4, 1991.
19. Hoffman G., Lipp K., Michaelis K., Sonsino C. M., Rice J. A.: *Testing P/M Materials for High Loading Gear Applications*. The International Journal of Powder Metallurgy, 1999, Vol. 35, No. 6, s. 25-43.
20. Suresh C. Jhavar: *Vacuum Carburizing*. Presented at the 1977 Western Metal and Tool Conference and Exposition, Los Angeles, California, 1977.
21. Eysell F. W.: *Über die Aufkohlung im Unterdruckbereich, Verfahrensparameter und Anwendung*. Elektrowärme international, 1976, 34, s. 312-317.
22. Chatterjee-Fischer R.: *Zur Frage des Niederdruckaufkohlens*. HTM 37, 1982, 5, s. 220 - 226.
23. Pourprix Y., Naudot J.: *Cementation sous pression reduite*. Traitement Thermique, 1985, nr 197, s. 51-58.
24. Deshayes S., German J., Jacquot P., Denisse E., Dervieux G.: *La cementation basse pression des aciers*. Traitement Thermique, 1993, nr 261, s. 27-37.
25. Altena H.: *Niederdruck- und Plasmaaufkohlung*. HTM 49, 1994, 1, s. 58-62.
26. Hoffmann F., Dorn S., Mayr P.: *Aspekte des Unterdruck- und Plasmaaufkohlens*. HTM 49, 1994, 2, s. 103-110.
27. Kula P.: *Obróbka cieplno-chemiczna w próżni – perspektywy rozwoju*. Inżynieria Materiałowa 5, 1999, s. 221-223.
28. Kula P. i in.: *Postęp w technologii nawęglania*. Inżynieria Materiałowa 3, 2000, s. 101-105.
29. Gräfen W., Edenhofer B.: *Die Beeinflussung der Kohlenstoffübertragung bei der Unterdruckaufkohlung*. HTM 54, 1999, 5, s. 335-340.
30. Leroux C.: *Reflexions sur les mecanismes et la regulation des cementations basse pression*. Traitement thermique, 1997, nr 304, s. 27-29.
31. Pauling L., Pauling P.: *Chemia*. Wyd 2. Warszawa, PWN 1989.
32. Kowalewski J., Olejnik J.: *Applications for Vacuum Furnaces with 6, 10 and 20 Bar Gas Quenching Capabilities*. International heating. 65, 1998, No. 10, s. 39.
33. Altena H.: *Niederdruck-Aufkohlung mit Hochdruck-Gasabschreckung*. HTM 53, 1998, 2.
34. Skena C., Prucher T., Czarnek R., Jo J.: *Hardenability Characteristics of P/M Alloy Steels*. The International Journal of Powder Metallurgy, 1997, Vol. 33, No. 7, s. 25-34.
35. Tengzelius J., Grek S-E., Blände C-A: *Limitations and Possibilities in the Utilization of Cr and Mn as Alloying Elements in High Strength Sintered Steels*. Modern Developments in Powder Metallurgy, MPIF, Princeton, NJ, 1981, Vol. 13, s. 159-182.
36. Tengzelius J., Blände C-A, Wastenson G.: *High Strength Sintered steels Containing Cromium and Manganese*. SAE International Congress, Detroit, USA, 1981.

37. Causton R. J., Cimino T. M.: *High Density Processing of Cr-Mn P/M Steels*. 1994 International Conference and Exhibition on Powder Metallurgy and Particulate Materials, Toronto, Canada, 1994.
38. HIPIH - 1999, *Höganäs Iron Powder Information Hub*, 1999.
39. Widanka K.: *Nawęglanie próżniowe stali – doświadczenia badawcze*, Materiały Seminarium Seco/Warwick pt. Obróbka cieplna. Świebodzin 1998.
40. Widanka K., Dudziński W.: *Condition and Composition of Low-Alloy Steels after Vacuum Carburizing*. Matrib'99, Proceedings, Trogir, Croatia, 1999.
41. Widanka K., Dudziński W.: *Nawęglania próżniowe stali*. Inżynieria Materiałowa 5, 1999, s. 224-227.
42. Kaleta J.: *Methods for determining cyclic properties of sintered steels*. Int. Conf. DFPM-96. Proceedings, High Tatras, Slovakia, 1996, s. 171-182.
43. Moszczyński A.: *Nawęglanie gazowe stali*, Warszawa, WNT, 1983.
44. *Bor w stalach konstrukcyjnych*. Red. S. Gorczyca, Metalurgia 33, Prace Komisji Metalurgiczno-Odlewniczej, PAN – Oddział w Krakowie, Wrocław Ossolineum, 1986.
45. Ościk J.: *Adsorpcja*. Warszawa, PWN 1973.
46. Staub F. i in.: *Metaloznawstwo*. Katowice, Wydawnictwo „Śląsk” 1973.
47. Blackmore P. A., Morton K.: *Structure-property relationships in graphitic cast irons*. Int. J. Fatigue, 1982, s. 149-155.
48. Bertilsson I., Karlsson B.: *Dynamic properties of sintered steel*. Powder Metallurgy, 1987, Vol. 30, No. 3, s. 183-187.
49. Franklin P., Davies B. L.: *Metallographic aspects of fatigue of sintered iron*. Powder Metallurgy, 1978, No. 1, s. 7-12.
50. Drar H., Bergmark A.: *Initial Fracture Mechanisms in Nickel Alloyed PM Steel*. Fatigue Fract. Engng Mater. Struct. 1997, Vol. 20, No 9, s. 1319-1330.
51. Danninger H.: *Fatigue of PM Steels*. Surface Engineering of Sintered Steels. Höganäs Chair Seminar, Trento, Italy, 2000.
52. Frost N. E., Marsh K. J., Pook L. P.: *Metal Fatigue*. Oxford Engineering Science Series. Oxford University Press 1974.
53. Kocańda S., Kocańda A.: *Niskocyklowa wytrzymałość zmęczeniowa metali*. Warszawa, PWN 1989.
54. Wyszkowski J., Soból S.: *Zależność własności mechanicznych wyrobów nawęglanych od ich mikrostruktury*. Metaloznawstwo i Obróbka cieplna. Instytut Mechaniki Precyzyjnej, Warszawa, 1979, nr 41, s.2-8.

