

**LABORATORIA
APARATURA
BADANIA**

ISSN-1427-5619

LAB

3/2019

DWUMIESIĘCZNIK



**Zawartość kadmu
i ołowiu w pieczywie
i produktach zbożowych**

Nawęglanie stali konstrukcyjnej w zautomatyzowanym dwukomorowym piecu próżniowym z systemem hartowania w oleju

Barbara Grzegorzczuk*, Tomasz G. Gawęł, Wojciech Borek

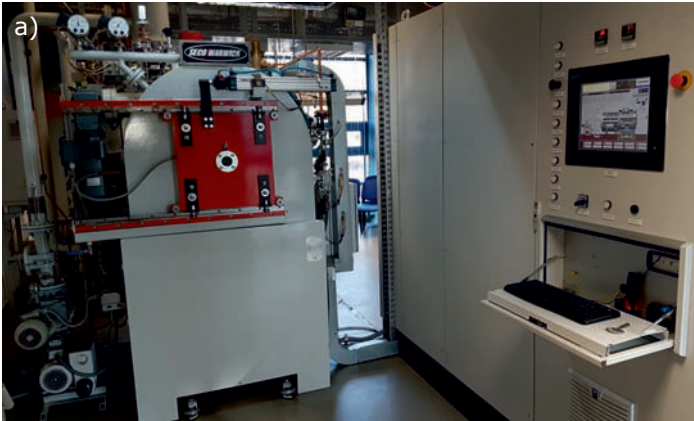
Pojawiające się na rynku coraz to nowsze urządzenia wymagają niezawodności, co rodzi potrzebę wykorzystania materiałów inżynierskich o odpowiednich własnościach użytkowych. Polepszanie własności materiałów jest możliwe dzięki szybkiemu postępowi technologicznemu, a nowe wymagania stawiane materiałom powodują konieczność rozwijania metod technologii obróbki cieplnej. Wiele przedmiotów z których korzystamy na co dzień poddane były specjalnym zabiegom obróbki cieplnej, co pozwoliło na uzyskanie odpowiednich własności, a tym samym nadanie odpowiedniego przeznaczenia dla tych materiałów. Obróbka cieplna znajduje zastosowanie w wielu gałęziach przemysłu; odpowiednie dobranie parametrów procesu obróbki cieplnej i prawidłowe jego przeprowadzenie wpływa na dalsze etapy produkcji, co ma ogromny wpływ na końcową jakość produktów. Coraz szersza wiedza na temat technologii obróbki cieplnej daje możliwość udoskonalania procesów oraz wspomaganie ich komputerowo, w efekcie

czego znajduje szersze zastosowanie i lepsze możliwości. Obróbka cieplno-chemiczna jest jednym z rodzajów obróbki cieplnej zajmującej się zmianą właściwości mechanicznych oraz fizykochemicznych metali. Zmiana własności następuje przez zmianę składu chemicznego i struktury warstwy powierzchniowej stopu w stanie stałym w wyniku oddziaływania temperatury oraz ośrodka w jakim materiał jest wygrzewany. Kluczowym zjawiskiem zachodzącym podczas procesów obróbki cieplno-chemicznej jest zjawisko dyfuzji. Polega ono na ruchu atomów, jonów lub cząsteczek spowodowanym różnicą stężenia i prowadzącym do wyrównania stężeń wewnętrznych faz. W ciałach stałych wędrówka atomów, jonów lub cząsteczek może się odbywać przez bezpośrednią zamianę miejsc w sieci krystalicznej, dyfuzję międzywęzłową lub dyfuzję za pośrednictwem defektów sieci krystalicznej. Obróbce cieplno-chemicznej poddaje się głównie stopy żelaza w celu poprawy twardości, wytrzymałości na ścieranie oraz odporności na korozyjne

