

## ОСОБЕННОСТИ ФОРМИРОВАНИЯ ПОВЕРХНОСТНЫХ ФАЗ ПРИ ХИМИКО-ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКЕ СПЛАВОВ НА ОСНОВЕ ЖЕЛЕЗА

Б.Е. Винтайкин<sup>1</sup>

А.В. Камынин<sup>2</sup>

А.Е. Смирнов<sup>1</sup>

К.В. Терезанова<sup>1</sup>

С.А. Черенкова<sup>1</sup>

vintaikb@mail.ru

ocetpa752@yandex.ru

smirnoff@bmstu.ru

<sup>1</sup> МГТУ им. Н.Э. Баумана, Москва, Российская Федерация

<sup>2</sup> АО «Спецмагнит», Москва, Российская Федерация

---

### Аннотация

Рассмотрены особенности формирования поверхностных фаз на образцах технического железа при химико-термической обработке в течение 2, 4 и 6 ч при температуре 850 °С: вакуумной цементации в ацетилене и жидкостном борировании в расплаве, содержащем тетраборат натрия и аморфный бор. Приведены микрофотографии поперечного сечения образцов. Рентгенофазовый анализ дал возможность сопоставить фазовый состав приповерхностных слоев, полученных в результате химико-термической обработки, с микроструктурами образцов. Установлено, что при цементации в поверхностном слое образцов технического железа присутствуют фазы Fe<sub>3</sub>C и Fe-α, а при борировании — FeB, Fe<sub>2</sub>B и Fe<sub>3</sub>B и отмечается отсутствие характерных пиков Fe-α на рентгенограмме. Анализ микроструктуры дал возможность получить информацию о глубине проникания насыщающих элементов и, как следствие, определить зависимость толщины упрочненного слоя от времени насыщения. Показано, что зависимость толщины диффузионного слоя от времени насыщения имеет параболический характер, что свидетельствует о преобладающей роли диффузионного массопереноса при насыщении

### Ключевые слова

*Химико-термическая обработка, жидкостное борирование, вакуумная цементация, метод рентгеновской дифрактометрии, оптическая микроскопия, диффузионное насыщение поверхностей, сплавы, железо, фазовая структура, приповерхностный слой*

Поступила в редакцию 16.02.2017

© МГТУ им. Н.Э. Баумана, 2018

---

**Введение.** В настоящее время область применения тех или иных материалов определяется их механическими характеристиками. Важными характеристиками при эксплуатации материалов являются твердость, прочность, износостойкость и ударная вязкость [1]. Для их улучшения разработано немало технических методов упрочнения, например легирование или термическая обработка. Однако приведенные способы упрочнения не всегда дают оптимальный результат, а иногда просто невозможны.

При использовании деталей в реальных рабочих условиях максимальные нагрузки приходятся именно на поверхность, следовательно, решающее значение при эксплуатации деталей имеет структура поверхностных и приповерхностных слоев. В связи с этим повышенный интерес вызывают методы изменения фазовой структуры материалов, которые позволяют модифицировать только поверхностные слои деталей, не меняя при этом строение и свойства сердцевины.

Среди многообразия способов изменения структуры поверхностных слоев наилучший — способ улучшения рабочих характеристик за счет диффузионного насыщения приповерхностных слоев эксплуатируемых деталей при химико-термической обработке (ХТО) [2]. Такой вид упрочнения считается универсальным, поскольку позволяет преобразовать химический состав и структуру поверхностных слоев практически любого металла или сплава без изменения свойств сердцевины за счет взаимодействия с окружающей средой, в которой осуществляют нагрев.

В настоящее время весьма актуальна разработка неразрушающих методов контроля фазового состава модифицированного слоя упрочняемого материала. Применение таких методов дает возможность получить информацию о фазовом составе непосредственно поверхностного слоя упрочняемых деталей без разрушения последних.

*Цель работы* — показать возможности рентгенофазового анализа при исследовании поверхностных фаз образцов технического железа после двух видов ХТО: 1) вакуумной цементации в ацетилене; 2) жидкостном борировании в расплаве, содержащем тетраборат натрия и аморфный бор.

Основные задачи работы — анализ рентгенограмм образцов железа после борирования и цементации при различной продолжительности процесса и сопоставление результатов рентгенофазового и металлографического анализов приповерхностных слоев образцов.

**Методика исследований.** Химико-термической обработке подвергали образцы технического железа диаметром и высотой 15 мм. Плоские поверхности шлифовали на шкурках с уменьшением зернистости до нулевого номера для последующего рентгенофазового анализа после ХТО [3]. После проведения ХТО поверхность образца повторно не шлифовали [4, 5].

Вакуумную цементацию проводили в атмосфере ацетилена при температуре 850 °С в течение 2, 4 и 6 ч, затем образцы охлаждали в вакуумной камере.

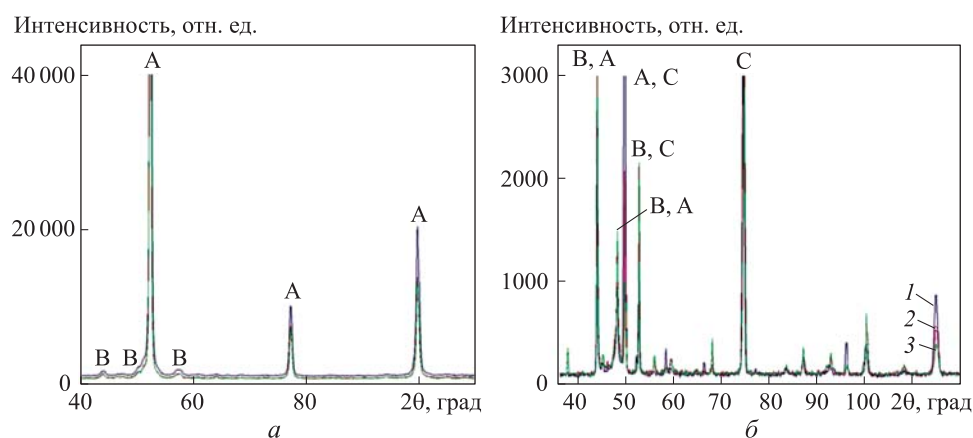
Жидкостное борирование проводили при таких же температуре и времени насыщения в расплаве, содержащем тетраборат натрия и аморфный бор. После насыщения образцы охлаждали на воздухе.

После ХТО проводили рентгенофазовый анализ на дифрактометре «ДРОН-4М» в монохроматизированном кобальтовом К-альфа-излучении в режиме тета/2тета-сканирования с использованием схемы фокусировки Брэгга — Брентано в диапазоне значений угла 20...120°. Полученные рентгенограммы расшифровывали с помощью базы порошковых дифракционных данных

ICDD PCPDFWIN (1997 г.) по таблицам о межплоскостных расстояниях фаз, которые содержат элементы, входящие в состав образцов [6, 7].

**Результаты исследований.** Для оценки возможностей рентгенофазового анализа при определении фазового состава поверхностного слоя металла после ХТО выполняли расшифровку рентгенограмм, полученных с насыщенных поверхностей, и их сравнение.

Рентгенограмма поверхности образцов технического железа после вакуумной цементации приведена на рис. 1, а. После обработки на поверхности образцов присутствуют фазы  $Fe_3C$  и  $Fe-\alpha$ .



**Рис. 1.** Рентгенограммы поверхности образцов технического железа, насыщенных при температуре 850 °С в течение 2 (1), 4 (2) и 6 (3) ч:

а — после вакуумной цементации (А —  $Fe-\alpha$ ; В —  $Fe_3C$ ); б — после борирования (А —  $Fe_3B$ ; В —  $FeB$ ; С —  $Fe_2B$ )

Анализ рентгенограммы показывает, что при увеличении времени насыщения с 2 до 4 ч изменяется количественное соотношение фаз  $Fe_3C$  и  $Fe-\alpha$  (цементита  $Fe_3C$  становится больше), дальнейшее увеличение времени насыщения (до 6 ч) не вносит существенных изменений в соотношение фаз. Такой результат свидетельствует о том, что при времени насыщения 4 ч и более приповерхностная часть диффузионного слоя на глубине проникания рентгеновского излучения ( $\approx 20$  мкм) не претерпевает существенных изменений.