działanie środowiska. W celach technicznych do stali są dodawane węgiel, azot, aluminium, krzem, chrom, itd. W praktyce stosuje się głównie nawęglanie, azotowanie, cyjanowanie. Nawęglanie jest procesem polegającym na dyfuzyjnym nasycaniu wierzchniej warstwy materiału węglem podczas wygrzewania (najczęściej w temperaturze $900\div 950^{\circ}\text{C}$) w ośrodku zawierającym węgiel w postaci atomowej. Atomy węgla wprowadzone dyfuzyjnie do stali zajmują w komórkach sieciowych miejsce międzywęzłami utworzonymi z atomów żelaza. Sieć żelaza α ma bardzo małe możliwości pomieszczenia w swoim obszarze atomów węgla – z tego powodu stal nawęglaną nagrzewa się do temperatury, w której istnieje żelazo γ , czyli powyżej temperatury przemiany Ac_3 . Zbytne podwyższenie temperatury podczas nawęglania nie jest wskazane, gdyż powoduje rozrost ziarna i zwiększenie zawartości węgla w warstwie powierzchniowej powyżej technicznie uzasadnionej wartości. Jeśli przyjmijemy stan wyżarzony

jako porównawczy, wówczas w warstwie nawęglonej stali mogą występować trzy strefy: nadeutektoidalna (perlit i cementyt wtórny jako siatka wokół ziaren perlitu), eutektoidalna (perlit), podeutektoidalna (perlit i ferryt). W niektórych gatunkach stali stopowej w strefie nadeutektoidalnej występują węgliki złożone pod postacią kulek. Spadek zawartości węgla w warstwie nawęglonej powinien być stopniowy, bez nagłych zmian – w przeciwnym razie może wystąpić łuszczenie się warstwy nawęglonej.

Nawęglanie może być przeprowadzane w ośrodkach: stałych, ciekłych, gazowych, w próżni, w plazmie lub w złożu fluidalnym. Najczęściej nawęglanymi detalami są wały, krzywki oraz koła zębate. Po nawęglaniu detale poddaje się hartowaniu i odpuszczaniu (często osobno dla rdzenia i powłoki). Stale używane do nawęglania to stale konstrukcyjne wyższej jakości i stale niskostopowe o zawartości węgla do ok. 0,25%. Stosowanie stali do nawęglania o różnym składzie chemicznym wynika



Rys. 1. Dwukomorowy piec próżniowy z systemem hartowania w oleju oraz systemem nawęglania próżniowego CaseMaster Evolution D4 firmy Seco/Warwick: a) urządzenie wraz z szafą zasilania i sterowaniem; b) urządzenie wraz z systemem nawęglania, chłodzenia oraz zbiornikiem buforowym gazu obojętnego

głównie z wymagań dotyczących właściwości rdzenia, a w znacznie mniejszym stopniu z wpływu na budowę i parametry wytrzymałościowe warstwy nawęglonej. W tradycyjnych technologiach nawęglania warstwa przypowierzchniowa podlega najczęściej zeszlifowaniu z uwagi na odkształcenia oraz możliwość występowania w niej wad strukturalnych.

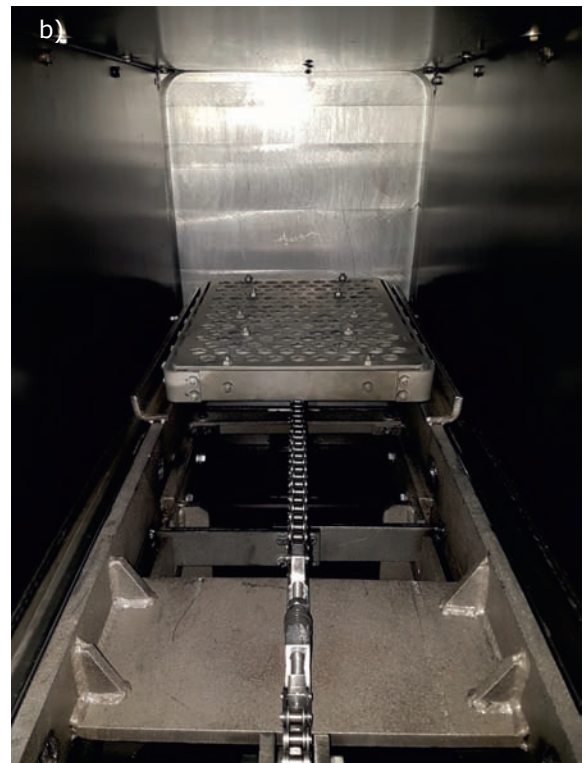
Automatyzacja procesu nawęglania, jak również chęć optymalizacji doboru parametrów procesu nawęglania powoduje, że do procesów obróbki ciepłno-chemicznej wykorzystywane są coraz to nowocześniejsze urządzenia: piece dające możliwość wykonania zarówno obróbki ciepłno-chemicznej, jak również innych procesów zachodzących bezpośrednio po procesie nawęglania czyli obróbki cieplnej. Jednym z takich urządzeń jest dwukomorowy piec CaseMaster Evolution D4.