Рентгенофазовый анализ поверхности образцов после борирования (рис. 1, б) показал отсутствие характерных пиков  $Fe-\alpha$ . В основном присутствуют линии таких боридов железа, как  $FeB$ ,  $Fe_2B$  и  $Fe_3B$  [8, 9].

Анализ кинетики изменения интенсивности характерных пиков боридов показывает, что по мере увеличения времени борирования возрастает интенсивность линий борида  $FeB$  при уменьшении интенсивности линий  $Fe_2B$ . При этом для всех образцов зафиксированы относительно слабые пики борида  $Fe_3B$ .

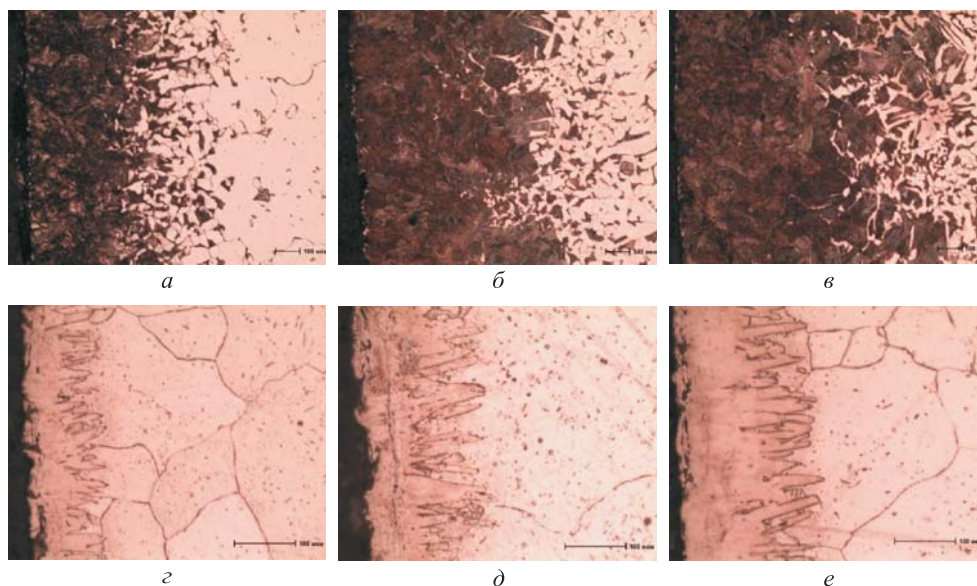
Полученные результаты свидетельствуют о том, что на поверхности железа образуется сплошной слой боридов указанного выше фазового состава толщиной

более 20 мкм, экранирующий железную матрицу. Сопоставление интенсивностей пиков FeV и Fe<sub>2</sub>V показывает, что по мере увеличения длительности насыщения происходит утолщение слоя FeV, что подтверждается результатами металлографического анализа. Присутствие на рентгенограмме всех насыщенных образцов относительно слабых линий Fe<sub>3</sub>V дает возможность предположить, что эта фаза образуется на поверхности образца в виде тонкого слоя или изолированных частиц.

Выявлено несколько слабых линий Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, что может быть объяснено наибольшим окислением поверхности в процессе жидкостного борирования.

Для сопоставления результатов рентгенофазового анализа со структурой приповерхностных слоев образцов после ХТО выполняли анализ микроструктур поперечных сечений образцов. Такой анализ дал возможность исследовать зависимость толщины диффузионного слоя от времени насыщения.

Микроструктуры после цементации (рис. 2, а–в) имеют характерные области диффузионного слоя. Первая приповерхностная область (темная) представляет собой насыщенный углеродом слой, который состоит из перлита — смеси двух фаз — цементита Fe<sub>3</sub>C и феррита Fe-α [10, 11].



**Рис. 2.** Микроструктуры поперечного сечения образцов технического железа после вакуумной цементации (а–в) ( $\times 200$ ) и жидкостного борирования (z–e) ( $\times 500$ ) при температуре 850 °С в течение 2 (а, z), 4 (б, д) и 6 ч (в, e)

Вторая область, включающая в себя светлые и темные зерна, называется переходной. Она соответствует переходу структуры упрочненного поверхностного слоя к исходной структуре образца, представленной ферритом Fe-α.

Большое значение имеет толщина насыщенного углеродом слоя, которая по мере насыщения существенно увеличивается (см. рис. 2, а–в).

Анализ микроструктур показывает, что с увеличением времени насыщения увеличивается доля цементита  $Fe_3C$  по сравнению с ферритом  $Fe-\alpha$ , что согласуется с результатами рентгенофазового анализа (см. рис. 1, а).

Микроструктуры борированных слоев (рис. 2, г–е) существенно отличаются от микроструктуры цементованных. Прежде всего, толщины борированных слоев существенно меньше по сравнению с толщинами цементованных слоев, что обусловило необходимость увеличения длительности процесса обработки. Приповерхностная область боридов имеет характерный зубчатый вид, а переходная область к сердцевине отсутствует.

Область боридов состоит из двух слоев (см. рис. 2, д, е) — приповерхностного (более темного), образованного боридом железа  $FeB$ , и подповерхностного (более светлого), состоящего из борида железа  $Fe_2B$ . Сердцевина имеет структуру  $Fe-\alpha$ .

Следует отметить, что при малом времени борирования (2 ч) борид  $FeB$  не успевает образоваться (см. рис. 2, г), что подтверждают результаты рентгенофазового анализа (см. рис. 1, б).

Борид железа  $Fe_2B$ , образующийся на поверхности насыщаемого материала, существование которого подтверждено рентгенофазовым анализом (см. рис. 1, б) при металлографическом анализе не выявляется, что можно объяснить малым количеством этой фазы и высокой хрупкостью боридных слоев.

Анализ кинетики роста диффузионных слоев при цементации и борировании показывает близкую к параболической зависимость толщины слоя от времени насыщения (рис. 3). Это свидетельствует о том, что лимитирующей стадией массопереноса при рассматриваемых видах ХТО является стадия диффузии насыщающего элемента в металле.

Установлено, что толщины диффузионных слоев при цементации существенно больше, чем при борировании. Это можно объяснить различной растворимостью углерода и бора в железе при температуре насыщения.

**Выводы.** В образцах технического железа после вакуумной цементации при температуре  $850\text{ }^\circ\text{C}$  на поверхности образцов присутствуют фазы  $Fe_3C$  и  $Fe-\alpha$ . При увеличении времени насыщения с 2 до 4 ч растет количество цементита  $Fe_3C$ , при этом возрастание времени насыщения (до 6 ч) не вносит существенных изменений в соотношение фаз. Таким образом, при времени насыщения 4 ч и более приповерхностная часть диффузионного слоя на глубине проникновения рентгеновского излучения около 20 мкм существенно не изменяется.

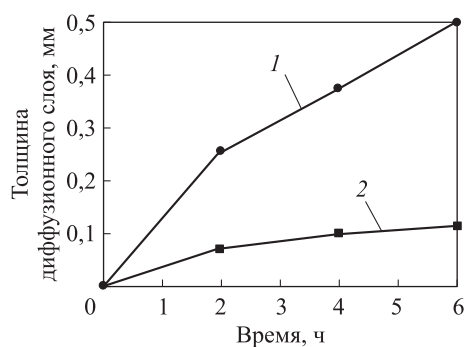


Рис. 3. Кинетика роста диффузионных слоев при цементации (1) и борировании (2)

При исследовании образцов технического железа после жидкостного борирования при температуре 850 °С установлено наличие боридов FeB, Fe<sub>2</sub>B и Fe<sub>3</sub>B. При увеличении времени обработки растёт количество фазы FeB, при этом не выявлены характерные пики Fe-α. Это свидетельствует об экранировании железной матрицы сплошным слоем боридов указанного выше фазового состава.