Dwukomorowy piec próżniowy z systemem hartowania w oleju oraz z systemem nawęglania próżniowego CaseMaster Evolution D4 (CMe D4)

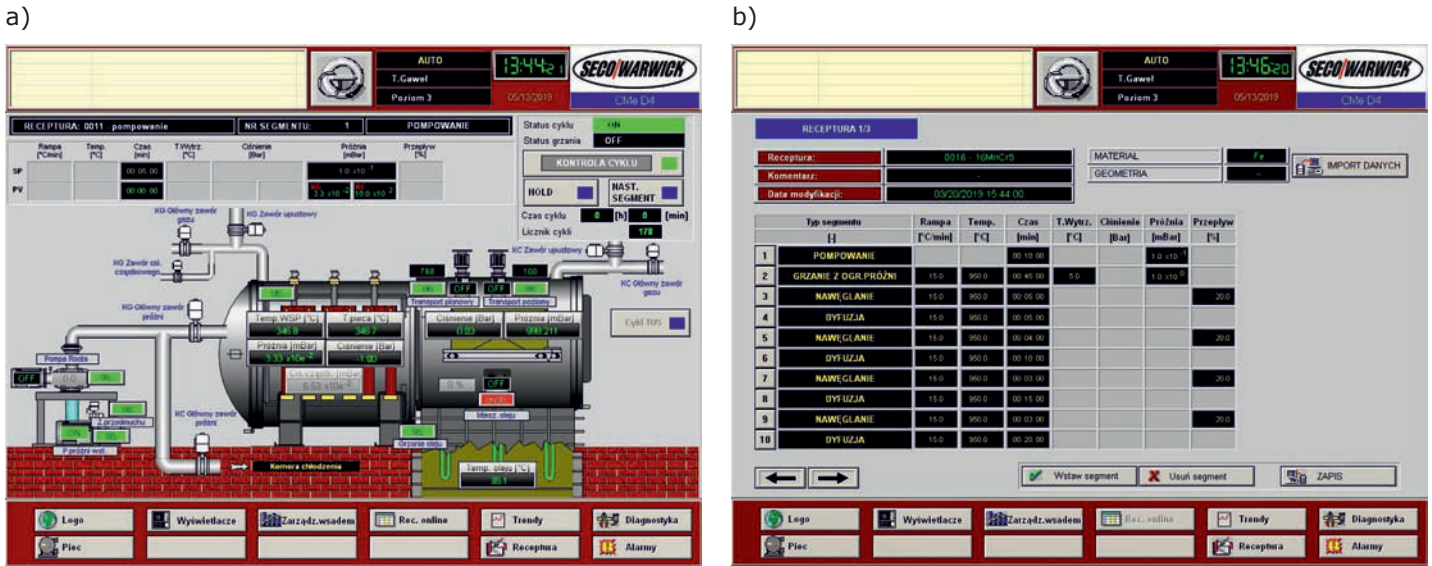
firmy Seco/Warwick (Rys. 1) jest stosowany w przemyśle motoryzacyjnym, lotniczym, zbrojeniowym, energetycznym, narzędziowym, maszynowym. Jest to urządzenie energooszczędne i przyjazne środowisku. Wyposażony jest

w system filtrów, mających na celu zmniejszenie ilości uwalnianych do atmosfery zanieczyszczeń. Piec próżniowy CMe D4 firmy Seco/Warwick jest piecem dwukomorowym wyposażonym w wannę olejową, automatyczny system

transportu umożliwiający przemieszczanie wsadu między dwiema komorami oraz pozwalający na wykonanie hartowania elementów obrabianych w oleju. Komora grzewcza (Rys. 2a) jest oddzielona od komory



Rys. 2. Komora: a) grzania z widoczną śluzą między komorami, elementami grzewczymi, termoelementami oraz podporami grafitowymi, na których jest osadzana matryca przez system transportu; b) załadunkowa/chłodzenia z widoczną śluzą między komorami, systemem transportu i molibdenową matrycą na której umieszcza się wsad oraz wannę olejową



Rys. 3. Dotykowy panel kontrolny: a) podgląd głównych podzespołów pieca; b) panel do tworzenia receptury procesu obróbki cieplnej lub cieplno-chemicznej

załadunkowej/chłodzenia służą, która automatycznie otwiera się i zamyka na czas transportu wsadu między komorami. W komorze ładunkowej (Rys. 2b) znajduje się również wanna olejowa wyposażona w mieszarkę oleju, zapewniającą równomierny przepływ oleju, zapewniającą równomierny odbiór ciepła z wsadu podczas hartowania. Możliwa jest kontrola:

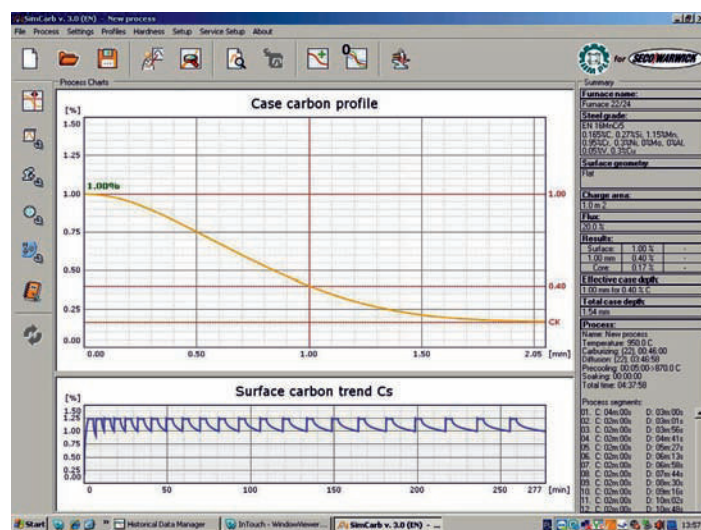
- temperatury obróbki cieplnej w zakresie od temperatury otoczenia do 1250°C,
- szybkości nagrzewania wsadu, którą można regulować w zakresie od 1 do 20°C/min,
- temperatury oleju w zakresie od temperatury otoczenia do 100°C,
- szybkości pracy pomp wprawiających olej w ruch w zakresie od 0 do 100%,
- wartości próżni w zakresie od 1 do 10⁻² mbar (umożliwia to obróbkę cieplną materiałów nieżelaznych przez utrzymywanie stałej – bezpiecznej wartości próżni dla określonej temperatury, zapobiegając tym samym sublimacji pierwiastków).

Pracą urządzenia zarządza system stworzony przez producenta – Seco/Warwick. Obsługa pieca, podgląd wykonywanego aktualnie procesu lub działania podzespołu oraz podgląd wszystkich parametrów w czasie rzeczywistym umożliwia dotykowy panel kontrolny (Rys. 3). Komora grzewcza posiada izolację cieplną grafitowo-ceramiczną pokrytą płytą CFC. Wewnątrz komory wsad jest ustawiany

na podporach grafitowych przez automatyczny system transportu. Do komory grzewczej doprowadzone są dwa termoelementy niezależnie od siebie weryfikujące wartość temperatury, co zapewnia wiarygodny pomiar. Do grzania komory zastosowano elementy grzewcze wykonane z prętów grafitowych w liczbie 12 sztuk. Wanna olejowa wyposażona jest w zespół elementów grzewczych,

pozwalających na podgrzanie oleju do zadanej temperatury. Mieszarka oleju umożliwia równomierne odprowadzanie ciepła podczas hartowania wsadu; wymusza ona przepływ oleju przez specjalnie wyprofilowane kratownice umożliwiające wytworzenie ukierunkowanego przepływu oleju. Gdy temperatura oleju zostanie przekroczona podczas hartowania, rozpoczyna się chłodzenie wanny olejowej przez otwarcie zaworu i doprowadzenie wody do ożebrowania zabudowanego w wannie.