Установлена близкая к параболической зависимость толщины слоя от времени насыщения. Следовательно, лимитирующей стадией массопереноса при рассматриваемых видах ХТО является стадия диффузии насыщающего элемента в металле. Толщины диффузионных слоев при цементации существенно больше, чем при борировании, что можно объяснить различной растворимостью углерода и бора в железе при температуре насыщения.

## ЛИТЕРАТУРА

1. *Материаловедение* / Б.Н. Арзамасов, В.И. Макарова, Г.Г. Мухин, Н.М. Рыжов, В.И. Силаева. М.: Изд-во МГТУ им. Н.Э. Баумана, 2008. 648 с.
2. Крукович М.Г. Механизм формирования диффузионных слоев // Новые материалы и технологии в машиностроении. 2012. № 15. С. 69–76.
3. *Рентгеновская дифрактометрия* / М.Г. Исаенкова, Ю.А. Перлович, В.И. Скрытный, Н.А. Соколов, В.Н. Яльцев. М.: МИФИ, 2007. 60 с.
4. Барабаш М.А., Колмыков Д.В., Гончаров А.Н., Колмыков В.И. Повышение износостойкости восстановленных деталей цементацией при ремонте машин // Упрочняющие технологии и покрытия. 2009. № 5. С. 44–47.
5. Гурьев А.М., Лыгденов Б.Д., Власова О.А. Интенсификация процессов химико-термической обработки металлов и сплавов // Фундаментальные исследования. 2008. № 8. С. 48–50.
6. *Special features of vacuum carburizing of heat-resistant steel in acetylene* / N.M. Ryzhov, A.E. Smirnov, R.S. Fakhurtdinov, L.M. Mulyakaev, V.I. Gromov // *Metal Science and Heat Treatment*. 2004. Vol. 46. Iss. 5-6. P. 230–235. DOI: 10.1023/B:MSAT.0000043108.71523.08
7. *Ryzhov N.M., Smirnov A.E., Fakhurtdinov R.S. Control of carbon saturation of the diffusion layer in vacuum carburizing of heat-resistant steels* // *Metal Science and Heat Treatment*. 2004. Vol. 46. Iss. 7-8. P. 340–344. DOI: 10.1023/B:MSAT.0000048845.35526.09
8. Смирнов А.Е., Фахуртдинов Р.С., Пахомова С.А., Рыжова М.Ю. Технология вакуумной цементации зубчатых колес из теплостойких сталей // *Технология металлов*. 2017. № 1. С. 8–16.
9. Баландин Ю.А. Износостойкие комплексные покрытия на основе бора // *Физикохимия поверхности и защита материалов*. 2006. Т. 42. № 2. С. 150–153.
10. *Структура и свойства диффузионно-упрочненных бором и титаном поверхностей горячештампованных сталей* / А.М. Гурьев, Б.Д. Лыгденов, С.Г. Иванов и др. // *Современные наукоемкие технологии*. 2014. № 4. С. 60–62.
11. Шитко А.А., Руденко С.П., Валько А.Л., Чичин А.Н. Высокотемпературная вакуумная цементация — резерв по снижению энергоёмкости производства и улучшению качества зубчатых колес трансмиссий энергонасыщенных машин // *Литье и металлургия*. 2016. № 2 (83). С. 104–109.

**Винтайкин Борис Евгеньевич** — д-р физ.-мат. наук, профессор кафедры «Физика» МГТУ им. Н.Э. Баумана (Российская Федерация, 105005, Москва, 2-я Бауманская ул., д. 5, стр. 1).

**Камынин Антон Владимирович** — специалист, начальник отдела, АО «Спецмагнит» (Российская Федерация, 127238, Москва, Дмитровское шоссе, д. 58).

**Смирнов Андрей Евгеньевич** — канд. техн. наук, доцент кафедры «Материаловедение» МГТУ им. Н.Э. Баумана (Российская Федерация, 105005, Москва, 2-я Бауманская ул., д. 5, стр. 1).

**Терезанова Ксения Васильевна** — студентка магистратуры кафедры «Физика» МГТУ им. Н.Э. Баумана (Российская Федерация, 105005, Москва, 2-я Бауманская ул., д. 5, стр. 1).

**Черенкова Светлана Александровна** — студентка магистратуры кафедры «Физика» МГТУ им. Н.Э. Баумана (Российская Федерация, 105005, Москва, 2-я Бауманская ул., д. 5, стр. 1).

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

Особенности формирования поверхностных фаз при химико-термической обработке сплавов на основе железа / Б.Е. Винтайкин, А.В. Камынин, А.Е. Смирнов, К.В. Терезанова, С.А. Черенкова // Вестник МГТУ им. Н.Э. Баумана. Сер. Естественные науки. 2018. № 2. С. 73–81. DOI: 10.18698/1812-3368-2018-2-73-81

**SPECIFIC FEATURES OF FORMING SURFACE PHASES UNDER CHEMICAL HEAT TREATMENT OF IRON-BASE ALLOYS**

**B.E. Vintaikin<sup>1</sup>**

vintaikb@mail.ru

**A.V. Kamynin<sup>2</sup>**

ocetpa752@yandex.ru

**A.E. Smirnov<sup>1</sup>**

smirnoff@bmstu.ru

**K.V. Terezanova<sup>1</sup>**

**S.A. Cherenkova<sup>1</sup>**

<sup>1</sup> Bauman Moscow State Technical University, Moscow, Russian Federation

<sup>2</sup> JSC "S-magnet", Moscow, Russian Federation

---

**Abstract**

The article gives a detailed analysis of specific features of forming surface phases in the samples of ingot iron after chemical heat treatment at the temperature of 850 °C during 2, 4 and 6 hours of saturation in two different media — vacuum carburizing in acetylene and liquid boriding in the melt which contains sodium tetraborate and amorphous boron. Micro images of the surface cross sections of the samples were obtained. The X-ray-phase analysis conducted allowed us to compare phase structure of the near-surface layers resulted from chemical heat treatment with samples microstructures. Findings of the research show that after carburizing there appear Fe<sub>3</sub>C и Fe-α phases in

**Keywords**

*Chemical heat treatment, liquid boriding, vacuum carburizing, X-ray diffraction method, optical microscopy, diffusion saturation of the surface, iron-base alloys, phase structure, near-surface layers*

the surface layer of the samples of ingot iron. After boring FeB, Fe<sub>2</sub>B и Fe<sub>3</sub>B phases were found and characteristic peaks of Fe-α and Fe-γ were not detected on X-ray diffraction pattern. The analysis of the microstructure provided us with data on the penetration depth for the saturating elements, and, consequently, allowed us to identify the dependence of thickness of a strengthened layer on saturation time. Results suggest that this dependence is parabolic, which suggests the major role of the diffusion mass transfer in saturation