Za uzyskanie próżni w urządzeniu odpowiada system pompowy, składający się z pompy mechanicznej oraz pompy próżniowej Roota. Pierwsza rozpoczyna pracę pompa mechaniczna, odpompowując najpierw komorę grzania, a następnie komorę chłodzenia. Gdy obie komory mają wyrównaną wartość ciśnienia, rozpoczyna się pompowanie obu komór jednocześnie. Po uzyskaniu wartości ciśnienia 20 mbar rozpoczyna pracę



Rys. 4. Oprogramowanie SimCarb Plus firmy Seco/Warwick do symulacji procesu nawęglania



pompa próżniowa, umożliwiającą uzyskanie niższych wartości ciśnienia rzędu 0,02 mbar. System chłodzenia urządzenia składa się z agregatu wody lodowej, wymiennika ciepła oraz zbiornika z wodą, który jest połączony zarówno z omawianym piecem, jak i innymi piecami zainstalowanymi w laboratorium. Woda w zbiorniku jest w sposób ciągły chłodzona przez wymiennik ciepła, do którego doprowadzany jest – schłodzony przez agregat wody lodowej – glikol. Urządzenie umożliwia wykonywanie klasycznych obróbek cieplnych w próżni z możliwością chłodzenia wsadu razem z urządzeniem w komorze chłodzenia w oleju, powietrzu lub azocie/argonie. Możliwe jest również kontrolowane chłodzenie przez chłodzenie i podgrzewanie komory grzania wraz z wsadem w celu uzyskania zadanej szybkości chłodzenia np. 10°C/min. Urządzenie jest wyposażone w funkcję grzania w ciśnieniu cząstkowym, co pozwala na utrzymywanie określonej wartości próżni. Utrzymanie stałej wartości ciśnienia jest możliwe przez zastosowanie zaworu elektromagnetycznego, który reguluje przepływ gazu obojętnego (azotu) do komory grzania. W przypadku gdy wartość ciśnienia rośnie, zawór zamyka się umożliwiając pompie Rosta zmniejszenie ciśnienia w komorze do

wartości zadanej np. 1 mbar, a w przypadku, gdy ta wartość jest za niska, zawór otwiera się automatycznie, powodując zwiększenie wartości ciśnienia. To rozwiązanie umożliwia obróbkę cieplną materiałów nieżelaznych, które mają różne wartości maksymalnej temperatury sublimacji pierwiastków dla różnych ciśnień. Przykładowo magnez przy ciśnieniu 0,13 mbar i w temperaturze 525°C zaczyna sublimować, natomiast w przypadku niższego ciśnienia 0,013 mbar, sublimacja magnezu rozpoczyna się już w temperaturze 443°C. Ciśnienie cząstkowe pozwala na obróbkę cieplną tych materiałów przez regulację ciśnienia wewnątrz komory grzewczej, które może być zmieniane w zakresie od $5 \cdot 10^{-1}$ do 10 mbar.

Dwukomorowy piec próżniowy z systemem hartowania w oleju umożliwia również wykonanie obróbki cieplno-chemicznej. Do nawęglania wykorzystywane są trzy gazy: etylen, acetylen i wodór. System nawęglający jest wyposażony w automatyczny system mieszania gazów nawęglających w określonej przez użytkownika proporcji. Wraz z urządzeniem udostępnione zostało oprogramowanie SimCarb Plus firmy Seco/Warwick (Rys. 4), umożliwiające wykonanie symulacji procesu nawęglania dla wsadu o określonych wymiarach geometrycznych

Tabela 2. Parametry procesów nawęglania, hartowania i odpuszczania próbki ze stali 16MnCr5

Proces	Temperatura, °C	Czas, min
Nawęglanie	950	93
Hartowanie I	900	5
Wyżarzanie	720	10
Hartowanie II	850	5
Odpuszczanie, chłodzenie w powietrzu	200	120

i składzie chemicznym, co pozwala na wykonanie szybkiej optymalizacji procesu, polegającej na uzyskaniu właściwych czasów dyfuzji i nawęglania przy założonej głębokości warstwy nawęglonej. Wsad jest umieszczany na molibdenowej matrycy, umożliwiającej transport elementów między komorami. Maksymalny ciężar wsadu to 50kg, a maksymalne wymiary to 400/300/250mm (długość/szerokość/wysokość). Urządzenie na wyposażeniu posiada ładowarkę wsadu, umożliwiającą właściwe i bezpieczne załadowanie lub wyładowanie matrycy z wsadem do/z komory załadunkowej.