Received 16.02.2017  
© BMSTU, 2018

---

## REFERENCES

- [1] Arzamasov B.N., Makarova V.I., Mukhin G.G., Ryzhov N.M., Silaeva V.I. *Materialovedenie* [Material engineering]. Moscow, Bauman MSTU Publ., 2008. 648 p.
- [2] Krukovich M.G. Formation mechanism of diffusion layers. *Novye materialy i tekhnologii v mashinostroenii*, 2012, no. 15, pp. 69–76 (in Russ.).
- [3] Isaenkova M.G., Perlovich Yu.A., Skrytnyy V.I., Sokolov N.A., Yal'tsev V.N. *Rentgenovskaya diffraktometriya* [X-ray diffractometry]. Moscow, MEPhI Publ., 2007. 60 p.
- [4] Barabash M.A., Kolmykov D.V., Goncharov A.N., Kolmykov V.I. Increasing of the endurance of retread parts by cementation when repairing of machines. *Uprochnyayushchie tekhnologii i pokrytiya* [Strengthening Technologies and Coatings], 2009, no. 5, pp. 44–47 (in Russ.).
- [5] Gur'yev A.M., Lygdenov B.D., Vlasova O.A. Process identification of metals and alloys chemical thermal treatment. *Fundamental'nye issledovaniya* [Fundamental Research], 2008, no. 8, pp. 48–50 (in Russ.).
- [6] Ryzhov N.M., Smirnov A.E., Fakhurtdinov R.S., Mulyakaev L.M., Gromov V.I. Special features of vacuum carburizing of heat-resistant steel in acetylene. *Metal Science and Heat Treatment*, 2004, vol. 46, iss. 5-6, pp. 230–235. DOI: 10.1023/B:MSAT.0000043108.71523.08
- [7] Ryzhov N.M., Smirnov A.E., Fakhurtdinov R.S. Control of carbon saturation of the diffusion layer in vacuum carburizing of heat-resistant steels. *Metal Science and Heat Treatment*, 2004, vol. 46, iss. 7-8, pp. 340–344. DOI: 10.1023/B:MSAT.0000048845.35526.09
- [8] Smirnov A.E., Fakhurtdinov R.S., Pakhomova S.A., Ryzhova M.Yu. Technology of vacuum carbonization of hot-work steel gear-wheels. *Tekhnologiya metallov*, 2017, no. 1, pp. 8–16 (in Russ.).
- [9] Balandin Yu.A. Boron based complex wear-resistant coatings. *Protection of Metals and Physical Chemistry of Surfaces*, 2006, vol. 42, iss. 2, pp. 137–139. DOI: 10.1134/S0033173206020056
- [10] Gur'yev A.M., Lygdenov B.D., Ivanov S.G., et al. The structure and properties of steels for hot stamping after diffusion hardening with boron and titanium. *Sovremennye naukoemkie tekhnologii* [Modern High Technologies], 2014, no. 4, pp. 60–62 (in Russ.).
- [11] Shipko A.A., Rudenko S.P., Valko A.L., Chichin A.N. High-temperature vacuum cementation — the reserve to reduce the energy intensity of manufacture and improve the quality of transmissions gearwheels of high-energy machines. *Litiya i Metallurgiya* [Foundry Production and Metallurgy], 2016, no. 2 (83), pp. 104–109 (in Russ.).



**Vintaikin B.E.** — Dr. Sc. (Phys.-Math.), Professor, Department of Physics, Bauman Moscow State Technical University (2-ya Baumanskaya ul. 5, str. 1, Moscow, 105005 Russian Federation).

**Kamynin A.V.** — expert, Head of Department, JSC "S-magnet" (Dmitrovskoe shosse 56, Moscow, 127238 Russian Federation).

**Smirnov A.E.** — Cand. Sc. (Eng.), Assoc. Professor, Department of Materials Science, Bauman Moscow State Technical University (2-ya Baumanskaya ul. 5, str. 1, Moscow, 105005 Russian Federation).

**Terezanova K.V.** — Master's Degree student, Department of Physics, Bauman Moscow State Technical University (2-ya Baumanskaya ul. 5, str. 1, Moscow, 105005 Russian Federation).

**Cherenkova S.A.** — Master's Degree student, Department of Physics, Bauman Moscow State Technical University (2-ya Baumanskaya ul. 5, str. 1, Moscow, 105005 Russian Federation).

**Please cite this article in English as:**

Vintaikin B.E., Kamynin A.V., Smirnov A.E., Terezanova K.V., Cherenkova S.A. Specific Features of Forming Surface Phases under Chemical Heat Treatment of Iron-Base Alloys. *Vestn. Mosk. Gos. Tekh. Univ. im. N.E. Baumana, Estestv. Nauki* [Herald of the Bauman Moscow State Tech. Univ., Nat. Sci.], 2018, no. 2, pp. 73–81 (in Russ.).

DOI: 10.18698/1812-3368-2018-2-73-81