Wykorzystując piec próżniowy CMe D4 firmy Seco/Warwick wykonano obróbkę cieplno-chemiczną na próbkach ze stali 16MnCr5 przeznaczonej do nawęglania. Badana stal stosowana jest na małe elementy maszyn, od których wymaga się powierzchni odpornej na ścieranie przy zachowaniu plastycznego rdzenia, umożliwiającego przenoszenie obciążeń. Najczęściej wykonuje

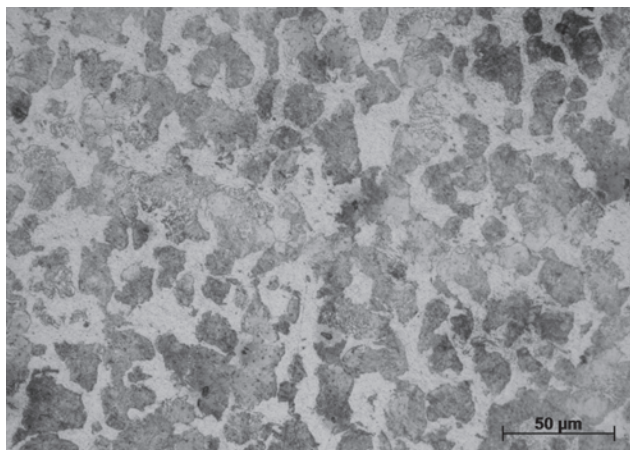
się z niej części przekładni, koła zębate, zębatki, wałki rozrzędu, sworznie itp. Skład chemiczny stali 16MnCr5 zestawiono w Tabeli 1.

Parametry nawęglania i hartowania dobrano zgodnie z danymi zawartymi w normie PN-EN 10084 i przedstawiono w Tabeli 2. Wpisana w oprogramowanie pieca recepturę przedstawiono na Rys. 3b. Operacje odpuszczania na próbce wcześniej nawęglonej i zahartowanej przeprowadzono w piecu firmy Nabertherm w temperaturze 200°C przez dwie godziny. Po odpuszczaniu próbkę chłodzono w powietrzu.

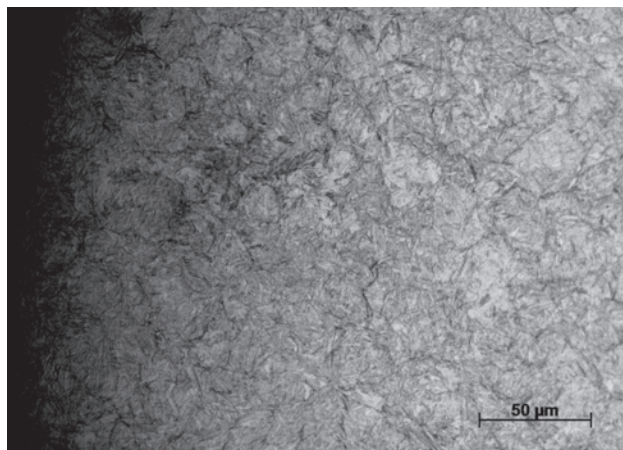
Na podstawie wykonanych zdjęć metalograficznych można zaobserwować zmiany struktury próbki po przeprowadzonej obróbce cieplno-chemicznej. W stanie dostarczenia stal 16MnCr charakteryzowała się strukturą ferrytyczno-perlityczną (Rys. 5). W strukturze stali nawęglonej i zahartowanej można zaobserwować stopniową zmianę składników fazowych. Przybliżona strefa martenzytyczna (Rys. 6) łagodnie zmienia się w martenzyt z obszarami bainitycznymi (Rys. 7). Próbka po nawęglaniu, hartowaniu i odpuszczaniu charakteryzuje się mikrostrukturą martenzytu niskoodpuszczonego (Rys. 8).

Tabela 1. Skład chemiczny stali 16MnCr5 wg PN-EN 10084

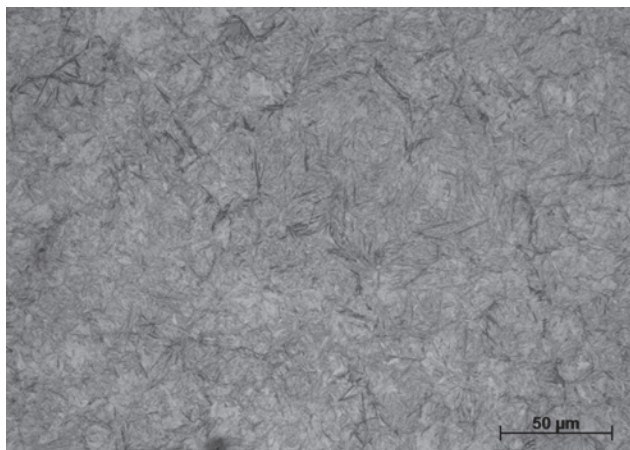
Skład chemiczny, %											
C	Si	Mn	Cr	Ti	Ni	V	Cu	S	P	W	Co
0,14-0,19	0,17-0,37	1-1,3	0,8-1,2	Max 0,5	Max 0,3	Max 0,5	Max 0,3	Max 0,035	Max 0,035	Max 0,2	Max 0,5



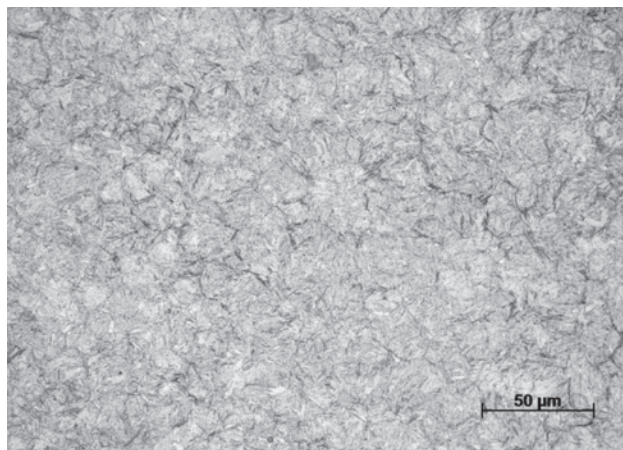
Rys. 5. Struktura stali 16MnCr5 w stanie dostarczenia



Rys. 6. Struktura strefy przybrzeżnej stali 16MnCr5 po nawęglaniu i hartowaniu



Rys. 7. Struktura stali 16MnCr5 po nawęglaniu i hartowaniu



Rys. 8. Struktura stali 16MnCr5 po nawęglaniu, hartowaniu i odpuszczaniu

Pomiary twardości wykonano na zglądach metalograficznych stali 16MnCr5 w stanie dostarczenia i po kolejnych etapach obróbki cieplno-chemicznej. Pomiary te pozwoliły na określenie wpływu obróbki cieplno-chemicznej na twardość badanej stali. Badania zrealizowano metodą Vickersa na mikrotwardościomierzu FM700, zgodnie z normą PN-EN ISO 6507. W Tabeli 3 przedstawiono wartości średnie z wykonanych 5 pomiarów w strefie nawęglonej, przejściowej i w rdzeniu próbki. Otrzymane wyniki potwierdzają poprawnie przeprowadzony proces nawęglania i następu-

jących bezpośrednio po nim procesów obróbki cieplnej. Podążając za wymaganiami i oczekiwaniami światowego przemysłu, firmy wprowadzają na rynek coraz to nowsze piece umożliwiające wykonanie łączonych procesów z zakresu obróbki cieplnej i cieplno-chemicznej. Współczesne

piece wykorzystywane do nawęglania to w pełni zautomatyzowane urządzenia ściśle kontrolujące parametry danego procesu. Odpowiednio dobrane i przestrzegane warunki procesu, nowoczesne, precyzyjne, energooszczędne i ekologiczne urządzenia do obróbki cieplnej w próżni pozwalają

uzyskać optymalne własności dla danego gatunku stali i obrabianego elementu.

* Instytut Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Politechnika Śląska, ul. Konarskiego 18a, 44-100 Gliwice

* barbara.grzegorzczuk@polsl.pl

Tabela 3. Wyniki pomiarów twardości stali 16MnCr5 po nawęglaniu i obróbce cieplnej

Obszar próbki	Twardość próbek HV ₅		
	Materiał w stanie dostarczenia	Materiał po nawęglaniu i hartowaniu	Materiał po nawęglaniu, hartowaniu i odpuszczaniu
Powierzchnia	270	1026	870
Strefa przejściowa	268	847	650
Strefa rdzenia	269	580	420